

SPECTROSCOPIE MÉCANIQUE DE LA RELAXATION DES CONTRAINTES D'INTERFACE DANS LES COMPOSITES À MATRICE MÉTALLIQUE

THÈSE N° 3068 (2004)

PRÉSENTÉE À LA FACULTÉ SCIENCES DE BASE

Institut de physique de la matière complexe

SECTION DE PHYSIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE

POUR L'OBTENTION DU GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES

PAR

Olivier COUTEAU

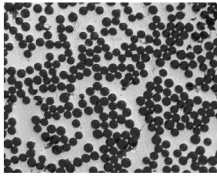
ingénieur diplômé de l'ENSEE Grenoble, France
et de nationalité française

acceptée sur proposition du jury:

Dr R. Schaller, directeur de thèse
Prof. W. Benoit, rapporteur
Prof. A. Curnier, rapporteur
Prof. P. Guyot, rapporteur
Prof. A. Rivière, rapporteur

Lausanne, EPFL
2004

*A mes parents,
Lucette et Mano*



Version abrégée

Les matériaux composites à matrice métallique (MMCs) sont caractérisés par d'excellentes propriétés mécaniques spécifiques. Néanmoins, à cause de la différence de dilatation thermique entre la matrice et les renforts, des contraintes thermiques apparaissent à l'interface des composants. Afin de relaxer ces contraintes, des dislocations sont émises dans la matrice qui peuvent avoir un effet sur le comportement mécanique du matériau.

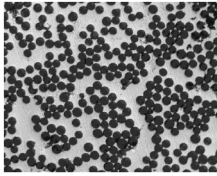
La spectroscopie mécanique, qui caractérise la capacité d'un solide à dissiper de l'énergie lorsqu'il est soumis à une sollicitation mécanique, a été utilisée pour étudier les mécanismes de relaxation se déroulant à l'interface des MMCs. En effet, les dislocations émises dans la matrice à partir de l'interface lors de cycles thermiques sont la source majeure d'amortissement, rendant cette technique très sensible à de tels mécanismes.

Les composites étudiés ont été élaborés par infiltration sous pression gazeuse d'une préforme contenant les renforts de type céramique par du métal liquide. Les composites élaborés sont à matrice aluminium, magnésium et alliage Mg-2%Si connu pour son fort pouvoir d'amortissement. Ils sont renforcés par des fibres courtes et désorientées d'alumine ou des fibres longues et alignées de carbone et carbure de silicium. Dans le cas des fibres longues, deux types d'orientation des fibres ont été obtenus : parallèlement ou perpendiculairement à l'axe du composite. Afin de faire varier la morphologie des interfaces, un traitement thermique a été employé durant l'infiltration des composites à matrice aluminium renforcés par des fibres d'alumine. En augmentant le temps de contact entre la matrice liquide et les fibres, des cristaux d'alumine se forment à la surface des fibres dont la taille augmente avec ce temps.

Les modules élastiques spécifiques des composites élaborés sont nettement supérieurs à ceux des matrices seules et ils sont en accord avec les modèles théoriques existants. Les composites ont subi des cycles thermiques entre 120 K et 500 K pendant lesquels le frottement intérieur ainsi que le module dynamique ont été mesurés en fonction de la température. Il est montré que le comportement de ces deux grandeurs, du maximum de l'amortissement à basse température et de l'anomalie de module dans le cas des matrices magnésium est contrôlé par le mouvement des dislocations émises dans la matrice pour relaxer les contraintes thermiques. Le frottement intérieur est aussi caractérisé par une contribution transitoire, qui dépend de la vitesse de chauffage ou de refroidissement \dot{T} et de la fréquence d'excitation ω durant les cycles thermiques. En employant un modèle développé par Mayencourt et al., il est possible de déterminer deux paramètres C_1 et C_2 sensibles respectivement à la densité de dislocations mobiles relaxant les contraintes thermiques et à la force de l'interface.

La différence de comportement de ces deux paramètres en fonction de la température entre les composites à matrice magnésium et ceux à matrice aluminium tend à montrer le grand potentiel des composites à matrice magnésium. En effet, la force de l'interface faiblit à basse température, assurant une bonne ténacité alors qu'elle augmente à haute température, améliorant ainsi la tenue en fluage.

Enfin, dans le cas des composites à matrice aluminium renforcés par des fibres courtes, où des cristaux d'alumine sont présents à l'interface, il est observé que le module élastique décroît quand la taille des cristaux augmente. Cependant, quand les cristaux dépassent une certaine taille, ils commencent à agir comme des ancreurs entre la matrice et les fibres et le module élastique augmente jusqu'à atteindre sa valeur initiale. En déterminant le paramètre C_1 à partir des mesures du frottement transitoire, il est montré que ce paramètre suit la même tendance que le module élastique, ce qui fait de ce paramètre un bon indicateur de la qualité de l'interface.



Summary

Metal matrix composites are known for their excellent specific mechanical properties. Nevertheless, because of the thermal expansion mismatch between the matrix and the reinforcements, thermal stresses arise at the interfaces of such materials. In order to relax these stresses, dislocations are emitted from the interface and propagate in the matrix, which can influence the mechanical behavior of the composite material.

Mechanical spectroscopy, which characterizes the ability of a solid to dissipate energy under an external excitation, was used to study the relaxation mechanisms occurring at the interface of MMCs. Indeed, the mobile matrix dislocations near the interface are the main sources of damping, making this technique very sensitive to these mechanisms.

Composites studied here were processed by gas-pressure infiltration of the reinforcement preform by the molten metal. The processed composites were based on aluminum, magnesium and Mg-2%Si alloy, which is known for its high damping level. They were reinforced by short misorientated alumina fibers or long and aligned carbon and silicon carbide fibers. In the case of long fibers, two types of orientation were obtained: parallel or perpendicular to the composite axis. In order to modify the interface morphology, a heat treatment was carried out on aluminium matrix composites reinforced by alumina fibers during the infiltration process. By increasing the contact time between the molten matrix and the fibers, alumina crystals were formed on the surface of the fibers, whose size increased with time.

The specific elastic moduli of the processed composites were clearly superior to those of matrix alone and their value agreed well with the existing theoretical models. Composites were submitted to thermal cycles from 120 K to 500 K and the internal friction and dynamical modulus were measured as a function of temperature. It was shown that the behavior of these two parameters, the large maximum at low temperatures and the modulus anomaly in the case of magnesium composites was driven by the motion of the dislocations activated in the matrix in order to relax thermal stresses. The internal friction was also characterized by a transient contribution, depending on the heating or cooling rate \dot{T} and the excitation frequency ω . By using a model developed by Mayencourt and al., it was possible to determine two parameters C_1 and C_2 which were sensitive respectively to the mobile dislocation density relaxing the thermal stresses and the interface strength.

The difference in the behavior of these two parameters as a function of temperature tended to show the great potential of the magnesium matrix composites. Indeed, the interface strength was decreasing at low temperature, allowing a better toughness whereas it was increasing at high temperature, improving the creep resistance.

Finally, in the case of the aluminum matrix composites reinforced by short fibers with alumina crystals at the interface, it was observed that the elastic modulus was decreasing as crystal size increased. However, when the crystals exceeded a certain size, they were acting as pinning points between matrix and fibers, resulting in the increase of the modulus almost to its initial value. By determining the parameter C_1 from the transient damping, it was shown that this parameter followed the same trend as the elastic modulus, which made it a good probe for the interface quality.

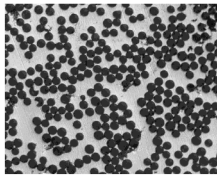
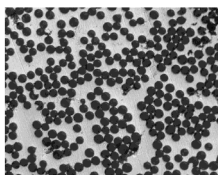


Table des matières

Introduction	1
1 Les matériaux composites à matrice métallique	3
1.1 Naissance des matériaux composites	4
1.1.1 Définition d'un matériau composite	4
1.1.2 Aspects chronologiques	5
1.2 Matériaux composites à matrice métallique	7
1.2.1 Types de composites fabriqués	7
1.2.2 Quelques exemples d'applications	8
1.3 Considérations théoriques sur les composites	8
1.3.1 Modules élastiques	9
Fibres parallèles	9
Fibres perpendiculaires	10
1.3.2 Contraintes internes	11
1.3.3 Concentrations de dislocations et plasticité	13
1.4 Problèmes dans les MMCs	14
1.4.1 Contraintes d'interface	14
1.4.2 Fatigue thermo-mécanique	15
1.4.3 Conclusion	16
2 Spectroscopie mécanique	17
2.1 Aspects phénoménologiques de l'anélasticité	18
2.2 Différentes définitions du frottement intérieur	20
2.2.1 Oscillations libres - système résonant	21
2.2.2 Oscillations forcées - système sub-résonant	22
2.3 Frottement intérieur dans les composites à matrice métallique	23
2.3.1 Frottement intérieur d'origine hystérétique	23
2.3.2 Frottement intérieur dû aux dislocations	24
2.4 MMCs modèles pour les mesures de spectroscopie mécanique	27
3 Techniques expérimentales	29
3.1 Elaboration des matériaux composites	30
3.1.1 Introduction	30
3.1.2 Infiltration par pression gazeuse	31

	Machine d'infiltration	31
	Étapes de l'élaboration	32
	Composites fabriqués	33
3.2	Mesure du frottement intérieur	34
3.2.1	Mesure en mode libre	36
3.2.2	Mesure en mode forcé	38
3.2.3	Comparaison entre les deux modes	40
3.3	Mesures des propriétés élastiques	40
3.3.1	Module de torsion	40
3.3.2	Module d'Young	41
3.4	Caractérisation microstructurale	41
3.4.1	Préparation des échantillons	41
3.4.2	Microscopie optique	42
3.4.3	Microscopie électronique à balayage - EDX	42
3.4.4	Microscopie électronique à transmission	42
4	Elaboration, propriétés mécaniques et microstructures	45
4.1	Elaboration des composites	46
4.1.1	Cas des composites à base Aluminium	46
4.1.2	Cas des composites à base Magnésium	48
4.2	Microstructures des composites étudiés	49
4.2.1	Renforts avant infiltration	50
4.2.2	Composites à base aluminium et magnésium	51
4.2.3	Composites Al/Saffil TM sans et avec traitement thermique	51
4.3	Propriétés mécaniques des composites étudiés	54
5	Frottement intérieur et anomalie de module des composites	57
5.1	Frottement intérieur et module dynamique	58
5.1.1	Composites à matrice Magnésium	58
	Mg et Mg-2%Si purs	58
	Mg-2%Si renforcé par des fibres Saffil TM	59
	Mg-2%Si renforcé par des fibres longitudinales de carbone	59
	Mg-2%Si renforcé par des fibres longitudinales de SiC	61
	Comparaison des spectres de frottement intérieur	62
5.1.2	Composites à matrice Aluminium	64
	Al renforcé par des fibres Saffil TM	64
	Al renforcé par des fibres SiC	65
	Comparaison des spectres de frottement intérieur	65
5.2	Anomalie de module	66
5.2.1	Cycle thermique à \dot{T} constant	67
5.2.2	Cycle thermique avec des recuits	67
5.2.3	Effet de l'amplitude de déformation	69
5.2.4	A basses fréquences	71

5.2.5	Discussion	71
5.3	Interprétation de l'anomalie de module	73
5.4	Conclusion	77
6	Relaxation des contraintes thermiques	79
6.1	Cycle thermique avec recuits	80
6.2	Cycles thermiques avec différents \dot{T} et ω	83
6.3	Modèle de Mayencourt et al.	86
6.4	Composites avec différentes orientations de fibres	89
6.4.1	Composites à matrice magnésium	89
6.4.2	Composites à matrice aluminium	94
6.5	Effet de l'orientation pour les composites perpendiculaires 1 et 2	95
7	Tester la force d'interface dans les composites Al/SaffilTM	99
7.1	Présentation des composites Al/Saffil TM	100
7.1.1	Sans traitement thermique	100
7.1.2	Avec traitement thermique	101
7.2	Frottement intérieur en fonction de \dot{T} et ω	105
7.3	Modules élastiques et paramètre C_1	106
7.4	Comportement des composites à fortes amplitudes de déformation	108
8	Discussion générale	113
	Conclusion	117
	Références bibliographiques	119
A	Résolution du modèle de Mayencourt et al.	123
A.1	Résolution analytique	123
	\dot{T}/ω faibles	124
	\dot{T}/ω intermédiaires	126
	\dot{T}/ω élevés	127
A.2	Résolution numérique	128
B	Fraction volumique de fibres déterminée par analyse d'image	133
	Remerciements	137
	Curriculum vitæ	139
	Publications	141



Introduction

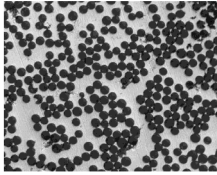
Dans un grand nombre de secteurs industriels comme l'aéronautique ou l'industrie automobile, la recherche de matériaux avec de meilleures propriétés mécaniques spécifiques, c'est-à-dire rapportées à la densité du matériau, est très importante. C'est dans ce but que les matériaux composites ont été développés. Ils combinent une matrice de faible densité qui contribue à la diminution de la densité du matériau final et des renforts rigides qui augmentent la rigidité du matériau final par rapport à la matrice seule.

Les composites à matrice polymère se retrouvent déjà dans un grand nombre d'applications de par leur facilité d'élaboration. Mais leur température maximale d'utilisation et leur tenue en température sont limitées. C'est pourquoi les composites à matrice métallique (MMCs) ont été développés.

La combinaison d'une matrice métallique avec des fibres céramiques peut amener à une augmentation du module d'Young du composite de 200% par rapport à la matrice seule et qui s'accompagne d'une diminution de la densité d'environ 5% (composite à matrice aluminium renforcé par des fibres de carbone haute performance). Mais de tels matériaux ne sont pas sans inconvénients. En effet, à cause de la différence de dilatation thermique entre la matrice et les renforts, des contraintes thermiques sont générées à l'interface de tels matériaux. Ces contraintes internes peuvent avoir un effet néfaste sur le comportement mécanique de ces matériaux. Plus particulièrement, la manière dont ces contraintes vont être relaxées lorsque le matériau est sollicité thermo-mécaniquement va conditionner la bonne tenue du matériau. C'est la raison pour laquelle il est primordial de comprendre les mécanismes de relaxation des contraintes d'interface des matériaux composites.

Ce travail se propose donc d'étudier la relaxation des contraintes d'interface d'origine thermique dans des composites à matrice métallique par spectroscopie mécanique. Cette technique mesure la capacité d'un matériau à dissiper de l'énergie lorsqu'il est sollicité thermo-mécaniquement. Or, dans les MMCs, les mécanismes dissipatifs se déroulent principalement au niveau de l'interface, ce qui fait de la spectroscopie mécanique une technique très sensible pour étudier ce type de matériau. Des composites modèles à matrice magnésium et aluminium ont été élaborés. Des composites avec des fibres parallèles ou perpendiculaires à l'axe du composite ont pu être fabriqués. Dans le cas de composites à matrice aluminium renforcés par des fibres courtes, la morphologie de l'interface a pu être modifiée par traitement thermique. Ils ont été soumis à des cycles thermiques sur un domaine de température compris entre 150 K et 500 K pendant lesquels des mesures de spectroscopie mécanique ont été conduites.

Le rapport de thèse se divise en sept chapitres. Le premier chapitre est consacré à introduire le concept de matériaux composites à matrice métallique et certains modèles théoriques permettant d'exprimer leurs propriétés mécaniques comme le module élastique ou les contraintes thermiques. Le chapitre 2 présente le principe de la technique de spectroscopie mécanique et les résultats les plus importants déduits de cette technique concernant les matériaux composites à matrice métallique. Le chapitre 3 donne une description des différentes techniques expérimentales utilisées pour la spectroscopie mécanique, la détermination des propriétés mécaniques des composites et leur caractérisation microstructurale. Le chapitre 4 présente l'allure des différentes microstructures observés dans ces matériaux et discute des valeurs de module élastique mesurées pour les composites avec différentes orientations de renforts. Les spectres de frottement intérieur et de module dynamique sont rassemblés dans le chapitre 5. Il y est aussi discuté de l'anomalie de module rencontrée dans certains composites. Le chapitre 6 s'attache à présenter les résultats concernant le comportement du frottement intérieur en fonction de l'orientation des fibres. Enfin, le chapitre 7 a pour but de montrer que la spectroscopie mécanique peut être utilisée pour comparer qualitativement la force de l'interface entre différents composites.



Chapitre 1

Les matériaux composites à matrice métallique

Le principe de base des matériaux composites, c'est-à-dire la combinaison de matériaux aux propriétés différentes pour obtenir un matériau avec de nouvelles propriétés, existe de façon naturelle ou artificielle depuis très longtemps. Mais, les premiers matériaux composites à matrice métallique ne sont apparus qu'il y a une cinquantaine d'années. Ces matériaux sont déjà à l'origine de nombreuses applications.

Ce chapitre sera l'occasion de présenter les différents modèles qui ont été développés au cours des dernières décennies pour décrire les propriétés mécaniques de ces matériaux telles que le module élastique ou les contraintes internes en fonction des propriétés des constituants individuels du composite. Les problèmes liés à la génération des contraintes thermiques et qui motivent ce travail seront mentionnés à la fin de ce chapitre.

1.1 Naissance des matériaux composites

1.1.1 Définition d'un matériau composite

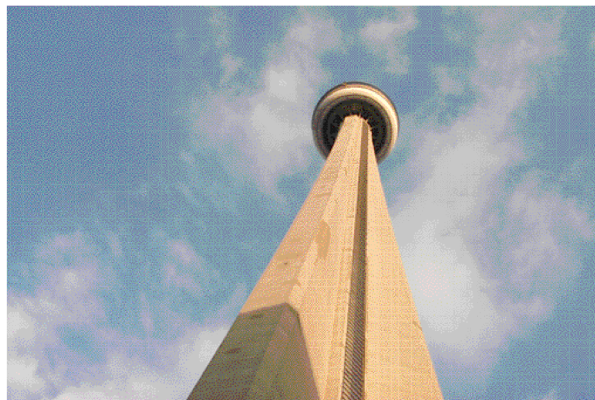
Les matériaux peuvent être divisés en trois grandes classes, dépendant principalement de la nature des liaisons chimiques entre les différents atomes qui les composent et/ou de l'ordre qui apparaît dans le matériau (Ashby et Jones, 1996) : les métaux, les céramiques et les polymères. Les métaux sont caractérisés par la liaison métallique et un ordre cristallin (périodicité de la position des atomes dans les trois directions de l'espace). Les céramiques sont aussi caractérisées par un ordre cristallin mais les liaisons interatomiques sont covalentes ou ioniques. Les polymères sont sous forme d'un enchevêtrement de longues chaînes carbonées où les liaisons qui interviennent sont majoritairement de type C-H ou C-C et de type Van der Waals. Chacune de ces catégories va donner lieu à des propriétés physiques différentes et plus particulièrement des propriétés mécaniques très diverses. De part la nature de la liaison covalente, les céramiques sont très rigides et ne se déforment qu'élastiquement alors que les métaux ont une rigidité plus faible mais ils sont plus ductiles. Les polymères ont une densité beaucoup plus faible que les céramiques et les métaux et une rigidité quelques ordres de grandeur plus faible.

Dans le cas des matériaux composites, il est impossible de les classer dans l'une de ces trois classes de par leur définition. Un matériau composite est un matériau qui est composé d'au moins deux phases différentes. Ces phases appartiennent généralement à deux classes distinctes. Le but est de combiner deux matériaux aux propriétés différentes pour obtenir un troisième matériau avec de nouvelles propriétés, celles-ci en relation avec les différentes phases. Par exemple, les matériaux composites à matrice métallique (MMCs) combinent une matrice avec une faible densité et des renforts généralement céramiques qui vont accroître la rigidité du matériau final.

Bien que le concept de matériau composite soit récent, les matériaux composites ont existé de tous temps, que ce soit d'abord de façon naturelle ou plus tard artificiellement. Dans l'Égypte ancienne et en Mésopotamie, des marqueteries (pièce d'ébénisterie dans laquelle le bois est associé à des métaux ou des pierres précieuses) composés de bande de cuivre assemblées par de l'asphalte ou de la résine font déjà penser à des matériaux composites, même si leur fonction est seulement ornementale (Delmonte, 1987). Une autre manière d'illustrer l'apparition ancienne de composites est de considérer deux bâtiments érigés à deux époques de l'histoire humaine espacées dans le temps d'environ huit siècles (cf. figure 1.1). *A priori*, tout sépare cette mosquée construite par la civilisation Dogon (toujours existante) au Mali durant le *XIII^{ème}* siècle et l'une des plus grandes constructions modernes en béton armé fabriquées par l'homme, la CN Tower qui s'élève à plus de 550 mètres au dessus de la ville de Toronto au Canada. Que l'homme utilise un mélange de terre et de fibres végétales ou un mélange de béton et de câbles métalliques pour fabriquer un bâtiment, la démarche qui le pousse à faire cela est exactement la même. Le but est de combiner des matériaux aux propriétés différentes et souvent complémentaires pour obtenir un matériau final aux propriétés meilleures que celle des matériaux de départ. Cette comparaison illustre le fait que le concept de matériau composite existe depuis longtemps.



a- La mosquée de Nando, Mali, Afrique Occidentale, *XII^{ème}* siècle (Lauber, 1998).



b- CN Tower, Toronto, Canada, *XX^{ème}* siècle ¹.

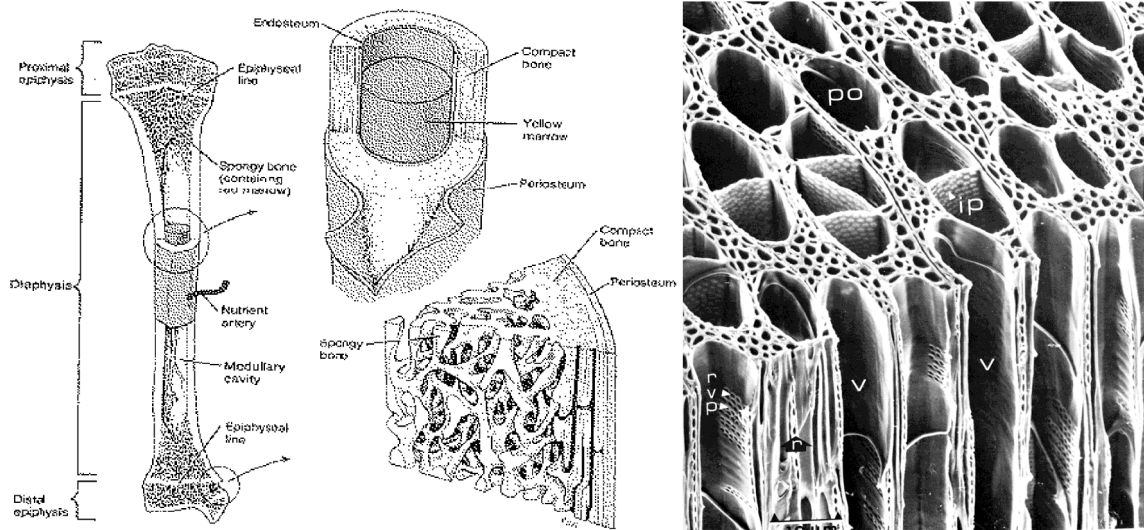
Fig. 1.1: Utilisation de matériaux composites comme matériaux de construction au fil du temps.

Il est à noter que des matériaux qui peuvent être appelés composites existent déjà à l'état naturel. Par exemple, le bois présente une structure composite. Il est composé de cellules dont les parois sont formées de lignine (polymère amorphe) qui joue le rôle de matrice et la rigidité est assurée par des fibres de cellulose cristalline (polymère de composition $(C_6H_{10}O_5)_n$ synthétisé par l'arbre à partir du glucose $C_6H_{12}O_6$ par une réaction de condensation) (Core et al., 1979; Meylan et Butterfield, 1971). Dans le corps humain, il est aussi possible de trouver des matériaux de type composite (Spence, 1990; Martin, 1999). L'os humain est composé de particules d'hydroxyapatite (céramique) liées par une matrice de collagène (polymère). Sa structure se compose d'une partie centrale spongieuse entourées de lamelles à base de collagène. Ces exemples sont illustrés par la figure 1.2.

1.1.2 Aspects chronologiques

Comme beaucoup des plus grandes avancées technologiques qui sont apparues tout au long de l'histoire humaine, les matériaux composites modernes sont nés d'exigences provenant de besoins militaires (Schwartz, 1996; Miracle et Donaldson, 2001). En 1940, apparaissent les premières utilisations de composites à matrice polyester renforcés par des fibres de verre dans les avions et les tanks. Le premier composite à matrice epoxy apparaît en 1952 où il est utilisé dans les radômes (partie protégeant le radar à l'avant d'un

¹<http://www.aviewoncities.com>



a- Structure composite d'un os humain (Martin, 1999)

b- Structure composite du bois (Core et al., 1979). Elle est représentée ici par des cellules vides contenant normalement les fibres de cellulose.

Fig. 1.2: Structures composites existant dans des matériaux biologiques.

avion), les aubes de rotor, les planchers, les ailes et le fuselage. La quantité de matériaux composites utilisée dans des appareils militaires passent de 90.7 kg en 1960 dans l'avion de combat A-6A à près de 600 kg en 1978 dans l'avion de combat F-18A. Les premiers efforts pour fabriquer des matériaux composites à matrice métallique apparaissent à la fin des années 1950 et au début des années 1960. Le but était d'augmenter la gamme de propriétés mécaniques des matériaux métalliques déjà existants tout en diminuant leur densité. Le développement de monofilaments de bore et ensuite de carbure de silicium SiC ultra-rigides durant les années 1960 et le début des années 1970 a largement contribué à la création de nouveaux composites renforcés par fibres. A la fin des années 1970, l'intérêt pour les composites à renforts particuliers a supplanté celui pour les composites fibreux du fait de leur plus simple élaboration et de leur coût moins élevé. Mais les composites fibreux ont continué à se développer au cours des années 80 et 90. Le meilleur exemple est l'utilisation de composites à matrice titane renforcés par des monofilaments résistants aux hautes températures dans les moteurs à turbine. Les matériaux composites à matrice métallique ont aussi fait une extraordinaire percée dans le domaine des transports et du conditionnement des appareils électroniques. Aujourd'hui, les volumes de matériaux composites produits pour l'industrie militaire et aérospatiale et pour le secteur du transport du conditionnement se sont inversés par rapport à l'époque de la création des composites. En 1999, le marché pour le conditionnement des appareils électroniques à lui seul était 5 fois plus grand que le marché de l'aérospatiale (Miracle et Donaldson, 2001).

1.2 Matériaux composites à matrice métallique

1.2.1 Types de composites fabriqués

Le but de ce paragraphe n'est pas de donner une liste exhaustive de tous les types de composites existant sur le marché mais plutôt de décrire sous quelle forme les matériaux composites peuvent être trouvés. Pour cela, il convient de considérer les différents composants d'un matériau composite : la matrice, les renforts et l'interface ou éventuellement l'interphase. L'interface est la région qui délimite le passage de la matrice aux renforts dans le matériau. Elle peut prendre différentes formes dépendant de la réaction entre la matrice et les renforts (Schwartz, 1992). L'interphase est une phase supplémentaire qui est délibérément placée à l'interface entre la matrice et les renforts afin d'améliorer leur affinité par exemple.

En ce qui concerne la matrice, trois métaux ont fait l'objet des plus grands développements dans l'industrie des composites : l'aluminium, le magnésium et le titane (Hull et Clyne, 1996). Ils sont généralement sous forme d'alliages pour améliorer leur propriétés physiques et mécaniques. Contrairement aux matrices polymères, le gain en rigidité dû aux renforts est relativement faible mais en contre-partie, l'amélioration d'autres propriétés mécaniques comme la résistance à l'usure ou au fluage est plus grande. De plus, ces trois métaux sont très réactifs avec l'oxygène, ce qui a une grande influence sur les produits de réaction à l'interface. Ceci a des conséquences sur l'élaboration de ces composites comme il sera montré dans le chapitre 3.

Les renforts peuvent se trouver sous différentes formes avec différentes natures chimiques :

- ◇ particules : cela peut être des particules de carbure de silicium (SiC), d'alumine (Al_2O_3), de carbure de bore (B_4C) ou de borure de titane (TiB_2) dont les dimensions peuvent varier entre 5 et 20 μm . Elles peuvent être des sous-produits provenant de la métallurgie ou de l'affinage de minerai, ou alors elles sont produites par des procédés sol-gel.
- ◇ whiskers : ce sont des renforts filaires qui peuvent être en carbure de silicium ou alumine. Ils sont fabriqués par réaction en phase vapeur et ils sont souvent caractérisés par un fort rapport d'échelle (rapport entre la plus grande et la plus petite dimension du renfort).
- ◇ fibres courtes : ce sont des fibres composées d'un mélange d'alumine δ et de silice (SiO_2 dont le rôle est de stabiliser la phase δ de l'alumine) avec un diamètre variant entre 1 et 10 μm et une longueur pouvant aller jusqu'à quelques millimètres. Elles peuvent se trouver dans le commerce sous les noms de SaffilTM (utilisé dans cette étude), Kaowool ou FiberfraxTM.
- ◇ fibres longues : il existe sur le marché un grand nombre de fibres qui se présentent sous forme de filament bobiné. La plupart peuvent aussi être préparées sous forme de textile. Elles sont en carbone, carbure de silicium (par exemple NicalonTM utilisé lors de cette étude), alumine (NextelTM), borure de titane ou silice. Elles peuvent être fabriquées par le filage d'un précurseur puis par pyrolyse.

- ◇ monofilaments : ce sont des fibres avec un grand diamètre (jusqu'à $150 \mu\text{m}$) qui sont fabriquées par déposition en phase vapeur de carbure de silicium ou de bore sur une fibre de carbone ou de tungstène.

Il existe également différentes architectures pour les renforts qui vont dépendre du type d'élaboration du composite. Par exemple, les composites particulaires ou renforcés par des whiskers seront généralement isotropes même s'ils peuvent présenter une orientation privilégiée des renforts quand ils sont fabriqués par extrusion. Les composites renforcés par des fibres longues peuvent aussi être produit sous forme lamellaires où l'orientation des fibres changera d'une lamelle à l'autre.

En ce qui concerne l'interphase, les composés qui sont déposés à la surface des renforts sont très divers. Souvent, les fibres trouvées dans le commerce sont recouvertes de polycarbonates (NicalonTM par exemple) qui augmente l'affinité entre les fibres et la résine pour la fabrication de composites à matrice polymère. Dans le cas de fibres de SiC utilisées dans la fabrication de MMCs, leur affinité avec le métal liquide lors de l'élaboration sera augmentée en déposant une couche de silice. Cette couche agit aussi comme une barrière de diffusion afin d'éviter une trop forte réaction entre les fibres et le métal. Cette question d'affinité entre métal et renforts sera vu plus en détail dans le chapitre 3.

1.2.2 Quelques exemples d'applications

Comme suggéré dans le paragraphe 1.1.2, les matériaux composites sont employés dans un grand nombre d'industries : automobile, aéronautique et aérospatiale, électronique et construction (Schwartz, 1996). Par exemple, des composites renforcés par des particules de SiC (Durante et al., 1997; Sallit et al., 1998) sont employés pour fabriquer des disques de frein dû à leur excellente résistance à l'usure. L'ajout d'un anneau de composite renforcé par des fibres d'alumine à l'extrémité du piston d'un moteur augmente considérablement la résistance à l'usure du piston (Rohatgi, 1991). Un bon exemple de l'emploi des matériaux composites à matrice métallique se trouve dans l'industrie électronique en tant que matériaux de conditionnement. Les matériaux recherchés doivent présenter une grande conductivité thermique pour pouvoir évacuer la chaleur dans des systèmes électroniques de plus en plus denses (ce qui est assuré par la matrice métallique) et un faible coefficient de dilatation thermique. Le but est d'avoir un coefficient de dilatation qui soit similaire à ceux des semi-conducteurs comme le silicium (de l'ordre de 5.10^{-6}). Ces requis peuvent être atteints par des composites à matrice aluminium renforcés par des particules de SiC (Zweben, 1988). Le coefficient de dilatation thermique de tels composites diminue en augmentant la fraction volumique de particules jusqu'à atteindre celui du silicium pour 70 % de particules.

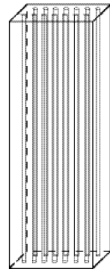
1.3 Considérations théoriques sur les composites

Il est à noter que même les matériaux monophasés peuvent présenter une anisotropie de leurs propriétés mécaniques. Par exemple, une plaque d'aluminium aura un module

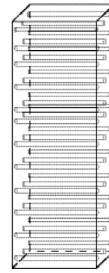
élastique plus grand dans la direction de l'extrusion que transversalement du fait de la texture résultant de l'élaboration (Ashby et Jones, 1996). Il est donc compréhensible que les matériaux composites, dû à leur structure, présentent des propriétés anisotropes. C'est la raison pour laquelle un grand nombre de modèles ont été développés pour décrire et donner une expression analytique des propriétés mécaniques de tels matériaux. Dans ce paragraphe seront présentés les modèles concernant les modules élastiques, les contraintes internes (d'origine thermo-mécanique) et quelques considérations sur les concentrations de dislocations qui sont créées à l'interface de ces matériaux.

1.3.1 Modules élastiques

Les modules élastiques d'un matériau composite dépendent évidemment des modules élastiques de la matrice et des renforts. Ils dépendent aussi de l'orientation et de la géométrie des renforts. En donner une expression en fonction de tous ces paramètres peut s'avérer très difficile. Néanmoins, certains cas simples peuvent être résolus. Il s'agit du cas où les fibres sont toutes alignées selon une direction, soit parallèlement ou perpendiculairement à l'axe du composite (figure 1.3).



a- Fibres parallèles à l'axe du composite



b- Fibres perpendiculaires à l'axe du composite

Fig. 1.3: Représentation schématique des composites avec les fibres toutes alignées entre elles.

Fibres parallèles

Ce modèle suppose que la cohésion à l'interface est parfaite (le transfert de charge est total entre la matrice et les fibres). Ainsi, lorsque le composite est sollicité, la déformation dans la matrice ε_m et les fibres ε_f est la même (figure 1.3a), notée ε_c , soit :

$$\varepsilon_c = \varepsilon_m = \varepsilon_f \quad (1.1)$$

C'est pourquoi ce modèle est appelé "parallèle" ou "iso-strain". La contrainte appliquée sur le composite σ_c se répartit entre la matrice et les fibres selon leur fraction volumique respective, c'est-à-dire

$$\sigma_c = f\sigma_f + (1 - f)\sigma_m \quad (1.2)$$

où f est la fraction volumique des fibres et σ_i avec $i = m, f$ est la contrainte exercée respectivement dans la matrice et dans les fibres. Connaissant la loi de Hooke,

$$\sigma_i = E_i \varepsilon_i \quad \text{avec} \quad i = m, f, c \quad (1.3)$$

où E_i est le module d'Young et les indices m, f, c se réfèrent respectivement à la matrice, aux fibres et au composite. En combinant les équations 1.1 à 1.3, le module d'Young du composite s'exprime :

$$E_c = f E_f + (1 - f) E_m \quad (1.4)$$

Cette expression est aussi appelée "loi des mélanges" et se vérifie très bien expérimentalement.

Fibres perpendiculaires

A nouveau, il est supposé que le transfert de charge entre la matrice et les fibres est total. Dans le cas de fibres perpendiculaires à l'axe du composite, il est évident que la contrainte dans la matrice σ_m et dans les fibres σ_f sont les mêmes, soit

$$\sigma_c = \sigma_m = \sigma_f \quad (1.5)$$

C'est pourquoi ce modèle est appelé "série" ou "iso-stress". La déformation totale du composite ε_c se répartit entre la matrice et les fibres selon leur fraction volumique respective, c'est-à-dire

$$\varepsilon_c = f \varepsilon_f + (1 - f) \varepsilon_m \quad (1.6)$$

Soit, en combinant la loi de Hooke avec les équations 1.5 et 1.6, le module élastique du composite s'exprime :

$$\frac{1}{E_c} = \frac{f}{E_f} + \frac{1-f}{E_m} \quad \text{ou} \quad E_c = \left[\frac{f}{E_f} + \frac{1-f}{E_m} \right]^{-1} \quad (1.7)$$

Un grand nombre d'autres modèles ont été développés au cours des dernières décennies. Ci-après ne sera mentionné que le modèle de Halpin-Tsai (Halpin et Tsai, 1967) qui donne une bonne approximation du module sur une large gamme de fraction volumique de fibres. Il s'exprime de la manière suivante :

$$E_c = E_m \frac{1 + \xi \eta f}{1 - \eta f} \quad (1.8)$$

$$\text{et} \quad \eta = \frac{\frac{E_f}{E_m} - 1}{\frac{E_f}{E_m} + \xi}$$

où ξ est un paramètre d'ajustement qui est généralement de l'ordre de l'unité. Les trois expressions du module sont représentées en fonction de la fraction volumique de fibres f

sur la figure 1.4. Ces modèles seront utilisés pour interpréter les mesures expérimentales des modules élastiques des composites employés plus loin dans l'étude. Il est à noter que dans le cas des composites sans orientation privilégiée, les deux expressions 1.4 et 1.7 du module définissent les bornes supérieure et inférieure respectivement du module de ce type de composite.

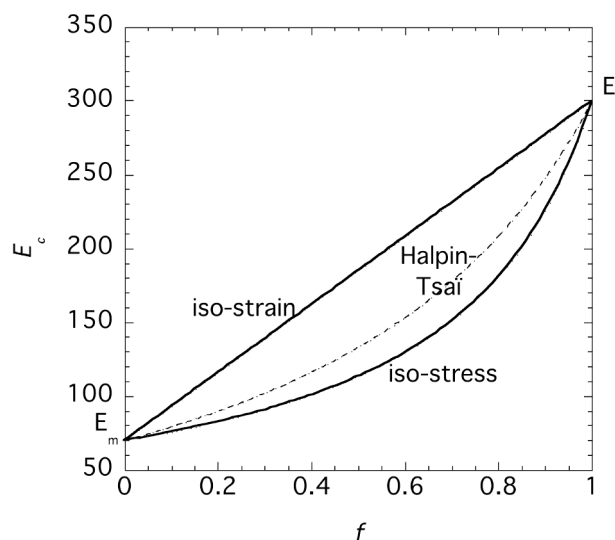


Fig. 1.4: Module élastique en fonction de la fraction volumique de fibres pour les modèles iso-strain, iso-stress et Halpin-Tsai.

1.3.2 Contraintes internes

De par leur nature, les matériaux composites sont soumis à des contraintes internes d'origine mécanique et/ou thermique. Elles sont dues respectivement à la différence de module d'Young et/ou de coefficient de dilatation thermique entre la matrice et les renforts. Puck illustre ce type de contrainte dans des composites modèles à matrice polymère en utilisant le phénomène de biréfringence optique (Puck, 1967). La figure 1.5 représente un composite renforcé par des fibres de verre (cercles noirs) sollicité selon l'axe vertical de l'image. Les franges situées au-dessus et en-dessous des fibres représentent les positions sous fortes contraintes. Il sera vu dans la suite de cette étude que ces contraintes ont une grande influence sur les propriétés mécaniques des matériaux composites. Il est donc primordial de pouvoir les évaluer en fonction des différents paramètres du matériau. Pour cela, il s'agit de considérer un cas simple, c'est-à-dire une fibre rectiligne (F) entourée de la matrice (M) telle que sur la figure 1.6 (Arsenault et Taya, 1989). Etant donné que la matrice a un coefficient de dilatation thermique plus élevé que les fibres, lorsque la température augmente, la matrice se dilate plus que les fibres et inversement lorsque la température diminue. Si l'hypothèse d'un transfert de charge total entre la matrice et les fibres est faite (c'est-à-dire sans décohésion à l'interface), leur déformation due à la dilatation thermique

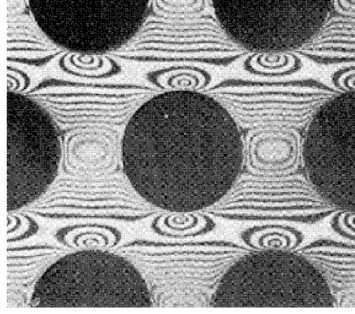


Fig. 1.5: Image photoélastique illustrant l'apparition des contraintes internes dans les matériaux composites (Puck, 1967).

sera la même. Ceci se traduit par l'apparition de contraintes de compression dans la matrice et de tension dans les fibres lorsque la température augmente et inversement lorsqu'elle diminue. Autrement dit, les contraintes internes créées respectivement dans la matrice σ_m et dans les fibres σ_f s'équilibrent selon l'équation :

$$-(1 - f)\sigma_m + f\sigma_f = 0 \quad (1.9)$$

Les différences de déformation dues à la dilatation thermique de la matrice et des fibres prises individuellement et celle du composite s'accroissent selon l'expression :

$$\alpha_m \Delta T - \varepsilon_c = \frac{\sigma_m}{E_m} \quad (1.10)$$

$$\varepsilon_c - \alpha_f \Delta T = \frac{\sigma_f}{E_f} \quad (1.11)$$

où α_i est le coefficient de dilatation thermique, les indices m, f se réfèrent respectivement à la matrice et aux fibres et ΔT est la variation de température. En combinant l'équation 1.9 avec les équations 1.10 et 1.11, les contraintes σ_m et σ_f peuvent s'exprimer comme :

$$\begin{aligned} \sigma_m &= \frac{f E_m E_f \Delta \alpha \Delta T}{E_c} \\ \sigma_f &= \frac{(1 - f) E_m E_f \Delta \alpha \Delta T}{E_c} \end{aligned} \quad (1.12)$$

où E_c est le module d'Young du composite tel qu'exprimé dans l'équation 1.4 et $\Delta \alpha$ est la différence de coefficient de dilatation thermique entre la matrice et les fibres. En première approximation, les contraintes thermiques sont proportionnelles à la fraction volumique de fibres et à la différence de dilatation thermique entre les deux phases.

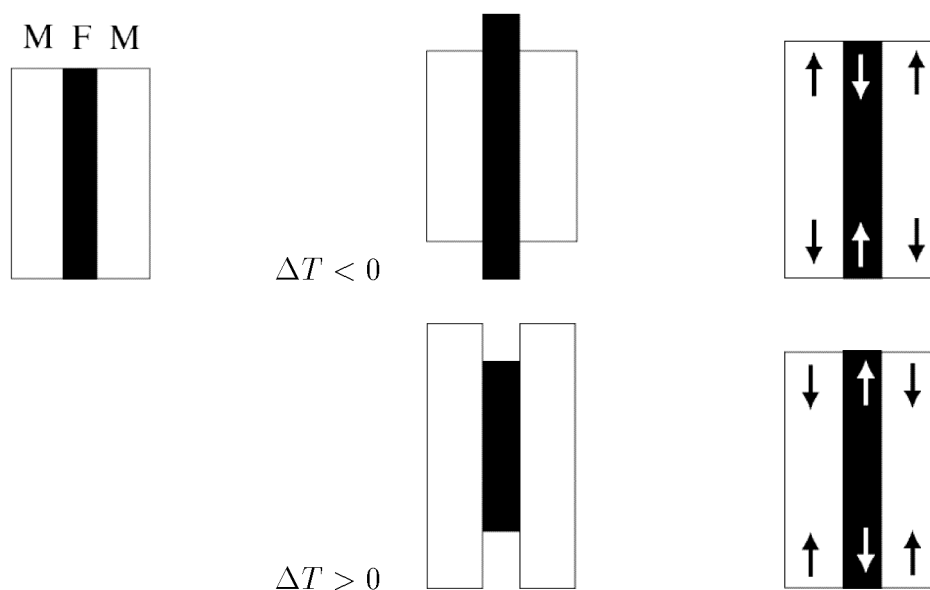


Fig. 1.6: Contraintes thermiques créées à l'interface d'un matériau composite soumis à un changement de température ΔT

1.3.3 Concentrations de dislocations et plasticité

Si les contraintes thermiques qui sont créées à l'interface des matériaux composites dépassent localement la limite élastique de la matrice, des dislocations sont alors formées. Plus particulièrement, lorsque le matériau composite est refroidi de sa température d'élaboration à la température ambiante, les contraintes internes dans la matrice peuvent excéder la limite élastique de la matrice² et le résultat est l'apparition d'une forte densité de dislocations à l'interface (Arsenault et Taya, 1989; Hull et Clyne, 1996). Il est donc primordial d'avoir une estimation de cette densité en fonction des propriétés du composite ainsi qu'une idée de son évolution lorsque la température varie. Dans ce but, Dunand et Mortensen (Dunand et Mortensen, 1991) ont étudié la création de dislocations dans des composites modèles. Pour cela, ils ont utilisés des composites à base de chlorure d'argent renforcés par des fibres d'alumine. La matrice étant transparente, l'observation de l'interface a pu se faire par microscopie optique. Ils ont ainsi observé l'apparition de dislocations à l'interface qui forment des boucles prismatiques. Ils considèrent alors le cas de la formation d'une zone plastique lorsqu'une inclusion sphérique ou cylindrique est introduite dans

²Par exemple, dans le cas d'un composite à matrice aluminium renforcé par 30 % de fibres de SiC, $\Delta T \sim 400$ K, $\Delta\alpha \sim 20.10^{-6}$ K⁻¹, $f = 0.3$, $E_m = 70$ GPa et $E_f = 400$ GPa, soit $\sigma_m = 400$ MPa, qui est supérieure à la limite élastique de la matrice.

une matrice homogène isotrope dont le rayon s'exprime :

$$r_c = a_c \left(\frac{2E}{(5-4\nu)\sigma_y} \right)^{1/2} \quad (1.13)$$

$$r_s = a_s \left(\frac{E}{3(1-\nu)\sigma_y} \right)^{1/3} \quad (1.14)$$

où les indices c et s se réfèrent respectivement au cas cylindrique et sphérique, a correspond au rayon de l'inclusion, E est le module d'Young de la matrice, ν est son coefficient de poisson et σ_y est sa limite élastique. En adaptant ces équations à la formation de la zone plastique due à la différence de dilatation thermique entre la matrice et les fibres, les auteurs peuvent exprimer le rayon de la zone plastique autour d'une inclusion pour une variation de température ΔT comme :

$$r_c = a_c \left(\frac{4 \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T \cdot E}{(5-4\nu)\sigma_y} \right)^{1/2} \quad (1.15)$$

$$r_s = a_s \left(\frac{\Delta\alpha \cdot \Delta T \cdot E}{(1-\nu)\sigma_y} \right)^{1/3} \quad (1.16)$$

où $\Delta\alpha$ est la différence de dilatation thermique entre la matrice et les fibres. Dans le cas du composite déjà considéré pour estimer la valeur des contraintes thermiques (exemple ci-dessus), ces expressions donnent une estimation de la concentration de dislocations à l'interface de l'ordre de 10^9 cm^{-2} , ce qui est relativement important. Ceci explique les amas denses de dislocations à l'interface des MMCs observés par microscopie électronique à transmission (Arsenault et Taya, 1989; Clyne et Withers, 1993; Dunand et Mortensen, 1991).

1.4 Problèmes dans les MMCs

1.4.1 Contraintes d'interface

Il a été montré que des contraintes internes d'origine thermo-mécanique peuvent apparaître dans les matériaux composites à matrice métallique. Plus particulièrement, une expression de ces contraintes dans le cas thermique a été présentée dans le paragraphe 1.3.2. Ces contraintes sont à l'origine d'un grand nombre de phénomènes dans les MMCs. Afin d'illustrer cela, la courbe de déformation d'un composite modèle renforcé par des fibres longues et alignées sera considérée. La matrice métallique est ductile alors que les fibres de rigidité plus grande ne se déforment qu'élastiquement. La figure 1.7 représente schématiquement la courbe de déformation en tension parallèlement aux fibres. Trois régions peuvent être distinguées : la région *I* où la matrice et les fibres se déforment élastiquement, la région *II* où la contrainte dépasse la limite élastique de la matrice σ_{ym} qui se déforme plastiquement alors que les fibres se déforment encore élastiquement et la

région *III* où les fibres sont cassées et la contrainte s'exerce seulement dans la matrice jusqu'à rupture. Cette modélisation illustre le fait que le transfert de charge entre la matrice et les fibres est un paramètre important car c'est lui qui contrôle le passage de la région *I* à la région *II*.

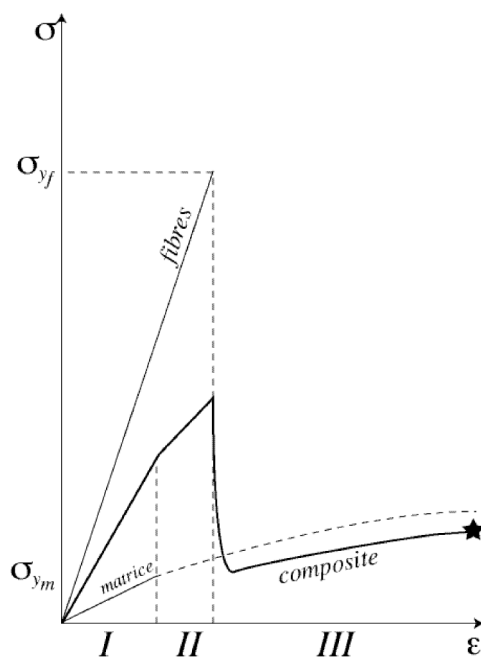


Fig. 1.7: Représentation schématisée de la courbe de déformation en tension d'un matériau composite à matrice métallique renforcé par des fibres alignées (Ashby et Jones, 1996).

Il est donc évident que le comportement mécanique d'un tel matériau va dépendre très fortement des phénomènes qui se déroulent à l'interface, c'est-à-dire des mécanismes de relaxation des contraintes d'interface. Si les contraintes d'interface sont relaxées par mouvement de dislocations, la résistance mécanique sera meilleure que pour la matrice seule. Par contre, si les contraintes sont relaxées par endommagement, le résultat sera désastreux pour le comportement mécanique du composite.

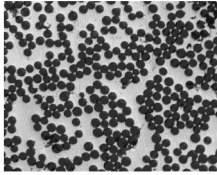
1.4.2 Fatigue thermo-mécanique

Les contraintes d'interface vont aussi jouer un rôle capital dans le comportement en fatigue. Il est à noter que les composites sont sensibles à la fatigue mécanique comme la plupart des matériaux. Mais ils sont aussi sensibles (et probablement à un niveau plus élevé) à la fatigue thermique puisque les contraintes d'interface d'origine thermique sont relativement élevées. La qualité des renforts ainsi que leur taille et leur forme jouent un rôle important sur le type de fracture rencontré (Miserez et al., 2004). Mais, l'évolution

et la relaxation des contraintes thermiques vont fortement influencer le comportement du composite.

1.4.3 Conclusion

Les matériaux composites sont caractérisés par un grand nombre de paramètres physiques et microstructuraux qui influencent leur comportement mécanique. Les plus importants de ceux-ci sont les contraintes thermo-mécaniques générées à l'interface et la manière dont elles sont relaxées. La spectroscopie mécanique, qui est l'étude de la capacité d'un solide à dissiper de l'énergie mécanique, s'est déjà montrée efficace pour traiter ce type de problème. Dans ce travail, l'étude des composites se base donc essentiellement sur cette technique, qui est décrite dans le paragraphe suivant.



Chapitre 2

Spectroscopie mécanique

Ce chapitre s'attache à décrire le principe de la spectroscopie mécanique à l'aide tout d'abord d'une approche phénoménologique. Dépendant du type de sollicitation mécanique auquel le matériau est soumis, deux définitions du frottement intérieur sont alors données.

Les principales contributions de la spectroscopie mécanique à la compréhension des mécanismes de relaxation des contraintes thermiques dans les matériaux composites à matrice métallique sont décrites.

Enfin, les objectifs de ce travail sont présentés avec la description de la stratégie mise en œuvre : fabrication de composites modèles (Al pur et Mg pur), avec des orientations de fibres différentes et variations de la nature de l'interface.

2.1 Aspects phénoménologiques de l'anélasticité

Cette présentation phénoménologique de l'anélasticité s'appuie sur deux ouvrages de référence traitant de l'anélasticité des solides (Nowick et Berry, 1972; Schaller et al., 2001). Lorsqu'un solide élastique est soumis à une sollicitation, la contrainte σ qui lui est appliquée est proportionnelle à sa déformation ε selon la loi de Hooke,

$$\sigma = E\varepsilon \quad \text{ou} \quad \varepsilon = J\sigma \quad (2.1)$$

où E est le module d'Young et J est l'inverse du module d'Young ou "compliance élastique". En première approximation, cette relation s'applique à tous les matériaux et elle ne dépend pas du temps. Si un solide élastique se déforme de ε_0 correspondant à une contrainte σ_0 , il emmagasine de l'énergie élastique W_{el} qui peut s'exprimer dans le cas élastique linéaire comme :

$$W_{el} = \int_0^{\varepsilon_0} \sigma d\varepsilon = \int_0^{\varepsilon_0} E\varepsilon d\varepsilon = E \frac{\varepsilon_0^2}{2} \quad (2.2)$$

$$= \int_0^{\sigma_0} \sigma J d\sigma = J \frac{\sigma_0^2}{2} \quad (2.3)$$

Mais, les solides contiennent généralement des défauts de structure comme les lacunes ou les dislocations, qui peuvent par leur mouvement ou par leurs interactions dissiper une part de cette énergie. Le *frottement intérieur* FI (ou *amortissement*) peut ainsi être défini. Il est relié à la capacité d'un solide à amortir ou absorber toutes sollicitations mécaniques. Il est proportionnel au rapport de l'énergie dissipée $\Delta W_{dissipée}$ sur l'énergie élastique emmagasinée W_{el} (éq. 2.4).

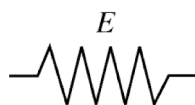
$$FI \propto \frac{\Delta W_{dissipée}}{W_{el}} \quad (2.4)$$

Plus particulièrement, dans le cas d'une sollicitation cyclique (Nowick et Berry, 1972), le frottement intérieur s'exprime comme :

$$FI = \frac{1}{2\pi W_{el}} \oint \delta W_{dissipée} \quad (2.5)$$

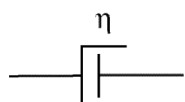
où W_{el} est l'énergie élastique totale emmagasinée durant un cycle et $\oint \delta W_{dissipée}$ est l'énergie dissipée durant le même cycle. Par exemple, dans un diagramme $\sigma - \varepsilon$, elle correspond à l'aire du cycle. Une manière de modéliser les comportements anélastiques ou microplastiques est d'utiliser des éléments rhéologiques dont certains d'entre eux sont décrits ci-après :

- ◇ le ressort qui ne dissipe pas d'énergie. Il correspond au comportement élastique du solide considéré ; la contrainte appliquée est proportionnelle à la déformation résultante comme représenté ci-dessous,



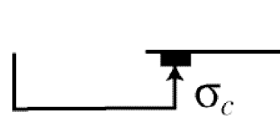
$$\sigma = E\varepsilon$$

- ◇ l'amortisseur visqueux qui se caractérise par une dissipation d'énergie dû au frottement. Il transforme donc un travail mécanique en chaleur. Il s'agira d'un amortisseur de type newtonien lorsque la force qui lui est appliquée est proportionnelle à sa vitesse de déformation, soit :



$$\sigma = \eta \dot{\varepsilon}$$

- ◇ le patin de frottement sec qui ne se déformera que lorsque la contrainte dépasse une contrainte critique σ_c . Cet élément donne lieu à un frottement intérieur de type hystérétique :



$$\sigma = \begin{cases} \sigma_c & \text{si } \dot{\varepsilon} > 0 \\ [-\sigma_c, \sigma_c] & \text{si } \dot{\varepsilon} = 0 \\ -\sigma_c & \text{si } \dot{\varepsilon} < 0 \end{cases}$$

En assemblant ces éléments rhéologiques en série, en parallèle ou une combinaison des deux, il est possible de reproduire des comportements de type anélastique. Par exemple, le système rhéologique décrit à la figure 2.1 caractérise le solide anélastique standard (Nowick et Berry, 1972). Il est composé d'un ressort associé en parallèle avec un ressort et un amortisseur eux-mêmes en série. Dès qu'une contrainte est appliquée, les deux ressorts se déforment instantanément, caractérisant l'élasticité du solide. Puis, l'amortisseur se déforme jusqu'à ce que la contrainte totale soit transmise entièrement au ressort E_r , ceci traduisant le comportement anélastique du solide. E_r correspond donc au module élastique relaxé du solide. Les équations qui caractérisent ce solide sont donc :

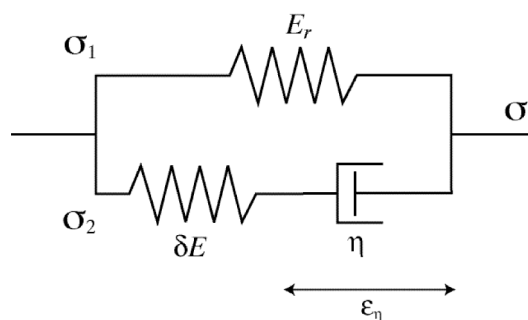


Fig. 2.1: Représentation rhéologique du solide anélastique standard.

$$\begin{aligned} \sigma &= \sigma_1 + \sigma_2 \\ \varepsilon &= \varepsilon_1 = \varepsilon_2 \end{aligned} \quad (2.6)$$

où σ et ε représentent respectivement la contrainte et la déformation totales du solide et les indices 1 et 2 se réfèrent aux deux branches du modèle rhéologique (cf. figure 2.1). Les contraintes σ_1 et σ_2 et la déformation ε s'expriment grâce aux définitions des éléments rhéologiques comme :

$$\begin{aligned}\sigma_1 &= E_r \varepsilon \\ \sigma_2 &= \eta \frac{d\varepsilon_\eta}{dt} \\ \varepsilon &= \frac{\sigma_2}{\delta E} + \varepsilon_\eta\end{aligned}\quad (2.7)$$

où les modules E_r et δE et le coefficient de frottement η sont définis sur la figure 2.1 et ε_η est la déformation de l'amortisseur. En combinant les équations 2.6 et 2.7, l'équation qui régit le comportement du solide anélastique standard, dépendante du temps, s'exprime comme :

$$\sigma + \frac{\eta}{\delta E} \dot{\sigma} = E_r \varepsilon + \eta \left(1 + \frac{E_r}{\delta E}\right) \dot{\varepsilon} \quad (2.8)$$

soit, en posant $\tau_\varepsilon = \eta/\delta E$ le temps de relaxation du mécanisme dissipatif,

$$\sigma + \tau_\varepsilon \dot{\sigma} = E_r \varepsilon + E_u \tau_\varepsilon \dot{\varepsilon} \quad (2.9)$$

où $E_u = E_r + \delta E$ est le module non relaxé du solide, c'est-à-dire au moment où la contrainte σ est appliquée au solide.

2.2 Différentes définitions du frottement intérieur

Lorsqu'un matériau présente de l'anélasticité, la déformation anélastique résultante est très faible (de l'ordre de 10^{-6}). Par exemple, il est impossible de la détecter lors d'un essai de traction à vitesse de déformation constante. C'est la raison pour laquelle il faut employer une technique qui offre une plus grande sensibilité sur la déformation. Pour cela, la technique du pendule de torsion est souvent employée (Schaller et al., 2001). Le solide considéré est excité en torsion de telle façon qu'il oscille autour de sa position d'équilibre. Un tel système se comporte comme un oscillateur harmonique. Dans le cas de faibles déformations, l'équation qui régit son mouvement peut s'exprimer sous la forme suivante (dans le cas où il n'y a qu'un seul degré de liberté noté θ) (Rao, 1990) :

$$I\ddot{\theta} + k\theta = M_{ext} \quad \text{sans dissipation} \quad (2.10)$$

$$I\ddot{\theta} + k(1 + i \tan \delta)\theta = M_{ext} \quad \text{avec dissipation} \quad (2.11)$$

où I est le moment d'inertie de l'oscillateur, k est une constante de raideur, M_{ext} est le couple extérieur exercé sur l'oscillateur et $\tan \delta$ traduit le fait que l'oscillateur dissipe de l'énergie. C'est ce terme qui est relié au frottement intérieur du solide considéré. Dans le cas où il n'y a pas de dissipation d'énergie, $\tan \delta$ est nul et le système se comporte comme un oscillateur harmonique non amorti (éq. 2.10). Ce terme est aussi appelé l'amortissement du solide considéré. Expérimentalement, il peut être déterminé à partir de deux techniques

correspondant : au cas des oscillations libres ($M_{ext} = 0$) donnant le décrément logarithmique et au cas des oscillations forcées ($M_{ext} = M_0 \exp(i\omega t)$) donnant l'angle de perte mécanique.

2.2.1 Oscillations libres - système résonant

Dans le cas d'oscillations libres, l'oscillateur est excité à l'aide d'une impulsion puis il oscille autour de sa position d'équilibre. L'équation 2.11 devient alors :

$$I\ddot{\theta} + k(1 + i \tan \delta)\theta = 0 \quad (2.12)$$

et

$$\omega_r^2 = \frac{k}{I} \quad (2.13)$$

représente la fréquence propre ou fréquence de résonance de l'oscillateur. Une solution de l'équation 2.12 peut prendre la forme :

$$\theta(t) = \theta_0 \exp(i\omega^* t) \quad \text{où} \quad \omega^* = \omega_r \left[1 + \frac{1}{2}i \tan \delta\right] \quad (2.14)$$

ou

$$\theta(t) = \theta_0 \exp(-\pi f_r \tan \delta t) \exp(i\omega_r t) \quad \text{avec} \quad \omega_r = 2\pi f_r \quad (2.15)$$

où θ_0 est l'amplitude d'oscillation à $t = 0$. L'allure des oscillations en fonction du temps lorsque l'oscillateur a été excité est représenté sur la figure 2.2. L'amplitude d'oscillation décroît avec le temps et l'enveloppe des oscillations est logarithmique. A partir de l'équation

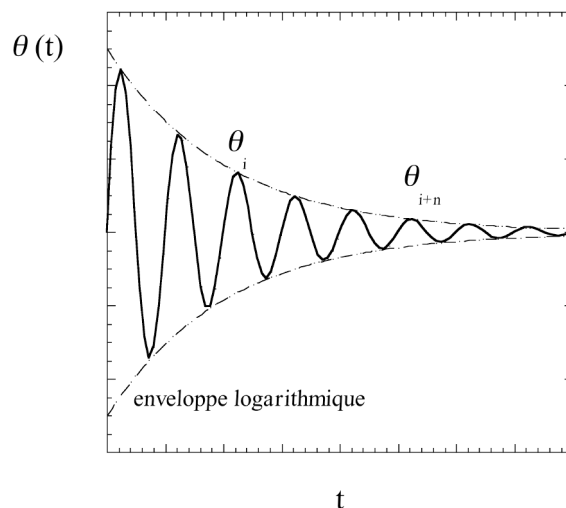


Fig. 2.2: Représentation schématique des oscillations libres d'un oscillateur harmonique. L'enveloppe de la courbe est logarithmique. θ_i et θ_{i+n} sont les amplitudes de la $i^{\text{ème}}$ et $i + n^{\text{ème}}$ oscillation respectivement.

2.15, il est possible de trouver une expression du terme de dissipation δ . Il est appelé le décrement logarithmique et l'équation 2.16 en donne son expression,

$$\tan \delta = \frac{1}{\pi n} \ln\left(\frac{\theta_i}{\theta_{i+n}}\right) \quad (2.16)$$

où θ_i et θ_{i+n} sont les amplitudes de la $i^{\text{ème}}$ et $i+n^{\text{ème}}$ oscillation respectivement.

2.2.2 Oscillations forcées - système sub-résonant

Dans le cas des oscillations forcées, un couple extérieur cyclique d'amplitude M_0 et de fréquence ω constantes est appliqué au système. L'équation 2.11 devient :

$$I\ddot{\theta} + k(1 + i \tan \delta)\theta = M_0 \exp(i\omega t) \quad (2.17)$$

et une solution de cette équation peut s'écrire :

$$\theta = \theta_0 \exp(i(\omega t - \phi)) \quad (2.18)$$

où ϕ est le déphasage entre l'excitation et la réponse de l'oscillateur et θ_0 est l'amplitude de la réponse. Ceci est illustré sur la figure 2.3. En combinant les deux équations 2.17 et

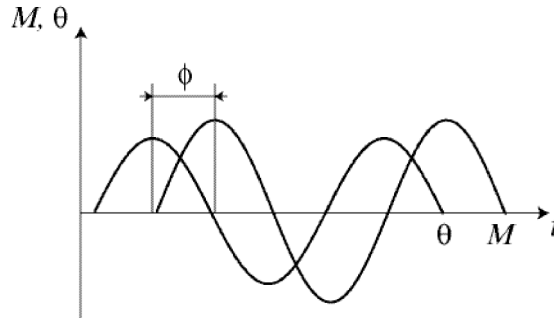


Fig. 2.3: Représentation schématique de l'excitation M et de la réponse θ d'un oscillateur harmonique en fonction du temps. Le déphasage entre l'excitation et la réponse est donné par ϕ tel que dans l'équation 2.18.

2.18, il est possible d'écrire :

$$-\omega^2\theta_0 + \omega_r^2(1 + i \tan \delta)\theta_0 = \frac{M_0}{I} \exp(i\phi) \quad (2.19)$$

et à partir de cette équation, le déphasage de l'oscillateur ϕ peut être relié à l'amortissement du solide considéré $\tan \delta$ selon :

$$\tan \phi = \frac{\omega_r^2}{\omega_r^2 - \omega^2} \tan \delta \quad (2.20)$$

Il est aisé de comprendre à partir de l'équation 2.20 que pour un oscillateur forcé, l'amortissement du solide considéré sera égale au déphasage de l'oscillateur si la fréquence d'excitation est très faible devant la fréquence de résonance de l'oscillateur, i.e $\omega \ll \omega_r$. Dans ce cas, l'amortissement sera donné par $\tan \phi \approx \tan \delta$, appelé l'angle de perte mécanique.

En conclusion, il a été montré que le frottement intérieur FI d'un solide peut s'exprimer de différentes façons. Il est possible de montrer que, dans le cas où ϕ reste faible, ces différentes expressions peuvent être reliées entre elles (Nowick et Berry, 1972) selon les égalités ci-dessous :

$$FI = \frac{1}{2\pi W_{el}} \oint \Delta W_{dissipée} = \tan \phi = \delta$$

2.3 Frottement intérieur dans les composites à matrice métallique

Les matériaux composites ont fait l'objet de nombreuses études basées sur la spectroscopie mécanique au cours des dernières années. Il s'est avéré que cette technique révèle très distinctement les phénomènes se déroulant à l'interface des composites. La plupart des chercheurs étudiant les MMCs à l'aide de la spectroscopie mécanique considèrent que le frottement intérieur provient de deux contributions : un frottement intrinsèque qui est dû aux constituants individuels qui forment le composite et un frottement transitoire qui est dû à la relaxation des contraintes thermiques qui sont générées à l'interface. Il sera montré plus loin que cette dernière contribution dépend essentiellement de la vitesse à laquelle la température varie \dot{T} et de la fréquence d'excitation ω . Il est souvent écrit :

$$FI = FI_{cons}(T) + FI_{trans}(\dot{T}, \omega) \quad (2.21)$$

où FI_{cons} et FI_{trans} correspondent respectivement au frottement intérieur dû aux constituants individuels du composite et au frottement transitoire dû à la relaxation des contraintes internes.

2.3.1 Frottement intérieur d'origine hystérétique

Parrini (Parrini et Schaller, 1996) observe par spectroscopie mécanique dans le cas de composites à base aluminium renforcés par des fibres courtes un pic acéré lorsqu'il mesure le frottement intérieur en fonction de l'amplitude d'excitation σ_0 (cf. figure 2.5a). Il interprète ce pic comme dû à un frottement sec provenant de l'interface. C'est-à-dire, pour une amplitude d'excitation critique σ_c , la décohésion de l'interface apparaît, ce qui donne naissance à un comportement hystérétique. Ceci peut être modélisé en utilisant des éléments rhéologiques comme vu au paragraphe 2.1. L'anélasticité dans ce cas est modélisée par un patin de frottement sec caractérisé par une contrainte critique σ_c en parallèle avec un ressort comme indiqué sur la figure 2.4. La branche contenant le patin de

frottement sec se déformera lorsque la contrainte appliquée σ_0 dépasse σ_c , provoquant un comportement hystérétique à l'origine de la dissipation d'énergie. Il est possible de montrer que le frottement intérieur relié à ce phénomène s'exprime alors comme :

$$\begin{cases} FI = 0 & \text{si } \sigma_0 < \sigma_c \\ FI = \Delta \frac{1}{\pi} \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_0}\right)^2 & \text{si } \sigma_0 > \sigma_c \end{cases} \quad (2.22)$$

où Δ est l'intensité de la relaxation et vaut $E/\delta E$. L'allure du pic de frottement sec associé à ce mécanisme est représenté sur la figure 2.5b.

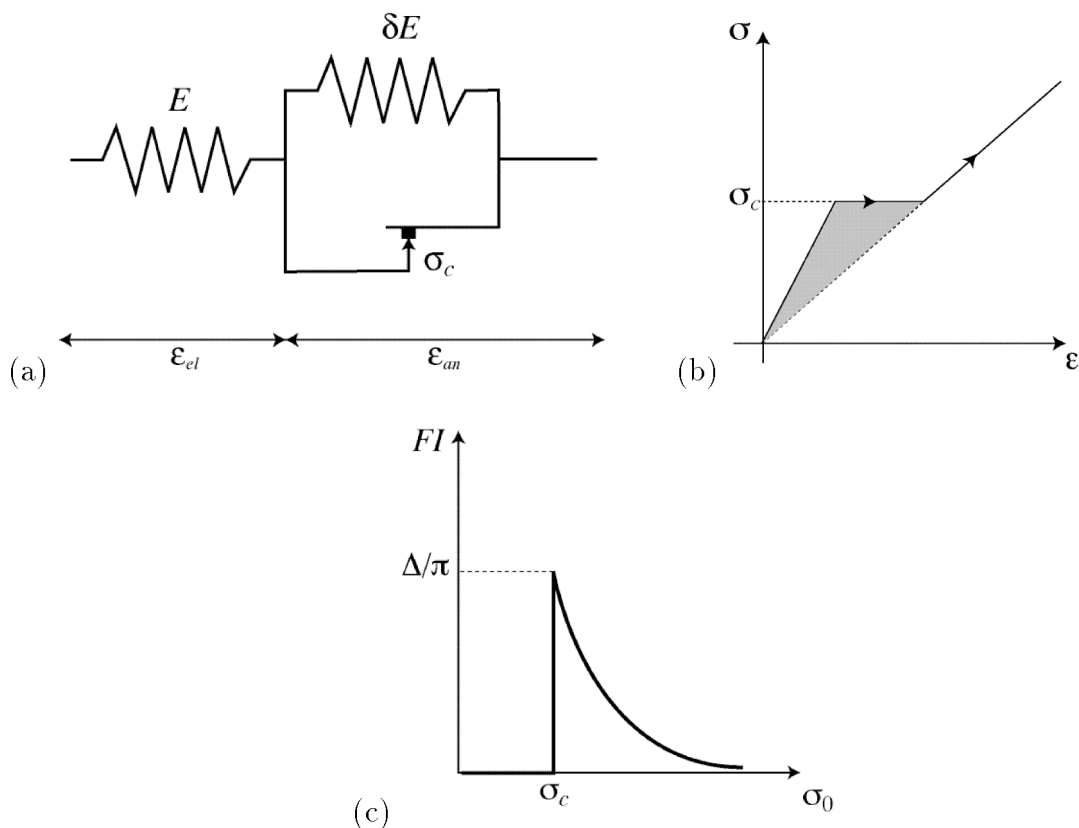


Fig. 2.4: (a) Système rhéologique composé d'un ressort associé en série avec un ressort et un patin de frottement sec caractérisé par une contrainte critique σ_c en parallèle, (b) la courbe contrainte-déformation correspondante (l'aire du cycle hystérétique correspond à l'énergie dissipée) et (c) l'allure théorique du frottement intérieur en fonction de l'amplitude d'excitation σ_0 déduite de (b).

2.3.2 Frottement intérieur dû aux dislocations

Un grand nombre de chercheurs qui étudient la relaxation des contraintes thermiques dans les MMCs par spectroscopie mécanique font l'hypothèse que cette relaxation est dûe

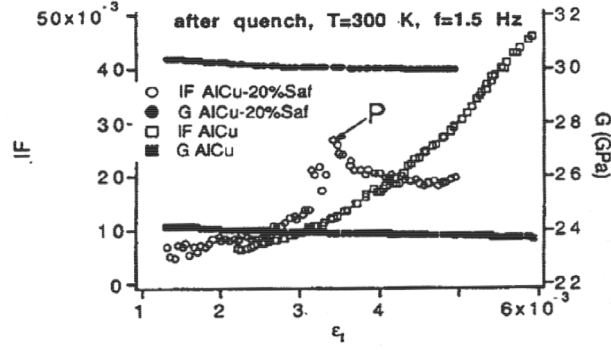


Fig. 2.5: Décohésion de l'interface dans un composite à matrice aluminium détectée par spectroscopie mécanique : pic de frottement sec en fonction de l'amplitude d'excitation σ_0 (Parrini et Schaller, 1996).

au mouvement des dislocations présentes à l'interface (Carreno-Morelli et al., 1998b; Zhou et al., 1992). Par exemple, Carreno-Morelli et al. observent dans des composites à matrice aluminium renforcé par des fibres SAFFILTM un large maximum de frottement intérieur à basses températures interprété comme suit (Carreno-Morelli et al., 2000). En partant des hautes températures, lorsque la température diminue, les contraintes thermiques dans la matrice augmentent jusqu'à être suffisantes pour activer les dislocations. Ceci se traduit par une augmentation du frottement. Puis, plus la température diminue, plus la mobilité des dislocations décroît entraînant une diminution du frottement intérieur. D'où l'apparition d'un large maximum à basses températures. Kustov et al. observe le même large maximum à basses températures dans des composite aluminium renforcés par des particules de SiC et l'attribue aussi à la mobilité des dislocations (Kustov et al., 2001).

La relaxation des contraintes thermiques peut aussi être étudiée en soumettant le matériau composite à des cycles thermiques à une vitesse de refroidissement et de chauffage constante \dot{T} . Beaucoup d'auteurs observent que la partie transitoire du frottement intérieur FI_{trans} est proportionnelle à \dot{T} et inversement proportionnelle à la fréquence d'excitation ω . Ceci est interprété comme dû à la relaxation des contraintes thermiques par le mouvement des dislocations. La déformation anélastique tirée de la loi d'Orowan (Orowan, 1940) peut alors s'exprimer comme :

$$\varepsilon_{an} = \rho_m b \bar{u} \quad (2.23)$$

où ρ_m est la concentration de dislocations mobiles, b est le vecteur de Burgers des dislocations et \bar{u} est le déplacement moyen d'une dislocation. Puisque les dislocations bougent sous l'action des contraintes thermiques, il est généralement supposé que \bar{u} est proportionnelle à la variation de température, soit :

$$\bar{u} = A \Delta \alpha \Delta T \quad (2.24)$$

où A est un coefficient constant, $\Delta\alpha$ est la différence de dilatation thermique entre la matrice et les fibres et ΔT est la variation de température. En combinant les équations 2.23 et 2.24, la vitesse de déformation anélastique s'écrit :

$$\dot{\varepsilon}_{an} = A\rho_m b\Delta\alpha\dot{T} \quad (2.25)$$

et le frottement intérieur transitoire peut être calculé à l'aide de l'équation 2.5 :

$$FI_{trans} = \frac{1}{\pi J\sigma_0^2} \oint \sigma_0 \sin(\omega t) A\rho_m b\Delta\alpha\dot{T} dt \quad (2.26)$$

en supposant que $\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t)$ est la contrainte appliquée au composite et $W_{el} = J\sigma_0^2/2$. De plus, les dislocations dissipent de l'énergie lorsque les contraintes appliquées et thermiques agissent dans la même direction, c'est-à-dire que l'intégrale doit être calculée entre 0 et π/ω , soit :

$$FI_{trans} = \frac{1}{\pi J\sigma_0^2} \int_0^{\pi/\omega} \sigma_0 \sin(\omega t) A\rho_m b\Delta\alpha\dot{T} dt \propto \frac{\dot{T}}{\omega} \quad (2.27)$$

Cette expression ne donne pas une valeur absolue du frottement transitoire car le paramètre A n'est pas complètement déterminé mais elle permet d'expliquer la dépendance linéaire du frottement transitoire avec \dot{T}/ω .

Carreno-Morelli et al. ont étudié le frottement intérieur de composites à matrice aluminium renforcés par des fibres courtes et désorientées (Carreno-Morelli et al., 2000). En utilisant le concept de zone plastique développé par Dunand et Mortensen (Dunand et Mortensen, 1991) décrit dans le paragraphe 1.3.3 et en considérant le durcissement généré par le recouvrement de ces zones plastiques, une expression donnant le frottement intérieur en fonction de la température au refroidissement peut être calculée. A nouveau, une relation linéaire entre le frottement intérieur et le paramètre \dot{T}/ω est trouvée. De plus, cette expression permet de montrer que le frottement intérieur augmente avec la fraction volumique de fibres et diminue avec la limite élastique de la matrice, ce qui est en accord avec leurs observations expérimentales.

Vincent et al. ont également étudié le frottement intérieur dans des composites à matrice aluminium ou des alliages d'aluminium renforcés par des particules de SiC (Vincent et al., 1996). Ils considèrent que le mouvement des dislocations qui sont émises dans la matrice pour relaxer les contraintes thermiques est contrôlé par un mécanisme de frottement sec. Ils en déduisent la position d'équilibre des dislocations dans la matrice en fonction de la température quand les composites sont refroidis de la température d'élaboration. Cette approche leur permet aussi de calculer de façon numérique le frottement intérieur au refroidissement en fonction de la température et le résultat trouvé est en très bon accord avec les valeurs expérimentales.

Mayencourt et al. (Mayencourt et Schaller, 1998; Mayencourt, 1999) ont étudié des composites à matrice magnésium renforcés par des fibres de SiC ou de SaffilTM. Leurs mesures de frottement intérieur sont effectuées en soumettant les composites à des cycles thermiques couvrant une gamme importante en \dot{T} et ω , particulièrement plus grande que dans les études antérieures. La relaxation des contraintes thermiques est aussi interprétée par

le mouvement des dislocations à l'interface. En s'appuyant sur le même type de comportement observé dans des alliages martensitiques autour de la température de transformation (Gremaud et al., 1987; Delorme et Gobin, 1973), les auteurs développent un modèle pour le frottement intérieur transitoire en fonction de la variable \dot{T}/ω . Le modèle décrit très bien la dépendance non-linéaire du frottement transitoire avec \dot{T}/ω observée sur cette gamme élargie de \dot{T} et ω et l'expression calculée pour FI_{trans} est la suivante,

$$FI_{trans} = 2C_1C_2 \frac{\dot{T}}{\omega} \frac{1 - \frac{\pi}{2}C_2 \frac{\dot{T}}{\omega}}{1 + \frac{\pi}{2}C_2 \frac{\dot{T}}{\omega}} \quad (2.28)$$

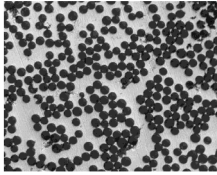
où C_1 et C_2 sont des paramètres d'ajustement. Le détail du modèle sera décrit dans le chapitre 6 puisque ce modèle va servir de base à l'analyse des résultats présentés dans ce travail.

2.4 MMCs modèles pour les mesures de spectroscopie mécanique

Le frottement intérieur dépend fortement des phénomènes qui se déroulent à l'interface et qui sont sensibles aux interactions entre la matrice et les fibres. Pour cette raison, des composites modèles ont été fabriqués en utilisant des matrices simples, c'est-à-dire du magnésium pur, un alliage Mg-2%Si connu pour son fort pouvoir d'amortissement et de l'aluminium pur.

L'orientation et la distribution des renforts utilisées pour les composites fabriqués correspondent à des géométries simples, c'est-à-dire des fibres longues toutes alignées entre elles et parallèles ou perpendiculaires à l'axe de torsion dans le pendule de frottement intérieur. Des composites avec des fibres courtes et sans orientation privilégiée ont aussi été fabriqués. Le but est d'observer l'effet de l'orientation des renforts sur le comportement en frottement intérieur des composites.

Enfin, afin d'étudier l'influence de la nature de l'interface sur le comportement des composites en spectroscopie mécanique, des composites modèles à matrice aluminium où la morphologie de l'interface a pu être modifiée ont été fabriqués.



Chapitre 3

Techniques expérimentales

Ce chapitre a pour but de décrire les techniques expérimentales utilisées lors de ce travail. Après une brève introduction sur les techniques d'élaboration des matériaux composites, l'infiltration de préforme par du métal liquide à l'aide d'une pression gazeuse, technique utilisée dans cette étude, est présentée ainsi que les matériaux qui ont été utilisés en tant que matrice et renforts.

Les mesures de frottement intérieur ont été effectuées à l'aide de plusieurs pendules de torsion. Leur principe de fonctionnement ainsi que leur conception mécanique sont décrits pour les deux modes utilisés : libre et forcé. Les appareils qui permettent de mesurer les propriétés élastiques des composites (module d'Young et de torsion) sont aussi présentés. Enfin, la procédure de préparation des échantillons pour les observations microstructurales ainsi que pour la mesure de la fraction volumique de renforts sont décrites. Les microscopes utilisés ainsi que leur conditions d'utilisation sont mentionnés.

3.1 Elaboration des matériaux composites

3.1.1 Introduction

Lorsqu'un liquide est posé sur une surface plane formée par un solide, le liquide prend à l'équilibre la forme d'une goutte (figure 3.1). La tension superficielle γ_{LS} qui est créée à l'interface liquide-solide empêche le liquide de s'étaler complètement sur le solide. L'angle de contact θ est alors défini comme l'angle que forme l'interface liquide-solide avec l'interface liquide-vapeur et va dépendre de γ_{LS} selon la relation d'Young :

$$\gamma_{LA} \cos \theta = \gamma_{SA} - \gamma_{LS} \quad (3.1)$$

L'étalement de la goutte de liquide sur le solide dépend de l'affinité entre eux. La mouillabilité d'un liquide est alors définie comme sa capacité à recouvrir un solide et elle est toujours déterminée pour un couple liquide-solide donnée (Charvolin et al., 1990). Plus l'angle de contact θ est faible et plus la mouillabilité est grande. Dans le cas de l'élaboration de

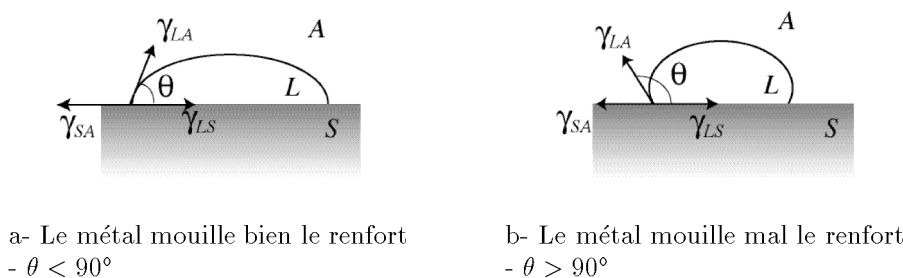


Fig. 3.1: Représentation schématique de l'angle de contact θ entre du métal liquide et une surface constituée du renfort associé à ce métal. A : atmosphère; L : liquide; S : solide

matériaux composites, le métal liquide est amené à être au contact avec les renforts qui restent solides. C'est pourquoi la mouillabilité du métal sur les renforts jouera un grand rôle dans la fabrication de tels matériaux.

Par exemple, il est reconnu que le carbone est très mal mouillé par la plupart des métaux (Landry et al., 1998). C'est pourquoi la fabrication des matériaux composites demandera souvent l'intervention d'une force extérieure afin d'outrepasser l'action des tensions superficielles entre les renforts et le métal pour que celui-ci puisse s'incorporer entre les renforts. Il existe aujourd'hui plusieurs procédés de fabrication des composites qui vont dépendre essentiellement de la nature des constituants du composite et de la géométrie des renforts. Schwartz donne une très bonne et surtout très complète revue de tous les procédés de fabrication des matériaux composites à matrice métallique (Schwartz, 1996).

Par exemple, un composite à renforts particuliers pourra être obtenu en mélangeant la matrice sous forme liquide avec les particules et en abaissant la température jusqu'à la solidification du métal (Schwartz, 1996)- *stir casting*. Ici, la force extérieure provient

de l'agitation. Ce procédé a l'avantage d'être simple dans sa réalisation mais il n'est pas sans inconvénients. Le temps de contact entre le métal liquide et les particules étant long, des réactions chimiques peuvent avoir lieu entre eux. Ceci peut entraîner un changement de composition de la matrice et une détérioration de l'interface entre la matrice et les particules. Dans le cas de systèmes Al/SiC ou Al/C, la formation à l'interface de Al_4C_3 a déjà été observée (Bouix et al., 2001; Pelleg et al., 2000; Urena et al., 2001). Elle est très préjudiciable pour les propriétés mécaniques du composite. En outre, du gaz peut être emprisonné dans le mélange métal + particules lors de l'agitation, entraînant une augmentation de la porosité dans le matériau final (Clyne et Withers, 1993).

Pour remédier à ces deux problèmes, une technique d'incorporation de la matrice en phase liquide au sein des renforts à l'aide d'une forte pression a été développée (Schwartz, 1996) - *squeeze casting*. Son principe est le suivant. La matrice repose à l'état solide sur la préforme composée des renforts et elle est chauffée, généralement sous atmosphère inerte, jusqu'à devenir liquide. Grâce à un piston, une pression élevée sur un intervalle de temps très court est appliquée sur l'ensemble afin de forcer le métal à remplir tous les interstices de la préforme. Cette technique a l'avantage de diminuer très fortement le temps de contact à hautes températures, ce qui diminue les réactions interfaciales. Elle développe une microstructure très fine due à la vitesse de refroidissement élevée. Elle permet aussi d'éviter l'emprisonnement de gaz dans la préforme et donc diminue la porosité finale. Néanmoins, cette technique peut résulter dans un endommagement important des particules ou des fibres dû à la haute pression (Hull et Clyne, 1996) et elle ne s'applique guère à des renforts longitudinaux.

Un autre type de technique a été développé et se prête mieux à la fabrication des composites avec des renforts allongés : l'infiltration par du métal liquide d'une préforme à l'aide d'une pression gazeuse. C'est cette technique qui est utilisée dans cette étude. Les prochains paragraphes seront donc consacrés à sa présentation.

3.1.2 Infiltration par pression gazeuse

L'infiltration par pression gazeuse a été développée au M.I.T à la fin des années 80 (Mortensen et al., 1989; Masur et al., 1989). Cette technique consiste à chauffer, séparément ou non, le métal et une préforme composée des renforts choisis. Le vide est fait dans la préforme et lorsque le métal est liquide, il est mis en contact avec la préforme et une pression est appliquée à l'aide d'un gaz sur l'ensemble afin de forcer le métal à remplir les interstices de la préforme. Quand le métal a complètement rempli la préforme, l'ensemble est refroidi rapidement afin de limiter le temps de contact entre la matrice et les renforts à hautes températures.

Machine d'infiltration

La machine d'infiltration utilisée lors de cette étude se présente comme sur la figure 3.2a. Son fonctionnement est décrit en détails dans (Carreno-Morelli et al., 1998a). Elle est schématisée sur la figure 3.2b. Cette machine se compose d'un compartiment supérieur

contenant un creuset en graphite chauffé avec un four hautes fréquences Leybold ISG 0.5 (Leybold GmbH, Köln, Allemagne) dans lequel la matrice est fondue. Une ouverture dans le bas du creuset, fermée par un doigt en graphite pouvant être levé, permet de couler le métal par gravité dans le compartiment inférieur. Ce compartiment est constitué d'un tube pouvant résister à de fortes pressions contenant un creuset en graphite où la préforme est logée. Ce creuset est chauffé par des résistances chauffantes de type THERMOCOAX® (Philips AG, Dietikon, Suisse). Le refroidissement du creuset se fait par de l'air qui passe dans un serpentin refroidi à l'azote liquide. Entre les deux compartiments se trouve une vanne hautes pressions qui a été renforcée pour résister à des pressions allant jusqu'à 50 bars. Le gaz utilisé pour appliquer la pression est de l'argon.

La température du creuset contenant la préforme est réglée par un appareil Eurotherm (EUROTHERM, Durrington, Angleterre). Tout au long de l'élaboration, les températures sont mesurées à différents points du creuset contenant la préforme et sont enregistrées sur un ordinateur PC à l'aide d'une carte National Instruments¹ NI 4351.

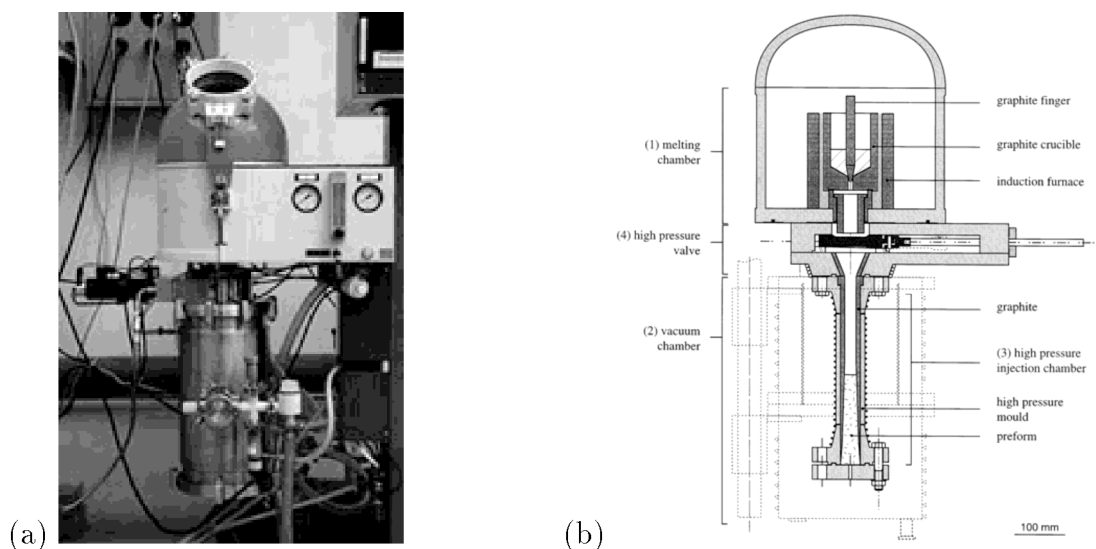


Fig. 3.2: Machine d'infiltration des composites par pression gazeuse à l'Institut de Physique de la Matière Complexe : (a) photographie et (b) représentation schématique illustrant les trois compartiments : fusion du métal, vanne hautes pressions et creuset contenant la préforme.

Etapas de l'élaboration

Les étapes de l'élaboration d'un composite à matrice métallique peuvent varier en fonction de la nature du métal utilisé même si dans tous les cas, il faut d'abord faire le vide dans la préforme et ensuite pousser le métal liquide dans la préforme. Dans cette

¹<http://www.ni.com/dataacquisition/>

étude, les matrices utilisées étaient soit à base d'aluminium, soit à base de magnésium. Dans la liste des opérations qui suit, les étapes spécifiques relatives à l'aluminium et au magnésium seront désignées respectivement par les signes **Al** et **Mg**. Ces étapes sont aussi schématisées sur la figure 3.3 :

Préalablement, un vide primaire est créé séparément dans le compartiment inférieur et supérieur.

- (a) **Al** L'aluminium est fondu dans le compartiment supérieur. La préforme est chauffée séparément dans le compartiment inférieur. La vanne hautes pressions est ouverte et le passage entre les deux compartiments est fermé par le doigt en graphite.
- (a) **Mg** Lorsque la préforme est chauffée jusqu'à la température souhaitée, le magnésium est chauffé jusqu'à la température de 350°C. Le chauffage est ensuite coupé dans le compartiment inférieur et le doigt de graphite est levé, ce qui permet d'introduire 700 mbar d'Argon simultanément dans les deux compartiments². Le doigt est abaissé et le magnésium est chauffé jusqu'à ce qu'il soit liquide.
- (b-d) **Al** Le chauffage de la préforme est coupé et l'aluminium est coulé sur la préforme en levant le doigt en graphite. Lorsque l'aluminium est coulé, la couche d'oxyde qui se forme toujours à la surface du métal fondu adhère au doigt de graphite, ce qui empêche la pollution de la matrice. La vanne hautes pressions est fermée et une pression de 30 bars d'argon est appliquée sur le métal qui forme un piston liquide. Simultanément, le refroidissement à air autour de la préforme est enclenché.
- (b-d) **Mg** Le magnésium liquide est coulé sur la préforme mais puisque le chauffage a été coupé dans le compartiment inférieur, la température de la préforme peut avoir chuté de 100 K. C'est pourquoi le chauffage de ce compartiment est enclenché jusqu'à atteindre une température où le magnésium est liquide. Le chauffage est ensuite coupé et une pression de 30 bars est appliquée sur l'ensemble. Simultanément, le refroidissement à air est enclenché.
- (e) **Al,Mg** Lorsque le composite est refroidi jusqu'à la température ambiante, le bas du compartiment inférieur est ouvert et le matériau est extrait.

Composites fabriqués

Les matrices utilisées lors de cette étude ont été de l'aluminium pur de pureté commerciale (Alcan Ltd.) et du magnésium pur ou allié à 2% de Si (Magnésium SA, Martigny, Suisse). La masse de métal est déterminée de telle manière qu'il y ait un excédent par rapport au volume de préforme à remplir afin que cet excédent serve de piston liquide lors de l'application de la pression.

Trois types de renforts ont été employés lors de cette étude. Des préformes SaffilTM (fournies par ICI Ltd.) ayant une fraction volumique en fibres de 25% (donnée fournisseur). Elles sont composée de 98 % d'alumine δ -Al₂O₃ (stabilisée avec 3 % en volume de SiO₂) et de 2% de silice SiO₂ servant de liant. Elles se présentent sous forme de plaques et sont usinées afin qu'elles puissent se loger dans le creuset.

²Le magnésium ne peut pas être coulé sous vide car il est dans ce cas très volatil. Il ne peut également pas être coulé à l'air à cause de sa forte réactivité avec l'oxygène (Avedisian et Baker, 1999)

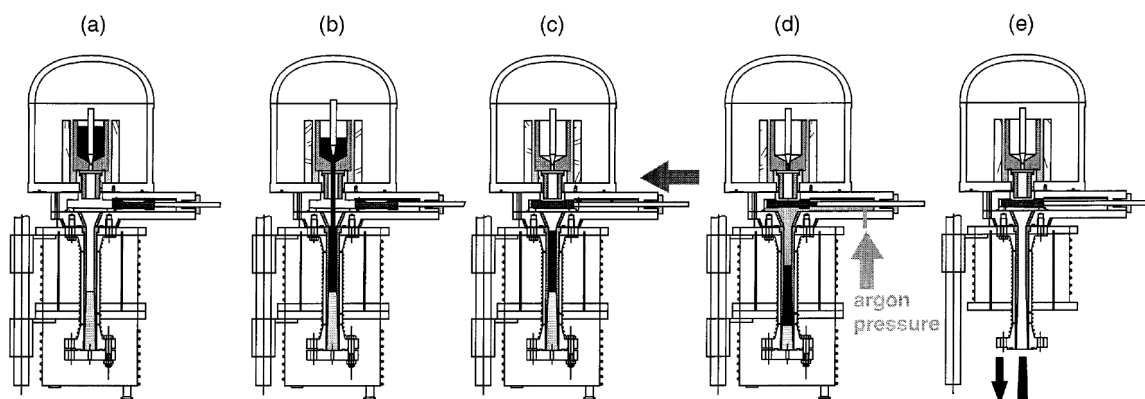


Fig. 3.3: Les étapes successives de l'élaboration des matériaux composites par infiltration sous pression gazeuse de la préforme (Carreno-Morelli et al., 1998a).

Des fibres longues de carbure de silicium SiC de type Nicalon NL-202 (Nippon carbon & co.) et des fibres longues de carbone de type DIALED K13710 (Mitsubishi Chemical Corp.) ont été utilisées. Elles se présentent sous de forme de ruban bobiné composé de plusieurs centaines de fibres. Les fibres sont découpées à la longueur voulue et placées dans un écrin de SaffilTM. Le but est de maintenir les fibres dans un volume donné et qu'elles restent alignées entre elles. Les fibres sont placées parallèlement ou perpendiculairement au flux de métal liquide. Ainsi, après découpage du lingot fabriqué, il est possible d'obtenir des échantillons composites avec trois orientations différentes de fibres telles que représentées sur la figure 3.4.

Les fibres longues utilisées sont recouvertes d'une couche polymérique nommée enzy-mage. Cette couche est composée de polycarbonate ou de polyvinylacétate et assure une bonne mouillabilité des fibres lorsqu'elles sont employées dans la fabrication des composites à matrice polymère. Cette couche s'avère tout à fait inutile voire néfaste dans le cas de cette étude et elle est éliminée par recuit des fibres à 700 °C pendant 30 minutes.

Les propriétés mécaniques des différents constituants utilisés dans la fabrication des composites sont résumées dans le tableau 3.1.

3.2 Mesure du frottement intérieur

Dans cette étude, le frottement intérieur est mesuré par la technique du pendule de torsion. Comme il a été montré au chapitre 2, il peut être mesuré de deux façons différentes : soit en considérant les oscillations libres du pendule (décrément logarithmique δ), soit en considérant une excitation forcée et en mesurant le déphasage entre l'excitation et la réponse du pendule (angle de perte mécanique $\tan \phi$). Ces deux méthodes vont être décrites dans les paragraphes qui suivent.

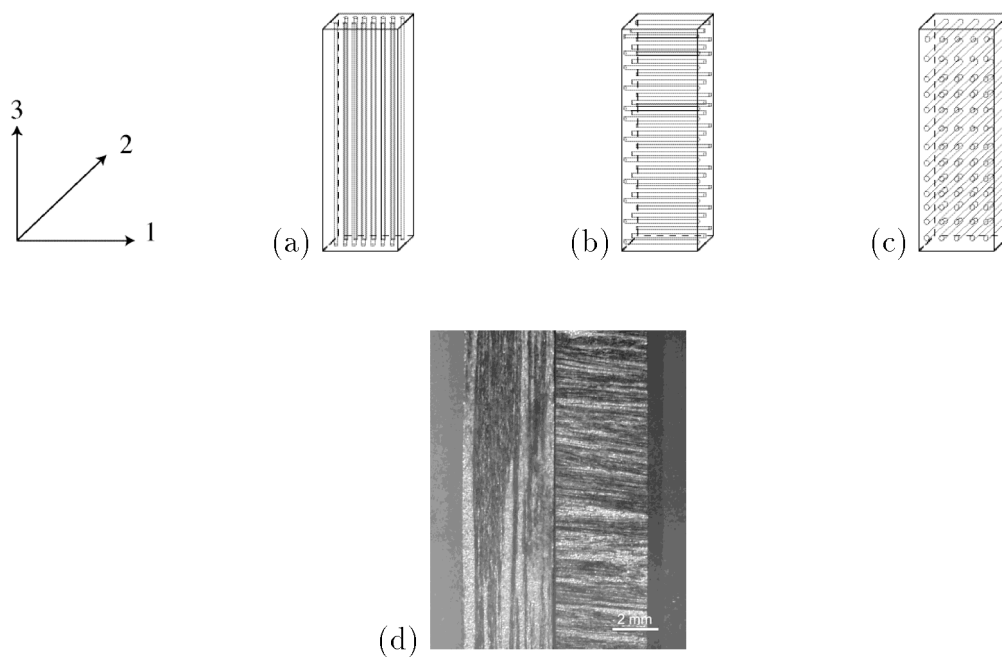


Fig. 3.4: Représentation schématique de l'orientation des fibres dans les composites fabriqués par infiltration : (a) parallèle, (b) perpendiculaire-1 et (c) perpendiculaire-2 à l'axe du composite et (d) allure réelle des composites avec l'orientation parallèle ou perpendiculaire-1.

Tab. 3.1: Propriétés mécaniques des différents constituants utilisés dans la fabrication des composites. Les propriétés pour les fibres C et SiC sont celles données par le fabricant. Les propriétés pour l'alliage Mg-2%Si ne sont pas indiquées car elles sont du même ordre de grandeur que celles du magnésium pur.

Matériaux	Al *	Mg **	C	SiC	Saffil TM ***
Module d'Young [GPa]	62	45	640	200	300
Module de cisaillement [GPa]	25	17			110
Densité [g/cm ³]	2.7	1.74	2.12	2.55	3.3
Coefficient de dilatation thermique [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	23	25	-1.1	3.1	8
Diamètre moyen des fibres [μm]			10	15	3

* (Davis, 1993) ; ** (Avedisian et Baker, 1999) ; *** (Cappelman et al., 1985)

3.2.1 Mesure en mode libre

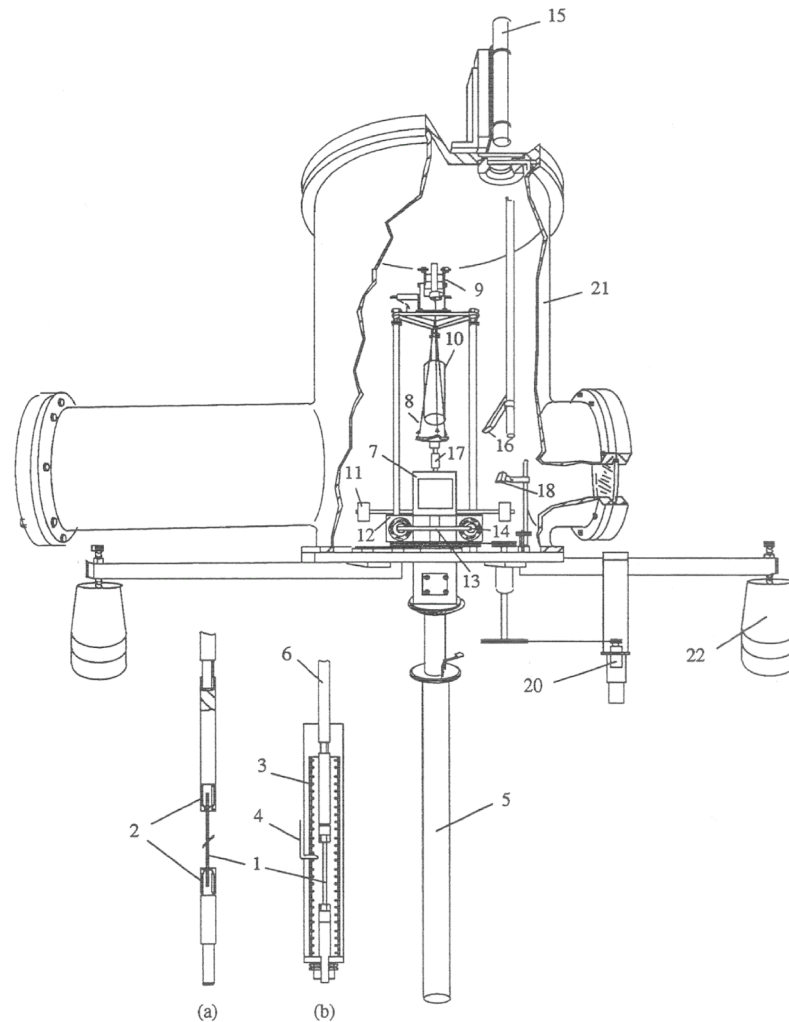
Le pendule de torsion inversé utilisé en mode libre est schématisé sur la figure 3.5 (ce pendule est dénommé KINNOR). Le matériau à mesurer se trouve dans une enceinte (5,21) isolé des vibrations extérieures par un système de suspension pneumatique (22). Un système de pompage composé d'une pompe à double palettes en série avec une pompe turbo-moléculaire est raccordé à cette enceinte et il permet d'atteindre un vide de 10^{-6} torr. Les mesures sont faites en introduisant préalablement une atmosphère inerte de 5 Torr d'hélium. L'échantillon, sous forme parallélépipédique de dimensions $40 \times 4 \times 1$ mm³, se trouve dans un four (3) fabriqué à partir de la technologie THERMOCOAX permettant d'atteindre des températures allant au-delà de 1000 K. L'installation peut aussi être refroidie jusqu'à la température de l'azote liquide. Ceci offre une large gamme de températures accessible. La température de l'échantillon est déterminée en utilisant la température mesurée au niveau du four par un thermocouple (4) et en corrigeant la différence de température entre le four et l'échantillon. La régulation du four est faite à partir de ce thermocouple connecté à un régulateur de température Eurotherm (EUROTHERM, Durrington, Angleterre). L'échantillon (2) est fixé à une tige de torsion rigide (ainsi seulement l'échantillon est excité en torsion) elle-même reliée à un cadre d'inertie (7). Des aimants permanents sont fixés sur une structure en S (13) et peuvent se déplacer au coeur de deux bobines magnétiques toriques placées de façon symétriques. En faisant passer dans ces bobines une impulsion électrique d'amplitude donnée, un couple de torsion est créé dû aux forces magnétiques exercées sur les aimants permanents. Le système oscille ensuite librement à sa fréquence de résonance jusqu'à une nouvelle excitation. La fréquence de résonance peut être changée en déplaçant les masses d'inertie par rapport à l'axe de rotation du pendule. Généralement, la fréquence de résonance varie entre 1 et 3 Hz, dépendant de la rigidité du matériau.

La verticalité de la tige de torsion est assurée par un système de suspension à 3 fils (8) qui ne laisse comme degré de liberté que la torsion selon l'axe vertical. Un système de balance et de contre-poids permet de n'exercer sur l'échantillon qu'une faible contrainte axiale de l'ordre de quelques kPa. Cette faible tension contribue aussi à garder la tige de torsion verticale. La déformation est mesurée à l'aide de la déflexion d'un faisceau laser (15) sur un miroir (17) qui se trouve sur la tige de torsion. Le déplacement du faisceau d est mesuré grâce à une cellule photo-électrique linéaire (18) et en connaissant la longueur L du bras optique entre le miroir et la cellule, l'angle de torsion φ peut être déterminé :

$$\varphi = \arctan\left(\frac{d}{2L}\right) \quad (3.2)$$

où le coefficient 2 est dû à la réflexion du laser sur le miroir. Due à la torsion, la déformation dans l'échantillon n'est pas homogène. Cependant, l'amplitude de déformation maximale de l'échantillon ε peut être calculée comme :

$$\varepsilon = \frac{\beta b \varphi}{\alpha c} \quad (3.3)$$



Légende : (a) tige de mesure, (b) partie inférieure du pendule ; 1- échantillon, 2- attaches, 3- four, 4- thermocouple, 5- enceinte en acier, 6- tige rigide de torsion, 7- cadre d'inertie, 8- système de suspension à 3 fils, 9- balance, 10- contre-poids, 11- masses d'inertie utilisées pour faire varier la fréquence propre du pendule, 12- 2 bobines magnétiques toriques pour l'excitation, 13- support d'inertie en forme de S, 14- aimants permanents, 15- laser, 16,17- miroirs, 18- cellule photo-électrique linéaire, 19,20- non utilisés, 21- cloche d'isolation, 22- suspensions anti-vibration.

Fig. 3.5: Schéma du pendule de torsion inversé en mode libre dénommé KINNOR (Parrini, 1995).

où c est la longueur de l'échantillon, α et β sont des coefficients qui dépendent de la géométrie de l'échantillon (Timoshenko, 1987). Dans le cas d'un échantillon cylindrique, $\alpha = \beta = 1$ et b est le rayon du cylindre. Pour la géométrie des échantillons utilisés dans cette étude, $\alpha = \beta = 0.281$ et b est l'épaisseur de l'échantillon.

Grâce à la fréquence de résonance f_r du système, dans le cas de très faibles déformations, le module de torsion G du matériau est déduit de l'équation suivante (Timoshenko, 1963) :

$$G = \frac{4\pi^2 c I f_r^2}{0.281 a b^3} \quad (3.4)$$

où I est le moment d'inertie du système de torsion et a est la largeur de l'échantillon. Le seul paramètre dans l'équation 3.4 qui ne peut pas être déterminé directement est le moment d'inertie I . Cependant, il est possible de calculer le module de torsion si la fréquence de résonance du matériau est mesurée pour deux valeurs de l'inertie I_1 et I_2 (respectivement f_{r1} et f_{r2}). La différence entre I_1 et I_2 provient du déplacement des masses d'inertie. Si ces deux masses m de rayon R et d'épaisseur l sont déplacées symétriquement d'une distance D par rapport à l'axe de torsion, alors la variation du moment d'inertie correspondante est :

$$I_2 - I_1 = \Delta I = \frac{1}{2} m R^2 + \frac{1}{6} m l^2 + 2m D^2 \quad (3.5)$$

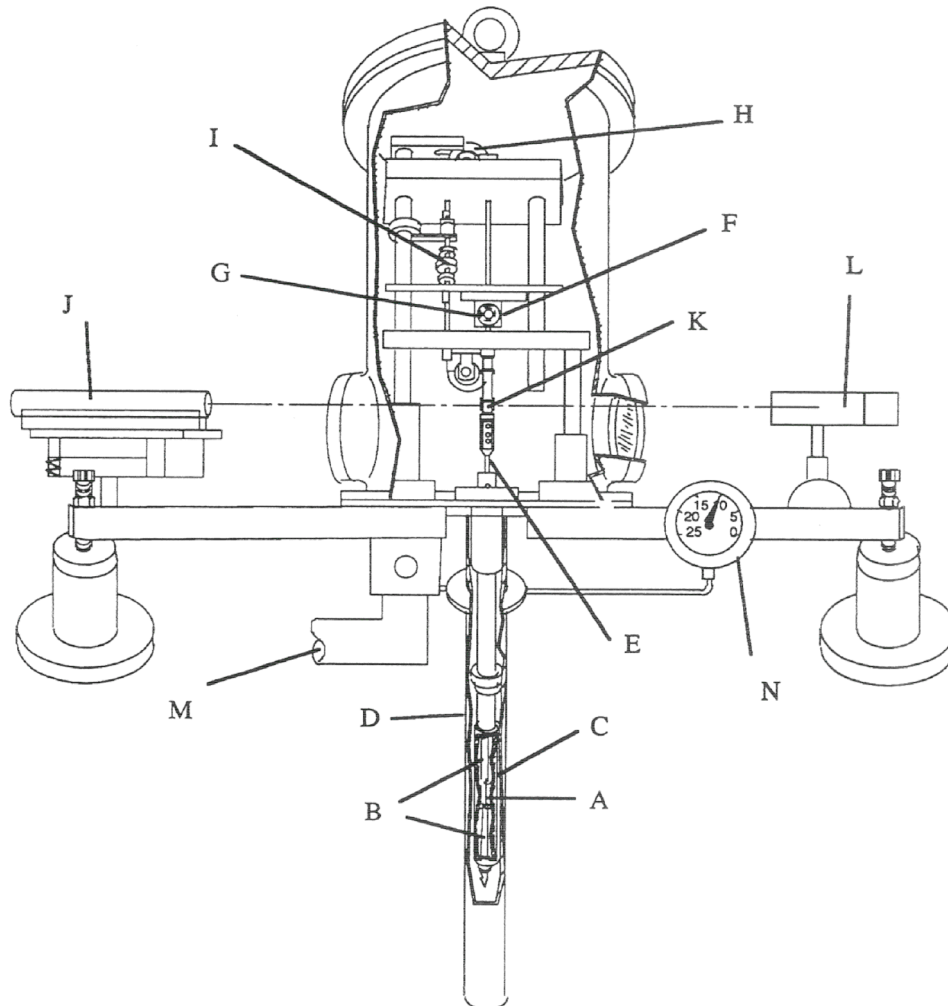
et en exprimant l'équation 3.4 pour les deux valeurs de l'inertie I_1 et I_2 et en l'associant à l'équation 3.5, le module de torsion G peut s'exprimer comme :

$$G = \frac{f_{r1}^2 f_{r2}^2}{f_{r1}^2 - f_{r2}^2} \times \frac{4\pi^2 c \Delta I}{0.281 a b^3} \quad (3.6)$$

Le pendule permet donc de faire des mesures du frottement intérieur et du module de torsion en fonction de la température et de l'amplitude de déformation. L'acquisition des données expérimentales se fait sur une station UNIX connectée au pendule par une carte d'acquisition Hewlett-Packard HP3852A. La température mesurée par l'appareil EUROTHERM est transmise à l'ordinateur via un port RS232. Grâce au logiciel d'expérimentation HP Veetest, les grandeurs mesurées peuvent être visualisées sur l'écran d'ordinateur et enregistrées.

3.2.2 Mesure en mode forcé

Deux pendules de torsion ont été utilisés en mode forcé lors de cette étude, dénommés GUZLA et LUTH. Ils sont schématiquement représentés à la figure 3.6. Ces pendules sont les mêmes dans leur partie mécanique que celui pour le mode libre. La pression pouvant être atteinte dans l'enceinte de mesure et la gamme de température sur laquelle ces pendules fonctionnent sont les mêmes que celles du pendule KINNOR. La seule différence par rapport à KINNOR concerne le système de suspension du pendule GUZLA. La verticalité de la tige de torsion est assurée par un seul fil vertical qui est associé à un système de deux poulies (cf. figure 3.6). L'alignement est respecté car l'axe de torsion doit nécessairement



Légende : A- échantillon, B- attaches, C- four, D- cryostat, E- tige rigide de torsion, F- bobines magnétiques de type Helmholtz, G- aimants permanents, H- système de suspension, I- contre-poids, J- laser, K- miroirs, L- cellule photo-électrique linéaire, M- raccord au système de pompage, N- jauge de pression de type Bourdon.

Fig. 3.6: Schéma du pendule de torsion inversé en mode forcé (Parrini, 1995).

passer par trois points fixes alignés qui sont définis comme : l'extrémité basse de la tige de torsion fixe et les deux points où le fil est en contact avec les deux poulies (H). L'acquisition des données expérimentales est aussi faite sur une station UNIX via une carte d'acquisition Helwett-Packard HP3421A. En mode forcé, un générateur de fonctions et analyseur de fréquence (Schlumberger SI 1250) est utilisé. Le pendule est excité par une tension sinusoïdale d'amplitude et de fréquence données appliquée aux bobines magnétiques. La déformation résultante est mesurée à partir d'une cellule photo-électrique dont le signal est renvoyé à l'analyseur de fréquence. Cet appareil mesure le déphasage entre le signal de l'excitation et celui de la réponse du pendule, soit $\tan \phi$. Il mesure aussi le rapport de ces deux signaux, donnant ainsi le module de torsion dynamique G (qui est non calibré).

Comme en mode libre, des mesures de frottement intérieur peuvent être effectuées en fonction de la température, de l'amplitude de déformation mais aussi de la fréquence d'excitation. Il est à rappeler que pour pouvoir assimiler le déphasage du système de torsion $\tan \phi$ au frottement intérieur $\tan \delta$ du matériau considéré (cf. paragraphe 2.2.2), la fréquence d'excitation doit être négligeable devant la fréquence propre du pendule qui se situe pour ces pendules entre 10 et 100 Hz. Les mesures avec ces pendules en fonction de la fréquence peuvent se faire sur large gamme de fréquence allant de 10^{-3} à quelques Hz.

3.2.3 Comparaison entre les deux modes

Les deux modes permettent de faire des mesures du frottement intérieur en fonction de la température ou de l'amplitude d'excitation sur des gammes identiques. Par contre, il est évident que le mode libre ne permet pas de faire des mesures en fonction de la fréquence sur une grande gamme. Il est possible de déplacer les masses d'inertie et ainsi de faire varier la fréquence d'excitation mais cela de moins d'une décade (entre 1 et 3 Hz). Le mode forcé permet lui de faire des mesures sur une gamme de fréquence allant de 10^{-3} à quelques Hertz. Le pendule est seulement limité par sa fréquence propre d'oscillation.

Néanmoins, pour des raisons probablement dues à l'électronique, la mesure du frottement intérieur en mode forcé contient toujours une contribution qui varie avec la fréquence de mesure. C'est la raison pour laquelle le frottement intérieur mesuré en mode libre donne une valeur plus proche de la valeur absolue comparée avec celle mesurée en mode forcé. Un autre avantage du mode libre est qu'il permet de travailler à de plus grandes amplitudes de déformation car le système oscille à sa fréquence de résonance.

3.3 Mesures des propriétés élastiques

3.3.1 Module de torsion

Il a été montré dans le paragraphe 3.2.1 que le module de torsion peut être mesuré dans un pendule de torsion en mode libre même si l'inertie du système de torsion n'est pas connu. Il existe cependant au laboratoire un pendule de torsion fonctionnant en mode libre où la tige de torsion est relié à un disque d'inertie de géométrie simple dont la masse

et les dimensions peuvent être mesurées facilement. Ainsi, il est possible de calculer le moment d'inertie I du système. Alors, grâce à l'équation 3.4 et en mesurant la fréquence de résonance du système, le module de torsion peut être calculé.

3.3.2 Module d'Young

Le module d'Young est mesuré grâce à un appareil de flexion de lame hautes fréquences. Une lame de longueur l et d'épaisseur b est fixée par des fils d'acier à ses deux noeuds de vibration du mode fondamental (figure 3.7). Une électrode placée au centre de la lame forme un condensateur avec celle-ci. En appliquant une tension alternative haute fréquence à ce condensateur, la lame est excitée à sa fréquence de résonance. Un système de modulation-démodulation de fréquence permet d'exciter en permanence la lame. Lorsque l'excitation est coupée, le signal électrique sortant du démodulateur donne la fréquence de résonance de la lame et la mesure de la décroissance des oscillations libres donne le décrétement logarithmique.

Dans le cas de très faibles déformations, la fréquence de résonance f_r permet alors de déterminer le module d'Young grâce à l'équation suivante (Vittoz et al., 1963) :

$$f_r^2 = \frac{1.056Eb^2}{\rho l^4} \quad \text{ou} \quad E = \frac{0.947\rho l^4 f_r^2}{b^2} \quad (3.7)$$

où E est le module d'Young de la lame, b son épaisseur, l sa longueur et ρ est sa densité.

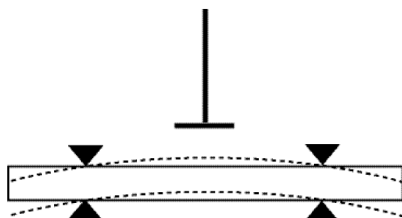


Fig. 3.7: Représentation schématique de l'appareil de mesure de module par flexion de lame. L'électrode et la lame forme un condensateur qui sert simultanément à l'excitation et à la mesure de la fréquence de résonance de la lame.

3.4 Caractérisation microstructurale

3.4.1 Préparation des échantillons

Les échantillons utilisés pour les observations microstructurales par microscopie optique ou électronique sont polis sur du papier abrasif SiC jusqu'à une taille de grain de $4 \mu\text{m}$ puis sur des tissus imbibés de pâte diamantée jusqu'à $1 \mu\text{m}$. La différence de rigidité entre la matrice et les renforts entraîne la décohésion de l'interface durant le polissage et alors

certaines particules abrasives peuvent se loger à cet endroit. Pour remédier à cela, les échantillons sont passés sous l'eau et frottés à l'aide d'une brosse douce lors de chaque changement de drap de polissage.

La fraction volumique des fibres dans les composites fabriqués est mesurée par analyse d'image. Le détail de cette technique est donnée dans l'annexe B. Le principe est de calculer la proportion de fibres apparaissant sur une section donnée du composite par rapport à la matrice. Dans le cas des composites renforcés par des fibres SaffilTM, étant donné qu'elles n'ont pas d'orientation privilégiée, n'importe quelle section peut être choisie pour faire l'analyse. Par contre, dans le cas de fibres alignées, l'analyse d'image se fait sur des sections perpendiculaires aux fibres. Ainsi, les fibres apparaissent comme des disques et l'analyse d'image est facilitée.

3.4.2 Microscopie optique

Le microscope optique utilisé pour les observations microstructurales est un OLYMPUS PMG 3. Ce microscope est équipé d'une caméra CCD OLYMPUS DP10 reliée à un ordinateur PC. Les images prises peuvent ainsi être enregistrées au format TIFF ou JPEG et transférées via le réseau sur n'importe quel ordinateur.

3.4.3 Microscopie électronique à balayage - EDX

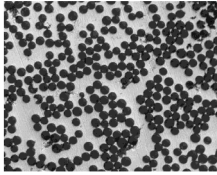
Le microscope électronique à balayage utilisé lors de cette étude est un microscope PHILIPS XL30 équipé d'un canon à électrons type FEG. Les images sont toutes réalisées à partir des électrons secondaires qui donnent une meilleure résolution topographique. La tension d'accélération utilisée varie entre 2 et 5 kV. Elle est faible car les renforts céramiques conduisent mal les électrons et des phénomènes de "charge" peuvent apparaître à trop fortes tensions. Un microscope environnemental a aussi été employé pour l'observation de fibres SaffilTM. Dans ce cas, les problèmes de conduction d'électrons sont réduits car ceux-ci peuvent être évacués par l'atmosphère régnant dans le microscope. C'est pourquoi, une tension d'accélération de 20 kV peut être utilisée dans ce cas.

Le microscope PHILIPS XL30 est aussi équipé d'un système de micro-analyse chimique par spectroscopie des rayons X (EDS). Dans ce cas, la tension d'accélération est augmentée jusqu'à 20 kV pour s'affranchir des effets d'analyse de surface. De plus, la tension d'accélération suffisante pour détecter convenablement un élément doit être au moins deux fois plus élevée que le seuil auquel apparaît le pic de cet élément en spectroscopie des rayons X, soit par exemple pour l'aluminium 1.7 keV (donc une tension d'accélération $V > 3.4$ kV).

3.4.4 Microscopie électronique à transmission

Les échantillons pour l'observation en microscopie électronique à transmission sont découpés par électro-érosion sous forme de rondelle de 3 mm de diamètre et de 100 μm d'épaisseur. Ils sont ensuite polis jusqu'à une épaisseur comprise entre 30 et 60 μm . Un trou

est ensuite formé dans la rondelle par bombardement ionique grâce à une machine PIPS (pour *Polishing Ion Precision System*) conçue par GATAN. L'analyse se fait en bordure du trou, là où l'épaisseur de l'échantillon est assez faible pour être transparente aux électrons. Les observations ont été effectuées sur un microscope JEOL 2010 FEG (au centre de microscopie de l'INSA Lyon, France) équipé d'un système d'analyse par spectrométrie des rayons X (EDS).



Chapitre 4

Elaboration, propriétés mécaniques et microstructures

Ce chapitre présente tout d'abord les principales caractéristiques de l'élaboration des composites par infiltration par pression gazeuse, les domaines de températures et pressions d'injection. Le profil des températures dans le creuset contenant la préforme au cours de l'infiltration est aussi représenté. Il sera montré que c'est un moyen de vérifier en temps réel si l'infiltration se déroule bien.

L'allure des différents types de renforts utilisés avant infiltration est présentée grâce aux observations faites par microscopie électronique. Les observations au microscope optique des composites fabriqués permettent de s'assurer que les renforts ont bien été infiltrés par la matrice. Dans le cas de composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM, les observations au microscope électronique de surfaces attaquées chimiquement ont permis de révéler quelles réactions ont lieu entre le métal liquide et les fibres lorsque le composite est maintenu pendant quelques heures à hautes températures.

Enfin, les modules d'Young et de torsion ainsi que les fractions volumiques des différents composites sont reportés. Ils sont comparés aux valeurs théoriques déduites des modèles présentés dans le chapitre 1 et une interprétation est donnée pour expliquer l'écart entre expérience et théorie en considérant la densité de ces composites.

4.1 Elaboration des composites

Cette section a pour but de présenter les différences entre l'élaboration des composites à base aluminium et ceux à base magnésium. Afin de pouvoir suivre en temps réel le bon déroulement de l'infiltration des composites, des mesures de températures à l'aide de thermocouples sont faites le long du creuset contenant la préforme. Leur position est schématisée sur la figure 4.1. Les thermocouples 2 et 3 sont disposés le long de la préforme alors que le thermocouple 1 mesure la température du bas du creuset en contact avec la préforme. Il se situe près d'une ouverture qui permet au gaz contenu dans la préforme d'être évacué durant l'injection du métal. Elle est maintenue à une température plus basse que la préforme afin que le métal se solidifie avant de sortir par celle-ci.

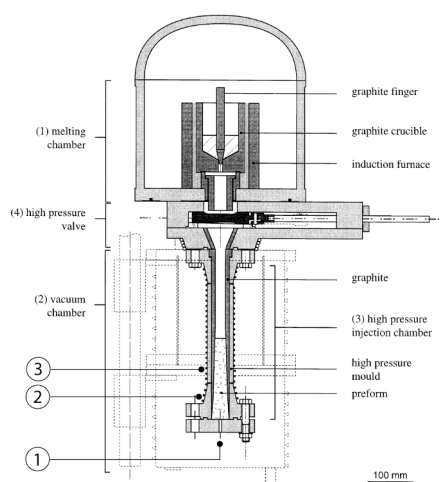


Fig. 4.1: Position des mesures de température T_1 , T_2 et T_3 dans le creuset contenant la préforme.

Pour les deux types de matrices utilisées, les domaines de températures et de pressions usuels pour l'infiltration d'un composite quels que soient les renforts utilisés sont telles que représentées dans le tableau 4.1. La température du métal liquide est toujours supérieure à sa température de fusion, ce qui a pour but de diminuer la viscosité du liquide. De plus, dans le cas des préformes composées de fibres SaffilTM, il a été remarqué que l'infiltration par du magnésium ou de l'aluminium peut se faire spontanément, c'est-à-dire sans appliquer de pression.

4.1.1 Cas des composites à base Aluminium

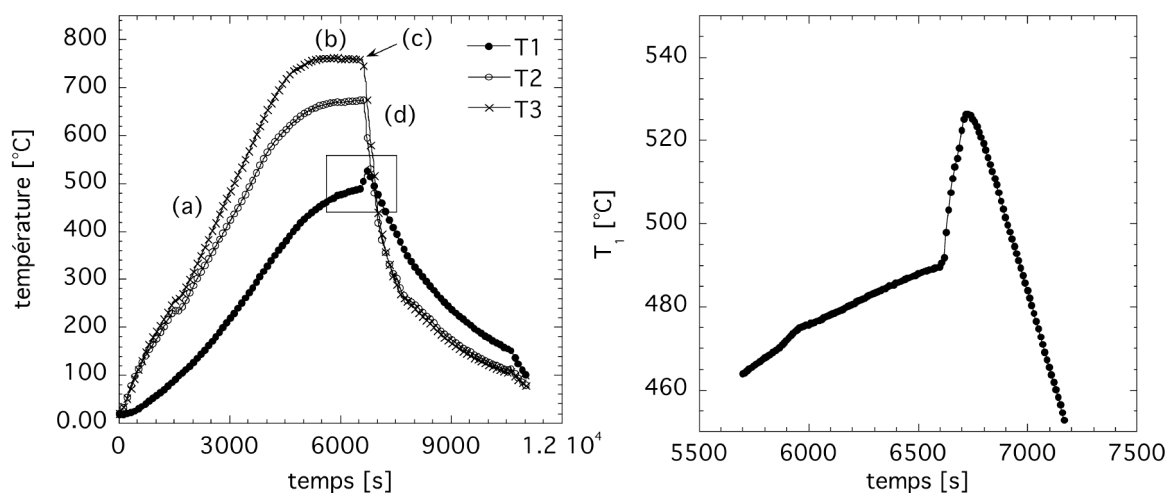
La figure 4.2 représente les trois températures T_1 , T_2 et T_3 telles que définies précédemment en fonction du temps durant l'élaboration d'un composite à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM. Il est possible de diviser l'infiltration en 4 étapes : (a) chauffage de la préforme jusqu'à 750°C à 10 K/min sous vide, (b) stabilisation de la

Tab. 4.1: Domaines de température et de pressions d'injection usuels pour l'infiltration des composites à base aluminium et magnésium quels que soient les renforts utilisés.

matrice	température du métal coulé [°C]	température des renforts lors de la coulée [°C]	température des renforts lors de l'injection [°C]	pression d'injection [bar]
Mg	750-780	750	750	(0)1-30*
Al	750-800	750-780	750-780	(0)1-30*

* (0) correspond à l'infiltration spontanée observée quand les renforts sont des fibres de SaffilTM.

température pendant une dizaine de minutes, (c) injection du métal dans la préforme en appliquant une pression de 30 bars suivi (d) d'un refroidissement très rapide du composite (environ 40 K/min). De plus, lors de l'injection du métal, la température T_1 au bas du creuset augmente de 40 K (figure 4.2b). Ceci est un moyen de détection d'arrivée du métal.



a- Représentation des 4 étapes de l'infiltration : (a) chauffage, (b) stabilisation, (c) injection et (d) refroidissement rapide.

b- Température T_1 en fonction du temps correspondant au cadre de la figure a-.

Fig. 4.2: Températures T_1 , T_2 et T_3 dans le préforme en fonction du temps durant l'élaboration d'un composite à matrice aluminium renforcé par des fibres SaffilTM.

Des composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM où la morphologie de l'interface a pu être changée ont été fabriquées. Cette variation de morphologie est due à l'augmentation du temps de contact entre le métal liquide et les fibres durant l'infiltration. L'évolution des températures dans le creuset en fonction du temps pour ce type d'essai a

l'allure telle que représentée sur la figure 4.3. Comme dans la figure 4.2, une augmentation de la température dans le bas du creuset est visible lors de l'injection du métal. Par contre, au lieu de refroidir le matériau juste après l'injection (c), le chauffage est enclenché dans le creuset contenant la préforme jusqu'à atteindre la température de recuit souhaitée (d). Durant toute la période de recuit (d), l'aluminium est liquide. Quand le temps de recuit est écoulé, le refroidissement rapide est enclenché (e).

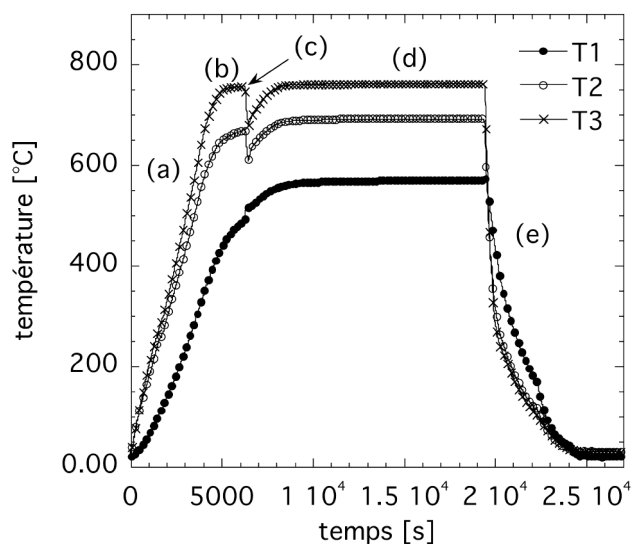


Fig. 4.3: Températures T_1 , T_2 et T_3 dans le préforme en fonction du temps durant l'élaboration d'un composite à matrice aluminium renforcé par des fibres SaffilTM et qui a subi un recuit de 3 h à 780°C : (a) chauffage, (b) stabilisation, (c) injection, (d) recuit, (e) refroidissement rapide.

4.1.2 Cas des composites à base Magnésium

Comme mentionné dans le paragraphe 3.1.2, du fait de l'extrême volatilité du magnésium sous vide et de sa très forte réactivité avec l'oxygène, le magnésium doit être coulé sous atmosphère inerte. C'est pourquoi l'infiltration d'une préforme avec une matrice à base de magnésium demande quelques étapes supplémentaires par rapport à une matrice à base d'aluminium. La figure 4.4 représente l'évolution des températures en fonction du temps dans le creuset contenant la préforme pour un composite à matrice magnésium renforcé par des fibres SaffilTM. Elle diffère de celle représentée sur la figure 4.2 pour l'aluminium car des étapes s'ajoutent avant la coulée du magnésium. La préforme est chauffée sous vide jusqu'aux alentours de 750°C (a). Lorsque sa température est stabilisée (b), le creuset contenant le magnésium est chauffé jusqu'à 350°C. A cette température, le chauffage de la préforme est coupé (b') et le doigt en graphite qui sépare le métal de la préforme est levé. 700 mbar d'argon sont simultanément introduit dans les compartiments inférieur et supérieur. Le doigt de graphite est rabaisé et le magnésium est chauffé jusqu'à atteindre

sa température de coulée. Au cours de toutes ces opérations, la température de la préforme a pu chuter d'une centaine de degrés celsius (b'-c). C'est pourquoi, lorsque le magnésium a été coulé sur la préforme et que le vide est à nouveau fait dans la préforme, ils sont chauffés jusqu'aux alentours de 750°C et une pression de 30 bars est appliquée sur l'ensemble (c). Enfin, le refroidissement rapide est enclenché (d). La rupture de pente qui apparaît au cours du refroidissement (e) aux alentours de 200°C est due au changement de mode de refroidissement. A partir de 200°C, le creuset contenant la préforme est ouvert par le bas et le refroidissement se fait par ventilation d'air ambiant. Cette remarque est valable aussi pour l'infiltration des composites à base aluminium.

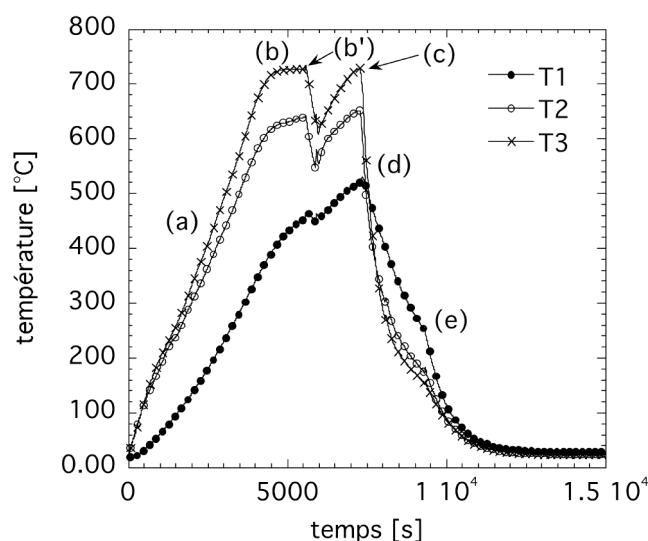


Fig. 4.4: Températures T_1 , T_2 et T_3 dans la préforme en fonction du temps durant l'élaboration d'un composite à matrice magnésium renforcé par des fibres SaffilTM : (a) chauffage, (b) stabilisation, (b') coulée du magnésium puis chauffage, (c) injection du métal, (d) refroidissement rapide, (e) changement du mode de refroidissement.

Le fait que le magnésium et les renforts soient maintenus à hautes températures ($\geq 600^\circ\text{C}$) pendant près d'une demi-heure n'est pas souhaitable si les réactions chimiques à l'interface veulent être évitées. Mais, ces étapes sont inévitables dans la fabrication de composites à base de magnésium.

4.2 Microstructures des composites étudiés

Dans cette section, les microstructures caractéristiques des renforts seuls vont être d'abord présentées. Puis, les microstructures pour les différents types de composites fabriqués seront rassemblées : composites à base aluminium ou magnésium et les composites

à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM ayant subi ou non des recuits durant l'infiltration.

4.2.1 Renforts avant infiltration

L'allure des trois types de renforts utilisées dans cette étude a été caractérisée par microscopie électronique à balayage (MEB). Elle est représentée sur les figures 4.5 et 4.6. Les fibres de SaffilTM ont été caractérisées en utilisant un microscope électronique à balayage environnemental (figure 4.5a). Les images sont réalisées dans une enceinte où la pression est de 3.4 Torr, ce qui permet aux électrons qui ne pourraient pas être évacués par les fibres de l'être par l'atmosphère dans le microscope.

Il est rappelé que l'enzymage est la couche polymérique qui recouvre les fibres carbone et SiC. Les fibres de carbone ne présentent pas de différence lorsqu'elles sont enzymées ou non. Par contre, l'enzymage des fibres de SiC est nettement visible (figure 4.6(a)). La figure 4.6(b) indique aussi que l'enzymage est totalement éliminé après le chauffage des fibres SiC à 700°C pendant 30 minutes. Il est raisonnable de penser que cela doit être le cas aussi pour les fibres de carbone. De plus, l'allure de la zone de rupture des fibres carbone et SiC (figures 4.5b et 4.6b) traduit bien leur comportement mécanique tel qu'il peut être décelé en les manipulant à la main. Les fibres SiC sont caractérisées par une rupture fragile alors que la rupture des fibres de carbone est plus ductile. Les morphologies observées correspondent à celles qui sont habituellement faites pour ce types de fibres (Hull et Clyne, 1996).

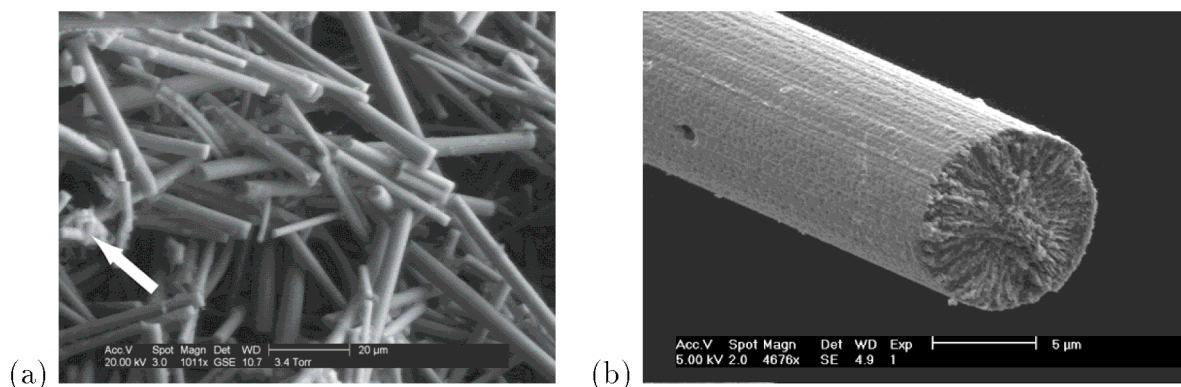


Fig. 4.5: Images MEB de fibres (a) SaffilTM (la flèche blanche indique un pont de silice reliant les fibres alumine) et (b) carbone avant l'infiltration par la matrice. Les fibres de carbone ne présentent pas de différences entre leurs états enzymé ou désenzymé.

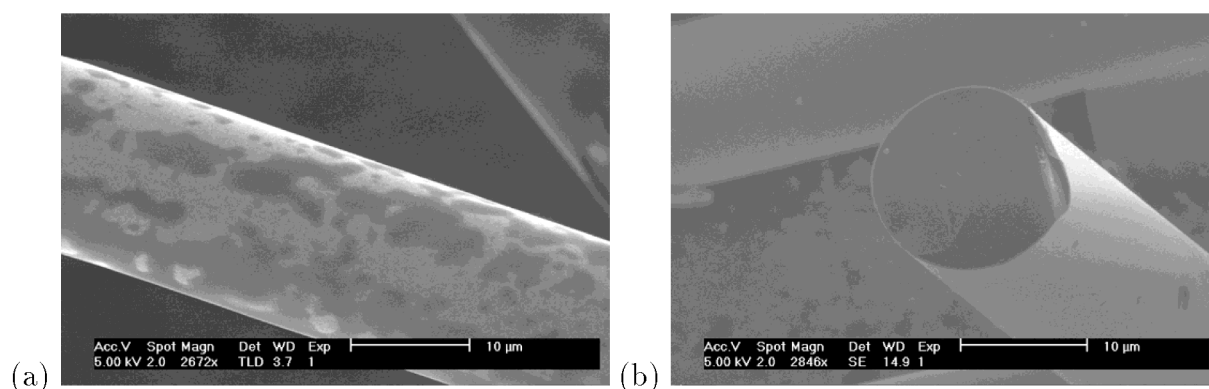


Fig. 4.6: Images MEB des fibres de SiC avant l'infiltration par la matrice (a) avec et (b) sans ensimage. La zone claire correspond à l'ensimage sur la figure (a).

4.2.2 Composites à base aluminium et magnésium

Les microstructures typiques obtenues par microscopie optique pour les composites à base aluminium et magnésium sont représentées sur les figures 4.7 et 4.8. Tous les composites fabriqués ne présentent aucune porosité visible au microscope optique après l'infiltration. La figure 4.7a représente un composite à matrice magnésium renforcé par des fibres longues et alignées de SiC observé parallèlement à l'axe des fibres. La distribution des fibres est homogène même s'il y a toujours des fibres qui sont en contact. Si le composite est considéré dans sa totalité, il y a des régions plus riches en métal ou en fibres. Mais les échantillons utilisés pour les mesures mécaniques sont toujours pris dans des régions où la distribution des fibres est homogène. Les mêmes remarques peuvent être faites dans le cas d'un composite à matrice magnésium renforcés par des fibres longues et alignés de carbone (figure 4.7b)

La figure 4.8 représente des composites à matrice magnésium (4.8a) et à matrice aluminium (4.8b) renforcés par des fibres SaffilTM. Dans ce cas aussi, aucune porosité du matériau n'est visible au microscope optique. De façon générale, le polissage des composites à matrice métallique pour les observations microstructurales posent souvent un problème dû à la différence de rigidité entre la matrice et les renforts. La matrice s'érode plus que les renforts céramiques. Mais ce phénomène est encore plus visible dans le cas du composite à matrice aluminium car l'aluminium pur est très mou, d'où une surface polie dans la figure 4.8b qui présente plus de rugosité par rapport à la figure 4.8a.

4.2.3 Composites Al/SaffilTM sans et avec traitement thermique

Des composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM ont été fabriqués avec des temps de contact croissants entre le métal liquide et les fibres compris entre 0 et 7 h. Le but est de faire varier les propriétés mécaniques de l'interface grâce aux réactions chimiques qui peuvent avoir lieu entre le métal liquide et les renforts. La nature

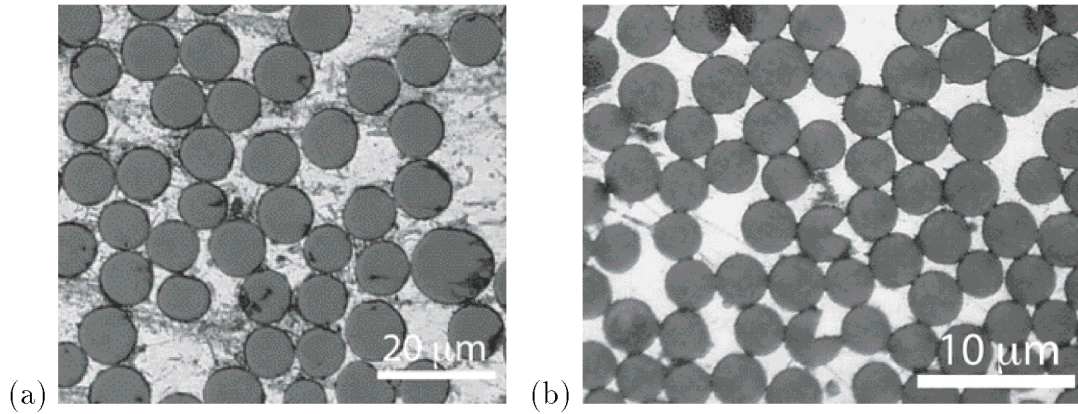


Fig. 4.7: Microstructures typiques observées par microscopie optique pour des composites à base de magnésium renforcés par des fibres de (a) SiC et de (b) carbone.

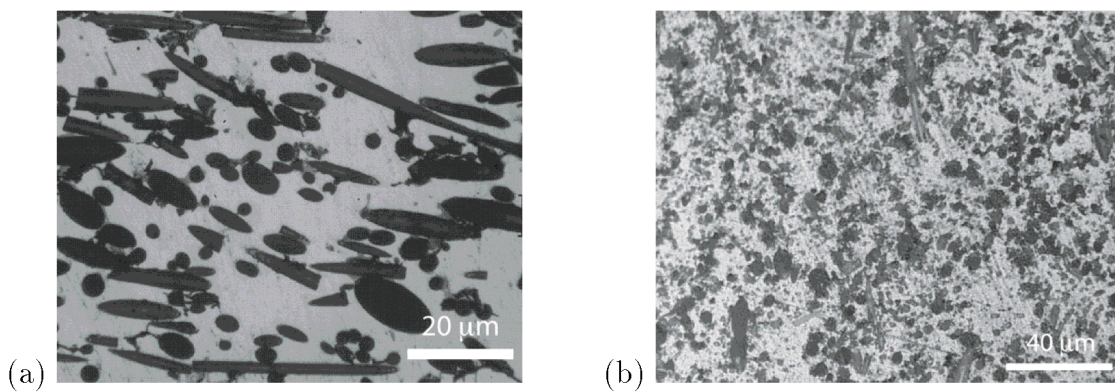


Fig. 4.8: Microstructures observées par microscopie optique pour des composites à base (a) de magnésium et (b) d'aluminium renforcés par des fibres SaffilTM.

de l'interface est révélée par une attaque chimique. Après avoir été préalablement polie, la section du composite considéré est plongée pendant 3 minutes dans une solution contenant 20 % en masse de NaOH. Comme dans le cas des joints de grain, l'interface du composite est une région de moindre cohésion qui sera préférentiellement attaquée par la solution chimique.

La figure 4.9 représente les microstructures observées en MEB pour un composite sans traitement thermique et pour un composite avec un recuit de 3h à 780°C. L'attaque chimique révèle profondément la structure de l'interface des composites. Les fibres de SaffilTM dans le cas du composite sans recuit paraissent très nettes, identiques à des fibres sans infiltration telles que sur la figure 4.5a. Par contre, le composite ayant subi le recuit de 3h à 780°C est caractérisé par la formation de cristaux à la surface des fibres SaffilTM. L'analyse EDX de ces cristaux a révélée qu'il s'agit d'alumine. Ces cristaux ont une structure très facettée comme l'indique la figure 4.9c. De plus, les cristaux formés pour les temps de recuits supérieurs à 1.5 h apparaissent souvent comme incrustés dans la fibre. La discussion à propos de leur formation et de leur influence sur le comportement mécanique et sur le frottement intérieur de ces composites sera le sujet du chapitre 7.

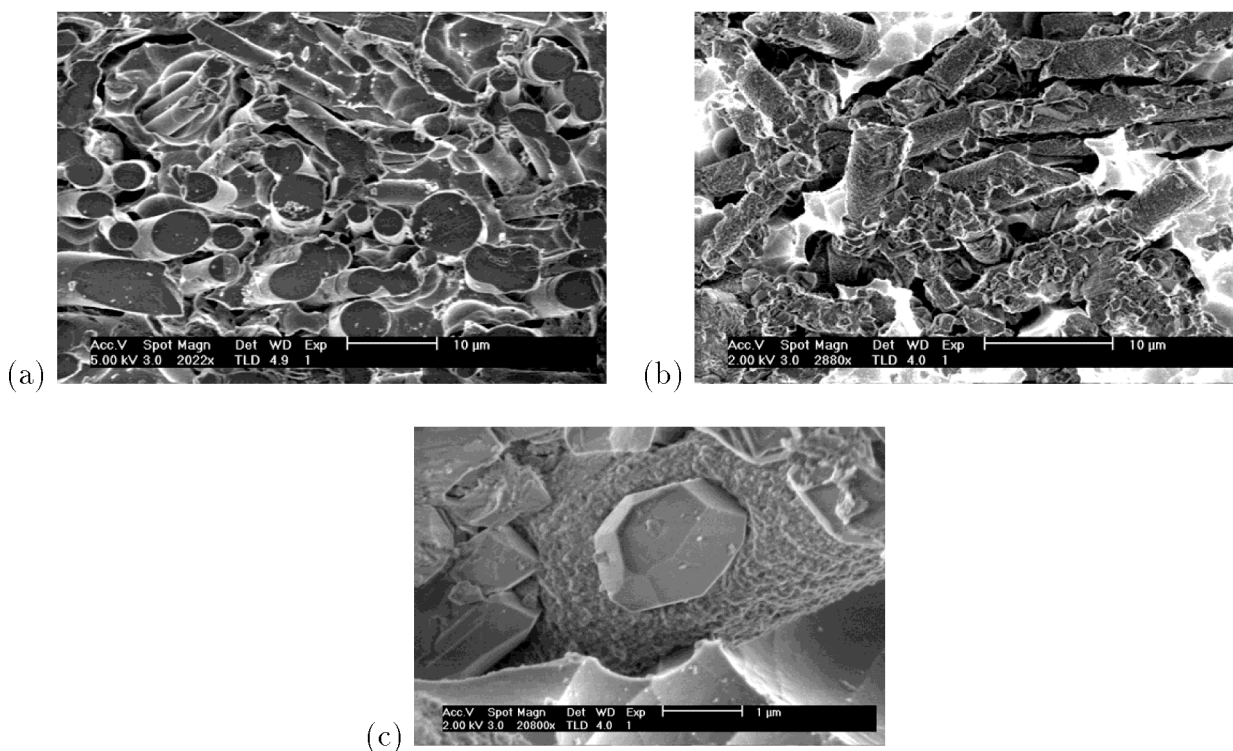




Fig. 4.9: Images MEB de l'interface de composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM présentant une nature d'interface différente due à la réaction entre le métal liquide et les renforts : (a) sans réaction, (b) avec un recuit à 780°C pendant 3h; apparition de cristaux d'alumine à la surface des fibres SaffilTM, (c) détail d'un cristal d'alumine.

4.3 Propriétés mécaniques des composites étudiés

Les modules d'Young E et de torsion G ont été mesurés respectivement par flexion de lame haute fréquence et par pendule de torsion avec une inertie connue. Les modules mesurés pour les composites à matrice magnésium et aluminium renforcés par des fibres SiC parallèles ou perpendiculaires à l'axe du composite sont résumés dans le tableau 4.2. La fraction volumique de fibres f mesurée par analyse d'image est également indiquée pour chaque composite. Les modules d'Young théoriques calculés d'après les modèles présentés dans le chapitre 1 sont aussi représentés dans le tableau 4.2. $E_{//}$ et E_{\perp} sont respectivement les modules d'Young pour un composite avec les fibres alignées respectivement parallèlement ou perpendiculairement à l'axe du composite.

Tab. 4.2: Fractions volumiques f de renforts et modules d'Young E et de torsion G des composites à matrice aluminium et magnésium renforcés par des fibres parallèles ou perpendiculaires mesurés respectivement par analyse d'image et par la flexion haute fréquence et le pendule de torsion .

matrice	renforts	valeurs théoriques		valeurs expérimentales		
		$E_{//}$ [GPa]	E_{\perp} [GPa]	f [%]	E [GPa]	G [GPa]
Mg	parallèles	84		25	72	18.4
	perpendiculaire-1		55.3	24	54	17.3
	perpendiculaire-2		52.7	19	52.7	16.7
	Saffil TM	109	57.1	25	63.1	
Al	parallèles	105.1		27	110.2	33.4
	perpendiculaire-1		87.7	31.6	82	29.5
	perpendiculaire-2		82.3	23	72.7	27.6
	Saffil ^{TM*}	127.5	86.6	25	79.7	
						

$E_{//}$ et E_{\perp} sont respectivement les modules d'Young pour des composites à fibres parallèles ou perpendiculaires à l'axe du composite tels que calculés dans le chapitre 1.

* Il s'agit du module d'Young pour un composite Al/SaffilTM sans traitement thermique. Le module d'Young en fonction du temps de recuit sera vu dans le chapitre 7.

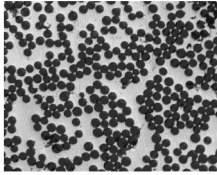
Dans le cas des composites à matrice magnésium, l'accord entre les modules d'Young expérimentaux et théoriques est excellent pour les composites avec les fibres perpendiculaires à l'axe du composite. L'accord est moins bon pour le composite avec les fibres parallèles à l'axe du composite. Concernant le composite renforcé par des fibres SaffilTM qui n'ont pas d'orientation privilégiée, la mesure du module d'Young se situe entre les modules d'Young théoriques pour les fibres parallèles ou perpendiculaires à l'axe du composite.

Dans le cas des composites à matrice aluminium, la valeur du module pour le composite à fibres parallèles est très proche de la valeur théorique (même supérieure). Par contre, les valeurs trouvées pour les composites à fibres perpendiculaires s'écartent plus des valeurs théoriques. Le module dans le cas des fibres SaffilTM n'est pas compris aussi entre les modules théoriques pour les fibres parallèles et perpendiculaires. Un moyen d'expliquer ces écarts entre les mesures expérimentales et les modèles est de considérer les densités expérimentales de ces composites avec la valeur théorique déduite d'une simple loi de mélange. Ceci est illustré par le tableau 4.3. La densité expérimentale des composites a été mesurée en faisant le rapport de leur masse sur leur volume.

Les résultats du tableau 4.3 montrent tout d'abord que la différence relative entre les densités expérimentales et théoriques n'excèdent pas 7.5 %. Le deuxième constat est que dès que cette différence dépasse 4%, les modules expérimentaux s'écartent significativement des modules théoriques. Ceci donne alors un critère de validité pour l'emploi de tels modèles.

Tab. 4.3: Densités expérimentale d_{exp} et théorique d_{th} des mêmes composites que dans le tableau 4.2. La différence relative entre les deux $(d_{th} - d_{exp})/d_{th}$ est aussi donnée.

matrice	renforts	d_{exp} [g/cm ³]	d_{th} [g/cm ³]	$(d_{th} - d_{exp})/d_{th}$ [%]
Mg	parallèles	1.85	1.94	4.6
	perpendiculaire-1	1.87	1.94	3.6
	perpendiculaire-2	1.89	1.89	0
	Saffil TM	2.08	2.10	0.9
Al	parallèles	2.55	2.66	4.1
	perpendiculaire-1	2.48	2.65	6.4
	perpendiculaire-2	2.46	2.66	7.5
	Saffil TM	2.65	2.85	7.0



Chapitre 5

Frottement intérieur et anomalie de module des composites

L'allure des spectres de frottement intérieur et de module dynamique est présentée pour tous les composites étudiés ayant subi des cycles thermiques entre 120 K et 500 K. Une anomalie de module est observée pour certains composites sur une large gamme de température. L'effet de recuits durant le cycle thermique et de l'amplitude de déformation est aussi présenté.

Une interprétation des spectres est donnée en s'appuyant sur l'effet des contraintes thermiques sur la mobilité des dislocations présentes dans la matrice. L'anomalie de module est aussi interprétée à partir de ces considérations.

5.1 Frottement intérieur et module dynamique

Les spectres de frottement intérieur et de module de torsion dynamique G pour les différents composites étudiés sont présentés dans cette section. Le frottement intérieur correspond à l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ mesuré en mode forcé. Le module de torsion dynamique G est mesuré comme le rapport de l'amplitude de la contrainte appliquée avec l'amplitude de la déformation mesurée. La mesure de la contrainte appliquée n'étant pas calibrée, la valeur du module mesurée ne l'est pas aussi. C'est pourquoi seulement la variation relative du module par rapport à sa valeur à température ambiante, soit $(G - G_{300K})/G_{300K}$, est représentée sur les spectres. De plus, afin de pouvoir comparer entre elles les variations de module des différents composites, la même échelle est utilisée sur tous les spectres.

Les composites ont tous subi des cycles thermiques compris entre 120 et 500 K. La vitesse de variation de la température \dot{T} , la fréquence d'excitation ω et l'amplitude de déformation de l'excitation sont respectivement 2 K/min, 0.5 Hz et 10^{-5} . A la fin de chaque séquence de chauffage et de refroidissement, la température est gardée constante pendant 10 minutes. durant cette période, le frottement intérieur et le module de torsion sont aussi enregistrés.

5.1.1 Composites à matrice Magnésium

Mg et Mg-2%Si purs

La figure 5.1 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ et la variation relative de module de torsion $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un échantillon de magnésium pur. L'angle de perte mécanique $\tan \phi$ présente un large maximum à basse température et il croît à haute température et ceci aussi bien pour le chauffage que pour le refroidissement (figure 5.1a). Par contre, $\tan \phi$ est moins élevé au chauffage qu'au refroidissement à basses températures et inversement à hautes températures. Les deux courbes correspondantes se croisent à une température proche de la température ambiante. Le module de torsion décroît de façon quasi-linéaire avec la température. Une très faible hystérèse est observée autour de 400 K. De plus, comme pour $\tan \phi$ mais à un degré plus faible, le module de torsion est moins élevé au chauffage qu'au refroidissement à basses températures et inversement à hautes températures.

De plus, lorsque la température est gardée constante à 120 K après le refroidissement, $\tan \phi$ décroît. Ceci est dû à la relaxation des contraintes thermiques par mouvement de dislocations (ces effets transitoires seront vu plus en détail dans le chapitre 6) et explique l'apparition du segment vertical entre les courbes de chauffage et de refroidissement à basses températures. A hautes températures, les courbes de chauffage et de refroidissement sont très proches et cette partie transitoire n'est pas visible.

La figure 5.2 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ et la variation de module de torsion relative $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un échantillon de l'alliage Mg-2%Si pur. Ces deux grandeurs ont globalement la même allure que dans le cas du magnésium pur. Cependant, l'intensité du large maximum concernant $\tan \phi$ à basse

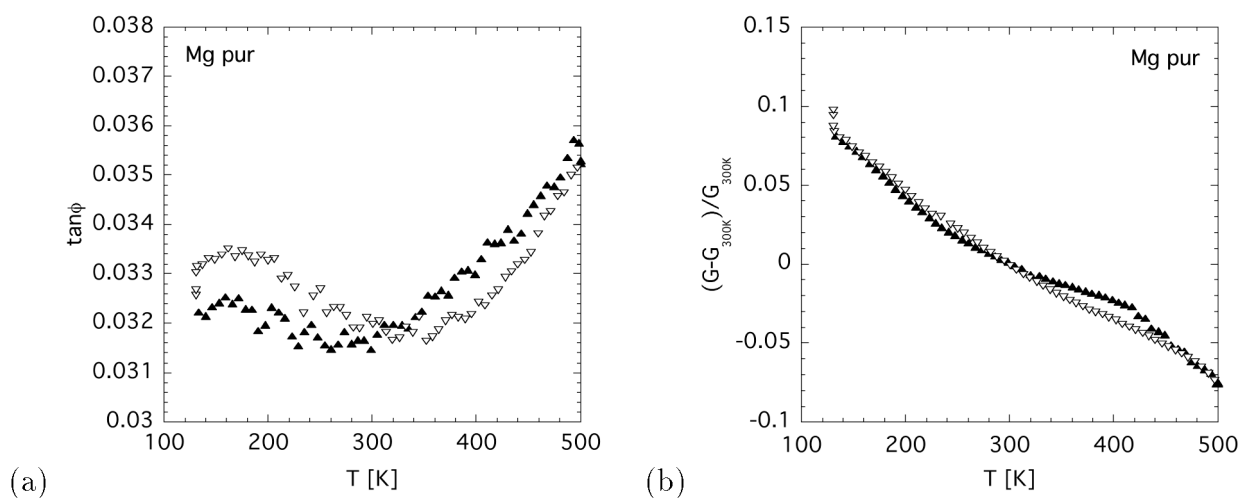


Fig. 5.1: (a) Angle de perte mécanique $\tan \phi$ et (b) variation relative du module dynamique $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un échantillon de Mg pur. \blacktriangle : chauffage ; ∇ : refroidissement.

température est plus grande et sa croissance à haute température est plus accentuée. En ce qui concerne le module de torsion, l'hystérèse est un peu plus grande que dans le cas du magnésium pur et se situe entre 200 et 300 K.

Mg-2%Si renforcé par des fibres SaffilTM

La figure 5.3 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ et la variation relative de module de torsion en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcés par des fibres courtes désorientées de SaffilTM. Comme pour le magnésium ou l'alliage Mg-2%Si purs, $\tan \phi$ présente un large maximum à basse température et une croissance de type exponentielle à haute température. $\tan \phi$ est également moins élevé au chauffage qu'au refroidissement à basse température et inversement à haute température. Les courbes de refroidissement et de chauffage se croisent aussi à une température proche de la température ambiante. La partie transitoire du frottement intérieur est nettement visible lorsque la température est gardée constante à la fin du refroidissement. Il est aussi observé une augmentation du niveau de frottement intérieur par rapport à la même matrice sans renforts.

En ce qui concerne le module de torsion, aucune hystérèse n'est observée sur tout le domaine de température. Par contre, une anomalie de module apparaît autour de la température ambiante. Ce phénomène sera le sujet du paragraphe 5.2.

Mg-2%Si renforcé par des fibres longitudinales de carbone

La figure 5.4 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ et la variation relative de module de torsion en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si

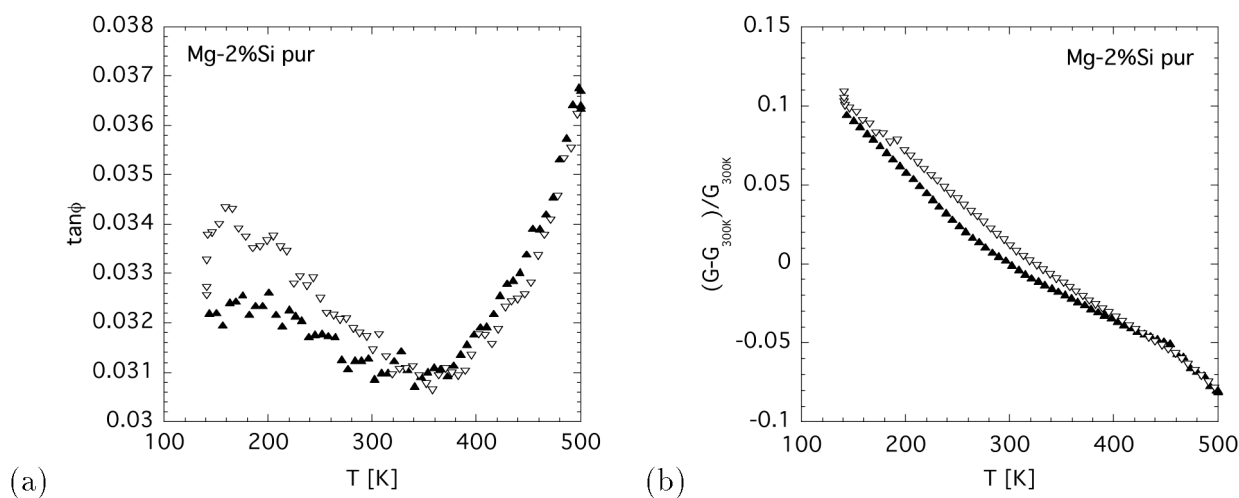


Fig. 5.2: (a) Angle de perte mécanique $\tan \phi$ et (b) variation relative du module dynamique $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un échantillon de Mg-2%Si sans renforts. ▲ : chauffage ; ▽ : refroidissement.

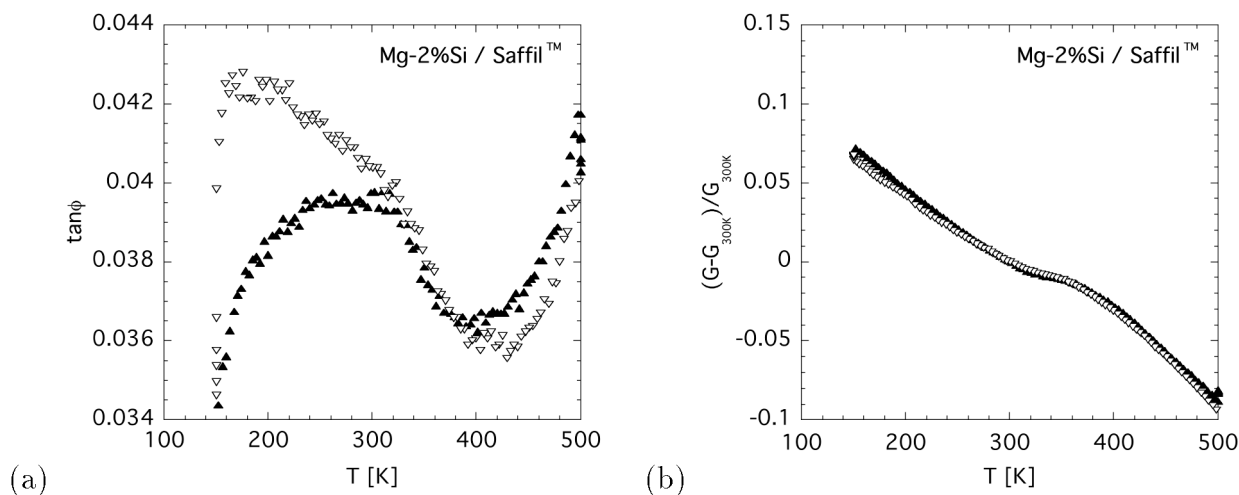


Fig. 5.3: (a) Angle de perte mécanique $\tan \phi$ et (b) variation relative du module dynamique $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres SaffilTM. ▲ : chauffage ; ▽ : refroidissement.

renforcé par des fibres longues de carbone alignées selon l'axe du composite (cf. figure 3.4a). Cette figure correspond à un cycle thermique composé d'un refroidissement à partir de la température ambiante jusqu'à 120 K, suivi d'un chauffage jusqu'à 500 K et d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante. $\tan \phi$ présente alors des variations très brusques autour de 300 K correspondant à la partie transitoire du frottement transitoire en début et fin de cycle. Néanmoins, comme pour les composites présentés précédemment, l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ est caractérisé par un large maximum à basses températures. L'inversion du niveau de frottement intérieur entre le chauffage et le refroidissement est aussi observée, mais à une température plus élevée que pour les composites renforcés par des fibres SaffilTM. Par contre, la croissance du frottement intérieur à haute température est moins prononcée.

En ce qui concerne le module de torsion, il est caractérisé par une hystérèse qui occupe tout le domaine de température étudié et une anomalie beaucoup plus prononcée que pour les matrices seules ou les composites renforcés par des fibres SaffilTM. Que ce soit pour le chauffage ou le refroidissement, l'anomalie de module est caractérisée par une brusque rupture de pente.

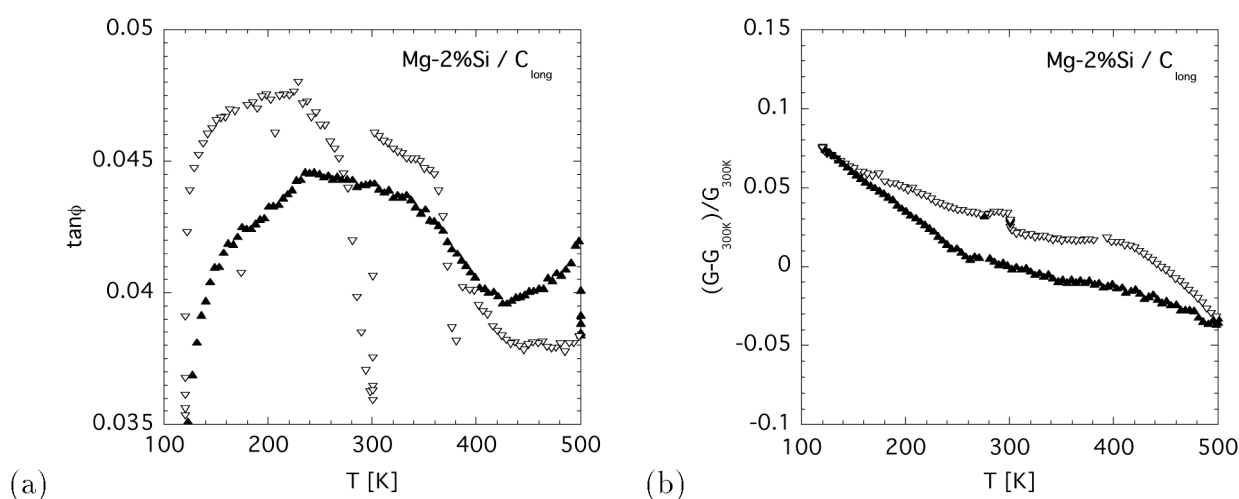


Fig. 5.4: (a) Angle de perte mécanique $\tan \phi$ et (b) variation relative du module dynamique $(G - G_{300K}) / G_{300K}$ en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longitudinales de carbone. \blacktriangle : chauffage ; ∇ : refroidissement.

Mg-2%Si renforcé par des fibres longitudinales de SiC

La figure 5.5 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ et la variation relative de module de torsion en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longues de SiC alignées selon l'axe du composite. $\tan \phi$ est caractérisé par un large maximum à basse température et une augmentation à hautes températures.

Comme dans le cas du composite renforcé par des fibres longues de carbone, l'hystérèse est beaucoup plus prononcée que pour les composites avec des fibres courtes ou les matrices seules. En outre, un maximum de plus faible intensité apparaît au chauffage et au refroidissement aux alentours de 350 K.

Le module de torsion est caractérisé par une forte hystérèse sur tout le domaine de température et par une anomalie très prononcée. La variation du module lors d'une séquence de chauffage ou de refroidissement est constituée de trois régions aux pentes différentes. La pente en valeur absolue est importante en début de séquence puis diminue aux températures intermédiaires. En fin de séquence, la pente augmente à nouveau. L'interprétation d'un tel phénomène sera donnée au paragraphe 5.2.

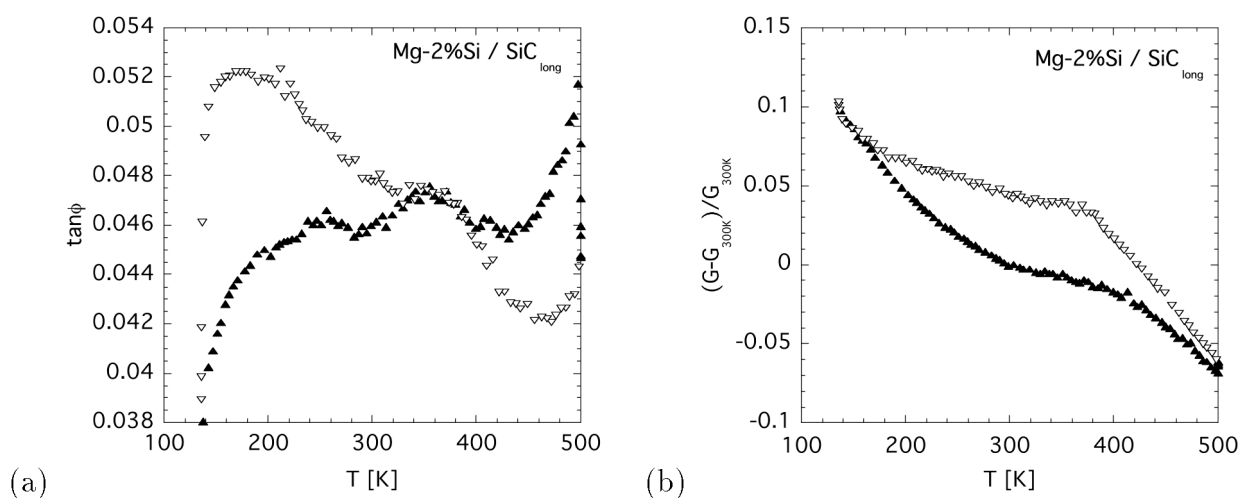


Fig. 5.5: (a) Angle de perte mécanique $\tan \phi$ et (b) variation relative du module dynamique $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longitudinales de SiC. ▲ : chauffage ; ▽ : refroidissement.

Comparaison des spectres de frottement intérieur

La figure 5.6 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température au chauffage et au refroidissement pour les composites à matrice Mg-2%Si renforcés par des fibres SaffilTM, des fibres longues de C ou de SiC et sans renforts. Tous ces spectres présentent certaines similitudes :

- ◇ apparition d'un large maximum à basses températures aussi bien pour le chauffage que pour le refroidissement. L'intensité de ce maximum est très faible dans le cas de la matrice sans renforts comparé avec celle des composites, ce qui laisse penser qu'il est associé à la présence des renforts dans la matrice. Une interprétation de ce large maximum sera donnée dans la section 5.2.5 en reliant ce phénomène avec l'évolution du module dynamique.

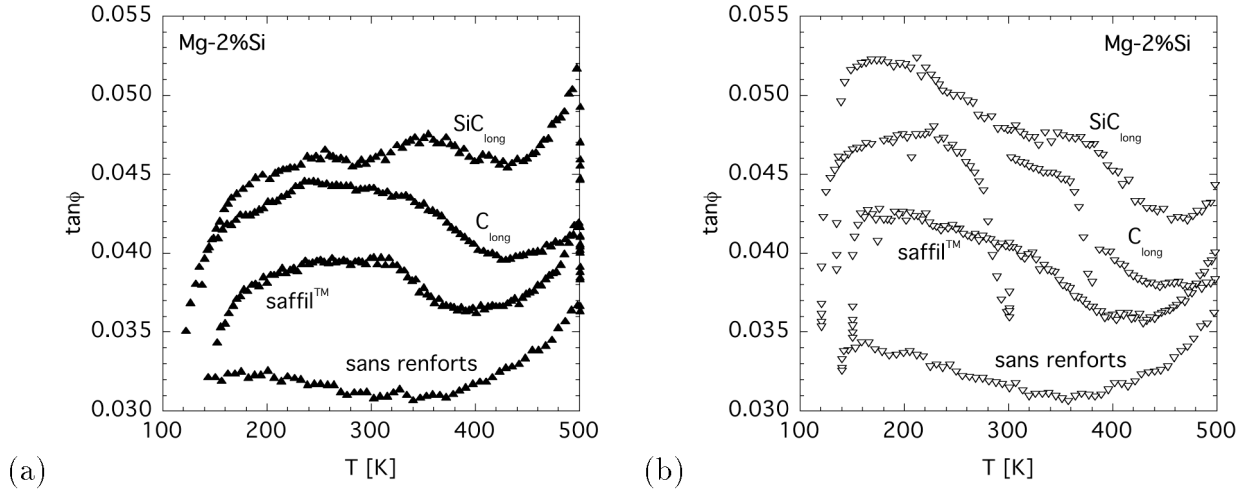


Fig. 5.6: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température pour la matrice seule et pour les composites à matrice Mg-2%Si renforcés par des fibres SaffilTM, des fibres longues de C et de SiC. (a) chauffage; (b) refroidissement.

- ◇ le niveau de frottement intérieur est moins élevé au chauffage qu’au refroidissement à basse température et inversement à haute température. Le croisement des courbes de chauffage et de refroidissement se situe toujours autour de 350 K. Ceci est dû au recuit à la fin de chaque chauffage et refroidissement qui entraîne la relaxation des contraintes thermiques. Le niveau de frottement intérieur est plus faible lors de la séquence suivante, ce qui donne aux spectres de frottement intérieur leur forme ”papillon” (nettement visible sur la figure 5.5).
- ◇ le frottement intérieur augmente de façon exponentielle dans le domaine hautes températures (cf. figure 5.3). Ceci n’est pas toujours visible sur les spectres présentés mais peut être facilement vu si la température maximale du cycle est augmentée de seulement 50 K. Le comportement du frottement intérieur rencontré dans cette région est appelé fond exponentiel hautes températures (généralement pour une température $T > 0.6 T_f$ où T_f est la température de fusion du matériau considéré) et peut s’exprimer sous la forme :

$$\tan \phi_{back} = \frac{A}{\omega^{\alpha} \tau^{\alpha}} \exp(-\alpha E/kT) \quad (5.1)$$

où A est une constante, ω est la fréquence d’excitation, E et τ sont respectivement l’énergie d’activation et le temps de relaxation du mécanisme de relaxation en jeu et α est un terme correcteur qui prend en compte la distribution des temps de relaxation (Schoeck et al., 1964). Ce frottement est généralement associé au mouvement des dislocations à hautes températures qui est de type visqueux dû à leurs interactions avec les impuretés (Nowick et Berry, 1972; Schaller et al., 2001). L’angle de perte mécanique au chauffage pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres

SaffilTM correspondant à la figure 5.3 est représenté avec la courbe d'ajustement tirée de l'équation 5.7. Lorsque la partie transitoire du frottement intérieur, c'est-à-dire dépendant de \dot{T} , a été soustraite, l'ajustement du paramètre αE conduit à la même valeur de 0.1 eV pour les différents composites et la matrice seule, ce qui montre que ce fond exponentiel n'est dû qu'à la matrice.

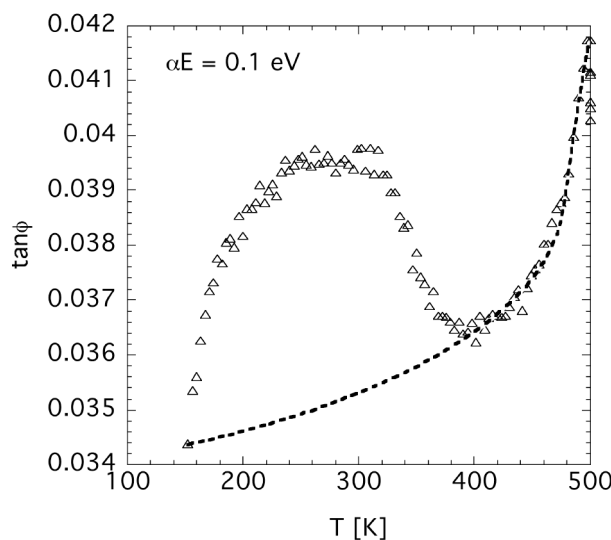


Fig. 5.7: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ au chauffage pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres SaffilTM correspondant à la figure 5.3. La courbe d'ajustement pour le fond exponentiel à hautes températures est affichée en ligne pointillée.

5.1.2 Composites à matrice Aluminium

Al renforcé par des fibres SaffilTM

La figure 5.8 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ et la variation relative de module de torsion en fonction de la température pour un composite à matrice aluminium renforcé par des fibres de SaffilTM. Comme dans le cas des composites à base de magnésium, le niveau de frottement intérieur est moins élevé au chauffage qu'au refroidissement à basse température et inversement à haute température. Le croisement des courbes de chauffage et de refroidissement s'effectue aussi autour de 350 K. Un large maximum apparaît dans le domaine basses températures au refroidissement mais pas au chauffage. Par contre, un pic apparaît autour de 280 K et qui est généralement attribué aux interactions entre les dislocations et les défauts ponctuels ou impuretés dans l'aluminium pur (Bremnes et al., 2000). Le frottement intérieur augmente aussi à haute température. Les parties transitoires du spectre en fin de chauffage et de refroidissement sont clairement visibles.

Le module de torsion présente une faible hystérèse sur tout le domaine de température mais à l'inverse des composites à base magnésium, aucune anomalie de module ne peut être détectée.

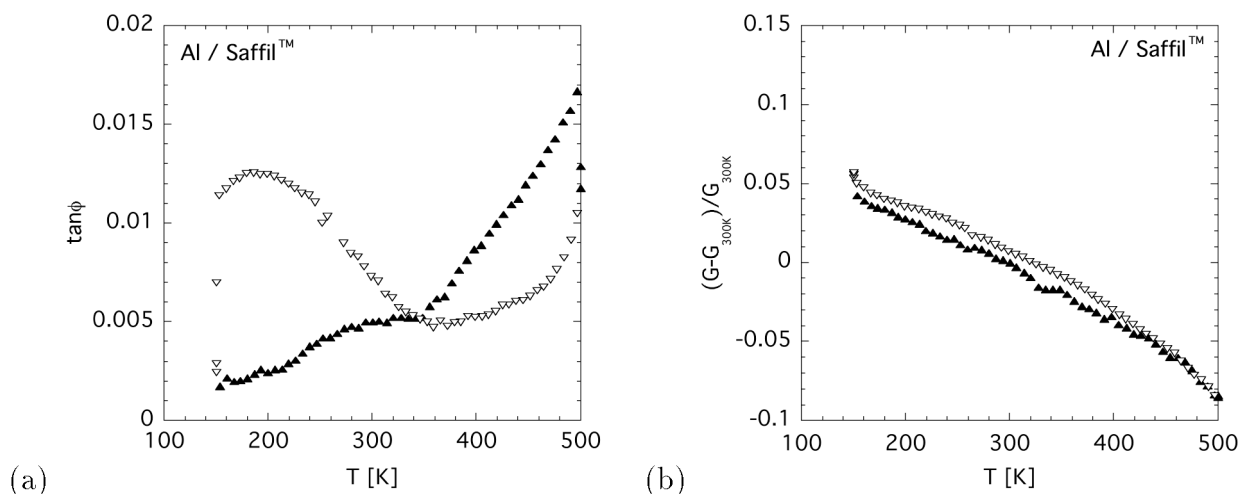


Fig. 5.8: (a) Angle de perte mécanique $\tan \phi$ et (b) variation relative du module dynamique $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un composite à matrice Al renforcé par des fibres SaffilTM. \blacktriangle : chauffage ; ∇ : refroidissement.

Al renforcé par des fibres SiC

La figure 5.9 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ et la variation relative de module de torsion en fonction de la température pour un composite à matrice aluminium renforcé par des fibres longues de SiC alignées selon l'axe du composite. Le spectre de frottement intérieur a une allure très proche de celle pour le composite renforcé par des fibres SaffilTM. Un large maximum est présent au refroidissement mais pas au chauffage ainsi que l'inversion des niveaux de frottement intérieur entre les domaines basses et hautes températures. Par contre, il existe un maximum se situant aux alentours de 400 K lors du refroidissement. Son intensité est beaucoup plus faible que celle du large maximum à basses températures. Les parties transitoires aux extrémités du spectre sont aussi très visibles.

Le module de torsion présente une faible hystérèse sur tout le domaine de température. Aucune anomalie de module ne peut être détectée.

Comparaison des spectres de frottement intérieur

La figure 5.10 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température au chauffage et au refroidissement pour les composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM et SiC. Ces spectres présentent certaines similitudes :

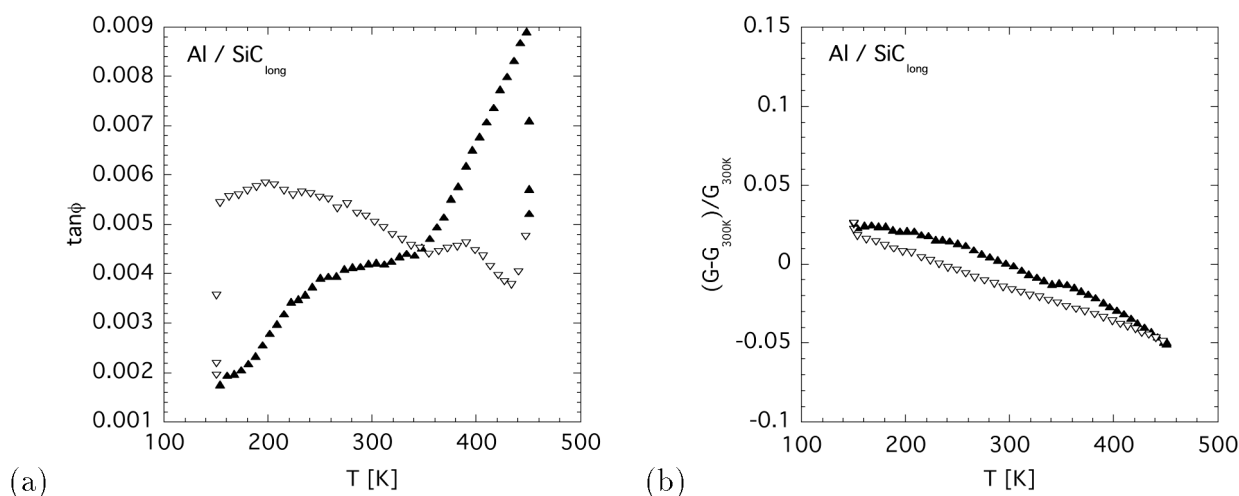


Fig. 5.9: (a) Angle de perte mécanique $\tan \phi$ et (b) variation relative du module dynamique $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un composite à matrice Al renforcé par des fibres longitudinales de SiC. \blacktriangle : chauffage; ∇ : refroidissement.

- ◇ le frottement intérieur est caractérisé par une inversion de son niveau entre le chauffage et le refroidissement pour les domaines basses et hautes températures. Le croisement entre les courbes de chauffage et de refroidissement se produit autour de 350 K. Ceci est dû aux recuits en fin de chauffage et de refroidissement pendant lesquels les dislocations trouvent une position d'équilibre, entraînant une diminution du niveau de frottement intérieur. Le résultat est la forme "papillon" du spectre de frottement intérieur pendant un cycle thermique.
- ◇ le frottement intérieur présente un large maximum à basses températures au refroidissement mais pas au chauffage. A l'inverse des composites à base de magnésium, l'intensité du maximum est plus élevée dans le cas du composite renforcé par les fibres SaffilTM que les fibres longues de SiC.

5.2 Anomalie de module

Comme il a été vu dans la section précédente, une anomalie de module apparaît pour les composites à base magnésium pouvant s'étaler sur un large domaine de température. Le but de cette section est de présenter le comportement de l'anomalie de module dans différentes conditions : lorsque la vitesse de chauffage et de refroidissement \dot{T} est gardée constante pendant le cycle thermique, lorsque le composite subit des recuits durant les cycles thermiques (c-à-dire $\dot{T} = 0$), pour des amplitudes d'excitation croissantes et dans le cas de basses fréquences d'excitation.

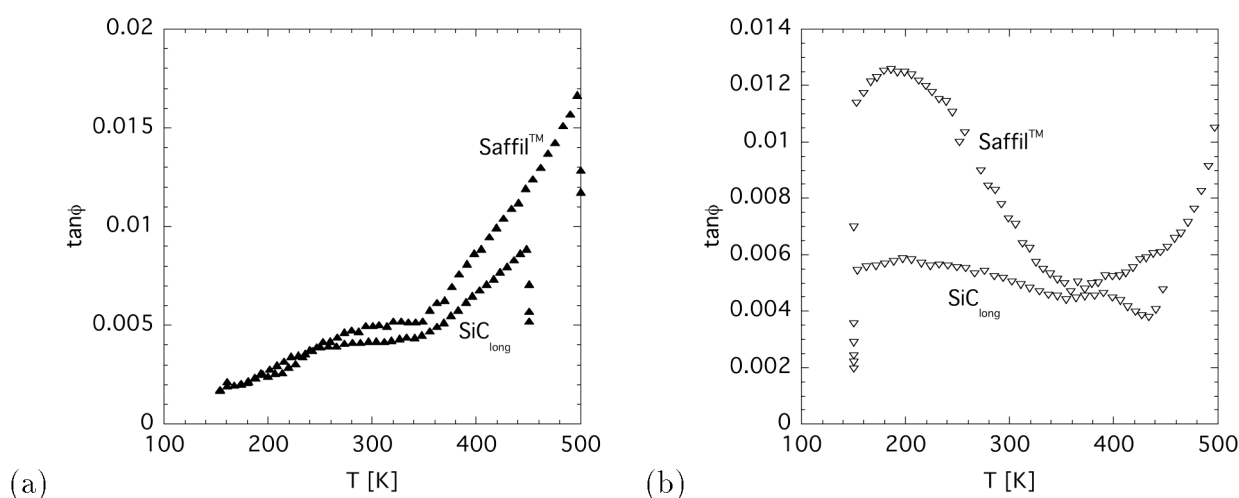


Fig. 5.10: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température pour les composites à matrice Al renforcés par des fibres SaffilTM et SiC. (a) chauffage; (b) refroidissement.

5.2.1 Cycle thermique à \dot{T} constant

La figure 5.11 représente la variation de module de torsion dynamique en fonction de la température pour la matrice seule et pour des composites à matrice Mg-2%Si renforcés par des fibres courtes de SaffilTM, des fibres longues et alignées de SiC. L'alliage Mg-2%Si sans renforts présente une très faible anomalie de module sur un domaine réduit de température. Par contre, les composites renforcés par des fibres de SaffilTM ou de SiC sont caractérisés par une anomalie pouvant s'étendre sur une gamme de températures de plus de 150 K (cf. figure 5.11(c)). L'orientation et la taille des renforts ont donc une influence sur l'anomalie de module.

De même, la nature de la matrice a une influence sur cette anomalie de module. La figure 5.12 représente la fréquence de résonance f mesurée en mode libre (le module de torsion G est proportionnel à f^2 , cf. section 3.2.1) en fonction de la température pour des composites à matrice aluminium et magnésium renforcés par des fibres longues de SiC perpendiculaires à l'axe du composite. Les composites ont subi un refroidissement de la température ambiante jusqu'à 150 K, puis un chauffage jusqu'à 500 K et un refroidissement jusqu'à la température ambiante. Le composite à matrice aluminium ne présente pas d'anomalie de module comparé au composite à matrice magnésium.

5.2.2 Cycle thermique avec des recuits

Durant un cycle thermique à une vitesse de variation de la température \dot{T} donnée, des recuits peuvent être effectués à intervalle de température constant le long du cycle. L'allure du module est telle que représentée sur la figure 5.13a. Il s'agit d'un composite à matrice

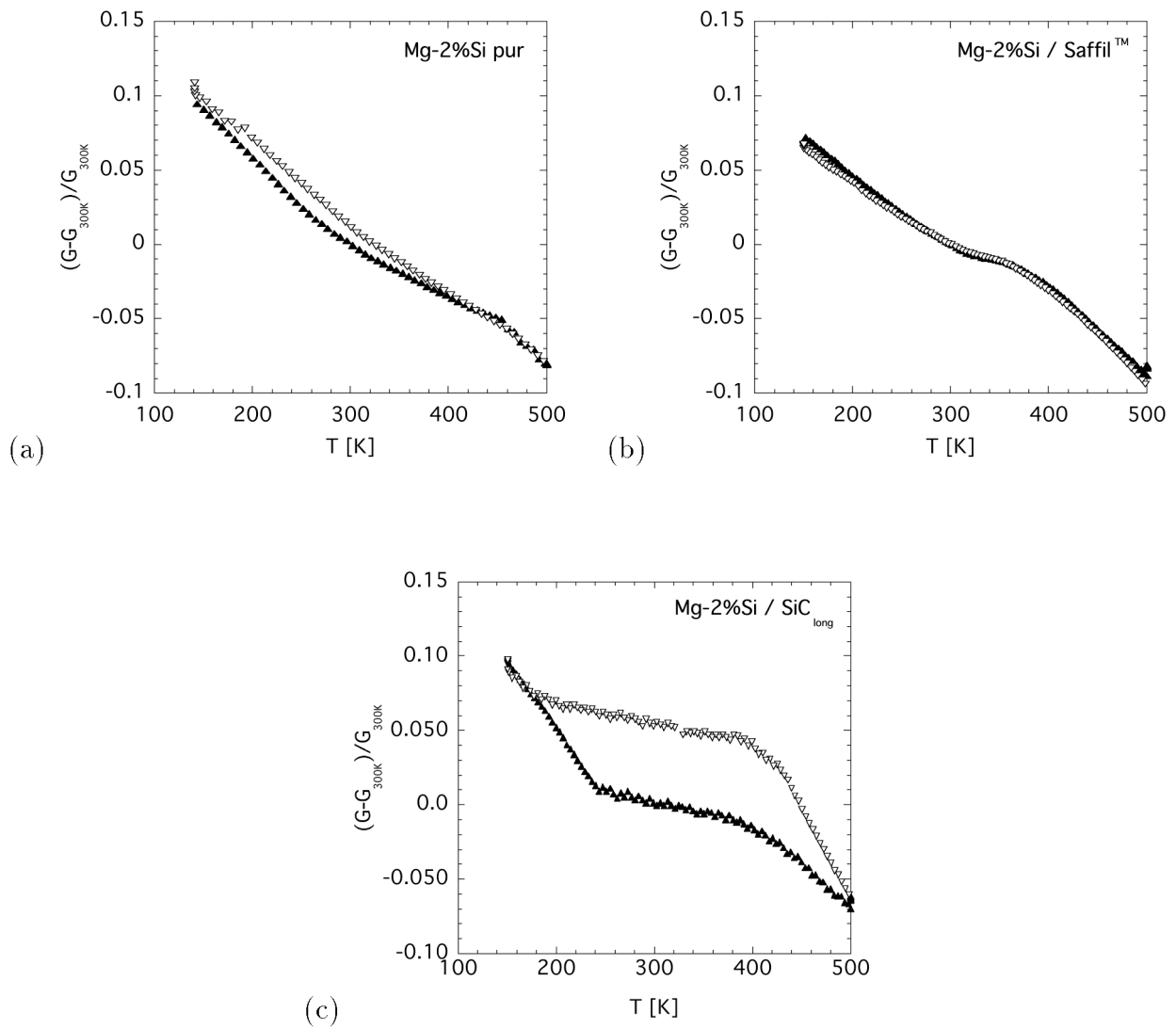


Fig. 5.11: Variation relative du module dynamique $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si (a) sans renforts, (b) renforcé par des fibres courtes de SaffilTM et (c) par des fibres longues alignées de SiC. ▲ : chauffage ; ▽ : refroidissement.

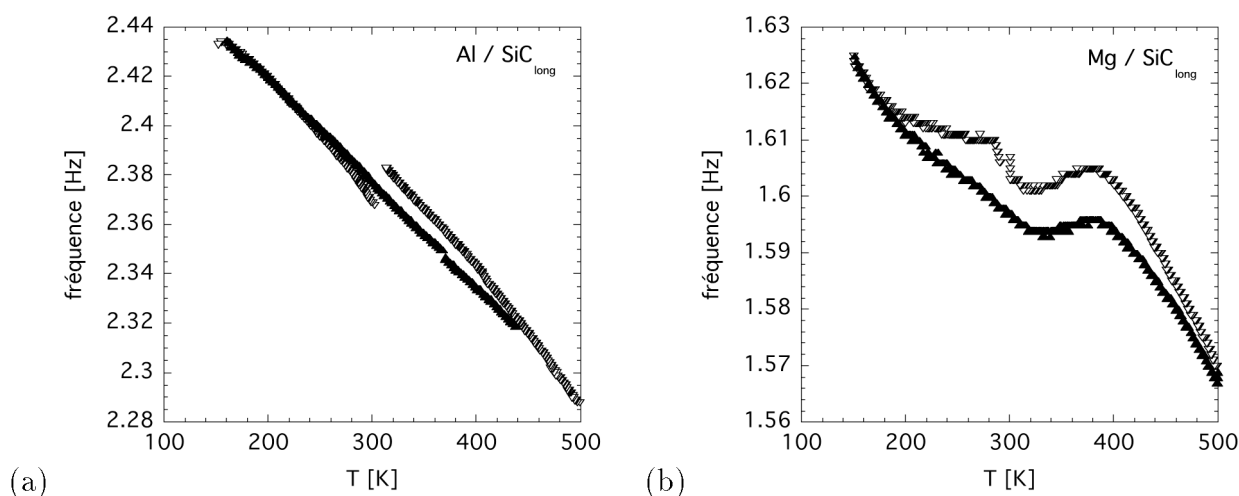


Fig. 5.12: Fréquence de résonance f en fonction de la température pour un composite à matrice (a) aluminium et (b) magnésium renforcés par des fibres longues de SiC perpendiculaires à l'axe du composite. ▲ : chauffage; ▽ : refroidissement.

Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC qui a subi des recuits de 30 minutes tous les 50 K durant le chauffage pendant un cycle thermique avec $\dot{T} = 2\text{K}/\text{min}$. Une courbe du module à $\dot{T} = 0$ est ainsi obtenue et une anomalie de module apparaît aussi (ligne traitillée). L'évolution du module de torsion en unités arbitraires en fonction du temps autour du recuit à 200 K est représentée sur la figure 5.13b.

Sur tout le domaine de l'anomalie de module, lorsque la température est gardée constante, le module augmente avec le temps jusqu'à atteindre une valeur d'équilibre. Ceci peut être clairement vu sur la figure 5.13b. Le fait que le module évolue avec un certain temps indique que son évolution n'est pas seulement due à un effet de la dilatation thermique sur l'état de contrainte des fibres mais aussi à l'évolution de la microstructure des dislocations dans la matrice.

5.2.3 Effet de l'amplitude de déformation

La figure 5.14 représente le module de torsion dynamique en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC excité pour différentes amplitudes de déformation variant entre 10^{-5} et $25 \cdot 10^{-5}$. Cette figure montre l'effet de l'amplitude d'excitation sur l'anomalie de module. Tout d'abord, plus l'amplitude de déformation est grande et plus la valeur absolue du module est basse. L'amplitude de déformation a aussi un effet sur l'hystérèse du module. Plus l'amplitude augmente et plus l'hystérèse diminue. De plus, la pente correspondant à l'anomalie de module augmente lorsque l'amplitude de déformation augmente jusqu'à devenir même positive pour les amplitudes supérieures à $6 \cdot 10^{-5}$.

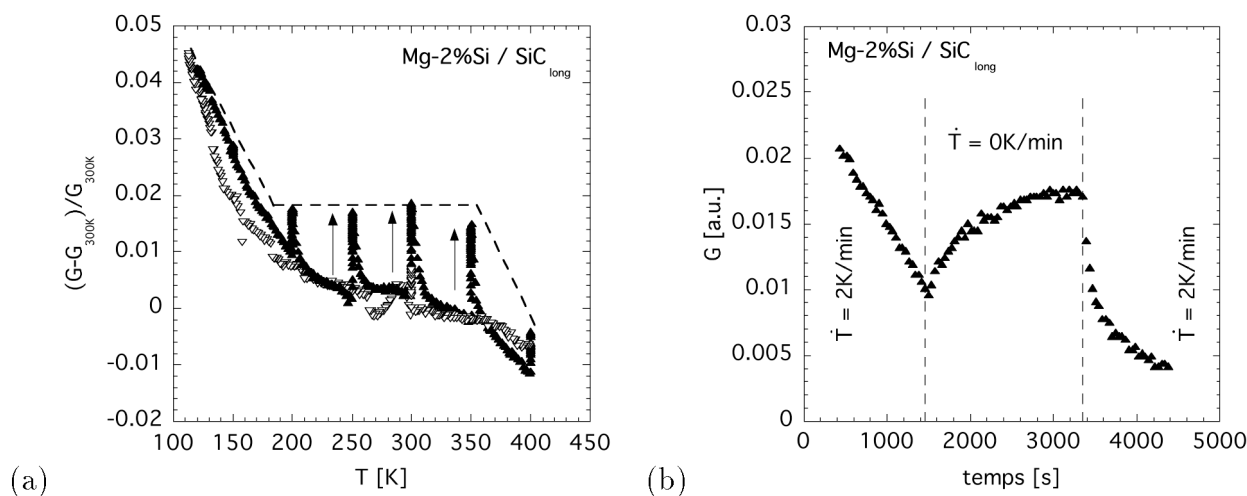


Fig. 5.13: (a) Variation relative du module dynamique $(G - G_{300K})/G_{300K}$ en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC ayant subi des recuits de 30 minutes tous les 50 K durant un cycle thermique. Les recuits correspondent aux parties verticales du spectre. \blacktriangle : chauffage ; ∇ : refroidissement. (b) Evolution du module dynamique en unités arbitraires en fonction du temps autour du recuit à 200 K.

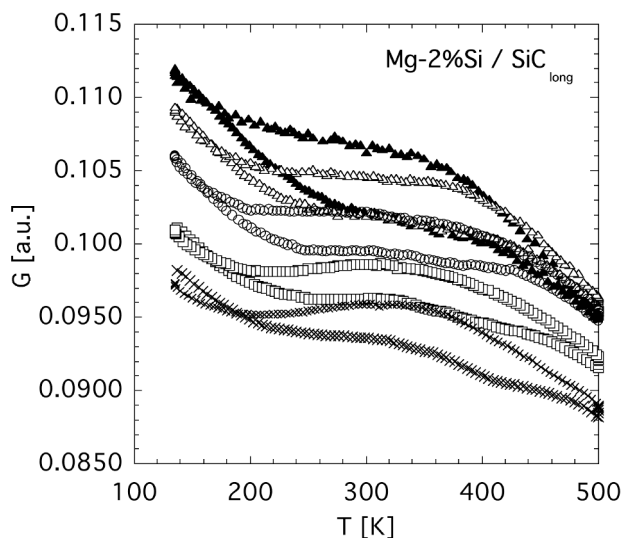


Fig. 5.14: Module de torsion dynamique en unités arbitraires en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé des fibres longues et alignées de SiC et pour différentes amplitudes de déformation : \blacktriangle 10^{-5} , \triangle $3 \cdot 10^{-5}$, \circ $6 \cdot 10^{-5}$, \square $12 \cdot 10^{-5}$, \times $25 \cdot 10^{-5}$.

5.2.4 A basses fréquences

La figure 5.15 représente le module de torsion dynamique en fonction de la température pour un composite Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC et pour des fréquences comprises entre 0.3 et 0.015 Hz. L'anomalie de module est quasiment inexistante à 0.3 Hz. Par contre, pour des fréquences plus basses, l'anomalie de module apparaît sur toute la gamme de température considérée. La variation du module est caractérisé par une très forte hystérèse accompagnée d'une inversion du niveau de module entre les basses et hautes températures.

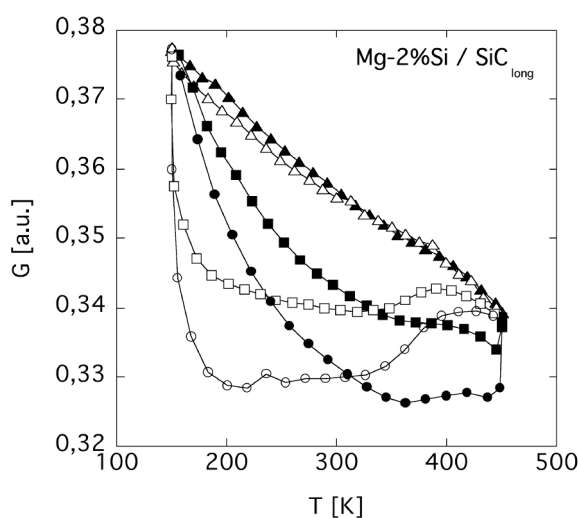


Fig. 5.15: Module de torsion dynamique en unités arbitraires en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé des fibres longues et alignées de SiC excité à basses fréquences : ($\blacktriangle, \triangle$) 0.3 Hz, (\blacksquare, \square) 0.03 Hz, (\bullet, \circ) 0.015 Hz. Les symboles plein et vide correspondent respectivement au chauffage et au refroidissement.

5.2.5 Discussion

Le but de cette section est de montrer que les effets sur le frottement intérieur et le module de torsion dans les composites étudiés sont dus au comportement des dislocations près de l'interface.

Mayencourt a étudié le mouvement des dislocations près de l'interface en observant par microscopie électronique à transmission in-situ des composites à matrice magnésium lors de cyclages thermiques entre la température ambiante et 250 °C (Mayencourt, 1999). Son étude a révélé un mouvement réversible des dislocations qui sont poussées des renforts lorsque la température diminue et qui s'en rapprochent lorsque la température augmente. Le mouvement des dislocations n'est pas uniforme mais se fait par à-coups. De plus, leur

mouvement débute à plus basses températures au refroidissement qu'au chauffage, ce qui témoigne d'une hystérèse thermique.

En prenant en compte ces observations, l'allure des spectres de frottement intérieur et de module dynamique, qui est représentée schématiquement sur la figure 5.16, peut être interprétée en parallèle. En considérant comme état de référence le composite à basse température après un recuit, le large maximum observé à basse température au chauffage s'explique par la mobilité croissante des dislocations qui sont émises dans la matrice pour relaxer les contraintes thermiques quand la température augmente (région *I*). Puis, quand l'anomalie de module apparaît (région *II*), elle s'accompagne par une diminution du frottement intérieur. Enfin, pour les températures élevées, le frottement intérieur croît exponentiellement et le module quitte l'anomalie de module pour décroître plus rapidement (région *III*).

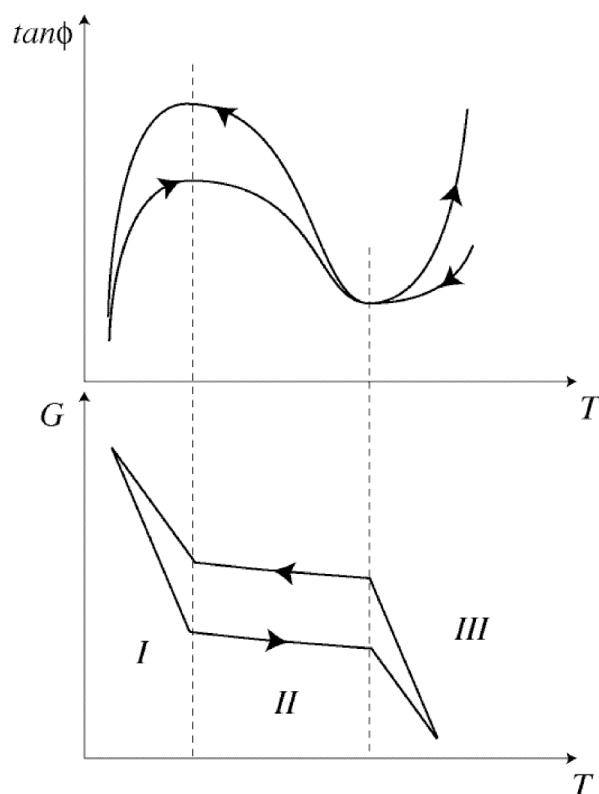


Fig. 5.16: Représentation schématique du frottement intérieur et du module de torsion dynamique en fonction de la température. Les domaines *I*, *II* et *III* correspondent aux différentes régions de l'anomalie de module.

Au refroidissement, l'hystérèse observée par rapport au chauffage est probablement due au mouvement hystérétique des dislocations. Comme au chauffage, l'apparition de l'anomalie de module s'accompagne d'une augmentation du frottement intérieur. Puis, à partir

d'une certaine température, la mobilité des dislocations est trop faible et le frottement décroît, entraînant la formation du large maximum.

Il est aussi rappelé que le niveau du large maximum à basse température au refroidissement est plus élevé pour les composites à matrice magnésium renforcés par des fibres SiC que ceux renforcés par des fibres SaffilTM alors que c'est l'inverse pour les composites à matrice aluminium. Ceci peut aussi être expliqué par un niveau de frottement contrôlé par la mobilité des dislocations relaxant les contraintes thermiques. En effet, les composites Al/SiC sont généralement caractérisés par la formation d'une phase Al_4C_3 fragilisante à l'interface alors que pour les composites à matrice magnésium, c'est dans le système Mg/SaffilTM que se forme une phase fragilisante, c'est-à-dire MgAl_2O_4 (Clyne et Withers, 1993). Ces phases fragilisantes diminuent le transfert de charge à l'interface, ce qui diminue le nombre de dislocations activées par les contraintes thermiques et donc entraîne une diminution du frottement intérieur.

Le frottement intérieur dû aux mouvements de dislocations permet aussi d'expliquer les phénomènes transitoires comme ceux observés pendant les recuits à la fin de chaque chauffage ou refroidissement. Les contraintes thermiques ayant été relaxées par mouvement de dislocations, celles-ci terminent leur parcours sur des points d'ancrage ou sur des positions d'énergie minimale, ce qui entraîne la diminution du frottement intérieur et l'augmentation du module dynamique. Le spectre de frottement intérieur a donc une forme "papillon" tel que sur la figure 5.5.

En gardant la même approche, l'interprétation de l'anomalie de module va se baser sur le comportement des dislocations qui sont émises dans la matrice pour relaxer les contraintes thermiques durant les cycles thermiques.

5.3 Interprétation de l'anomalie de module

Afin d'interpréter l'anomalie de module, il convient de faire quelques remarques préliminaires :

- ◇ le fait que les alliages seuls ne présentent quasiment pas d'anomalie de module laisse penser que cette anomalie de module provient de la présence des renforts dans la matrice. La conséquence de leur présence est l'apparition de contraintes thermiques à l'interface des matériaux composites soumis à des cycles thermiques et qui vont être relaxées par émission de dislocations dans la matrice.
- ◇ la matrice a un coefficient de dilatation thermique plus élevé que les fibres. Lorsque la température diminue, la matrice se contracte plus que les fibres, ce qui en les serrant doit provoquer une augmentation relative du module de torsion. Cela revient à une augmentation du transfert de charge entre la matrice et les fibres. Or, c'est le phénomène inverse qui est observé. Au refroidissement, une anomalie de module apparaît entre 400 K et 200 K, dépendant du composite.

Afin d'expliquer cette contradiction, il faut considérer le comportement des dislocations à l'interface quand la température varie. Pour cela, le cas simple d'une fibre rectiligne de longueur l_0 et de rayon r_0 entouré de la matrice va être considéré (figure 5.17). Les

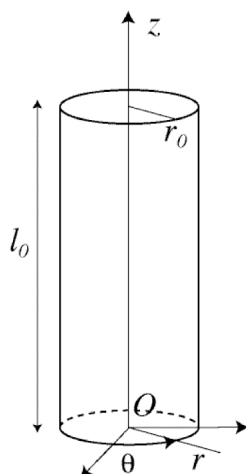


Fig. 5.17: Représentation schématique d'une fibre de longueur l_0 et de rayon r_0 entouré de la matrice. L'axe Oz est parallèle à l'axe de la fibre et l'axe Or est parallèle à la direction radiale.

déplacements de la matrice et de la fibre dus aux variations de température selon les directions Oz et Or sont pour la matrice :

$$\Delta z_m = \alpha_m |\Delta T| l_0 \quad (5.2)$$

$$\Delta r_m = \alpha_m |\Delta T| r_0 \quad (5.3)$$

où α_m est le coefficient de dilatation thermique de la matrice et $|\Delta T|$ est la variation de température considérée et pour la fibre :

$$\Delta z_f = \alpha_f |\Delta T| l_0 \quad (5.4)$$

$$\Delta r_f = \alpha_f |\Delta T| r_0 \quad (5.5)$$

où α_f est le coefficient de dilatation thermique de la fibre. Les désaccords de déplacement thermique entre la matrice et la fibre selon les directions Oz et Or s'expriment donc comme :

$$\Delta z_{th} = \Delta \alpha |\Delta T| l_0 \quad (5.6)$$

$$\Delta r_{th} = \Delta \alpha |\Delta T| r_0 \quad (5.7)$$

où $\Delta \alpha = \alpha_m - \alpha_f$ qui est positif. Les désaccords calculés ainsi reviennent à faire l'hypothèse que la cohésion à l'interface est parfaite entre la matrice et la fibre sur toute la longueur l_0 . Ce qui n'est pas nécessairement le cas. C'est pourquoi il faut en fait considérer l_0 comme la longueur moyenne sur laquelle il y a cohésion parfaite entre la matrice et les fibres. La relaxation de ce désaccord va donner lieu à l'émission de dislocations dans la matrice.

Au refroidissement, lorsque la température diminue, les contraintes thermiques dans la matrice agissent en traction, poussant les dislocations dans la matrice comme illustré

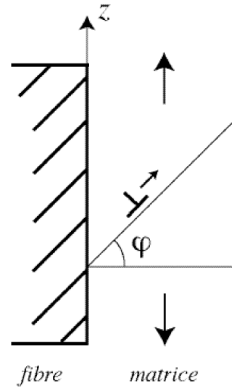


Fig. 5.18: Représentation schématique de l'émission de dislocations dans la matrice sous l'effet des contraintes thermiques. φ représente l'angle entre le plan de glissement de la dislocation qui est émise et la normale à la surface de la fibre.

schématiquement sur la figure 5.18. Dans le cas de la matrice magnésium à structure hexagonale, le glissement des dislocations s'effectuera principalement sur le plan basal. L'angle φ (cf. figure 5.18) est défini comme l'angle entre le plan de glissement de la dislocation émise et la normale à la surface de la fibre. En considérant toutes les dislocations émises, φ aura une valeur moyenne nulle ($\langle \varphi \rangle_{dislocations} = 0$). Cependant, sur une fraction non négligeable de l'interface, la valeur moyenne de φ sera non nulle. En particulier, l'effet de relaxation de contrainte sera maximal pour $\varphi = \pm 45^\circ$. La déformation de la matrice selon l'axe z résultant de l'émission des dislocations peut alors s'écrire :

$$\Delta z_{disl} = N_{disl} b \sin \varphi \quad (5.8)$$

où N_{disl} est le nombre de dislocations émises, b est leur vecteur de Burgers et φ est l'angle défini sur la figure 5.18. En égalisant les déplacements selon l'axe z relatifs à la dilatation thermique (éq. 5.6) et à l'émission de dislocations (eq. 5.8), il est possible de déterminer le nombre de dislocations émises, soit :

$$N_{disl} = \frac{\Delta \alpha |\Delta T| l_0}{b \sin \varphi} \quad (5.9)$$

Ces dislocations émises dans la matrice entraînent aussi un déplacement de la matrice selon l'axe r qui s'écrit :

$$\Delta r_{disl} = N_{disl} b \cos \varphi \quad (5.10)$$

et puisque la longueur l_0 peut être supposée très grande devant r_0 dans le cas de fibres longues, le déplacement de la matrice selon l'axe r dû à l'émission de dislocations est beaucoup plus grand que celui dû à la dilatation thermique. La différence entre ces deux

déplacements Δr^m peut se calculer comme :

$$\begin{aligned}
 \Delta r^m &= |\Delta r_{disl}| - |\Delta r_{th}| \\
 &= N_{disl} b \cos \varphi - \Delta \alpha |\Delta T| r_0 \\
 &= \frac{\Delta \alpha |\Delta T| l_0}{b \sin \varphi} b \cos \varphi - \Delta \alpha |\Delta T| r_0 \\
 &= \Delta \alpha |\Delta T| \left(\frac{l_0}{\tan \varphi} - r_0 \right)
 \end{aligned} \tag{5.11}$$

et en posant $X = l_0/r_0$ qui est habituellement appelé rapport d'échelle du renfort,

$$\Delta r^m = \Delta \alpha |\Delta T| r_0 \left(\frac{X}{\tan \varphi} - 1 \right) \tag{5.12}$$

Le décollement de l'interface dû à l'émission de dislocations est donc proportionnel à $\Delta \alpha$ et $|\Delta T|$, ce qui est tout à fait compréhensible. L'intensité du décollement est gouvernée par le terme :

$$\frac{X}{\tan \varphi} - 1$$

Par exemple, dans le cas de renfort sphérique, l_0 est équivalent à r_0 et si φ vaut 45° en moyenne, alors Δr_m est nul et il n'y a donc pas de décollement de l'interface. Par contre, si le rapport d'échelle est élevé comme c'est le cas avec des fibres longues alignées, alors Δr^m sera significatif, entraînant de la décohésion à l'interface. La dépendance du décollement à l'interface avec la taille des renforts est en accord avec une anomalie de module qui est plus prononcée dans le cas de fibres longues que dans celui de fibres courtes.

Au chauffage, les contraintes thermiques sont dirigées en sens opposé et les dislocations sont repoussées vers les fibres, donnant lieu à l'anomalie de module au chauffage. Il y a comme un effet mémoire des dislocations car elles ne se déplacent que sur un seul plan de glissement. Comme déjà mentionné plus haut, l'hystérèse du module est probablement due au mouvement hystérétique des dislocations.

De plus, le fait que l'anomalie de module apparaisse à une température précise (cf. figure 5.11b et 5.11c) renforce l'hypothèse que cette anomalie est due au mouvement des dislocations. En effet, en accord avec les figures 5.11b et 5.11c, l'anomalie de module apparaît que ce soit au chauffage ou au refroidissement pour $\Delta T = 160$ K et $\Delta T = 96$ K respectivement pour les composites renforcés par des fibres longues de SiC et des fibres courtes de SaffilTM. Or, ces intervalles de température correspondent exactement au moment où les contraintes thermiques telles que données par l'équation 1.12 dépassent la limite élastique de la matrice, c'est-à-dire quand les dislocations peuvent se déplacer sur de longues distances ¹.

Dans le cas de l'aluminium à structure cubique à faces centrées, 4 systèmes de glissement peuvent être activés, ce qui assure une émission plus homogène de dislocations

¹les valeurs numériques utilisées sont : $E_m = 45$ GPa, $E_{SiC} = 200$ GPa, $E_{Al_2O_3} = 300$ GPa, $f = 0.25$ pour les deux composites, $\Delta \alpha_{SiC} = 21.9 \times 10^{-6} K^{-1}$, $\Delta \alpha_{Al_2O_3} = 17 \times 10^{-6} K^{-1}$ et $\sigma_y = 85$ MPa pour l'alliage Mg-2%Si 85 MPa (Avedisian et Baker, 1999)

comparée à une matrice magnésium où un seul système peut être activé. La différence de déplacement de la matrice au niveau de l'interface entre le magnésium et l'aluminium lorsque la température diminue peut être représentée schématiquement comme sur la figure 5.19. Dans le cas d'une matrice magnésium, l'émission de dislocations sera importante dans

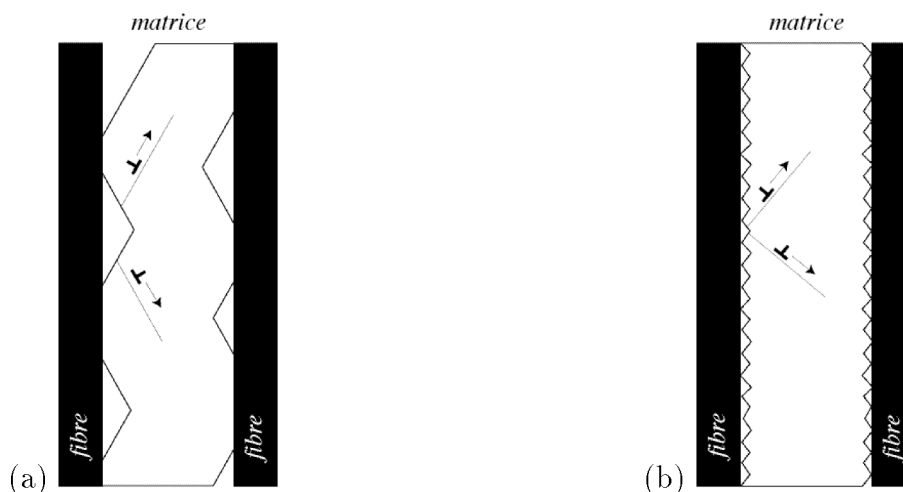


Fig. 5.19: Représentation schématique du déplacement de la matrice près de l'interface dû à l'émission de dislocations dans une matrice (a) magnésium et (b) aluminium. Les barres noires représentent les fibres.

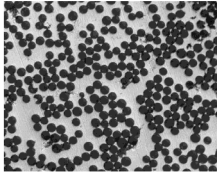
certaines régions, entraînant un décollement important de la matrice qui va donner lieu à l'anomalie de module. Par contre, dans le cas d'une matrice aluminium, un plus grand nombre de plans de glissement est censé être activé, ce qui donne lieu à un déplacement de la matrice plus homogène le long de la fibre et donc moins de décollement.

Cette interprétation permet aussi d'expliquer pourquoi l'anomalie de module est plus prononcée dans les composites à matrice magnésium quand l'amplitude de déformation augmente (cf. figure 5.14). En effet, l'effet de l'amplitude de déformation s'ajoute à celui des contraintes thermiques. Plus l'amplitude de déformation sera grande et plus le déplacement au niveau de l'interface sera grand dans les régions où celui-ci est resté faible dû à l'inhomogénéité de la déformation du magnésium, entraînant une accentuation de l'anomalie de module.

5.4 Conclusion

L'anomalie de module peut donc s'expliquer par le mouvement des dislocations près de l'interface émises dans la matrice pour relaxer les contraintes thermiques. Mais il est important de noter que cette anomalie de module n'est pas due seulement à un effet transitoire car elle apparaît aussi lorsque $\dot{T} = 0$.

Les effets transitoires sur le frottement intérieur vont être l'objet du prochain chapitre.



Chapitre 6

Relaxation des contraintes thermiques

Il a été montré dans le chapitre précédent que le comportement mécanique des composites étudiés dépend fortement de la façon dont les contraintes thermiques sont relaxées dans la matrice. Il va alors être montré que le frottement intérieur dépend des paramètres \dot{T} et ω et que cette dépendance est couplée.

Le modèle développé par Mayencourt et al. permettant d'interpréter les relaxations de contraintes thermiques en considérant le mouvement des dislocations à l'interface contrôlé par un mécanisme de frottement sec va être présenté. Ce modèle sera appliquée aux cas de composites à matrice magnésium et aluminium renforcé par des fibres avec différentes orientations.

6.1 Cycle thermique avec recuits

Un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC a subi des recuits de 40 minutes espacés de 50 K au chauffage pendant un cycle thermique. Le profil de température pour le chauffage peut être représenté comme sur la figure 6.1.

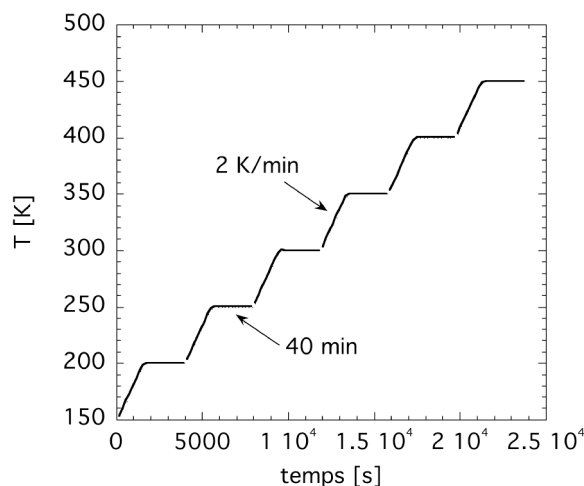


Fig. 6.1: Représentation schématique du profil de température lors du chauffage du composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres de SiC pendant lequel des recuits de 40 minutes sont effectués tous les 50 K.

La figure 6.2 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ pour ce composite en fonction de la température pendant un cycle thermique avec les recuits au chauffage. Lorsque la température varie avec un \dot{T} constant, le frottement intérieur suit une courbe telle que présentée dans le paragraphe 5.1.1. Dans le cas où la température est gardée constante, il est observé une diminution du frottement intérieur en fonction du temps (flèches verticales dans la figure 6.2). Il est rappelé qu'une grande densité de dislocations créée par les contraintes thermiques est présente dans la matrice. Sous l'effet de la température, ces dislocations sont "activées" et donnent lieu au frottement intérieur observé. Lorsque la température est gardée constante, les dislocations qui ont été émises pour relaxer les contraintes thermiques trouvent une position d'équilibre, entraînant une diminution du frottement intérieur.

Ce phénomène peut aussi être illustré en traçant l'angle de perte mécanique durant un recuit en fonction du temps comme sur la figure 6.3. Le frottement intérieur diminue fortement au début du recuit puis progressivement atteint une valeur d'équilibre correspondant aux dislocations qui ont été émises dans la matrice trouvant une position d'équilibre. L'allure de cette courbe rappelle celles qui peuvent être obtenues lorsque qu'une relaxation de contrainte à déformation constante est effectuée durant un essai de traction uniaxiale par exemple. Ceci vient de l'analogie des mécanismes induits par les deux types d'essai.

Dans un essai de traction uniaxiale, lorsque la contrainte dépasse la limite élastique, des dislocations sont créées par multiplication. Elle forment un réseau de plus en plus dense

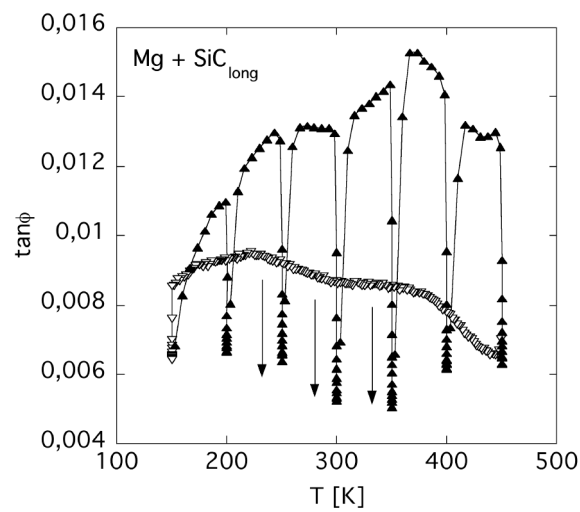


Fig. 6.2: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC ayant subi des recuits de 40 minutes tous les 50 K durant un cycle thermique. Les recuits correspondent aux parties verticales du spectre. ▲ : chauffage; ▼ : refroidissement.

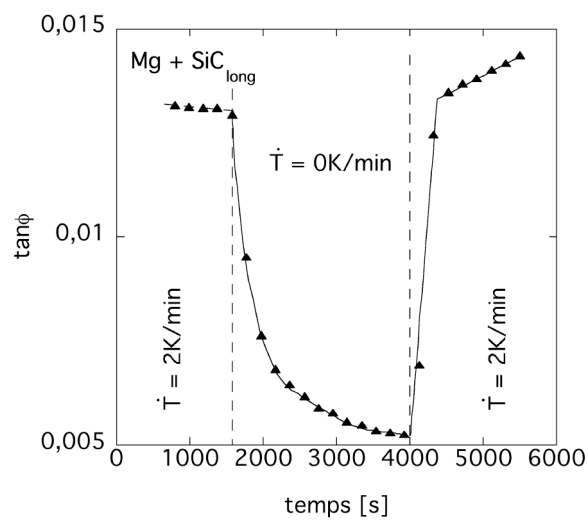


Fig. 6.3: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction du temps pour le même composite que la figure 6.2 autour du recuit de 40 minutes effectué à 300 K.

quand la déformation augmente et des contraintes internes sont formées dans le matériau. Puis, si la déformation est gardée constante, les dislocations vont relaxer ces contraintes jusqu'à ce qu'elles soient toutes à l'équilibre, entraînant une diminution de la contrainte généralement selon un loi logarithmique.

Dans les composites soumis à des changements de température, un phénomène analogue apparaît. Le changement de température crée des contraintes thermiques dans la matrice qui vont activer un nombre croissant de dislocations. Quand la température est gardée constante, les contraintes thermiques sont relaxées par les dislocations qui vont trouver une position d'équilibre, entraînant une diminution du frottement intérieur car moins de défauts peuvent dissiper d'énergie mécanique.

La question du mécanisme par lequel ces dislocations trouvent leur position d'équilibre peut être soulevée. Pour cela, l'expression du frottement intérieur en fonction du temps lorsque la température est constante va être considérée. Le frottement intérieur s'exprime de façon générale comme (cf. équation 2.5) :

$$\tan \phi = \frac{1}{\pi J_{el} \sigma_0^2} \int_0^{\pi/\omega} \sigma_0 \sin(\omega t) d\varepsilon_{an} \quad (6.1)$$

avec,

$$d\varepsilon_{an} = \dot{\varepsilon}_{an} dt = \rho_m b v_0 dt \quad (6.2)$$

où ρ_m est la densité de dislocations mobiles, b est le vecteur de Burgers et v_0 est la vitesse de déplacement des dislocations qui est constante pour une température donnée. Durant un cycle, ρ_m peut être considéré constante et l'équation 6.1 donne :

$$\tan \phi = \frac{1}{\pi J_{el} \sigma_0^2} \rho_m b v_0 \int_0^{\pi/\omega} \sigma_0 \sin(\omega t) dt \quad (6.3)$$

soit, en considérant la variable de temps pour une température donnée,

$$\tan \phi(t) = \frac{2}{\pi J_{el} \sigma_0} b v_0 \rho_m(t) \quad (6.4)$$

Ainsi, l'équation 6.4 montre que pour une température donnée, le frottement intérieur et la densité de dislocation ont le même comportement en fonction du temps. Il est donc possible d'en déduire l'allure de la variation de la densité de dislocations mobiles durant la relaxation en observant l'évolution du frottement en fonction du temps. En l'occurrence,

$$\frac{\Delta \tan \phi}{\Delta \tan \phi_{tot}} = \frac{\tan \phi - \tan \phi_i}{\tan \phi_f - \tan \phi_i} = \frac{2b v_0}{\pi J_{el} \sigma_0} \frac{\Delta \rho_m}{\Delta \rho_{m_{tot}}} \quad (6.5)$$

où $\tan \phi_i$ et $\tan \phi_f$ représentent respectivement les valeurs initiales et finales de $\tan \phi$ pendant la relaxation. Ce formalisme permet de normaliser l'évolution du frottement intérieur ou de la densité de dislocations et ainsi de pouvoir la comparer pour différentes températures. La figure 6.4a représente $\Delta \tan \phi / \Delta \tan \phi_{tot}$ en fonction du temps pour des recuits à différentes températures correspondant aux valeurs de la figure 6.2. Il est observé

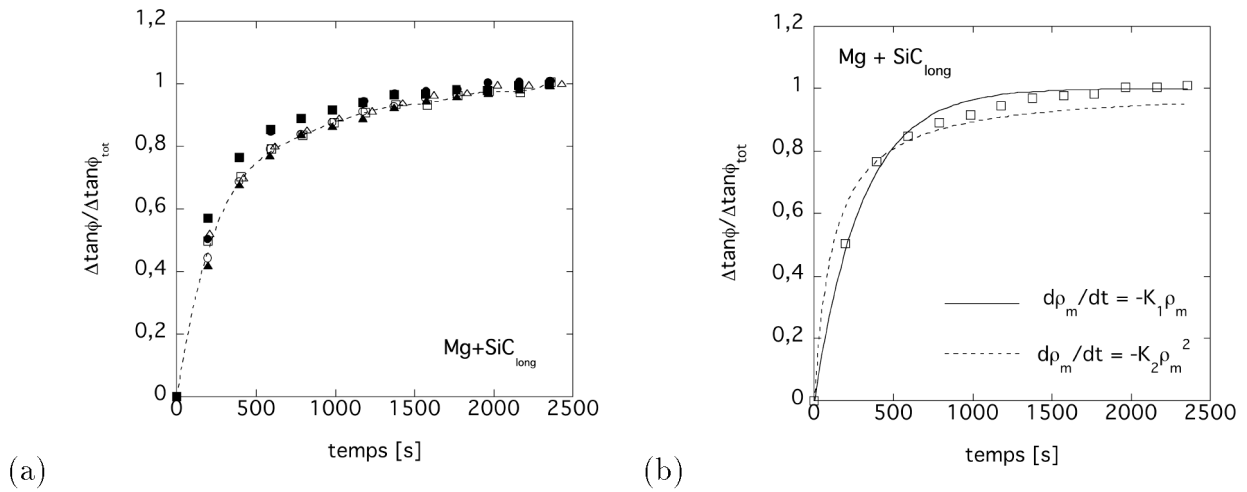


Fig. 6.4: (a) $\Delta \tan \phi / \Delta \tan \phi_{tot}$ en fonction du temps correspondant aux valeurs présentées sur la figure 6.2 pour différentes températures : ● 200 K, ○ 250 K, ■ 300 K, □ 350 K, △ 400 K, ▲ 450 K. (b) Ajustement des lois présentées dans l'équation 6.6 avec la courbe de relaxation à 350 K.

que la façon dont le frottement intérieur et donc la densité de dislocations décroît avec le temps ne dépend pas de la température. Ce qui signifie que le mécanisme de relaxation des dislocations est le même quelque soit la température. Plusieurs lois de comportement pour la densité de dislocations peuvent alors être envisagées :

$$\frac{\Delta \rho_m}{\Delta \rho_{mtot}} = \begin{cases} 1 - \exp(-K_1 t) & \text{si } \frac{d\rho_m}{dt} = -K_1 \rho_m \\ \frac{K_2^* t}{1 + K_2^* t} & \text{si } \frac{d\rho_m}{dt} = -K_2 \rho_m^2 \text{ et } K_2^* = K_2 \rho_{m0} \end{cases} \quad (6.6)$$

où K_1 et K_2 sont des paramètres d'ajustement et ρ_{m0} est la densité de dislocations au début de la relaxation. L'ajustement de la première loi avec les points expérimentaux est relativement bon comme l'indique la figure 6.4, ce qui tend à montrer que le paramètre K_1 est indépendant de la température. Ceci confirme donc le mouvement hystérétique des dislocations dans la matrice.

6.2 Cycles thermiques avec différents \dot{T} et ω

Le phénomène observé lors de recuit peut aussi être observé lorsque la vitesse de chauffage ou de refroidissement \dot{T} ou la fréquence ω varient. Les composites étudiés ont subi des cycles thermiques entre 150 K et 450 K pour lesquels la vitesse de variation de la température \dot{T} et la fréquence ω ont été changées entre 0 et 5 K/min et entre 0.01 et 1 Hz

respectivement. La figure 6.5 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température pour différents \dot{T} à une fréquence d'excitation de 0.5 Hz pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC. Quelque soit \dot{T} , le frottement intérieur garde la même allure avec un large maximum à basse température. Par contre, le niveau de frottement intérieur augmente lorsque \dot{T} augmente, que ce soit au chauffage ou au refroidissement. La figure 6.6 représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$

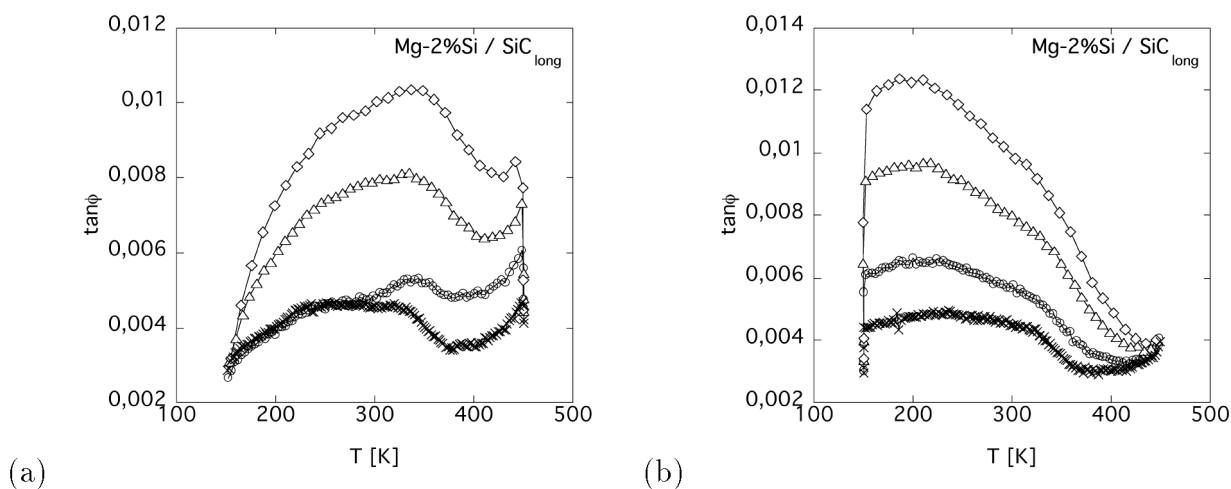


Fig. 6.5: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température pour différents \dot{T} pour un composite à matrice Mg renforcé par des fibres longues alignées de SiC (a) au chauffage et (b) au refroidissement. $\omega = 0.5$ Hz et \dot{T} : \times 0.5 K/min, \circ 1 K/min, \triangle 2 K/min. \diamond 3 K/min.

en fonction de la température pour différentes fréquences d'excitation ω avec $\dot{T} = 2$ K/min pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC. Dans ce cas, le niveau de frottement intérieur augmente lorsque la fréquence d'excitation diminue. Ainsi, pour une température donnée, le frottement intérieur transitoire augmente quand \dot{T} et $1/\omega$ augmentent comme l'illustre la figure 6.7. Cette figure représente l'angle de perte mécanique $\tan \phi$ à la température de 250 K reporté pour différentes vitesses de variation de la température \dot{T} à une fréquence d'excitation donnée et pour différentes fréquences d'excitation ω à une \dot{T} donnée. Si tous les points correspondant aux figures 6.7a et 6.7b sont reportés sur la même figure en fonction du paramètre \dot{T}/ω , alors ils se retrouvent sur la même courbe comme l'illustre la figure 6.8. Ceci montre que les deux paramètres \dot{T} et ω sont couplés.

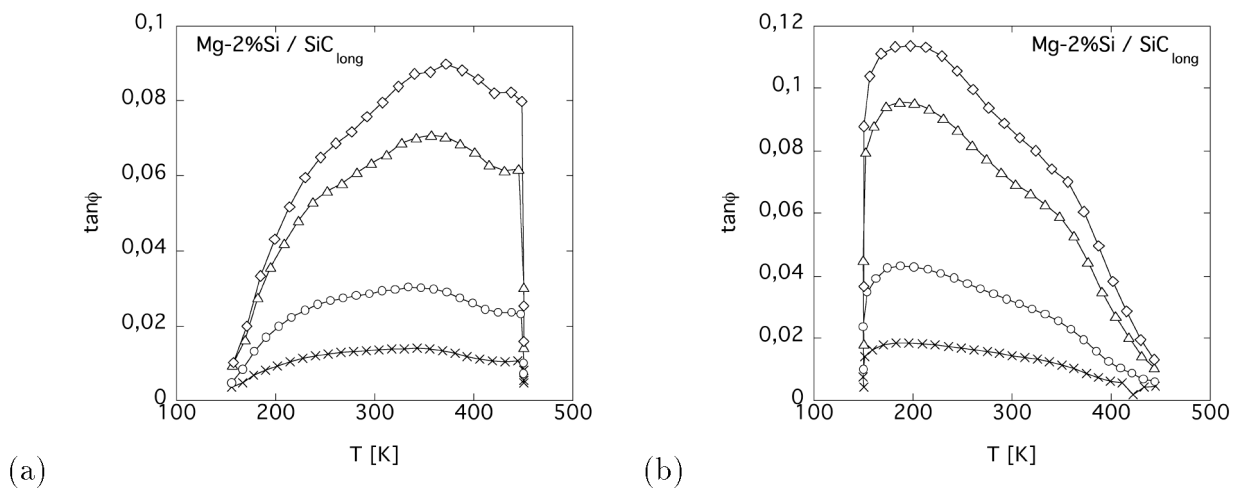


Fig. 6.6: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température pour différents fréquences d'excitation ω pour un composite à matrice Mg renforcé par des fibres longues alignées de SiC (a) au chauffage et (b) au refroidissement. $\dot{T} = 2$ K/min et ω : \times 0.3 Hz, \circ 0.1 Hz, Δ 0.03 Hz, \diamond 0.02 Hz.

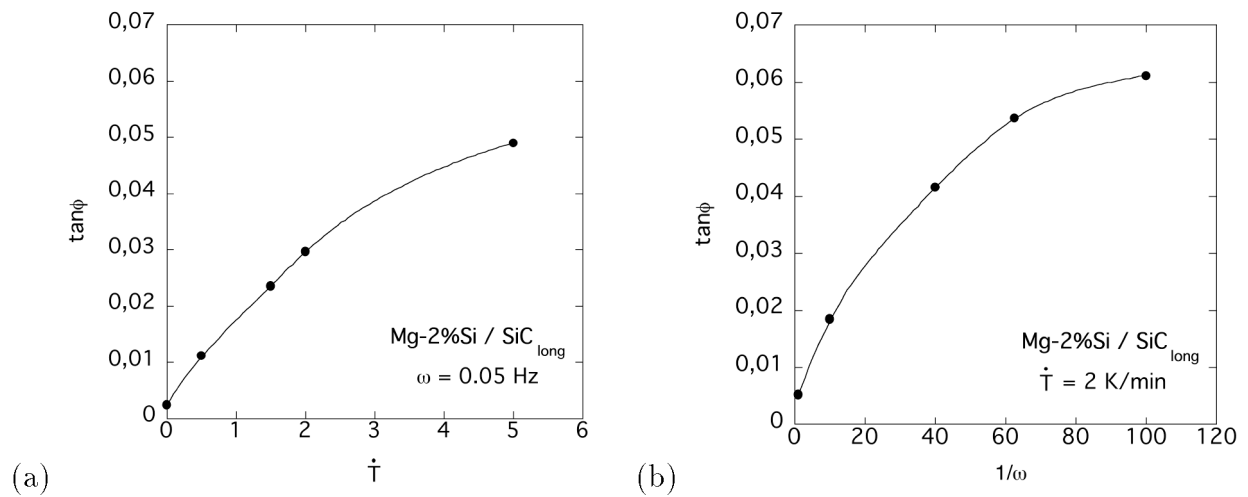


Fig. 6.7: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ à 250 K pour un composite à matrice Mg-2%Si renforcé par des fibres longues et alignées de SiC (a) en fonction de \dot{T} pour une fréquence d'excitation $\omega = 0.05$ Hz et (b) en fonction de $1/\omega$ pour un $\dot{T} = 2$ K/min.

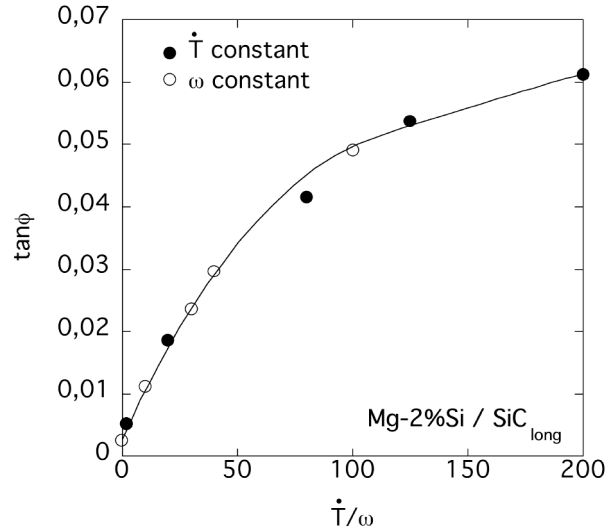


Fig. 6.8: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de \dot{T}/ω pour le même composite que celui correspondant à la figure 6.7.

6.3 Modèle de Mayencourt et al.

Le frottement intérieur transitoire observé dans les matériaux composites à matrice métallique est communément relié à la relaxation des contraintes thermiques par mouvement des dislocations présentes dans la matrice. Cette interprétation conduit à trouver une relation linéaire entre le frottement intérieur transitoire et le paramètre \dot{T}/ω (cf. section 2.3.2). Mayencourt et al. (Mayencourt, 1999) en élargissant la gamme étudiée de fréquence d'excitation et de \dot{T} par rapport aux études antérieures ont montré que la relation entre le frottement intérieur transitoire et le paramètre \dot{T}/ω n'est pas linéaire sur toute la gamme étudiée. Ils ont alors développé un modèle basé sur la relaxation des contraintes thermiques par mouvement de dislocations contrôlé par un mécanisme de frottement sec. Ce modèle est décrit ci-dessous.

Les contraintes qui s'exercent dans le composite sont la contrainte thermique σ_{th} et la contrainte cyclique d'excitation σ_a qui s'expriment en fonction du temps comme :

$$\sigma_{th} = CE\Delta\alpha\dot{T}t \quad (6.7)$$

$$\sigma_a = \sigma_0 \sin(\omega t) \quad (6.8)$$

où σ_{th} est une expression simplifiée tirée de l'équation 1.3.2 présentée au chapitre 1. E est un module élastique apparent du composite, $\Delta\alpha$ est la différence de dilatation thermique entre la matrice et les renforts et C est un coefficient relié à la géométrie des renforts et à la force de l'interface. Si l'interface est idéale, le transfert de charge est total entre la matrice et les renforts et C vaut 1. Dans le cas où il n'y a pas de transfert de charge, aucune contrainte thermique n'est créée et le coefficient C est nul.

Les contraintes internes du composite d'origine thermique principalement sont relaxées par le mouvement de dislocations dans la matrice. Le déplacement moyen des dislocations u correspondant est donné par l'équation :

$$b\sigma_R = \kappa u \quad (6.9)$$

où b est le vecteur de Burgers, σ_R représente la quantité de contraintes internes relaxées et κ est l'intensité de la relaxation qui est reliée à la force de rappel qui s'exerce sur les lignes de dislocations. Dans le cas d'un déplacement des dislocations de type visqueux, l'équation qui régit le mouvement des dislocations est la suivante :

$$B\dot{u} + \kappa u = b\sigma_{th} \quad (6.10)$$

où B est un coefficient de frottement visqueux qui dépend de la température selon :

$$B = B_0 \exp(E_{act}/kT) \quad (6.11)$$

où k est la constante de Boltzmann et E_{act} est l'énergie d'activation du glissement. Mayencourt a montré que ce type de mécanisme conduit à une relation linéaire entre le frottement intérieur transitoire et le paramètre \dot{T}/ω (Mayencourt, 1999), ce qui n'est pas observé expérimentalement. En fait, comme il a été observé par microscopie électronique à transmission, le mouvement des dislocations est hystérétique. Il est contrôlé par un mécanisme de type frottement sec.

L'équation du mouvement des dislocations est donnée par l'équation 6.9 pour laquelle $\sigma_R = \sigma_{th} + \sigma_a$. En incorporant l'expression du déplacement moyen des dislocations u dans la loi d'Orowan, la déformation anélastique à l'origine du frottement intérieur transitoire peut s'écrire :

$$\varepsilon_{an} = \rho_m b u = \frac{\rho_m b^2}{\kappa} (\sigma_0 \sin(\omega t) + C E \Delta \alpha \dot{T} t) \quad (6.12)$$

ou sous sa forme différentielle,

$$d\varepsilon_{an} = \frac{\rho_m b^2}{\kappa} (\sigma_0 \omega \cos(\omega t) + C E \Delta \alpha \dot{T}) dt \quad (6.13)$$

où ρ_m est la concentration de dislocations mobiles relaxant les contraintes thermiques dans la matrice. La déformation anélastique peut alors être schématisée comme sur la figure 6.9. Dû au mécanisme de frottement sec, les dislocations seront en mouvement à la condition que les contraintes appliquée et thermique agissent dans la même direction, ce qui signifie sur une demi-période maximum. Elles ne peuvent pas revenir en arrière et leur mouvement démarre quand la contrainte totale dépasse un maximum local (similaire à la force d'arrachement dans le cas de frottement sec de type coulombien). Les dislocations dissipent de l'énergie entre les temps t_1 et t_2 définis tels que :

$$\varepsilon_{an}(t_2) = \varepsilon_{an}(t_1 + \frac{2\pi}{\omega}) \quad (6.14)$$

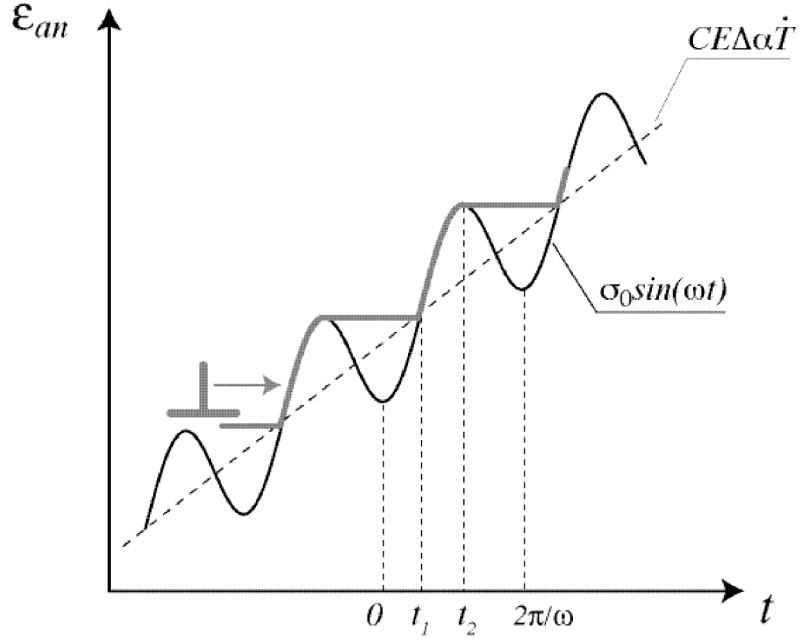


Fig. 6.9: Représentation schématique de la déformation anélastique due au mouvement des dislocations contrôlé par un mécanisme de frottement sec.

Ainsi, en se servant de l'équation 6.13, le calcul du frottement intérieur transitoire $\tan \phi_{tr}$ s'écrit :

$$\begin{aligned} \tan \phi_{tr} &= \frac{1}{\pi J_{el} \sigma_0^2} \oint \sigma_a d\varepsilon_{an} \\ &= \frac{1}{\pi J_{el} \sigma_0^2} \int_{t_1}^{t_2} \sigma_0 \sin(\omega t) \frac{\rho_m b^2}{\kappa} (\sigma_0 \omega \cos(\omega t) + CE \Delta \alpha \dot{T}) dt \end{aligned} \quad (6.15)$$

Le système d'équations 6.14 et 6.15 ne peut pas être résolu analytiquement. Cependant, il est possible de le résoudre en considérant la contrainte cyclique appliquée comme triangulaire, c'est-à-dire sous la forme :

$$\sigma_a = \begin{cases} \frac{2\omega\sigma_0}{\pi} t & \text{si } t \in [0, \pi/2\omega] \\ -\frac{2\omega\sigma_0}{\pi} (t - \frac{\pi}{\omega}) & \text{si } t \in [\pi/2\omega, \pi/\omega] \end{cases} \quad (6.16)$$

Le détail de la résolution de ce système est donné dans l'annexe A. Le frottement intérieur transitoire s'exprime alors en fonction du paramètre \dot{T}/ω et son expression va dépendre

du domaine sur lequel se trouve \dot{T}/ω , soit :

$$\tan \phi_{tr} = \begin{cases} 2C_1C_2 \frac{\dot{T}}{\omega} \frac{1 - \frac{\pi}{2}C_2 \frac{\dot{T}}{\omega}}{1 + \frac{\pi}{2}C_2 \frac{\dot{T}}{\omega}} & \text{si } \frac{\dot{T}}{\omega} < \frac{2}{3\pi C_2} \\ \frac{1}{4}C_1(C_2 \frac{\dot{T}}{\omega} + \frac{2}{\pi}) & \text{si } \frac{2}{3\pi C_2} < \frac{\dot{T}}{\omega} < \frac{2}{\pi C_2} \\ \frac{1}{2}C_1C_2 \frac{\dot{T}}{\omega} & \text{si } \frac{2}{\pi C_2} < \frac{\dot{T}}{\omega} \end{cases} \quad (6.17)$$

où C_1 et C_2 sont des paramètres d'ajustement valant :

$$C_1 = \frac{\rho_m b^2}{J_{el} \kappa} \quad (6.18)$$

$$C_2 = \frac{CE\Delta\alpha}{\sigma_0} \quad (6.19)$$

L'allure du frottement intérieur transitoire tiré de l'équation 6.17 peut être représentée comme sur la figure 6.10. Le frottement intérieur transitoire se comporte de façon non linéaire pour les faibles valeurs de \dot{T}/ω (région *I*). Pour les valeurs intermédiaires de \dot{T}/ω , le frottement intérieur devient linéaire (région *II*). Pour les grandes valeurs de \dot{T}/ω , un deuxième régime linéaire apparaît dont la pente est telle que la courbe extrapolée à partir de cette portion passe par l'origine.

Il est à noter que la région *III* n'a jamais été observée expérimentalement tout au long de cette étude.

6.4 Composites avec différentes orientations de fibres

Des cycles thermiques avec différents \dot{T} et ω ont été appliqués à des composites à matrice magnésium et aluminium renforcés par des fibres longues et alignées de SiC. Les composites sous forme parallélépipédique étaient caractérisés par trois orientations de fibres différentes : parallèles et perpendiculaires selon la largeur ou l'épaisseur à l'axe du composite (cf. figure 3.4). Ils seront par la suite dénommés respectivement parallèles, perpendiculaires-1 et perpendiculaires-2. Les cycles thermiques étaient compris entre 150 K et 450 K avec \dot{T} et ω compris respectivement entre 0 et 4 K/min et 0.01 et 1 Hz.

6.4.1 Composites à matrice magnésium

A partir des courbes de frottement intérieur mesurées en fonction de la température pour différents \dot{T} et ω telles que celles de la figure 6.5, il est possible de construire pour une

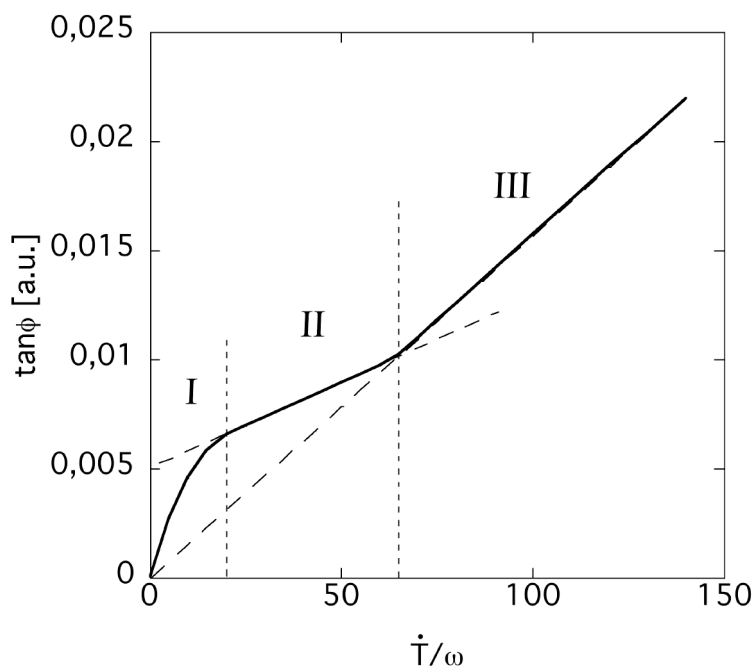


Fig. 6.10: Représentation du frottement intérieur transitoire en fonction de \dot{T}/ω tel que calculé à partir de l'équation 6.17.

température donnée les courbes de frottement intérieur en fonction de \dot{T}/ω . Le résultat obtenu pour plusieurs températures est tel que représenté sur la figure 6.11. Comme cela a déjà été montré au chapitre 5, le frottement intérieur est plus élevé au refroidissement qu'au chauffage à basse température et inversement à haute température. Le caractère non linéaire qui relie le frottement intérieur transitoire et \dot{T}/ω est évident. Les courbes représentant le frottement intérieur en fonction de \dot{T}/ω peuvent être analysées à l'aide du modèle de Mayencourt et al. et les paramètres d'ajustement C_1 et C_2 sont calculés en fonction de la température au chauffage et au refroidissement.

Le paramètre C_1 est représenté sur la figure 6.12 pour les composites à matrice magnésium renforcés par les fibres SiC avec les trois orientations différentes. Il augmente lorsque la température augmente au chauffage et lorsque la température diminue au refroidissement. Dans l'expression de C_1 (cf. équation 6.18), les termes qui varient significativement avec la température sont la densité de dislocations qui relaxent les contraintes thermiques ρ_m et la compliance élastique J_{el} , c'est-à-dire l'inverse du module. Donc, si ce paramètre dépend de façon significative de $1/J_{el}$, il doit alors se comporter comme le module élastique en fonction de la température. Ceci n'est pas le cas car il n'a pas le même comportement au chauffage et au refroidissement et de plus, il croît au chauffage.

Ceci tend à montrer que les variations du paramètre C_1 sont dues aux variations de densité de dislocations mobiles qui relaxent les contraintes thermiques. Lorsque la température augmente au chauffage, les contraintes thermiques dans la matrice augmentent, entraînant

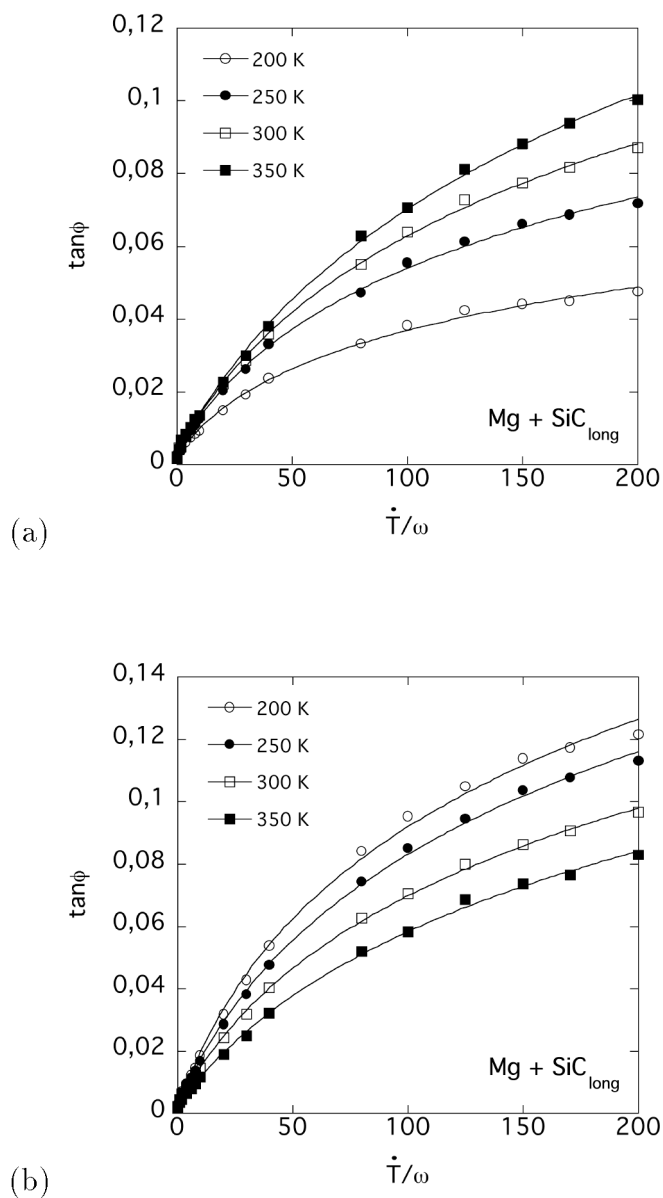


Fig. 6.11: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ d'un composite à matrice magnésium renforcé par des fibres longues et alignées de SiC en fonction du paramètre \dot{T}/ω et pour différentes températures prises au (a) chauffage et au (b) refroidissement.

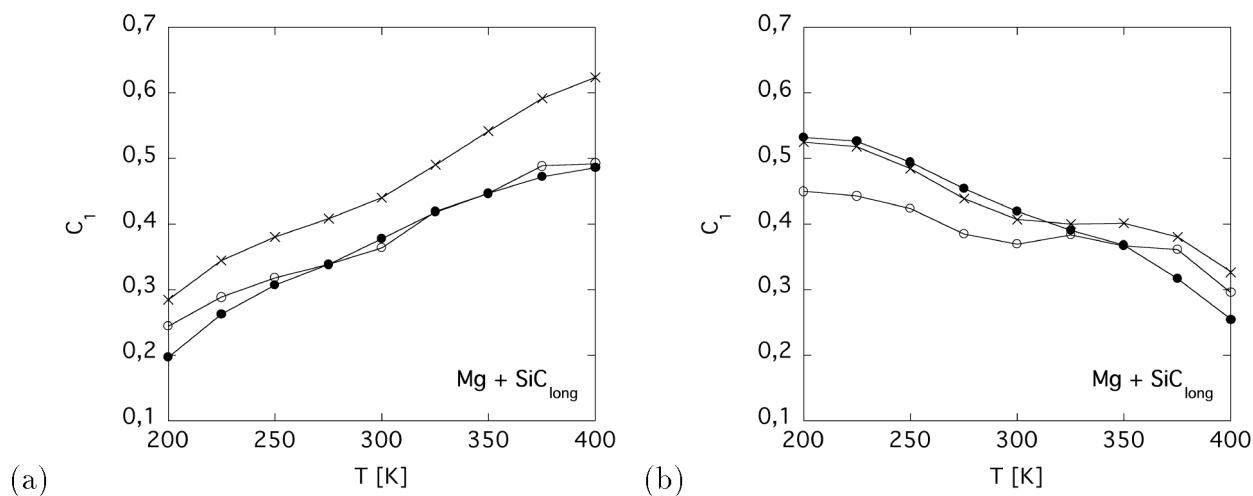


Fig. 6.12: Paramètre C_1 calculé à l'aide du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température au (a) chauffage et au (b) refroidissement pour les composites à matrice magnésium renforcés par des fibres de SiC (●) parallèles, (○) perpendiculaires-1 et (×) perpendiculaires-2 à l'axe du composite.

une augmentation du nombre de dislocations nécessaires pour relaxer ces contraintes et donc du paramètre C_1 . Pareillement, lorsque la température diminue au refroidissement, les contraintes thermiques augmentent en sens opposé et le même phénomène apparaît, entraînant l'augmentation du paramètre C_1 .

Le paramètre C_2 est représenté sur la figure 6.13 pour les composites à matrice magnésium renforcés par les fibres SiC. Indépendamment du chauffage ou du refroidissement, ce paramètre décroît quand la température augmente. Les paramètres qui peuvent contrôler son évolution en fonction de la température sont le module apparent E et le paramètre C relié à la force de l'interface, tous les deux définis dans l'équation 6.7. A ce point, il est difficile de dissocier l'effet que pourraient avoir les variations du coefficient C par rapport aux variations du module apparent E .

Afin de vérifier les ordres de grandeur des paramètres C_1 et C_2 mesurés, leur expression va d'abord être rappelée :

$$C_1 = \frac{\rho_m b^2}{J_{el} \kappa} \quad (6.20)$$

$$C_2 = \frac{CE\Delta\alpha}{\sigma_0} \quad (6.21)$$

Une estimation des valeurs prises par les différentes grandeurs qui constituent les paramètres C_1 et C_2 sont rassemblées dans le tableau 6.1. La valeur prise pour ρ_m est une valeur moyenne qui peut varier de quelques ordres de grandeur selon les composites. κ est estimé à partir de la relation 6.9 et σ_0 est calculé comme le produit du module de torsion

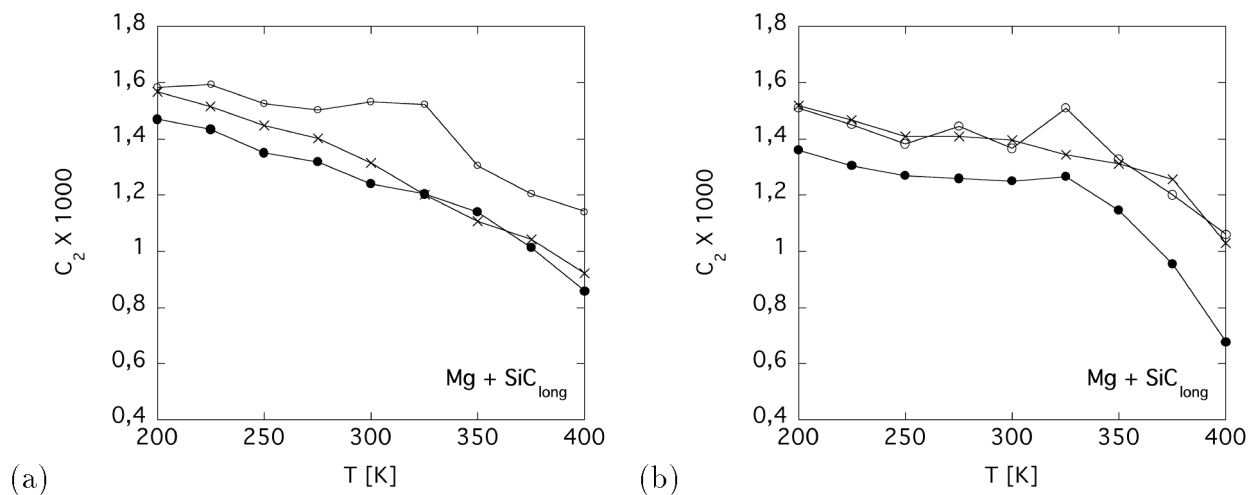


Fig. 6.13: Paramètre C_2 calculé à l'aide du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température au (a) chauffage et au (b) refroidissement pour les composites à matrice magnésium renforcés par des fibres de SiC (●) parallèles, (○) perpendiculaires-1 et (×) perpendiculaires-2 à l'axe du composite.

Tab. 6.1: Valeurs prises pour estimer l'ordre de grandeur des paramètres C_1 et C_2 .

C_1	ρ_m [m ⁻¹]	b [m]	$1/J_{el}$ [GPa]	κ^* [MPa]
	10^{12}	10^{-10}	90	10^4
C_2	C	E^{**} [GPa]	$\Delta\alpha$ [K ⁻¹]	σ_0 [MPa]
	0.5	26	$20 \cdot 10^{-6}$	0.26

* calculé à partir de l'équation 6.9.

** $E = fE_mE_f/E_c$ tiré de l'équation 1.4 avec $f = 0.25$, $E_m = 45$ GPa et $E_f = 200$ GPa.

(aux alentours de 26 GPa pour un composite à matrice magnésium renforcé par des fibres SiC) avec la déformation valant $3 \cdot 10^{-5}$. Prenant en compte ces valeurs, les paramètres C_1 et C_2 sont estimés respectivement à 0.1 et 0.3. L'estimation de C_1 est tout à fait en accord avec sa valeur expérimentale. Par contre, l'estimation de C_2 est supérieure de deux ordres de grandeur. Tous les termes intervenant dans le paramètre C_2 étant relativement bien connus à part le paramètre C , la valeur de C prise pour estimer C_2 est probablement trop élevée. En effet, elle ne prend pas en compte le fait que les contraintes thermiques sont relaxées par l'émission de dislocations.

6.4.2 Composites à matrice aluminium

Le frottement intérieur a aussi été mesuré pour des composites à matrice aluminium renforcés par des fibres longues SiC avec les trois orientations parallèles, perpendiculaires-1 et perpendiculaires-2. En utilisant le modèle de Mayencourt et al., les paramètres C_1 et C_2 ont pu être déterminés. Le paramètre C_1 est représenté sur la figure 6.14 au chauffage et au refroidissement pour les différents composites. Ce paramètre augmente lorsque la température augmente au chauffage alors qu'au refroidissement, il reste relativement constant. Le paramètre C_2 est représenté sur la figure 6.15 pour les composites à ma-

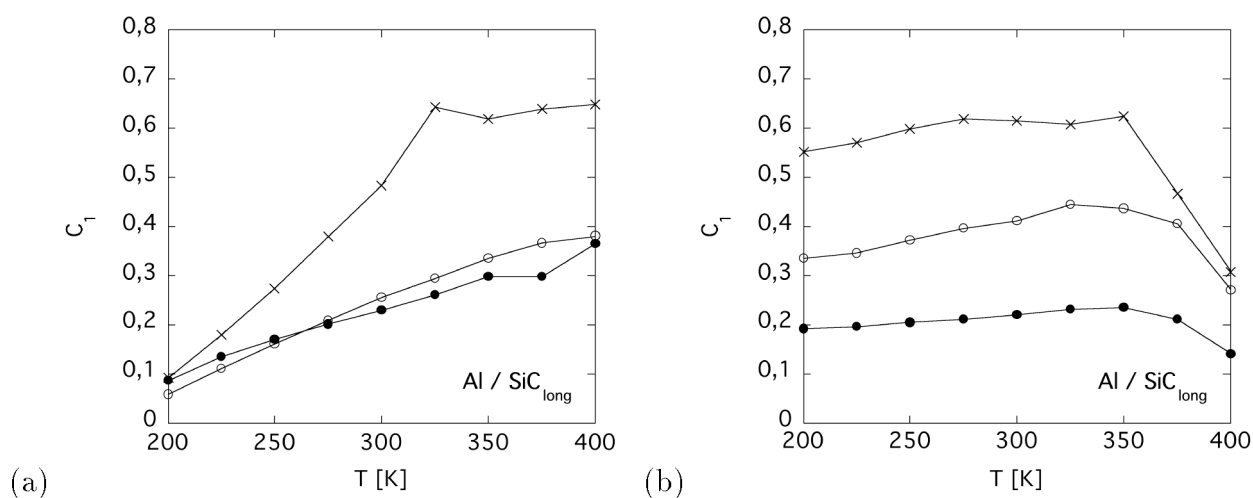


Fig. 6.14: Paramètre C_1 calculé à l'aide du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température au (a) chauffage et au (b) refroidissement pour les composites à matrice aluminium renforcés par des fibres de SiC (●) parallèles, (○) perpendiculaires-1 et (×) perpendiculaires-2 à l'axe du composite.

trice aluminium renforcés par les fibres SiC. Comme dans le cas des composites à matrice magnésium, il décroît avec la température, que ce soit au chauffage ou au refroidissement.

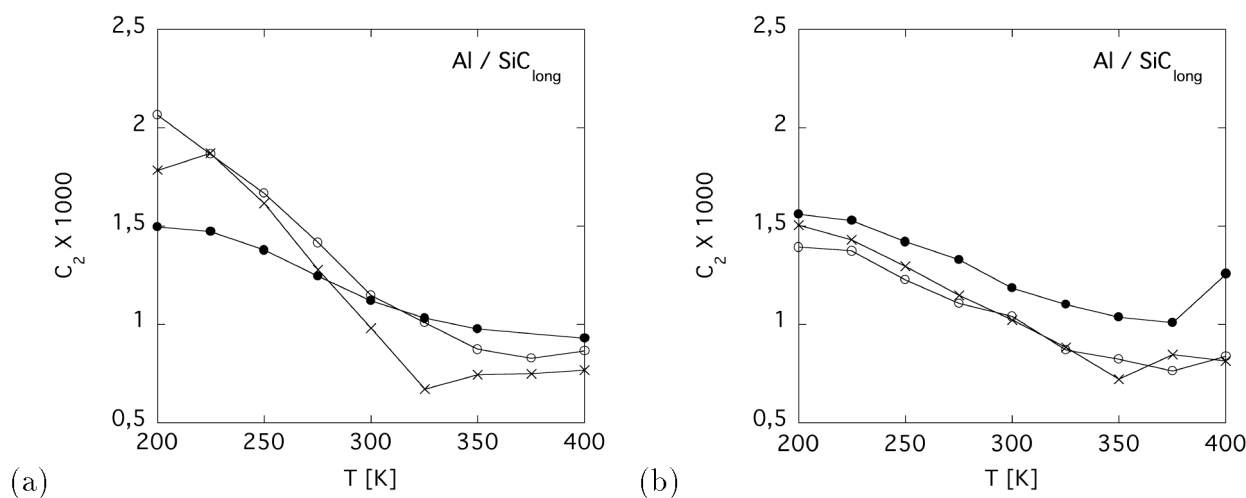


Fig. 6.15: Paramètre C_2 calculé à l'aide du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température au (a) chauffage et au (b) refroidissement pour les composites à matrice aluminium renforcés par des fibres de SiC (●) parallèles, (○) perpendiculaires-1 et (×) perpendiculaires-2 à l'axe du composite.

6.5 Effet de l'orientation pour les composites perpendiculaires 1 et 2

Les résultats présentés dans la section précédente ne permettent pas d'observer de différences significatives entre les différentes orientations de fibres. Ceci peut être dû au fait que les composites avec des fibres parallèles et ceux avec des fibres perpendiculaires ne proviennent pas de la même coulée. C'est pourquoi dans cette section ne sont considérés que les composites aux fibres perpendiculaires qui eux proviennent de la même coulée.

Les paramètres C_1 et C_2 sont représentés au chauffage et au refroidissement pour les composites à matrice magnésium et ceux à matrice aluminium sur les figures 6.16 à 6.19.

Les figures 6.16 et 6.18 montrent que le paramètre C_1 est toujours supérieur dans le cas des fibres perpendiculaires-2 que dans celui des fibres perpendiculaires-1. Ceci peut se comprendre en considérant la différence d'orientation entre les contraintes thermiques et la contrainte appliquée dans les deux types de composites. En effet, les contraintes thermiques sont majoritairement parallèles aux fibres. Lorsque les composites sont excités en torsion, le couplage entre les contraintes thermiques et la contrainte appliquée est le plus grand selon l'épaisseur de l'échantillon, ce qui augmente le nombre de dislocations mobiles.

En ce qui concerne le paramètre C_2 , les figures 6.17 et 6.19 montrent que l'évolution de ce paramètre est très proche entre les deux types d'orientation de fibres, que ce soit pour le magnésium et l'aluminium même s'il existe un écart dans le cas du chauffage du composite à matrice magnésium (figure 6.17a). L'allure du paramètre C_2 en fonction de la température pour les composites à matrice magnésium et ceux à matrice aluminium peut se schématiser comme sur la figure 6.20. La différence de courbure entre les deux

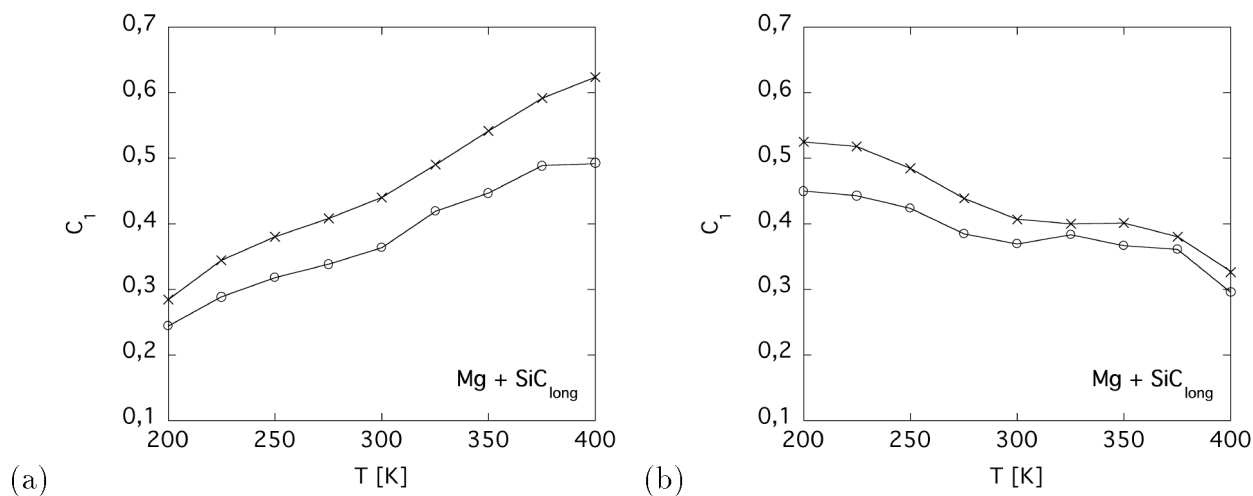


Fig. 6.16: Paramètre C_1 calculé à l'aide du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température au (a) chauffage et au (b) refroidissement pour les composites à matrice magnésium renforcés par des fibres de SiC (o) perpendiculaires-1 et (x) perpendiculaires-2 à l'axe du composite.

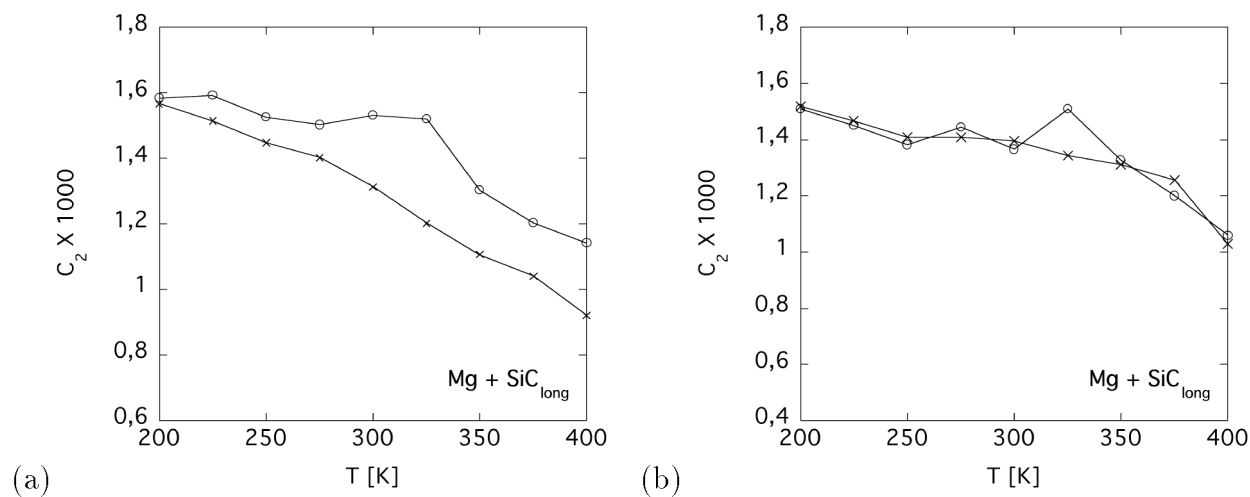


Fig. 6.17: Paramètre C_2 calculé à l'aide du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température au (a) chauffage et au (b) refroidissement pour les composites à matrice magnésium renforcés par des fibres de SiC (o) perpendiculaires-1 et (x) perpendiculaires-2 à l'axe du composite.

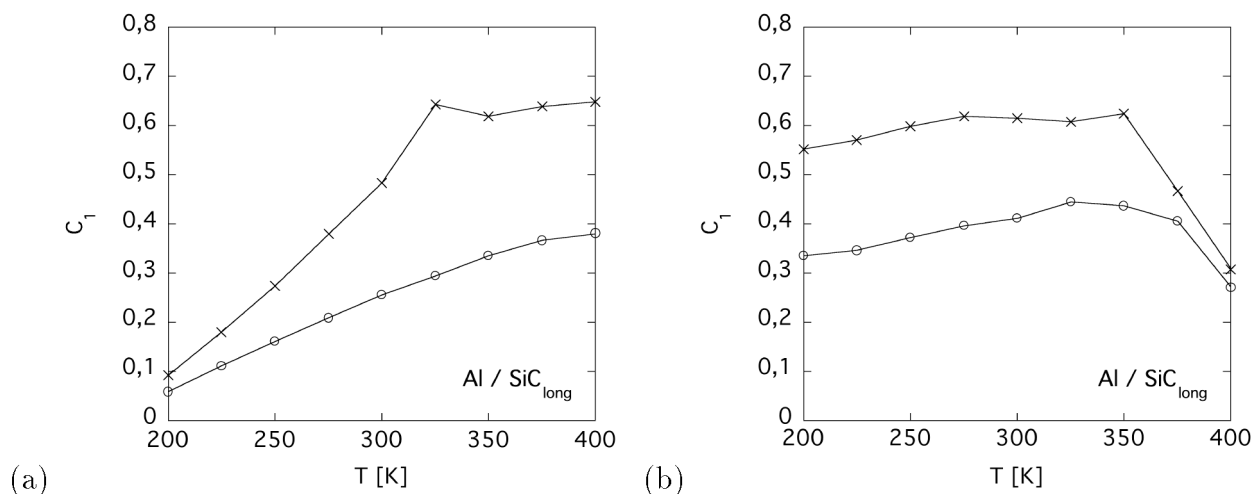


Fig. 6.18: Paramètre C_1 calculé à l'aide du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température au (a) chauffage et au (b) refroidissement pour les composites à matrice aluminium renforcés par des fibres de SiC (o) perpendiculaires-1 et (x) perpendiculaires-2 à l'axe du composite.

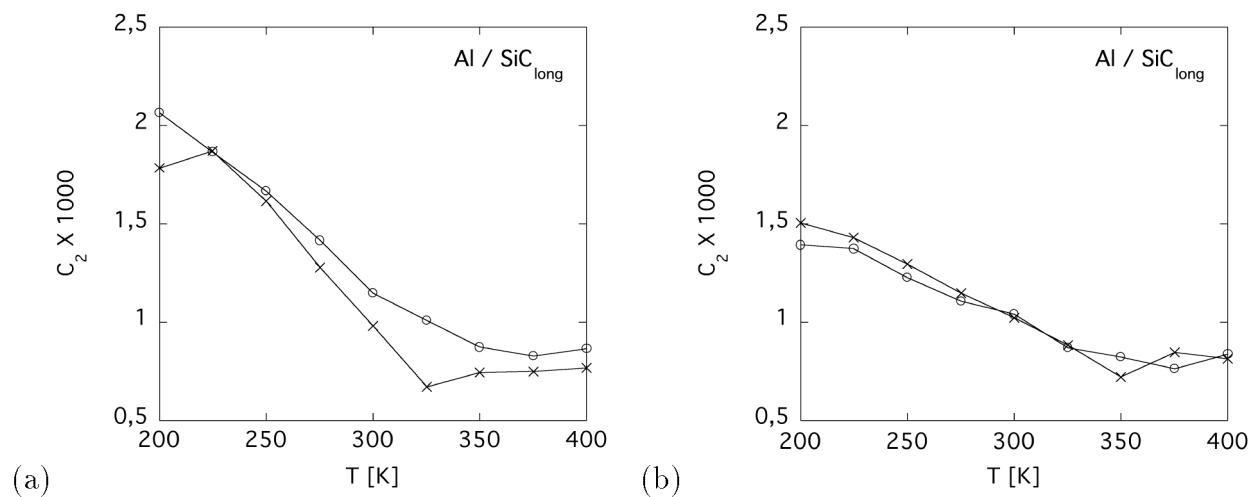


Fig. 6.19: Paramètre C_2 calculé à l'aide du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température au (a) chauffage et au (b) refroidissement pour les composites à matrice aluminium renforcés par des fibres de SiC (o) perpendiculaires-1 et (x) perpendiculaires-2 à l'axe du composite.

composites pourrait s'expliquer par l'évolution de la force de l'interface (lié au paramètre C) quand la température varie. Dans le cas du magnésium, un décollement de l'interface est supposé apparaître pour expliquer l'anomalie de module et doit donc s'accompagner d'une diminution du paramètre C_2 . Dans le cas de l'aluminium, le décollement de l'interface ne doit pas avoir lieu et la matrice enserre d'autant plus les fibres que la température diminue, entraînant la courbure observée sur la figure 6.20b.

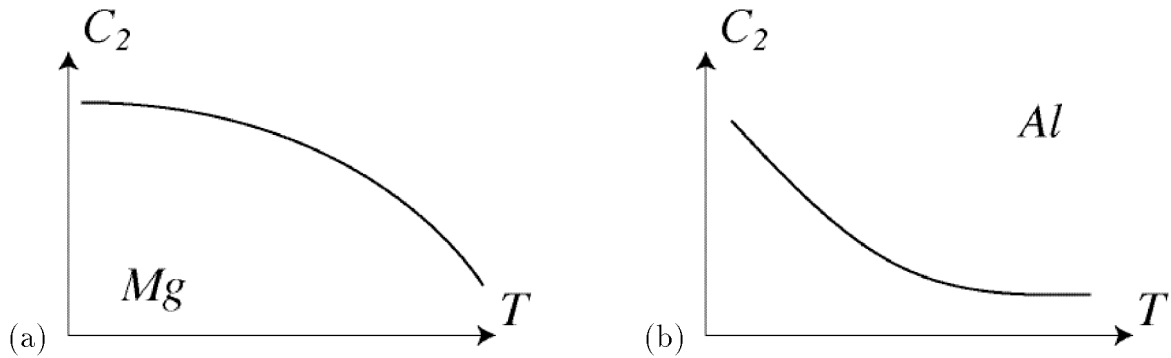
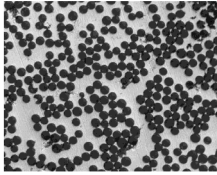


Fig. 6.20: Représentation schématique du paramètre C_2 en fonction de la température pour les composites à matrice (a) magnésium et (b) aluminium.



Chapitre 7

Tester la force d'interface dans les composites Al/SaffilTM

Comme il a été montré tout au long de cette étude, la nature de l'interface a une grande influence sur les propriétés mécaniques du matériau. Afin d'étudier ce phénomène, des composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM dont le temps de contact entre la matrice liquide et les fibres était compris entre 0 et 7 h ont été fabriqués. L'étude de l'interface des composites à l'aide de la microscopie électronique à balayage et transmission a mis en évidence la formation de cristaux d'alumine dont la taille augmente avec le temps de contact.

L'influence de la nature de l'interface a été ensuite étudiée en faisant subir aux composites des cycles thermiques entre 150 K et 450 K pour différents \dot{T} et ω . Le modèle de Mayencourt et al. a été utilisé afin de calculer les paramètres C_1 et C_2 et d'observer leur évolution pour les différents composites. Parallèlement, des mesures de modules élastiques ont aussi été effectuées.

Enfin, le comportement de ces composites lorsqu'ils sont soumis à de fortes déformations de l'ordre de 10^{-3} a été étudié. La mesure du module de torsion en fonction du nombre de cycles mesuré en pendule libre permet de suivre l'évolution de l'endommagement dans les différents composites.

L'objectif de cette section est de montrer qu'il est possible grâce à la spectroscopie mécanique de tester la force de l'interface de matériaux composites et surtout de pouvoir comparer qualitativement plusieurs composites entre eux. Dans ce but, des composites modèles ont été fabriqués.

7.1 Présentation des composites Al/SaffilTM

De l'aluminium renforcé par des fibres de SaffilTM a été pris comme matériau de base pour fabriquer des composites où la nature de l'interface peut être changée. Ce système est reconnu pour ne pas donner lieu à des réactions chimiques au niveau de l'interface. Néanmoins, en augmentant le temps de contact entre le métal liquide et les renforts durant l'infiltration (cf. section 4.2.3), il a été observé que des produits de réactions chimiques apparaissent entraînant l'évolution de la morphologie de l'interface entre matrice et fibres.

La nature de l'interface des composites Al/SaffilTM a été caractérisée à l'aide de la microscopie électronique à balayage et à transmission. Pour les observations en microscopie à balayage, la surface des composites préalablement polie a été attaquée chimiquement par une solution aqueuse contenant 20% en masse de NaOH.

7.1.1 Sans traitement thermique

Le résultat obtenu dans le cas d'un composite sans traitement thermique est présenté sur la figure 7.1. L'attaque chimique révèle très bien l'interface entre les fibres SaffilTM et la matrice d'aluminium. Aucun produit de réaction n'est visible à l'interface. Les fibres ont le même aspect que les fibres non infiltrées (cf. figure 4.5).

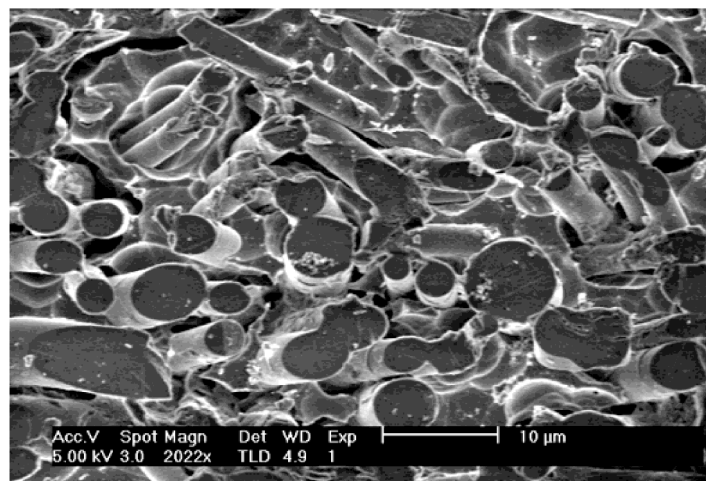


Fig. 7.1: Photographie MEB d'un composite à matrice aluminium renforcé par des fibres SaffilTM sans traitement thermique.

7.1.2 Avec traitement thermique

Le traitement thermique a consisté à garder les composites à 780°C pendant un temps compris entre 0 et 7 h juste après que la matrice ait été incorporée dans la préforme (cf. section 4.1.1). A cette température, l'aluminium liquide est en contact avec les fibres de SaffilTM. L'allure de l'interface dans ces composites en fonction du temps de contact est présentée sur les figures 7.2 et 7.3.

La mise en contact du métal liquide avec les fibres SaffilTM a pour conséquence la formation de cristaux à l'interface des composites Al/SaffilTM dont la taille augmente lorsque le temps de contact augmente. Les cristaux sont nanométriques pour un temps de contact de 0.5 h (figure 7.2a) et leur taille peut atteindre le micromètre pour un temps de contact de 1h (figure 7.2b). Pour un temps de contact de 3h, les cristaux formés peuvent atteindre quelques micromètres (figure 7.3c). Pour ces trois types de composites, il est possible d'observer des portions de fibres SaffilTM qui ne sont pas recouvertes de cristaux. Par contre, pour le composite avec un temps de contact de 7h, très peu de fibres restent vierges. Les fibres de SaffilTM originales ne sont plus visibles et elles semblent avoir été remplacées complètement par les cristaux d'alumine (figure 7.3d). Quand la taille de ces cristaux est suffisamment grande, l'analyse chimique par EDX montre qu'il s'agit de cristaux d'alumine. Leur allure est très facettée comme le montre la figure 7.4a. Pour des temps de contact longs, certains cristaux d'alumine paraissent être incrustés dans les fibres SaffilTM (figure 7.4b).

La présence de ces cristaux à la surface des fibres de SaffilTM peut être interprétée comme suit. La pression à l'intérieur de l'enceinte d'infiltration correspond à un vide primaire, ce qui signifie que de l'oxygène est présent autour de la préforme et du métal. A la température de 780°C, l'aluminium est liquide et il évident que s'il rentre en contact avec de l'oxygène, il sera instantanément oxydé pour donner de l'alumine. A cette température, l'oxygène peut diffuser à l'interface entre le métal liquide et les fibres, ce qui peut amener la croissance de cristaux d'alumine sur les fibres SaffilTM. De plus, une partie de l'oxygène qui est nécessaire pour former les cristaux d'alumine peut provenir de la silice utilisée comme liant dans la préforme. En effet, les diagrammes d'Ellingham¹ montrent que la silice a tendance à être réduite pour former de l'alumine. En outre, pour les composites avec un temps de contact supérieur à 1.5 h, les ponts de silice ne sont plus visibles en microscopie.

Mais, les cristaux d'alumine incrustés tels que montrés sur la figure 7.4 peuvent laisser envisager une deuxième interprétation pour la formation des cristaux. Les observations en microscopie électronique à transmission ont révélé que les fibres SaffilTM brut sont formées de grains nanocrystallins (~ 20 nm). En fait, de la silice est présente dans les fibres SaffilTM dans le but de stabiliser la phase tétragonale de l'alumine et de contrôler la taille des grains (Hull et Clyne, 1996). Si cette silice est réduite pour former de l'alumine selon la réaction chimique :



¹<http://www.engr.sjsu.edu/ellingham/>

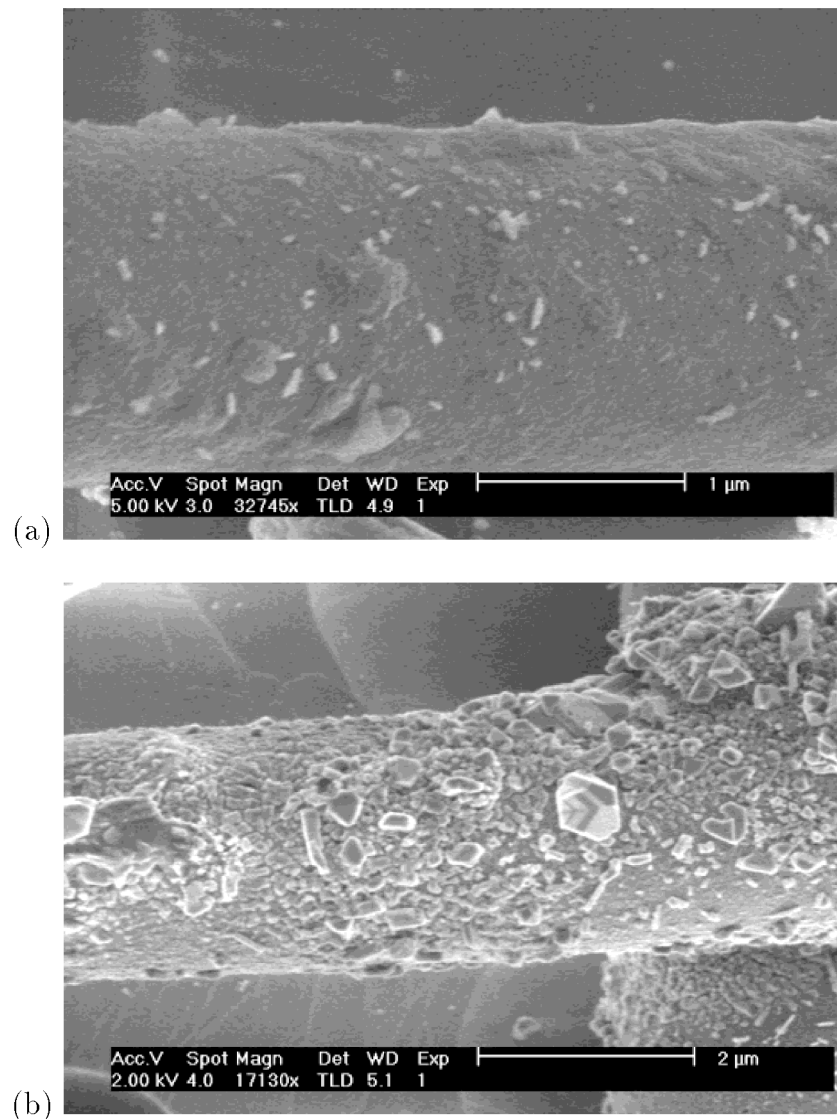


Fig. 7.2: Photographies MEB de composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM ayant subi un recuit à 780°C durant un temps allant de 0.5 à 1.5 h : (a) 0.5 h, (b) 1.5 h.

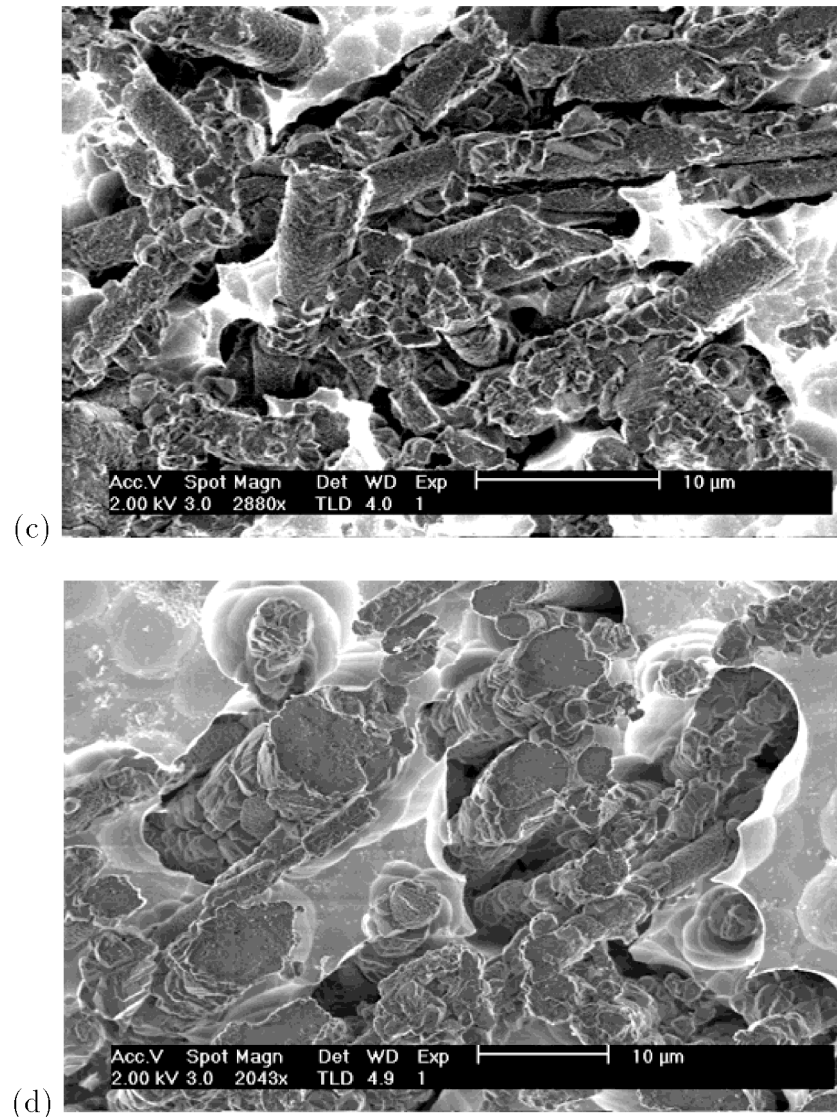


Fig. 7.3: Photographies MEB de composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM ayant subi un recuit à 780°C durant un temps allant de 3 à 7 h : (c) 3 h, (d) 7 h.

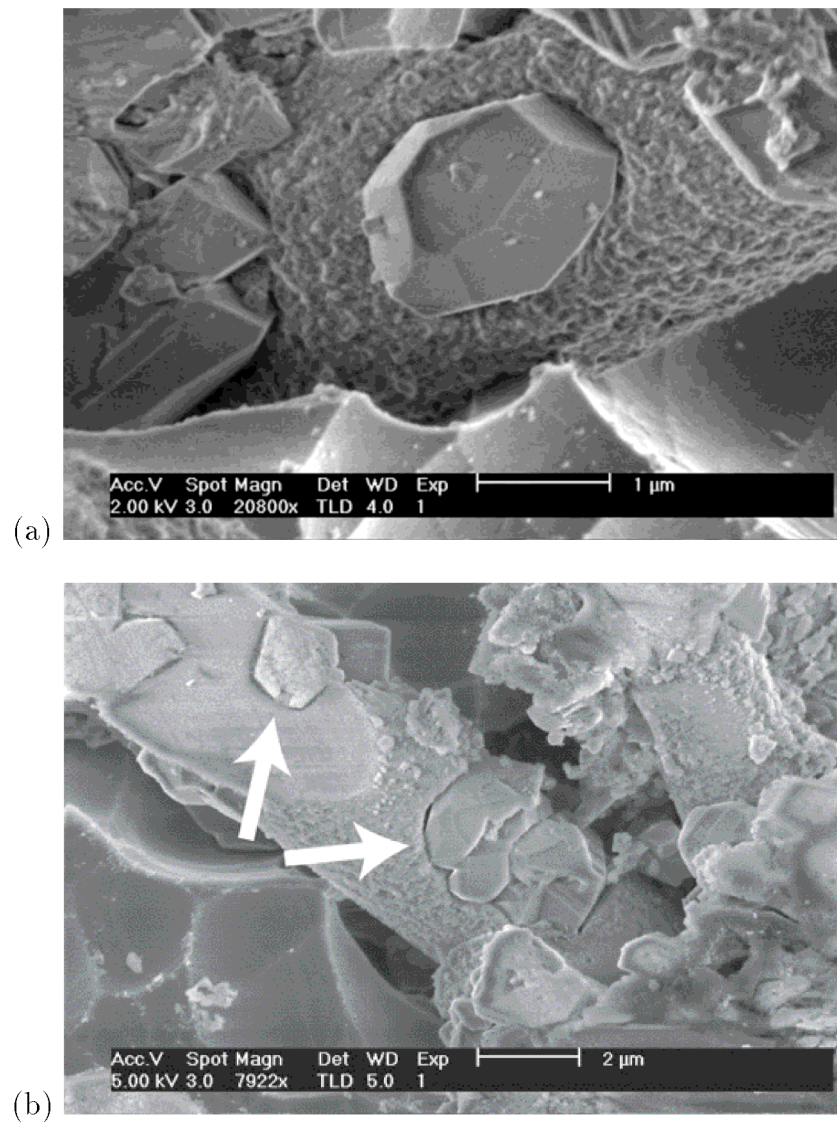


Fig. 7.4: (a) Cristal d'alumine à la surface d'une fibre SaffilTM pour un composite Al/SaffilTM avec un temps de contact de 3h et (b) cristaux d'alumine incrustés (indiqués par les flèches) dans une fibre SaffilTM pour un composite Al/SaffilTM avec un temps de contact de 7h.

alors elle ne jouera plus son rôle, entraînant une croissance de grains de type frittage dont le résultat sera des cristaux tels qu'ils apparaissent sur la figure 7.4.

Aucune de ces deux interprétations ne peut être à ce jour confirmée ou rejetée complètement. Cependant, dans les deux cas, le résultat est une augmentation de la fraction volumique d'alumine dans le composite avec le temps de contact. Le diamètre moyen des fibres SaffilTM initialement est de l'ordre de 3 μm alors que le diamètre des fibres pour les composites avec un temps de contact long peut atteindre 10 μm (cf. figure 7.3).

7.2 Frottement intérieur en fonction de \dot{T} et ω

Comme dans le cas des composites à matrice magnésium ou aluminium renforcés par des fibres avec différentes orientations, le frottement intérieur des composites Al/SaffilTM a été mesuré lors de cycles thermiques entre 150 K et 500 K pour différents \dot{T} et fréquences d'excitation ω . Le but était d'observer l'influence du changement d'interface sur les paramètres C_1 et C_2 présentés au chapitre précédent.

Il convient d'abord d'observer l'effet du changement d'interface sur les niveaux de frottement intérieur des différents composites Al/SaffilTM. Ce frottement intérieur est présenté sur la figure 7.5 au chauffage et au refroidissement pour les différents composites. La vitesse de variation de la température \dot{T} et la fréquence d'excitation ω sont respectivement 2 K/min et 0.5 Hz. Le frottement intérieur est le plus élevé pour le composite avec un temps de contact nul. Ceci traduit la dégradation de l'interface lorsque le temps de contact entre le métal liquide et les fibres augmente. Les cristaux d'alumine formés à l'interface diminuent le transfert de charge entre la matrice et les fibres, ce qui signifie que moins de dislocations sont nécessaires pour relaxer les contraintes thermiques, entraînant une diminution du niveau de frottement intérieur. Cet effet sur le transfert de charge doit aussi être ressenti par le module élastique du composite, ce qui sera montré à la section 7.3. Les paramètres C_1 et C_2 tirés du modèle de Mayencourt et al. ont été calculés en fonction de la température au chauffage et au refroidissement pour les différents composites. Les résultats obtenus sont représentés sur les figures 7.6 et 7.7.

Le paramètre C_1 augmente lorsque la température augmente au chauffage et diminue au refroidissement. En accord avec ce qui a été dit au chapitre précédent, cela signifie que le paramètre C_1 est sensible à la concentration de dislocations mobiles qui relaxent les contraintes thermiques. Comme dans le cas du frottement intérieur, C_1 est le plus élevé pour le composite avec un temps de contact nul entre le métal liquide et les fibres. Ceci est une preuve aussi que le transfert de charge est moins bon quand des cristaux d'alumine sont présents à l'interface. De plus, les différences pour le paramètre C_1 entre les différents composites ayant subi un traitement thermique sont plus grandes au chauffage qu'au refroidissement. Ceci s'explique probablement par la différence de déplacement relatif de la matrice par rapport aux fibres entre le chauffage et le refroidissement. La matrice ayant un coefficient de dilatation thermique plus grand que les fibres, elle aura tendance à s'écarter des fibres au chauffage et à s'en rapprocher au refroidissement. L'effet sur le

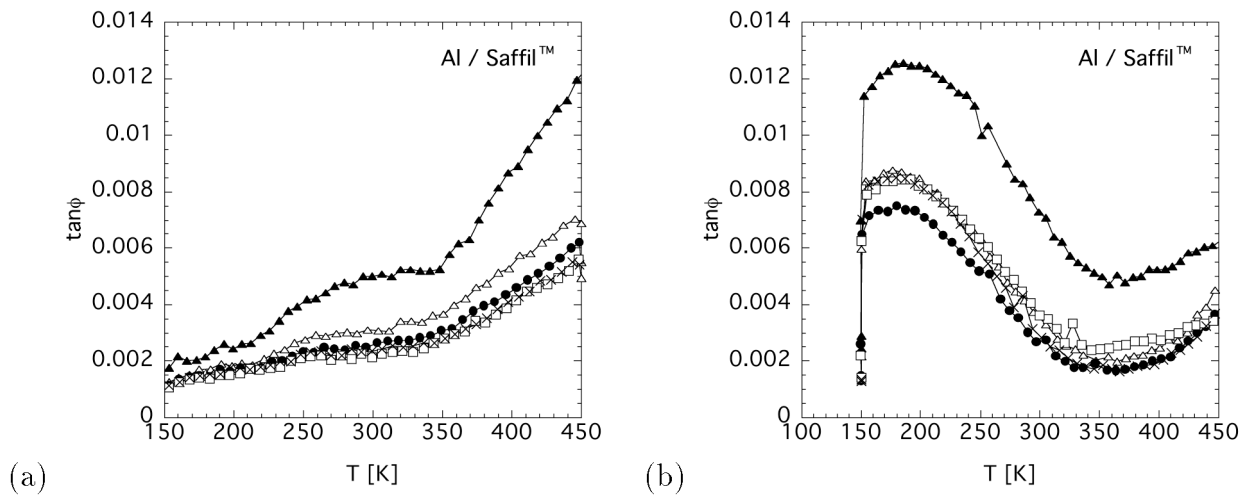


Fig. 7.5: Angle de perte mécanique $\tan \phi$ en fonction de la température (a) au chauffage et (b) au refroidissement pour les composites Al/SaffilTM avec différents temps de contact entre le métal liquide et les fibres : \blacktriangle 0 h, \triangle 0.5 h, \bullet 1.5 h, \square 3 h, \times 7 h.

transfert de charge à l'interface sera donc plus grand quand la matrice s'écarte des fibres, c'est-à-dire au chauffage.

L'évolution de ce paramètre par rapport au temps de contact entre le métal liquide et les fibres sera aussi comparé avec l'évolution du module élastique dans la section 7.3.

Le paramètre C_2 est représenté sur la figure 7.7 en fonction de la température au chauffage et au refroidissement pour les différents composites. Son évolution ainsi que les différences de niveaux entre les différents composites ne sont pas aussi clairs que dans le cas du paramètre C_1 . Ceci provient probablement du fait que l'expression des contraintes thermiques dans les composites à fibres SaffilTM et qui intervient dans le paramètre C_2 n'est pas aussi simple que celle rapportée dans l'équation 1.12 qui correspond à des fibres longues alignées. Aucune conclusion ne peut donc être tirée de ce paramètre.

7.3 Modules élastiques et paramètre C_1

Les modules d'Young E et de torsion élastique G ont été mesurés pour les différents composites. Les résultats obtenus sont indiqués sur la figure 7.8. Les deux modules ont le même comportement en fonction du temps de contact entre le métal liquide et les fibres. Pour les temps allant jusqu'à 1.5 h, les deux modules décroissent. Ensuite, lorsque le temps de contact dépasse 1.5 h, les valeurs des modules augmentent à nouveau jusqu'à atteindre les valeurs des modules pour le composite sans traitement. Cette tendance se retrouve aussi pour le paramètre C_1 au chauffage. Il a été montré que ce paramètre augmente lorsque la température augmente au chauffage. La figure 7.9a représente le paramètre C_1 au chauffage

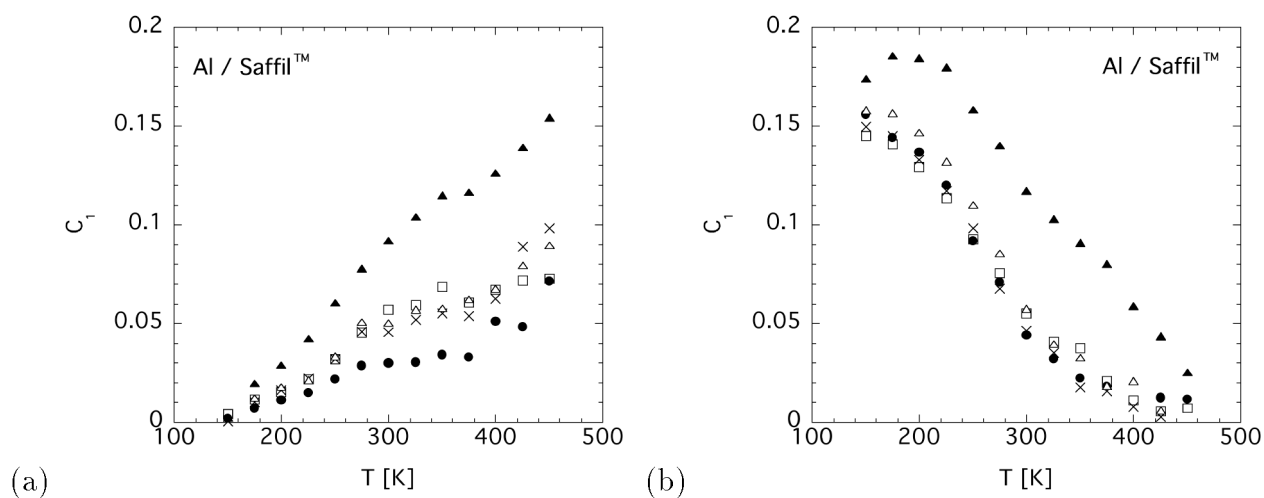


Fig. 7.6: Paramètre C_1 tiré du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température (a) au chauffage et (b) au refroidissement pour les composites Al/SaffilTM avec différents temps de contact : ▲ 0 h, △ 0.5 h, ● 1.5 h, □ 3 h, × 7 h.

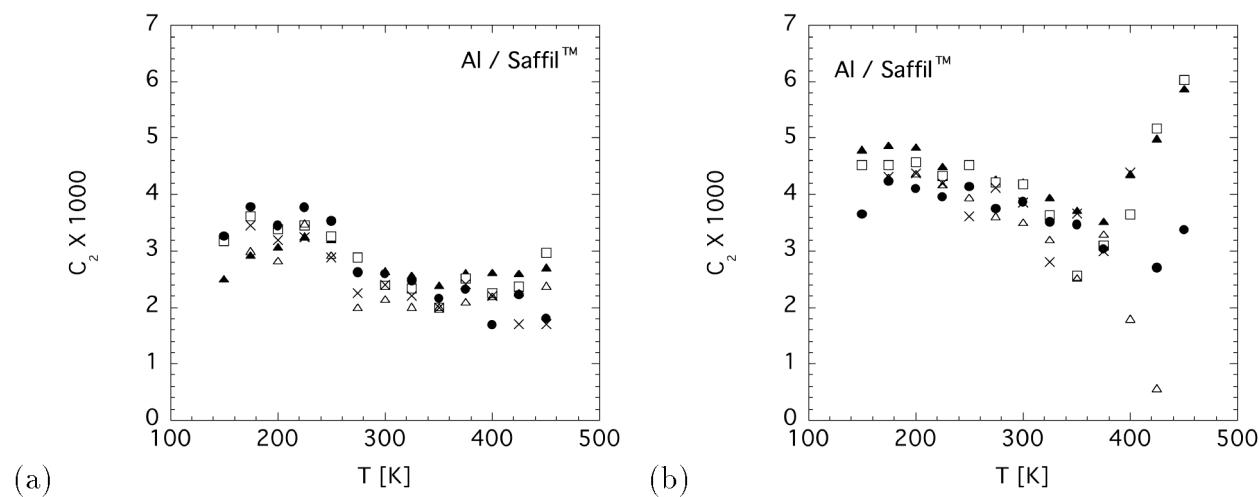


Fig. 7.7: Paramètre C_2 tiré du modèle de Mayencourt et al. en fonction de la température (a) au chauffage et (b) au refroidissement pour les composites Al/SaffilTM avec différents temps de contact : ▲ 0 h, △ 0.5 h, ● 1.5 h, □ 3 h, × 7 h.

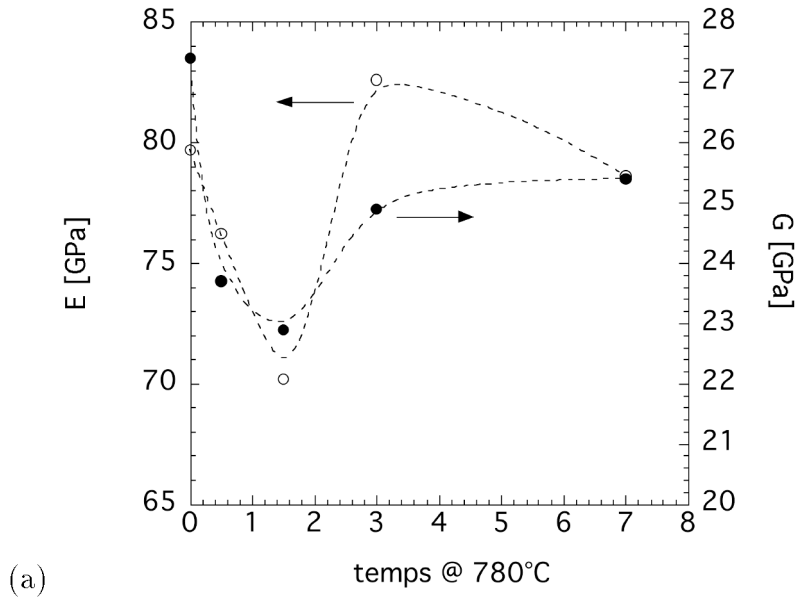


Fig. 7.8: Module d'Young E et de torsion élastique G pour les composites Al/SaffilTM en fonction du temps de contact entre le métal liquide et les fibres.

tel que représenté sur la figure 7.6a en fonction de la température mais aussi en fonction du temps de contact entre le métal liquide et les fibres. Sur tout le domaine de température, il peut être noté que C_1 diminue jusqu'à un temps de contact de 1.5 h puis remonte pour les temps plus longs comme le montre la figure 7.9b qui représente l'évolution de C_1 avec le temps de contact à la température de 300 K.

La comparaison des figures 7.8 et 7.9b montre que les modules élastiques et le paramètre C_1 ont le même comportement. La formation de cristaux d'alumine à l'interface des composites Al/SaffilTM diminue le transfert de charge entre la matrice et les fibres, donnant lieu à une diminution des modules élastiques et du nombre de dislocations qui vont relaxer les contraintes thermiques et ainsi donc du paramètre C_1 . Mais il est aussi observé que l'augmentation de la taille des cristaux et le fait qu'ils soient incrustés dans les fibres, agissant ainsi comme ancreurs entre la matrice et les fibres, augmente alors le transfert de charge. Ceci donne lieu à une augmentation des modules élastiques et du paramètre C_1 , pouvant même aller jusqu'à retrouver les valeurs du composite sans traitement thermique dans le cas des modules élastiques.

7.4 Comportement des composites à fortes amplitudes de déformation

Un autre moyen de comparer qualitativement l'interface des différents composites Al/SaffilTM est d'observer l'évolution du frottement intérieur et du module de torsion

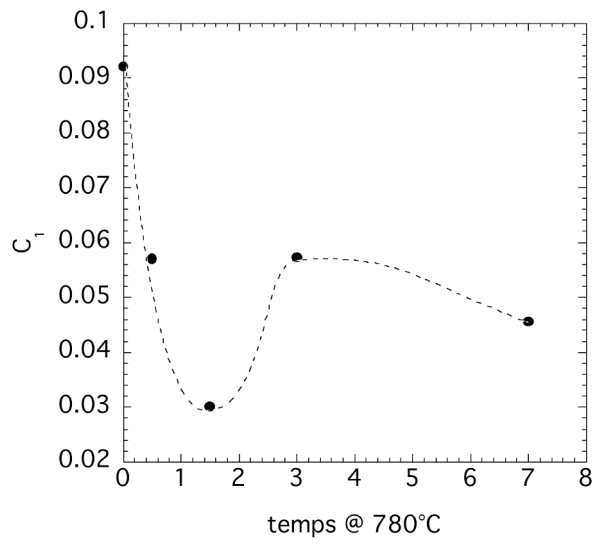
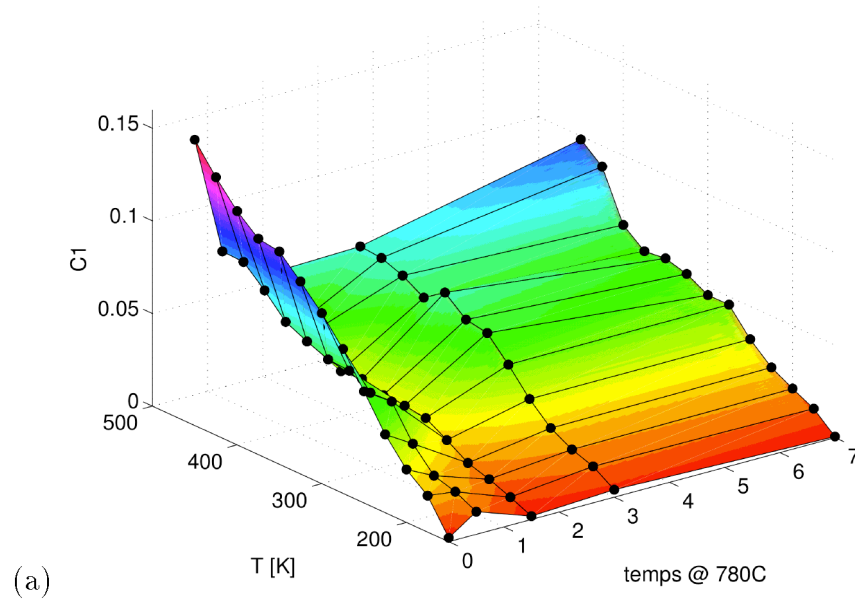


Fig. 7.9: Paramètre C_1 (a) au chauffage en fonction de la température et du temps de contact entre le métal liquide et les fibres et (b) à $T = 300$ K en fonction du temps de contact seulement.

en fonction du nombre de cycles lorsque le composite est sollicité à fortes déformations, c'est-à de l'ordre de 10^{-3} . Ceci est fait grâce au pendule libre KINNOR. L'amplitude de déformation qui peut être atteinte sur ce pendule est de l'ordre de 8.10^{-3} .

Ce type d'essai se rapproche d'un essai de fatigue. Une contrainte cyclique avec une amplitude de déformation de l'ordre de 10^{-3} est appliquée au composite pendant une minute. Puisqu'il s'agit d'un pendule fonctionnant en mode libre, la fréquence d'oscillation correspond à la fréquence de résonance du composite considéré. Toutes les minutes, l'excitation est coupée et le composite oscille librement à sa fréquence de résonance qui est reliée au module de torsion selon l'équation 3.4. La déformation lors de l'essai peut être schématisée comme sur la figure 7.10. La décroissance logarithmique de l'amplitude d'oscillation permet de calculer le décrément logarithmique (cf. équation 2.16).

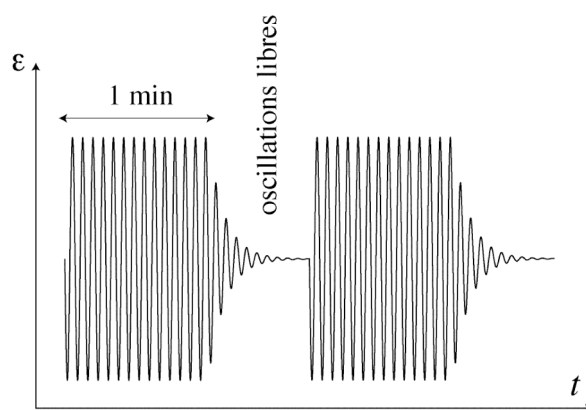


Fig. 7.10: Représentation schématique de la déformation en fonction du temps lors d'un essai sur le pendule KINNOR.

Ainsi, l'évolution du frottement intérieur et de la fréquence de résonance, c'est-à-dire du module de torsion, est suivie en fonction du nombre de cycles. La figure 7.11 représente le frottement intérieur et la fréquence de résonance mesurée à la température ambiante en fonction du nombre de cycles pour les composites dont le temps de contact entre le métal liquide et les fibres était respectivement de 1.5 et 7 h. Une décroissance de la fréquence de résonance accompagnée d'une augmentation du frottement intérieur est observée en fonction du nombre de cycles à fortes amplitudes. Par contre, à l'inverse du même type d'essais réalisés sur des composites à matrice magnésium (Mayencourt et Schaller, 2002), il n'est pas observé de chute brutale du module même après 200000 cycles. Ceci montre que dans les composites Al/SaffilTM étudiés, il n'y a pas d'endommagement catastrophique qui mènerait à la rupture brutale du composite mais plutôt un endommagement progressif.

Les pentes des courbes de fréquence sont reportées en unités arbitraires sur les figures 7.11c et 7.11d. Il est observé que la fréquence de résonance décroît plus vite pour les composites avec un temps de contact de 7 h, c'est-à-dire avec de gros cristaux d'alumine incrustés dans les fibres SaffilTM, que pour ceux avec un temps de 1.5 h, c'est-à-dire avec de plus petits cristaux juste à la surface des fibres (cf. figure 7.11c). Simultanément, le

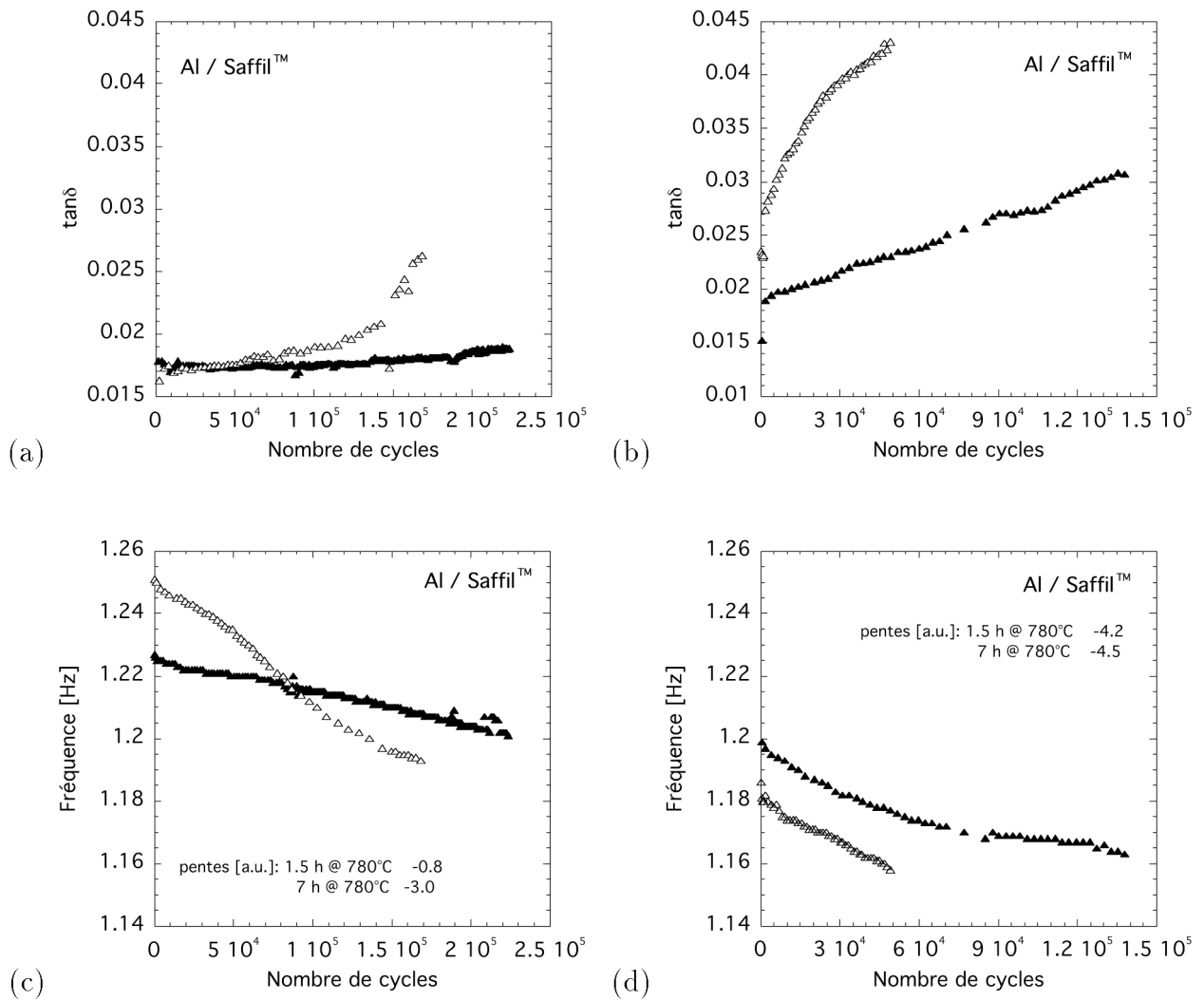
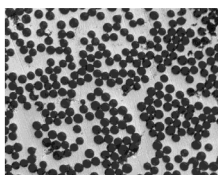


Fig. 7.11: (a-b) Décrément logarithmique et (c-d) fréquence de résonance à la température ambiante en fonction du nombre de cycles pour les composites Al/SaffilTM dont le temps de contact était de 1.5 h (▲) et 7 h (△) pour une déformation (a-c) de 4.10^{-3} suivi (b-d) d'une déformation de 6.10^{-3} . La pente des courbes de fréquence est donnée en unités arbitraires pour les deux composites.

frottement intérieur croît plus vite pour le composite avec de gros cristaux à l'interface que pour celui avec de plus petits cristaux (cf. figure 7.11a). Ceci provient du fait que les cristaux incrustés dans les fibres SaffilTM qui agissaient comme ancreurs entre la matrice et les fibres à une déformation de 10^{-5} sont la source d'un plus grand endommagement à plus fortes déformations. Pour un composite avec des cristaux qui ne sont pas incrustés dans les fibres mais seulement à la surface, l'endommagement est beaucoup plus lent.

Il est observé que la décroissance de la fréquence de résonance est plus grande lorsque l'amplitude de déformation est augmenté (cf. figure 7.11d), ce qui traduit bien un endommagement plus rapide quand la déformation est plus grande. Par contre, la pente de décroissance est la même pour les deux composites. Ce qui signifie qu'à partir d'une certaine déformation, quelle que soit la taille des cristaux à l'interface, l'endommagement est le même.



Chapitre 8

Discussion générale

Le présent travail avait pour but de valoriser la spectroscopie mécanique comme moyen d'étude des propriétés de l'interface dans des composites à matrice métallique. Aussi des composites "modèles" ont été élaborés dans lesquels les interfaces fibres céramiques - matrices métalliques étaient de géométrie simple, c'est-à-dire alignées dans une direction choisie parallèlement ou perpendiculairement à l'axe de l'échantillon. L'anisotropie des propriétés mécaniques due à ces microstructures est particulièrement remarquable dans les mesures des modules élastiques où les résultats expérimentaux (Tab. 4.2) correspondent bien aux prévisions théoriques tirées de la loi des mélanges avec arrangements parallèle et perpendiculaire des fibres (section 1.3.1).

Dans la perspective du développement technologique de matériaux métalliques légers à bonnes propriétés mécaniques et fort amortissement, les résultats obtenus dans les composites à matrice magnésium sont encourageants. En effet, on remarque, (Tab. 4.2), que le module du magnésium est augmenté de 60% dans la direction des renforts (arrangement parallèle) et de 20% dans la direction perpendiculaire (arrangement série) pour une fraction volumique de 25% de fibres de SiC, et cela sans baisse remarquable de la haute capacité d'amortissement du magnésium (Fig. 5.6). Au contraire, dues aux phénomènes dissipatifs transitoires aux interfaces, les pertes mécaniques seraient encore plus élevées dans le matériau renforcé (Fig. 5.6). De plus, la comparaison des spectres des composites à renforts SiC (Figs 5.6 et 5.9) montre que le niveau d'amortissement dans la matrice Mg-2%Si est 10 fois supérieur à celui mesuré dans la matrice aluminium. Ce résultat est logique si l'on compare les niveaux de frottement intérieur mesurés généralement dans l'aluminium et dans le magnésium pur (Reihani et al., 1981). Le magnésium est le métal léger qui possède la plus haute capacité d'amortissement, mais ses propriétés mécaniques sont faibles. Il est un candidat intéressant dans le développement de nouveaux composites, lorsqu'on peut renforcer le magnésium sans perdre cette propriété unique. C'est ce challenge qui a été réalisé avec les composites de type Mg - ou Mg2%Si - SiC élaborés dans cette étude. Ils présentent des propriétés mécaniques très intéressantes pour des applications dans les transports, car

leur module spécifique dans la direction des fibres ($41.4 \cdot 10^{-3}$ GPa.m³/kg) est 1.5 fois plus grand que celui d'un acier ($28 \cdot 10^{-3}$ GPa.m³/kg) avec une capacité d'amortissement plus de 10 fois supérieure.

L'étude systématique des spectres d'amortissement associés à la relaxation des contraintes dans les composites à matrices magnésium a montré clairement que la dissipation d'énergie ne peut être interprétée que par des mouvements hystérétiques des dislocations sur les plans de base de la structure hexagonale (cf. adéquation du modèle théorique avec les résultats expérimentaux Fig. 6.11). Le faible nombre de plans de glissement de la structure hexagonale permet le développement de longues boucles de dislocations aptes à développer un fort frottement intérieur. De plus si les forces de frottement sont de type "frottement sec" comme par exemple l'ancrage-désancrage des dislocations sur les atomes de soluté, les pertes mécaniques sont "athermiques". Le caractère athermique est révélé par l'allure générale des spectres. En effet, après soustraction du frottement intérieur transitoire, le niveau moyen de $\tan \phi$ dans les composites à matrice magnésium varie peu avec la température entre 100 à 500 K, par exemple seulement 9% (0.035 à 0.038) dans Mg-2%Si/C (Fig. 5.4) et 16% (0.038 à 0.044) dans Mg-2%Si/SiC (Fig. 5.5). Au contraire, dans le cas du composite Al/SiC, le niveau de frottement intérieur est plus que doublé (0.0018 à 0.0038) entre 150 et 450 K (Fig. 5.9). Dans ce cas, une partie non négligeable des pertes mécaniques est due à des mécanismes activés thermiquement, tels que le traînage d'atomes de soluté ou d'impuretés dans les plans de glissement de la dislocation (Bremnes et al., 2000).

Les mécanismes de frottement athermiques tels qu'observés dans les matrices magnésium ou Mg-2%Si sont très intéressants pour développer des matériaux à fort amortissement, car ils sont activés sur une large gamme de fréquences, ne dépendant que de l'amplitude de vibration. Dans le cas des alliages Mg-Si, hypoeutectiques, la solubilité du Si est très faible. Il en résulte une faible concentration d'atomes de soluté sur les dislocations qui sont désancrées facilement sous l'effet des vibrations. Ces phénomènes d'ancrage-désancrage seraient à l'origine de l'amortissement de type athermique de ces alliages (Schaller, 2003).

Les pertes mécaniques supplémentaires transitoires qui dépendent du terme \dot{T}/ω , ont été interprétées comme dues à la relaxation des contraintes thermiques d'interface par mouvement de dislocations dans la matrice. Cette interprétation est en accord avec celles de nombreux autres auteurs (Vincent et al., 1996; Carreno-Morelli et al., 2000). Cependant la présente étude a montré de manière indiscutable que dans le cas présent, la dépendance en \dot{T}/ω est non linéaire. Les modèles théoriques classiques basés sur la création et le mouvement visqueux des dislocations prédisent des comportements linéaires (Carreno-Morelli et al., 2000; Zhou et al., 1992). Le modèle de Mayencourt (Mayencourt et Schaller, 1998) prédit un comportement non linéaire dans le cas où le mouvement des dislocations est contrôlé par une force de frottement sec. Appliqué à tous les cas de composites de cette étude, il a permis de reproduire les résultats avec deux paramètres d'ajustage (Fig. 6.11). D'un point de vue théorique, ces deux paramètres, C_1 et C_2 , correspondent à la densité de dislocations mises en oeuvre pour relaxer les contraintes et à la force de l'interface, respectivement (Figs. 6.12 à 6.19). En première approximation, le paramètre C_1 répond

bien à la notion de dislocations activées si on compare son évolution avec la température dans les divers échantillons. En ce qui concerne C_2 , sa relation à la force d'interface est moins évidente. Cependant les nombreux résultats obtenus ici montrent que le magnésium avec sa structure hexagonale est la matrice idéale pour tester ce paramètre de manière plus précise. Nous proposons d'élaborer un composite modèle tel que décrit ci-dessus, mais en ajoutant une étape supplémentaire afin d'orienter la matrice de manière à avoir l'axe c de la structure hexagonale compacte de la matrice sous un angle particulier par rapport à l'interface (angle φ de la Fig. 5.18, bien déterminé). Cette deuxième opération pourrait être réalisée par solidification orientée de la matrice après infiltration des fibres. Cette opération ne devrait pas endommager l'interface entre Mg et SiC, car nous avons observé que les réactions entre métal liquide et fibres sont négligeables dans ce système.

Connaissant alors précisément l'angle φ entre fibre et matrice, la force d'interface pourrait être analysée plus quantitativement, avec entre autre le calcul de la contrainte thermique résolue sur les plans de glissement.

Remarquons quand même que les paramètres C_1 et C_2 donnent des informations qualitatives sur l'interface. Dans le cas de Mg/SiC, le comportement de C_1 en fonction de la température (Fig. 6.16) présente une symétrie entre chauffage et refroidissement. Cela peut être interprété par le fait que ce sont les mêmes dislocations qui relaxent les contraintes au chauffage et au refroidissement par un mouvement aller-retour sur les plans de base de la structure hexagonale (effet mémoire). Ce mouvement aller-retour de la même dislocation a été observé par Mayencourt (Mayencourt, 1999) en microscopie électronique in-situ lors de cycles thermiques. Un tel mouvement réversible des dislocations accommodant les contraintes d'interface laisse augurer d'un bon comportement du matériau soumis à des cycles de fatigue. Effectivement une bonne résistance à la fatigue a été observée dans les composites à matrice Mg-2%Si (Mayencourt et Schaller, 2002). Au contraire des matrices Mg, les matrices Al ne conduisent pas à une symétrie aussi évidente du paramètre C_1 entre chauffage et refroidissement (Fig. 6.18). Cela peut signifier que la population de dislocations est différente pour chaque cycle thermique. Plusieurs plans de glissement activés donne lieu à des réactions entre dislocations avec formation de nœuds, glissement dévié à haute température, formation de cellules stables. Il faudrait créer de nouvelles dislocations d'accommodation à chaque refroidissement. La densité de défauts augmente au cours des cycles thermiques, l'endommagement augmentant parallèlement. De telles matrices résisteraient moins bien à la fatigue thermique.

En ce qui concerne le paramètre C_2 , une différence de comportement est aussi observée entre les matrices magnésium et aluminium (Figs. 6.17 et 6.19 ou schématiquement sur la figure 8.1).

Dans le cas de l'aluminium, on observe une pente plus élevée de C_2 vers les basses températures, ce qui peut se traduire par une interface plus forte : la matrice se rétracte plus que la fibre et le contact s'accroît plus à basse température. Dans le cas du magnésium, on observe une diminution de la pente de C_2 vers les basses températures. Comme interprété dans la section 5.3, le mouvement de dislocations sur les plans de base de la structure hexagonale donne lieu à un déplacement de la matrice plus grand que la dilatation thermique et dans certains endroits la matrice se décolle de la fibre. Ceci résulte en une diminution de

la force d'interface, donc une pente plus faible de C_2 . Le comportement de C_1 et C_2 dans le cas des matrices à fort amortissement de magnésium est très positif pour de nombreuses applications. Une interface forte est importante pour la résistance au fluage : il faut assurer le transfert de charge. Une interface faible est primordiale pour augmenter la ténacité : les fissures ne doivent pas traverser l'interface. Dans le cas des matrices de magnésium, l'interface devient plus faible vers les basses températures où justement on aura besoin de lutter contre la fragilité du matériau, et il devient plus fort à haute température lorsque le matériau doit résister au fluage. De plus grâce à C_1 , on apprend qu'une population stable de dislocations accommode de manière réversible les contraintes d'interface. Avec un tel comportement des paramètres C_1 et C_2 et en optimisant la microstructure quand à la distribution des fibres, la régularité d'interface, diminution des porosités et des oxydes, on peut parvenir au matériau composite à matrice métallique idéal. Le but de la thèse est donc bien atteint. La spectroscopie mécanique a été valorisée comme technique utile à la caractérisation et au développement des MMCs.

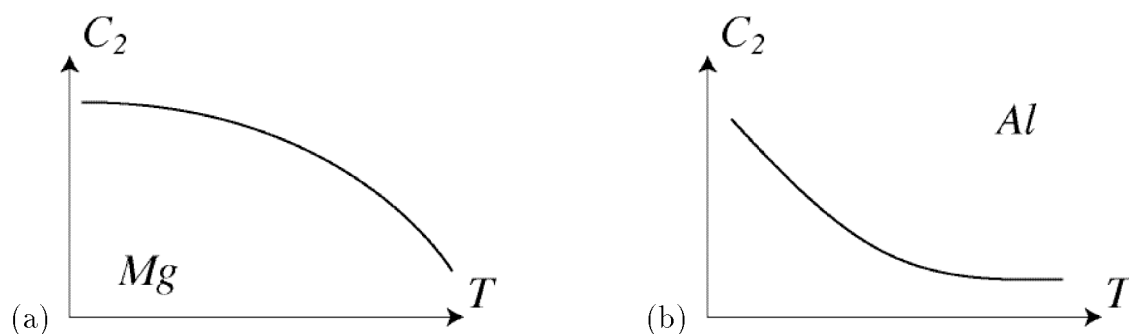
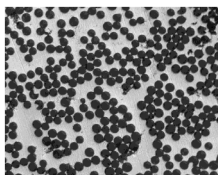


Fig. 8.1: Représentation schématique du paramètre C_2 en fonction de la température pour les composites à matrice (a) magnésium et (b) aluminium.



Conclusion

La spectroscopie mécanique permet d'étudier les phénomènes de relaxation de contraintes d'interface dans les matériaux composites à matrice métallique. Pour démontrer cela, nous avons élaboré des composites modèles à matrice magnésium et aluminium renforcés par des fibres courtes et désorientées ou des fibres longues et alignées. Dans le cas des fibres longues, l'orientation des fibres a pu être choisie parallèlement ou perpendiculairement à l'axe du composite. De plus, en augmentant le temps de contact entre l'aluminium liquide et les fibres SaffilTM, la morphologie de l'interface a pu être modifiée par croissance de cristaux d'alumine dont la taille augmente avec le temps de contact.

Le module d'Young des différents composites est significativement supérieur à celui des matrices seules. L'augmentation peut atteindre 60% quand le module est mesuré dans la direction des fibres. La valeur des modules mesurés en fonction de l'orientation des fibres respecte aussi très bien les modèles théoriques existants.

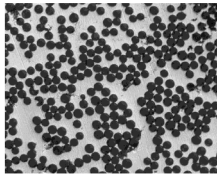
Les spectres de frottement intérieur observés lors de cycles thermiques s'interprètent en considérant les dislocations présentes au niveau de l'interface et qui sont émises dans la matrice sous l'effet des contraintes thermiques. Une anomalie de module est aussi observée dans le cas des composites à base magnésium. Elle est due au mouvement réversible des dislocations qui s'éloignent des renforts au chauffage et s'en rapprochent au refroidissement, entraînant un décollement de l'interface qui est la source de l'anomalie.

Les spectres de frottement intérieur contiennent des termes transitoires qui dépendent des vitesses de chauffage ou de refroidissement \dot{T} et de la fréquence d'excitation ω . Cette dépendance est manifestement non linéaire et ne peut s'expliquer que par le mouvement hystérétique des dislocations dans la matrice. Ce résultat confirme les observations en microscopie électronique à transmission antérieures.

En utilisant un modèle développé par Mayencourt et al. et qui prend en compte le mouvement hystérétique des dislocations dans la matrice, il est possible de déterminer deux paramètres C_1 et C_2 qui sont reliés respectivement à la densité de dislocations mobiles dans la matrice et à la force de l'interface. L'évolution de ces paramètres en fonction de la température, qui diffère entre les composites à matrice magnésium et ceux à matrice aluminium, est en accord avec les observations faites sur les mécanismes qui se déroulent à l'interface. En effet, le paramètre C_2 relié à la force de l'interface fléchit quand la température diminue dans le cas du composite à matrice magnésium, traduisant la diminution de la force d'interface associée à l'anomalie de module. Dans le cas du composite à matrice aluminium, le paramètre C_2 augmente continûment car à l'inverse du

magnésium, il n'y a pas de décollement de l'interface.

Enfin, dans le cas des composites à matrice aluminium renforcés par des fibres SaffilTM qui ont subi des temps de contact croissants entre la matrice liquide et les fibres, il est observé que la croissance de cristaux d'alumine diminue le module d'Young du composite correspondant. Ceci signifie que la force de l'interface et donc le transfert de charge entre la matrice et les fibres sont diminués par la taille de ces cristaux. Mais, à partir d'une certaine taille, ces cristaux agissent comme des ancreurs entre la matrice et les renforts et ceci est caractérisé par une augmentation du module qui peut recouvrir sa valeur initiale. Le point important est que le paramètre C_1 , déterminé à partir du modèle de Mayencourt et al., suit la même tendance que le module car il est relié lui aussi au transfert de charge à l'interface. Ce qui fait de ce paramètre un bon indicateur de la qualité de l'interface.



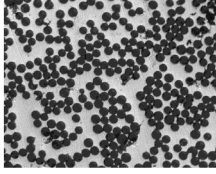
Références bibliographiques

- Andrén, H. (2001). Microstructures of cemented carbides. *Materials and Design*, 22:491–498.
- Arsenault, R. et Taya, M. (1989). *Metal Matrix Composites: thermomechanical behavior*. Pergamon Press, Oxford.
- Ashby, M. et Jones, D. (1996). *Engineering Materials*. Oxford: Butterworth-Heinemann, Oxford.
- Avedisian, M. et Baker, H., éditeurs (1999). *ASM specialty handbook: magnesium and magnesium alloys*. ASM International, Material Park.
- Bouix, J., Berthet, M. P., Bosselet, F., Favre, R., Peronnet, M., Rapaud, O., Viala, J. C., Vincent, C., et Vincent, H. (2001). Physico-chemistry of interfaces in inorganic-matrix composites. *Composites Science and Technology*, 61:355–362.
- Bremnes, O., Carreno-Morelli, E., et Gremaud, G. (2000). Influence of the interaction between dislocations and mobile point-defects on the damping spectrum of aluminum. *Journal of Alloys and Compounds*, 310:62–67.
- Cappelman, G., Watts, J., et Clyne, T. (1985). The interface region in squeeze-infiltrated composites containing δ -alumina fibre in an aluminium matrix. *J. Mat. Sci.*, 20:2159–2168.
- Carreno-Morelli, E., Cutard, T., Schaller, R., et Bonjour, C. (1998a). Processing and characterization of aluminium-based MMCs produced by gas pressure infiltration. *Materials Science and Engineering*, A251:48–57.
- Carreno-Morelli, E., Urreta, S., et Schaller, R. (1998b). Mechanical spectroscopy of thermal stress relaxation in aluminium alloys reinforced with short alumina fibres. *Physica Status Solidi*, 167:61–69.
- Carreno-Morelli, E., Urreta, S., et Schaller, R. (2000). Mechanical spectroscopy of thermal stress relaxation at the metal-ceramic interfaces in aluminium-based composites. *Acta Materialia*, 48:4725–4733.
- Charvolin, J., Joanny, J., et Zinn-Justin, J., éditeurs (1990). *Liquids at interfaces*. North Holland, Amsterdam.

- Clyne, T. et Withers, P. (1993). *An introduction to metal matrix composites*. Cambridge University Press, New York.
- Core, H., Côté, W., et Day, A. (1979). *Wood: structure and identification*. Syracuse University Press, Syracuse.
- Davis, J., éditeur (1993). *ASM specialty handbook: aluminium and aluminium alloys*. ASM International, Material Park.
- Delmonte, J. (1987). History of metal/polymer composites. Dans Seymour, R. et Deanin, R., éditeurs, *History fo polymeric composites*. VNU Science Press, Utrecht.
- Delorme, J.-F. et Gobin, P.-F. (1973). Frottement intérieur et microdéformation associés à la transformation martensitique des solides métalliques. *Métaux, Corrosion, Industrie*, 574:209–222.
- Dunand, D. et Mortensen, A. (1991). On the plastic relaxation of thermal stresses in reinforced metals. *Acta metall. mater.*, 39:127–129.
- Durante, S., Rabezzana, F., et Rutelli, G. (1997). Aluminum-based MMC machining with diamond-coated cutting tools. *Surface and Coatings Technology*, 94-95:632–640.
- Gremaud, G., Bidaux, J., et Benoit, W. (1987). Etude à basse fréquence des pics de frottement intérieur associés à une transition de phase du 1er ordre. *Helvetica Physica Acta*, 60:947–958.
- Halpin, J. et Tsai, S. (1967). Environmental factors in composite design. *Air Force Materials Laboratory Technical Report*, AFML-TR-67:423.
- Hull, D. et Clyne, T. (1996). *An introduction to composite materials*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Kustov, S., Golyandin, S., Sapozhnikov, K., Vincent, A., Maire, E., et Lormand, G. (2001). Structural and transient internal friction due to thermal expansion mismatch between matrix and reinforcement in Al-SiC particulate composite. *Materials Science and Engineering*, A313:218–226.
- Landry, K., Kalogeropoulou, S., et Eustathopoulos, N. (1998). Wettability of carbon by aluminum and aluminum alloys. *Materials Science and Engineering A*, 254:99–111.
- Lauber, W. (1998). *L'architecture Dogon: constructions en terre au Mali*. Prestel-Verlag, München.
- Martin, R. (1999). Bone as a ceramic composite material. *Materials Science Forum*, 293:5–16.

- Masur, L., Mortensen, A., Cornie, J., et Flemings, M. (1989). Infiltration of fibrous preforms by a pure metal. part ii. experiment. *Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, 20 A:2549–2557.
- Mayencourt, C. (1999). *Relaxation des contraintes thermiques d'interface dans les composites à matrice magnésium étudiée par spectroscopie mécanique*. Thèse, EPFL.
- Mayencourt, C. et Schaller, R. (1998). A theoretical approach to the thermal transient mechanical loss in Mg matrix composites. *Acta Materialia*, 46:6103–6114.
- Mayencourt, C. et Schaller, R. (2002). Mechanical-stress relaxation in magnesium-based composites. *Materials Science and Engineering*, A325:286–291.
- Meylan, B. et Butterfield, B. (1971). *The three-dimensional structure of wood*. Chapman and Hall, London.
- Miracle, D. B. et Donaldson, S. L., éditeurs (2001). *ASM Handbook: Composites*, volume 21. ASM International, Material Park.
- Miserez, A., Rossoll, A., et Mortensen, A. (2004). Fracture of aluminium reinforced with densely packed ceramic particles: Link between the local and the total work of fracture. *Acta Materialia*, 52:1337–1351.
- Mortensen, A., Masur, L., Cornie, J., et Flemings, M. (1989). Infiltration of fibrous preforms by a pure metal. part I. theory. *Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, 20 A:2535–2547.
- Nowick, A. et Berry, B. (1972). *Anelastic relaxation in Crystalline solids*. Academic Press, London.
- Orowan, E. (1940). Problems of plastic gliding. *Proceedings of the Physical Society London*, 52:8–22.
- Parrini, L. (1995). *Characterization of metal matrix composites by mechanical spectroscopy*. Thèse, EPFL.
- Parrini, L. et Schaller, R. (1996). Characterization of mechanical stresses in metal matrix composites by internal friction. *Acta Materialia*, 44:3895–3903.
- Pelleg, J., Ashkenazi, D., et Ganor, M. (2000). The influence of a third element on the interface reactions in metal-matrix composites (MMC): Al-graphite system. *Materials Science and Engineering A*, 281:239–247.
- Press, W., Flannery, B., Teukolsky, S., et W.T., V. (1986). *Numerical recipes: the art of scientific computing*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Puck, A. (1967). Zur beanspruchung und verformung von GFK-mehrschichtenverbundbauelementen. *Kunststoffe*, 57:965–973.

- Rao, S. (1990). *Mechanical vibrations*. Addison-Wesley, Reading.
- Reihani, S., Esnouf, C., Fantozzi, G., et Revel, G. (1981). *Journal de Physique*, 42:C5–145.
- Rohatgi, P. (1991). Advances in MMCs. *Adv. Mat. Proc.*, 137:39–44.
- Sallit, I., Richard, C., Adam, R., et Robbe-Valloire, F. (1998). Characterization methodology of a tribological couple: metal matrix composite/brake pads. *Materials Characterization*, 40:169–188.
- Schaller, R. (2003). Metal matrix composites, a smart choice for high damping materials. *Journal of Alloys and Compounds*, 355:131–135.
- Schaller, R., Fantozzi, G., et Gremaud, G., éditeurs (2001). *Mechanical Spectroscopy Q^{-1} 2001*. Trans Tech Publications, Zürich.
- Schoeck, G., Bisogni, E., et Shyne, J. (1964). The activation energy of high temperature internal friction. *Acta Metallurgica*, 12:1466.
- Schwartz, M. (1992). *Composite Materials Handbook*. McGraw-Hill, New York.
- Schwartz, M. (1996). *Composite materials: processing, fabrication and applications*, volume 2. Prentice-Hall, London.
- Spence, A. (1990). *Basic medicinal anatomy*. Benjamin/Cummings.
- Timoshenko, S. (1963). *Résistance des matériaux*. Librairie Polytechnique Béranger, Paris.
- Timoshenko, S. (1987). *Theory of plates and shells*. McGraw-Hill, New York.
- Urena, A., Rodrigo, P., Baldonedo, J. L., et Gil, L. (2001). Active coatings for SiC particles to reduce the degradation by liquid aluminium during processing of aluminium matrix composites: study of interfacial reactions. *J. Microscopy*, 201:122–136.
- Vincent, A., Lormand, G., Durieux, S., Girard, C., Maire, E., et Fougères, R. (1996). Transient internal damping in metal matrix composites: experiment and theory. *Journal de Physique IV*, 6:719–730.
- Vittoz, B., Secrétan, B., et Martinet, B. (1963). Frottement intérieur et anélasticité des solides. *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Physik*, 14:46–69.
- Zhou, X., Fougères, R., et Vincent, A. (1992). Internal damping effects due to the thermal expansion mismatch between aluminium and silicon in an Al11.8%Si alloy. *J. Phys. III France*, 2:2185–2201.
- Zweben, C. (1988). Lightweight, low-thermal-expansion composite heat sink. Dans *National Electronic Packaging and Production Conference*, Boston.



Annexe A

Résolution du modèle de Mayencourt et al.

A.1 Résolution analytique

Le modèle de Mayencourt et al. présenté au paragraphe 6.3 interprète la relaxation des contraintes thermiques dans les matériaux composites à matrice métallique par le mouvement des dislocations présentes à l'interface contrôlé par un mécanisme de frottement sec. L'expression prise pour la déformation anélastique est rappelée :

$$\varepsilon_{an} = \frac{\rho_m b^2}{\kappa} (\sigma_0 \sin(\omega t) + C E \Delta \alpha \dot{T} t) \quad (\text{A.1})$$

où toutes les grandeurs utilisées dans cette relation ont déjà été définies dans le paragraphe 6.3. Il est rappelé aussi que ce modèle suppose que les dislocations seront en mouvement seulement si les contraintes appliquée et thermique agissent dans la même direction. Ceci signifie que les dislocations ne seront en mouvement que pendant un demi cycle maximum. Le déplacement correspondant à la déformation anélastique peut donc être schématisé tel que sur la figure A.1. et le frottement intérieur transitoire est calculé en résolvant le système d'équations suivant,

$$\tan \phi_{tr} = \frac{1}{\pi J_{el} \sigma_0^2} \int_{t_1}^{t_2} \sigma_0 \sin(\omega t) \frac{\rho_m b^2}{\kappa} (\sigma_0 \omega \cos(\omega t) + C E \Delta \alpha \dot{T}) dt \quad (\text{A.2})$$

$$\varepsilon_{an}(t_2) = \varepsilon_{an}\left(t_1 + \frac{2\pi}{\omega}\right) \quad (\text{A.3})$$

Ce système d'équation ne peut pas être résolu analytiquement. En effet, l'équation A.3 n'a pas de solution analytique. Cependant, il est possible de résoudre ce système en remplaçant la contrainte appliquée sinusoïdale par une contrainte triangulaire, c'est-à-dire sous

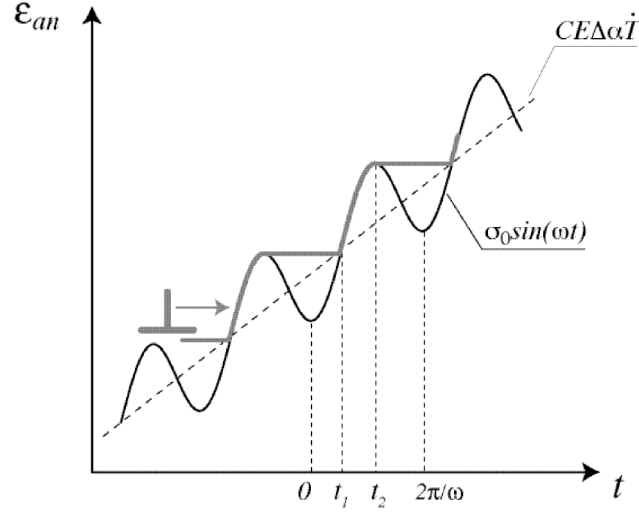


Fig. A.1: Représentation schématique de la déformation anélastique en fonction du temps due au mouvement des dislocations contrôlé par un mécanisme de frottement sec.

la forme :

$$\sigma_\alpha = \begin{cases} \frac{2\omega\sigma_0}{\pi}t & \text{si } t \in [0, \pi/2\omega] \\ \frac{-2\omega\sigma_0}{\pi}(t - \frac{\pi}{\omega}) & \text{si } t \in [\pi/2\omega, \pi/\omega] \end{cases} \quad (\text{A.4})$$

Dans ce cas, la déformation anélastique donnant lieu au frottement intérieur transitoire peut être représentée schématiquement comme sur la figure A.2. Trois cas sont à distinguer dépendant de la valeur du paramètre \dot{T}/ω . Pour chaque cas, il est possible de calculer les temps d'intégration t_1 et t_2 et ainsi de calculer l'intégrale A.2.

\dot{T}/ω faibles

Pour les valeurs faibles de \dot{T}/ω , les temps t_1 et t_2 sont compris entre 0 et $\pi/2\omega$. Le temps t_2 correspond au maximum local de la déformation, c'est-à-dire $t_2 = \pi/2\omega$. La borne supérieure du domaine de validité de \dot{T}/ω est telle que t_1 soit toujours positif, ce qui signifie que $\varepsilon_{an}(\pi/2\omega) > \varepsilon_{an}(0)$ (cf. figure A.2a), soit :

$$CE\Delta\alpha\dot{T}\frac{\pi}{2\omega} + \sigma_0 > CE\Delta\alpha\dot{T}\frac{2\pi}{\omega} \quad (\text{A.5})$$

donc,

$$\frac{\dot{T}}{\omega} < \frac{2\sigma_0}{3\pi CE\Delta\alpha} \quad (\text{A.6})$$

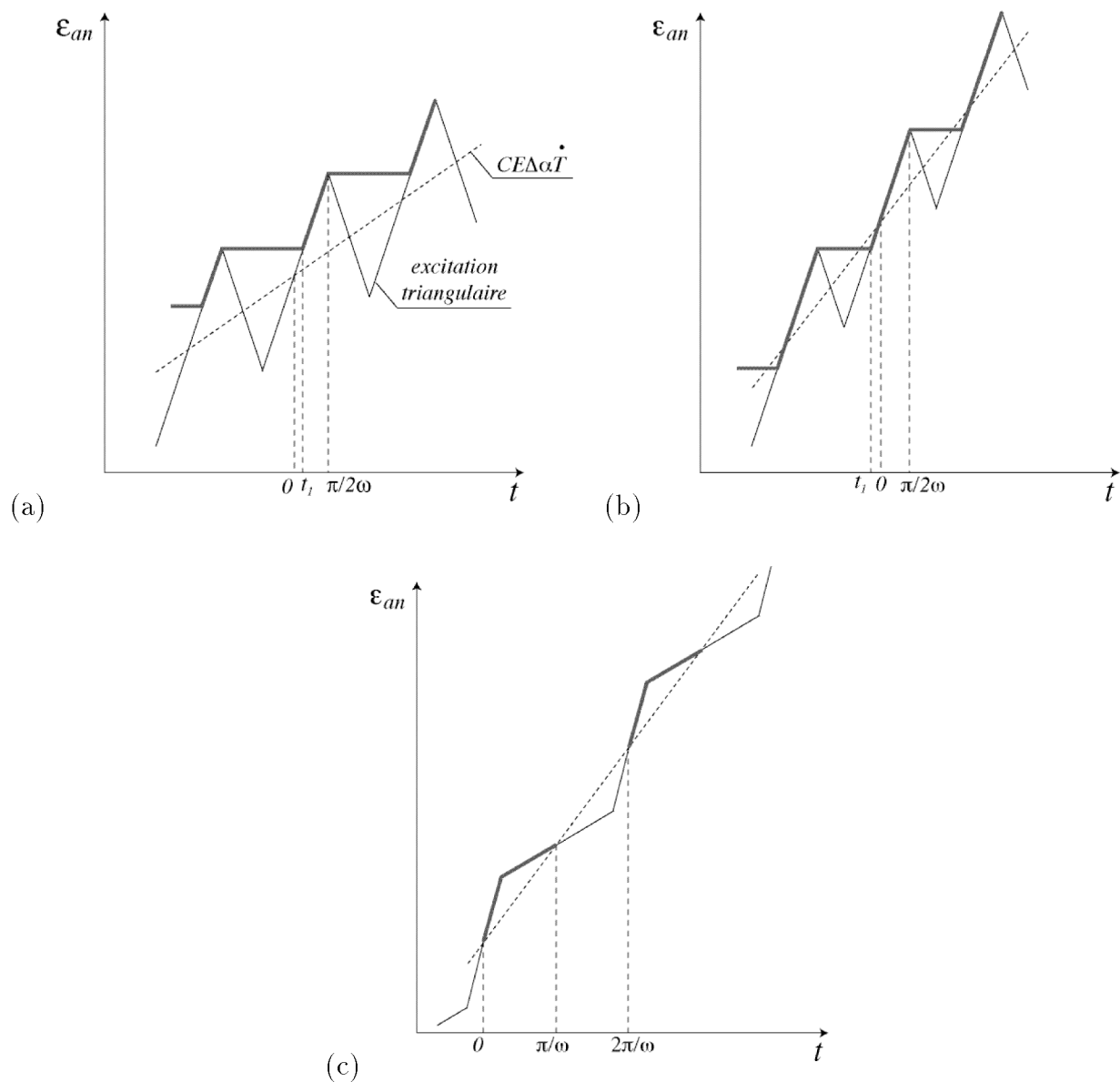


Fig. A.2: Représentation schématique de la déformation anélastique donnant lieu au frottement intérieur transitoire en fonction du temps et pour les valeurs du paramètre \dot{T}/ω (a) faibles, (b) intermédiaires et (c) élevées.

Dans ce cas, le frottement intérieur transitoire est donné par :

$$\begin{aligned}\tan \phi_{tr} &= \frac{1}{\pi J_{el} \sigma_0^2} \int_{t_1}^{\pi/2\omega} \frac{2\omega\sigma_0}{\pi} t \frac{\rho_m b^2}{\kappa} \left(\frac{2\omega\sigma_0}{\pi} + CE\Delta\alpha\dot{T} \right) dt \\ &= \frac{\rho_m b^2}{\pi J_{el} \kappa} \frac{4\omega^2}{\pi^2} \left(1 + \frac{\pi}{2} CE\Delta\alpha \frac{\dot{T}}{\omega\sigma_0} \right) \frac{1}{2} \left(\frac{\pi^2}{4\omega^2} - t_1^2 \right)\end{aligned}\quad (\text{A.7})$$

En introduisant ensuite la valeur de t_2 dans l'équation A.3, l'expression de t_1 peut être calculée :

$$t_1 = \frac{\sigma_0 \left(1 - \frac{3\pi}{2} CE\Delta\alpha \frac{\dot{T}}{\omega\sigma_0} \right)}{\frac{2\omega\sigma_0}{\pi} \left(1 + \frac{\pi}{2} CE\Delta\alpha \frac{\dot{T}}{\omega\sigma_0} \right)} \quad (\text{A.8})$$

En introduisant les valeurs de t_1 et t_2 dans l'équation A.7, il est possible de donner l'expression du frottement intérieur transitoire :

$$\tan \phi_{tr} = \frac{2\rho_m b^2}{J_{el} \kappa} CE\Delta\alpha \frac{\dot{T}}{\omega\sigma_0} \frac{1 - \frac{\pi}{2} CE\Delta\alpha \frac{\dot{T}}{\omega\sigma_0}}{1 + \frac{\pi}{2} CE\Delta\alpha \frac{\dot{T}}{\omega\sigma_0}} \quad (\text{A.9})$$

\dot{T}/ω intermédiaires

Dans ce cas, la valeur de t_1 devient négative. Or, l'intégrale est calculée seulement dans le domaine où les contraintes appliquée et thermique agissent dans la même direction, c'est-à-dire entre 0 et π/ω . Donc, t_1 doit être nécessairement nul et t_2 vaut aussi $\pi/2\omega$. La borne supérieure du domaine de validité de \dot{T}/ω correspond au cas où la pente de la courbe d'équation $\sigma_a + \sigma_{th}$ juste après $\pi/2\omega$ est supérieure ou égale à zéro (passage de la figure A.2b à A.2c). Ce qui conduit aux inégalités suivantes :

$$\frac{2\sigma_0}{3\pi CE\Delta\alpha} < \frac{\dot{T}}{\omega} < \frac{2\sigma_0}{\pi CE\Delta\alpha} \quad (\text{A.10})$$

Le frottement intérieur transitoire est donc donné dans ce cas par :

$$\tan \phi_{tr} = \frac{1}{\pi J_{el} \sigma_0^2} \int_0^{\pi/2\omega} \frac{2\omega\sigma_0}{\pi} t \frac{\rho_m b^2}{\kappa} \left(\frac{2\omega\sigma_0}{\pi} + CE\Delta\alpha\dot{T} \right) dt \quad (\text{A.11})$$

soit,

$$\tan \phi_{tr} = \frac{1}{4J_{el} \kappa} \left(CE\Delta\alpha \frac{\dot{T}}{\omega\sigma_0} + \frac{2}{\pi} \right) \quad (\text{A.12})$$

\dot{T}/ω élevés

Le domaine de \dot{T}/ω valide dans ce cas est donné par l'inégalité suivante :

$$\frac{\dot{T}}{\omega} > \frac{2\sigma_0}{\pi C E \Delta \alpha} \quad (\text{A.13})$$

Dans ce cas, le calcul de l'intégrale A.2, doit se faire entre 0 et π/ω (cf. figure A.2c), c'est-à-dire :

$$\tan \phi_{tr} = \frac{1}{\pi J_{el} \sigma_0^2} \left(\int_0^{\pi/2\omega} \frac{2\omega\sigma_0}{\pi} t \frac{\rho_m b^2}{\kappa} (C E \Delta \alpha \dot{T} + \frac{2\omega\sigma_0}{\pi}) dt + \int_{\pi/2\omega}^{\pi/\omega} \frac{-2\omega\sigma_0}{\pi} (t - \frac{\pi}{\omega}) \frac{\rho_m b^2}{\kappa} (C E \Delta \alpha \dot{T} + \frac{2\omega\sigma_0}{\pi}) dt \right) \quad (\text{A.14})$$

soit,

$$\tan \phi_{tr} = \frac{1}{2} \frac{\rho_m b^2}{J_{el} \kappa} C E \Delta \alpha \frac{\dot{T}}{\omega \sigma_0} \quad (\text{A.15})$$

Ainsi, les expressions trouvées permettent d'interpréter les variations du frottement intérieur transitoire en fonction du paramètre \dot{T}/ω . En posant comme paramètres d'ajustement,

$$C_1 = \frac{\rho_m b^2}{J_{el} \kappa} \quad (\text{A.16})$$

$$C_2 = \frac{C E \Delta \alpha}{\sigma_0} \quad (\text{A.17})$$

alors, le frottement intérieur transitoire peut s'exprimer en fonction de \dot{T}/ω comme :

$$\tan \phi_{tr} = \begin{cases} 2C_1 C_2 \frac{\dot{T}}{\omega} \frac{1 - \frac{\pi}{2} C_2 \frac{\dot{T}}{\omega}}{1 + \frac{\pi}{2} C_2 \frac{\dot{T}}{\omega}} & \text{si } \frac{\dot{T}}{\omega} < \frac{2}{3\pi C_2} \\ \frac{1}{4} C_1 (C_2 \frac{\dot{T}}{\omega} + \frac{2}{\pi}) & \text{si } \frac{2}{3\pi C_2} < \frac{\dot{T}}{\omega} < \frac{2}{\pi C_2} \\ \frac{1}{2} C_1 C_2 \frac{\dot{T}}{\omega} & \text{si } \frac{2}{\pi C_2} < \frac{\dot{T}}{\omega} \end{cases} \quad (\text{A.18})$$

L'allure du frottement intérieur transitoire en fonction du paramètre \dot{T}/ω est représentée sur la figure A.3.

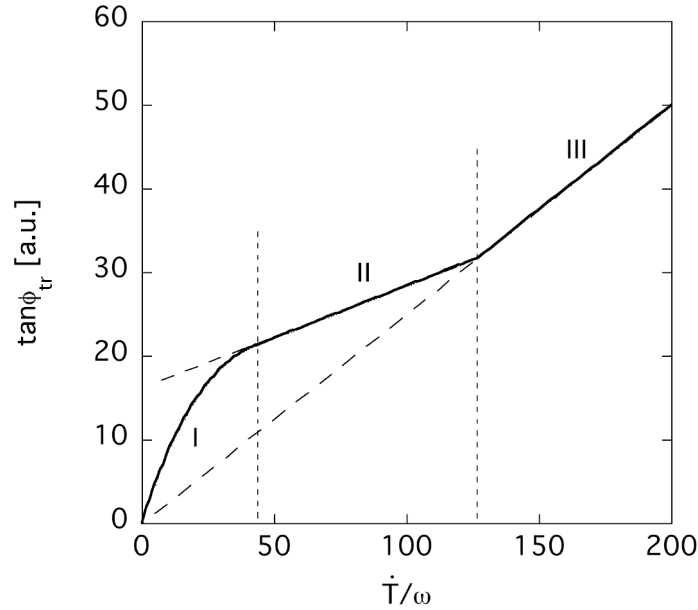


Fig. A.3: Représentation schématisée du frottement interne transitoire $\tan \phi_{tr}$ en fonction de \dot{T}/ω tel que donné par l'équation A.18.

A.2 Résolution numérique

Comme il a été mentionné dans la section précédente, seule l'équation A.3 ne peut pas être résolue analytiquement. Un grand nombre de logiciels existant sur le marché permettent de résoudre facilement ce type d'équation. Le logiciel utilisé pour cette résolution est *MAPLE 9.0*¹. En considérant les expressions des paramètres C_1 et C_2 tels que définis par les équations A.16 et A.17, le système composé des équations A.2 et A.3 devient :

$$\tan \phi_{tr} = \frac{C_1}{\pi} \int_{t_1}^{t_2} \sin(\omega t) (\omega \cos(\omega t) + C_2 \dot{T}) dt \quad (\text{A.19})$$

$$\sin(\omega t_2) + C_2 t_2 = \sin(\omega t_1) + C_2 \dot{T} (t_1 + 2\pi/\omega) \quad (\text{A.20})$$

À ces deux équations peut s'ajouter une troisième équation. En effet, à l'instant t_2 , la tangente correspondant à la courbe d'équation $\sigma_a + \sigma_{th}$ est nulle, soit :

$$\omega \cos(\omega t_2) + C_2 \dot{T} = 0 \quad (\text{A.21})$$

Il est donc maintenant possible de résoudre ce système de trois équations à trois inconnues t_1 , t_2 et $\tan \phi_{tr}$. Les calculs tels qu'ils sont saisis dans le logiciel *MAPLE 9.0* ont

¹<http://www.maplesoft.com/>

l'allure suivante (les paramètres C_1 , C_2 , \dot{T} et ω sont respectivement remplacés par $C1$, $C2$, $Tdot$ et w) :

```
> C1,C2,Tdot,w :=0.1,0.005,5,1;
                                C1,C2,Tdot,w :=0.1,0.005,5,1;

> t2 :=solve(cos(w*u)=-C2*Tdot/w,u);
                                t2 := 1.670963748

> t1 :=fsolve(sin(w*t2)+C2*Tdot*t2=sin(w*v)+C2*Tdot*(v+2*Pi/w),v);
                                t1 := 0.5044441156

> if (t1>0) then int(C1/Pi*sin(w*t)*(w*cos(w*t)+C2*Tdot),t=t1..t2)
  elif (t1>-evalf(Pi)/(2*w)) then
  int(C1/Pi*sin(w*t)*(w*cos(w*t)+C2*Tdot),t=0..t2) else
  int(C1/Pi*sin(w*t)*(w*cos(w*t)+C2*Tdot),t=0..Pi/w) end
  if;
                                0.01514342720
```

où les étapes du calcul sont :

```
> C1,C2,Tdot,w :=0.1,0.005,5,1;
  intitialisation des paramètres rentrant dans le modèle

> t2 :=solve(cos(w*u)=-C2*Tdot/w,u);
  calcul de  $t_2$  en résolvant l'équation A.21

> t1 :=fsolve(sin(w*t2)+C2*Tdot*t2=sin(w*v)+C2*Tdot*(v+2*Pi/w),v);
  calcul de  $t_1$  en résolvant l'équation A.20

> if (t1>0) then int(C1/Pi*sin(w*t)*(w*cos(w*t)+C2*Tdot),t=t1..t2)
  elif (t1>-evalf(Pi)/(2*w)) then
  int(C1/Pi*sin(w*t)*(w*cos(w*t)+C2*Tdot),t=0..t2) else
  int(C1/Pi*sin(w*t)*(w*cos(w*t)+C2*Tdot),t=0..Pi/w) end
  if;
  calcul du frottement intérieur selon l'équation A.18 en prenant en
  compte le domaine dans lequel se trouve  $t_1$  :
   $t_1 > 0$ ,  $-\pi/2\omega < t_1 < 0$ ,  $t_1 < -\pi/2\omega$ 
```

Ainsi, pour des valeurs données de C_1 et C_2 , le frottement intérieur transitoire peut être calculé numériquement et être comparé à la valeur trouvée analytiquement à partir des équations de la section précédente. Un exemple est donné sur la figure A.4. Elle correspond aux paramètres C_1 et C_2 valant respectivement 0.1 et 0.005.

Il est observé que le frottement intérieur calculé numériquement a bien la même allure que celui déduit de la résolution analytique. Pour les deux calculs, trois régions du frottement intérieur sont visibles dépendant de la valeur de \dot{T}/ω . Par contre, en valeur absolue, le frottement intérieur calculé numériquement est plus élevé que celui déduit du modèle analytique. Ceci se comprend aussi car l'intégration de l'excitation triangulaire donne une valeur plus faible que l'excitation sinusoïdale quelque soit l'intervalle d'intégration compris entre 0 et π/ω .

Cette analyse numérique montre que la valeur du frottement intérieur déduit du modèle de Mayencourt et al. est une bonne approximation du frottement réel mais ce modèle ne donne pas la valeur absolue.

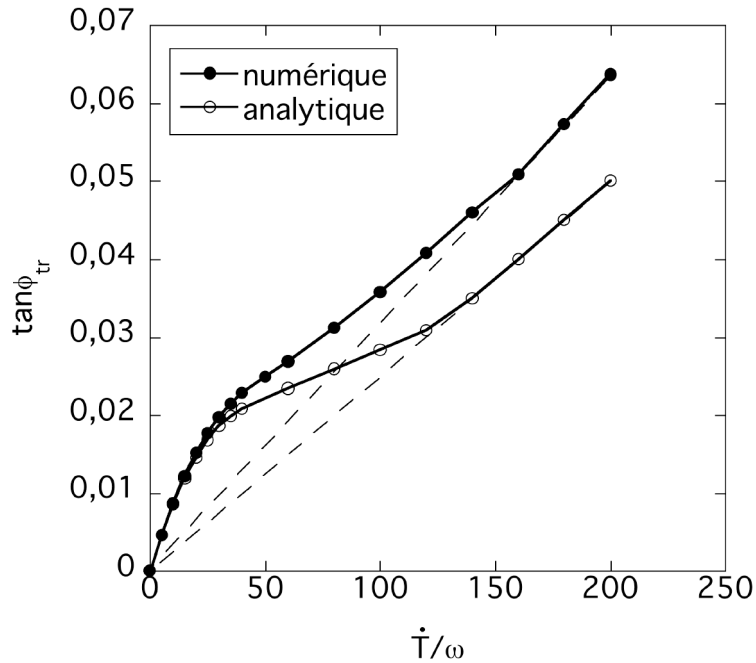


Fig. A.4: Frottement intérieur transitoire $\tan\phi_{tr}$ en fonction de \dot{T}/ω calculé numériquement par *MAPLE 9.0* et comparé avec celui obtenu par le modèle analytique présenté dans la section A.1.

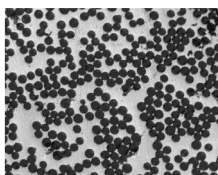
Une dernière remarque peut être faite sur la détermination des paramètres d'ajustement C_1 et C_2 à partir du calcul numérique. Par définition, la résolution numérique donnant le

frottement intérieur transitoire en fonction de \dot{T}/ω ne donne pas d'expression analytique. Par conséquent, les algorithmes de minimisation de type Marquardt-Levenberg (Press et al., 1986) ne peuvent pas être utilisés pour déterminer les paramètres C_1 et C_2 en minimisant une fonction de mérite du type :

$$\chi^2 = \sum_i [Y_i - Y_{mod}(X_i, C_1, C_2)]^2 \quad (\text{A.22})$$

où les (X_i, Y_i) représentent les points expérimentaux et les $Y_{mod}(X_i, C_1, C_2)$ représentent les points calculés à partir de l'expression analytique du modèle testé.

La seule méthode pour déterminer ces paramètres est de calculer la courbe numérique pour des valeurs de C_1 et C_2 variant sur un intervalle donné et de choisir les paramètres (C_1, C_2) donnant l'écart le plus faible entre les points expérimentaux et ceux tirés du calcul numérique. Cette opération est très coûteuse en temps de calcul et elle sous-entend qu'une estimation des paramètres C_1 et C_2 est déjà connue.



Annexe B

Fraction volumique de fibres déterminée par analyse d'image

Le but de cette annexe est de décrire en quoi consiste la détermination de la fraction volumique de fibres par analyse d'image. Il sera aussi montré qu'il est possible de réaliser ceci à l'aide d'un logiciel de traitement d'image très répandu, Adobe Photoshop® (<http://www.adobe.com/products/photoshop/main.html>).

La détermination de la fraction volumique de fibres dans une matrice par analyse d'image est basée sur la mesure de la proportion de fibres par rapport à la matrice sur l'image prise d'une section du composite. Si les fibres n'ont pas d'orientation privilégiée, alors n'importe quelle section du composite pourra être choisie. Par contre, si les fibres sont toutes alignées entre elles, il faudra alors prendre une section dont la normale est parallèle aux fibres. Ainsi, les fibres apparaîtront comme des disques encerclés dans la matrice. Il est primordial d'observer des images qui présentent un contraste suffisant entre les fibres et la matrice. Si ce n'est pas le cas, Il est possible à partir de l'image brute de faire varier le contraste et/ou la luminosité pour atteindre un contraste satisfaisant.

A partir de là, la technique présentée concerne le logiciel Adobe Photoshop® mais elle pourrait s'étendre à tous logiciels de traitement d'image qui présentent les mêmes fonctionnalités.

Une image au format "niveau de gris" codé en 8 bits est une image dont chaque pixel prend une valeur entière comprise entre 0 et 255 ($2^8 = 256$ valeurs). La valeur 0 correspond au noir et la valeur 255 au blanc et les valeurs intermédiaires aux niveaux de gris décroissants. La répartition des pixels en fonction de leur valeur peut être représentée à l'aide d'un diagramme, nommé *courbe de niveaux*, comme sur la figure B.1. Ce diagramme est caractéristique d'une image contrastée car elle présente deux bosses : l'une vers le noir qui correspond aux fibres et l'autre d'intensité faible vers les blancs qui correspond à la matrice. Mais cette image serait plus contrastée si ces deux bosses étaient bien distinctes.

En effet, il existe une famille de pixels qui couvrent les niveaux allant d'une bosse à l'autre et qui correspondent aux pixels foncés de la matrice et aux pixels clairs des fibres. Pour améliorer cela, le contraste et la luminosité de l'image peuvent être ajustés. Le diagramme résultant de cette opération est représenté sur la figure B.2. Ce diagramme montre que la quasi-totalité des pixels ont pour valeur 0 ou 255, c'est-à-dire noir ou blanc.

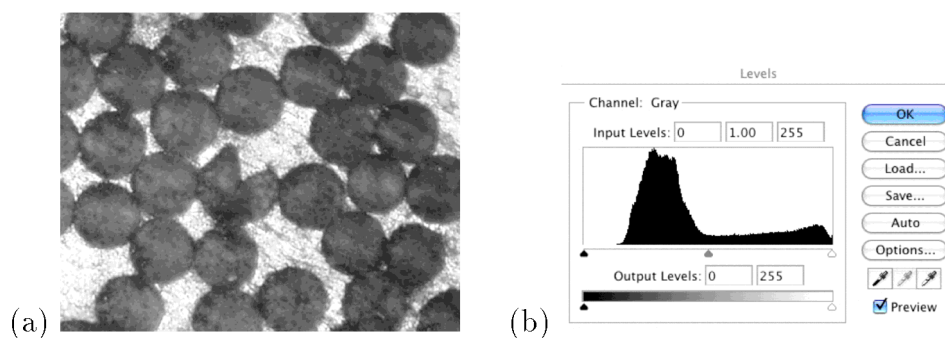


Fig. B.1: (a) Image au format "niveau de gris" et (b) sa courbe de niveaux telle qu'affichée sur l'écran d'ordinateur représentant le nombre de pixels ayant une valeur donnée (comprise entre 0 et 255) en fonction de cette valeur.

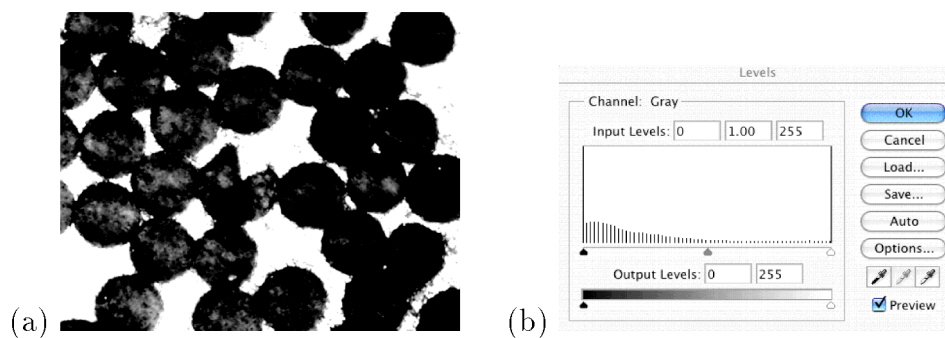


Fig. B.2: (a) Image de la figure B.1 dont le contraste et la luminosité ont été changés pour donner (b) une courbe de niveaux avec deux pics distincts.

Lorsque l'image a un contraste satisfaisant pour pouvoir distinguer nettement la matrice des fibres, l'étape suivante consiste à effectuer un seuillage numérique de l'image. Ceci revient à fixer une valeur entre 0 et 255 pour laquelle les pixels ayant une valeur inférieure deviendront blancs et les pixels ayant une valeur supérieure deviendront noirs. Ainsi, il

suffit de choisir cette valeur de telle façon que la matrice apparaisse blanche et les fibres noires. Le résultat pour l'image de la figure B.1 est représenté sur la figure B.3a. Cette opération s'effectue en utilisant la fonction *courbes* comme illustré sur la figure B.3b. Ce diagramme montre que le seuillage numérique à donner à 47% des pixels la valeur 0, c'est-à-dire blanc, ce qui signifie qu'il y a 57% de pixels noirs. Donc, la fraction volumique de fibres sur l'image de la figure B.1 est de 57%. Cette méthode peut aussi être appliquée à d'autres

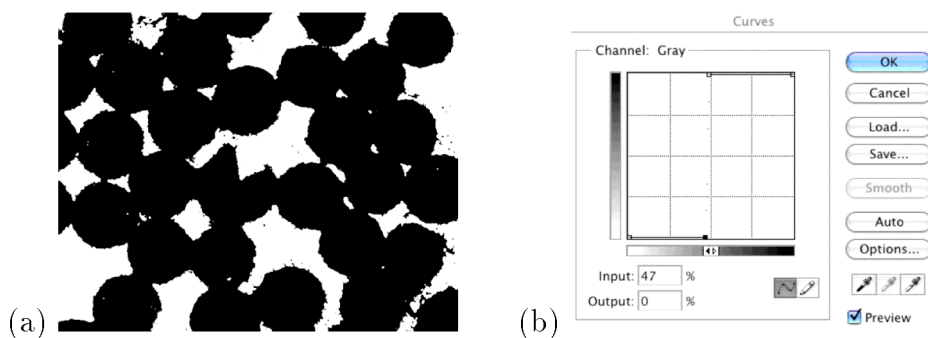


Fig. B.3: (a) Image de la figure B.1 à laquelle a été appliqué un seuillage numérique rendant la matrice blanche et les fibres noires et (b) le diagramme donnant les proportions de pixels noirs et blancs.

matériaux tels que les cermets (Andrén, 2001). La figure B.4 représente la microstructure d'un cermet $10\%TiN-10\%Mo_2C-65\%TiC-15\%Ni$ composée d'une matrice riche en Nickel (blanche) contenant des noyaux de $Ti(C,N)$ (noir) entourés de $(Ti,Mo)(C,N)$ (gris). En faisant un seuillage numérique correspondant à ces trois phases, il est possible de déterminer leur fraction volumique qui sont de 17%, 68% et 15% pour les phases blanches, grises et noires respectivement.

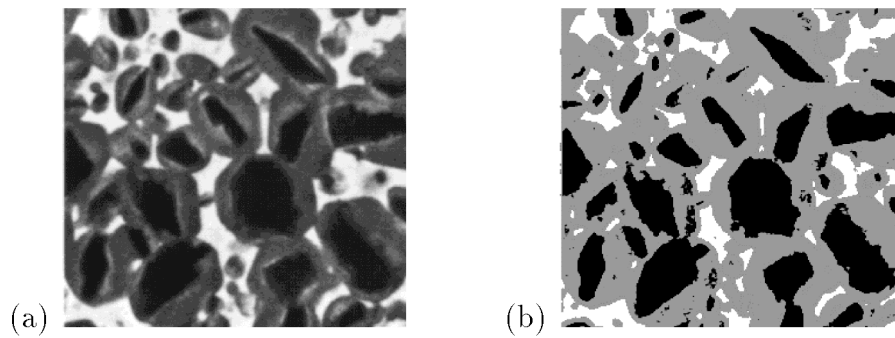
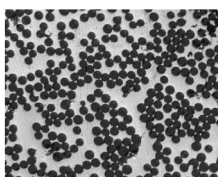


Fig. B.4: (a) Microstructure d'un cermet de composition 10%TiN-10%Mo₂C-65%TiC-15%Ni, (b) seuillage numérique pour séparer les trois phases du matériau.



Remerciements

Je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de thèse, Dr. Robert Schaller, pour avoir accepté de m'engager dans son groupe et surtout pour m'avoir transmis son amour pour la recherche et son enthousiasme intarissable. Ses connaissances en tant qu'expérimentateur et son engagement en ce qui concerne l'enseignement sont un modèle pour moi.

Le laboratoire de spectroscopie mécanique et de nano-mécanique dans lequel j'ai eu le plaisir de travailler était dirigé par le Professeur Willy Benoit. Je tiens à le remercier de m'avoir accepté au sein de son groupe et surtout de m'avoir choisi comme un de ses assistants au cours de mécanique et thermodynamique. Les préparations d'exercice étaient toujours un joyeux moment... Enfin, je tiens à le remercier de m'avoir montré que l'on ne peut pas être chercheur aujourd'hui sans avoir une maîtrise totale de powerpoint...

Je me dois de remercier aussi le Professeur Jean-Luc Martin car c'est lui le premier à m'avoir engagé à l'Institut de Physique de la Matière Complexe pour effectuer mon stage de DEA.

Je tiens aussi à remercier Dr. Bertrand Van de Moortele pour toutes les observations en microscopie électronique qu'il a effectué sur mes matériaux et surtout pour m'avoir enseigné les subtilités du "contraste/brillance" lorsqu'on veut obtenir l'image parfaite...

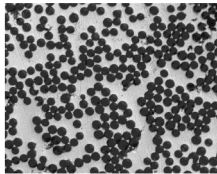
Le travail de thèse n'est pas le travail d'un seul homme : la préparation des échantillons et le bon fonctionnement des installations expérimentales sont des points importants de ce travail et pour lesquelles un grand nombre de personnes est intervenu et que j'aimerais remercier ici : Bernard Guisolan pour toute l'aide qu'il m'a apportée et surtout pour avoir accepté toute la gymnastique que je lui ai imposée autour de la machine d'infiltration, Antonio Gentile et Guillaume Camarda pour tous les travaux de préparation des échantillons et pour être une si bonne relève, Gérald Beney pour ses si jolis polissages (!! je plaisante Gérald), Alessandro Ichino pour toute la partie électronique et même s'ils n'ont pas participé à ce travail, Philippe Bugnon et Michel Grandchamp pour leur constante bonne humeur.

Je me dois aussi de remercier Mesdames Sigrid Lovato (à mon arrivée à Lausanne) et Monique Bettinger pour leur extrême gentillesse et leur constante aide dans toutes les petites choses qui vous rendent tellement servir. Bien sûr, j'aimerais aussi remercier tous

ceux et celles qui ont fait que ces quatre années passées à l'IPMC ont été si bonnes : Christian Christine, Sybille, Corrine, Tom Dana, Neven, Mimi, Bert, Sébastien, Pierre, Polona, Thomas, Katharina 2 fois, Iva, Patrick, la "budwar team" Tomáš, Honza le pyromane, Miroslav le "bushman" et j'en oublie sûrement.

Ma thèse est dédiée à mes parents pour les remercier de leur soutien constant et de m'avoir toujours laissé la plus grande liberté de pensée et de choix dans ma formation personnelle. Je n'oublie pas aussi mon frère qui bénéficie de la même liberté et dont je suis si fier qu'il ne suive pas la même trace que moi.

Enfin, je tiens à remercier la personne qui m'est la plus chère sur cette planète, vous l'aurez sûrement reconnue, Edina sans qui ma vie ne serait pas ce qu'elle est aujourd'hui.



Curriculum Vitæ

Olivier Couteau

né à Saint Germain-en-Laye (Yvelines, France)

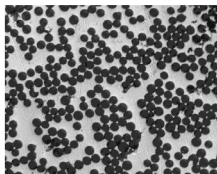
Marié

Formation

2000-2004	Ecole polytechnique Fédérale de Lausanne Assistant-doctorant à l'Institut de Physique de la Matière Complexe
1997-2000	Institut National Polytechnique de Grenoble, France Diplôme d'ingénieur, option : Science des matériaux Diplôme d'Etudes Approfondies (DEA) en Science et Génie des Matériaux
1994-1997	Lycée Marcel Roby, Saint Germain-en-Laye, France Classes Préparatoires aux Grandes Ecoles Mathématiques supérieures et mathématiques spéciales
1992-1994	Lycée Louis de Broglie, Marly-le-Roi, France Baccalauréat C (Mathématiques-Physique)

Enseignement

2004	Travaux pratiques en Thermodynamique
2003-2004	Travaux pratiques en Métrologie
2000-2003	Travaux dirigés en Mécanique Générale et Thermodynamique



Publications

Composites à matrice métallique

1. Couteau, O. et Schaller, R. (2004) Effect of fiber orientation on the transient damping in metal matrix composites. *Materials Science and Engineering*, *accepté*.
2. Couteau, O. et Schaller, O. (2004) Study of thermal stress relaxation in metal matrix composites using mechanical spectroscopy. *Materials Science and Engineering*, A370 :550-554.
3. Couteau, O. et Schaller, R. (2003) Etude par spectroscopie mécanique de l'interface dans des composites à matrice magnésium. *Journal de Physique IV France*, 106 :63-68.
4. Couteau, O. et Schaller, R. (2003) Interface stress relaxation in magnesium matrix composites studied by mechanical spectroscopy. *Materials Science and Technology*, 19 :955-958.
5. Couteau, O. et Schaller, R. (2002) Anelastic properties of magnesium-matrix composites as a function of temperature. *Defect and Diffusion Forum*, 203-205 :281-284.

Plasticité

1. Couteau, O., Charbonnier, C., Kruml, T. et Martin, J.-L. (2001). Dislocation exhaustion during plastic deformation. *Materials Research Society Symposium-Proceedings*, 653 :Z1.7.1-Z1.7.6.