REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHES CIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA

Faculté de Technologie



Mémoire de fin d'études de Master

Département du Génie Mécanique

Option ingénierie des Matériaux et des Surfaces

Caracterisation des alliages intélligent a mémoire de forme AMF de type (Cu Zn Al) élaboré par fusion

Présenté par :

➤ Hadj Ali Mohamed

Proposé et Dirigé par :

Dr.EL MOHRI Abdennour

Co-encadreur : Mr BENZAMOURI Mourad

Année universitaire :

REMERCIEMENTS

Ce travail de recherche à été réalisé au laboratoire (université yahia faress ouzra) du Département de génie mécanique,

Qu'il trouve ici mes sincères remerciements pour avoir suivi et dirigé mes travaux avec méthode et pédagogie. Je lui suis très reconnaissante pour toute sa disponibilité et les discussions intéressantes que l'on a eues pendant ce travail de recherche.

Je le remercie également, pour tous les conseils qui m'ont permis de faire mes premiers pas dans le monde de la recherche.

Je remercie Monsieur Elmohri Abdenour, professeur à l'Université de médéa .

Je remercie également, Monsieur Benzemouri Mourad, qui nous a encadrés tout le long de notre étude expérimentale. Je le remercie pour toutes ses directives et conseils prodigués. Qu'il trouve ici toute ma gratitude pour m'avoir fait l'honneur d'examiner ce travail.

Enfin, je remercie mes collègues de l’université, pour tous les moments agréables que l'on a partagés ensemble.

Table des matières

REMERCIEMENTS 3

Introduction générale 1

I-2.1.1 Présentation de l'alliage Cu-Zn-Al 10

II-Les Traitements Thermiques 14

II-1.Définition et but des traitements thermiques 14

II-2.Procédés des traitements thermiques 14

II.2.1.Chauffage des pièces 15

II-2.2.Refroidissement des pièces 16

II-3.Différents types de traitements thermiques 17

II-4.Principaux traitements thermiques 17

II-4.1.Le recuit 18

II-4.3. Le revenu 18

II-4.4. La normalisation 19

II-4.IV.La dureté 19

II-1. Généralités traitements thermiques des alliages a mémoire de forme 20

II-1.1.Introduction. 20

II-2.Principe de l'effet mémoire de forme : 20

II-2.1. Généralités sur la transformation martensitique : 20

II-2.2.Aspects cristallographique de la transformation : 21

II-2.2.1.Transformation reconstructive. 21

II-2.2.2. Transformation displacive : 22

II-3.Propriétés des alliages à mémoire de forme. 26

II-3.1.Caractéristiques générales. 26

II-4.Mise en œuvre et traitement thermomécanique des alliages à mémoire de forme. 29

II-4.1.Généralités. 29

II-4.2.Traitement de bétatisation (austénitisation) : 30

Matèriaux: ..... **Erreur ! Signet non défini.**

Dèfinitions: ..... **Erreur ! Signet non défini.**

L'élaboration: 35

Le four: ..... **Erreur ! Signet non défini.**

Programmateur disponibles: 36

Creuset spécial en graphite : 36

Méthode d'élaboration des alliages à mémoire de forme: 37

Étape 1 : Préparation des métaux purs 37

Étape 2 : Chargement des métaux dans le creuset 37
Étape 3 : Préparation du four 37
Étape 4 : Fusion des métaux 37
Étape 5 : Retrait du creuset du four 37
Étape 6 : Refroidissement et solidification 37
La trempe: 38
Préparation métallographique des alliages: 38
Polissage : 40
La machine de polissage utilisé: 41
L'observation microscopique: 43
Microscope utilisé: 43
IV-1.Résultat et discussion sur étude structurale (DRX) 46
Résultats et discussion ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Premier alliage Cu70Zn28Al2 : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Deuxième alliage Cu70Zn26Al4 : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Troisième alliage Cu70Zn24Al6 : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Quatrième alliage Cu72Zn26Al2 : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Cinquième alliage Cu68Zn26Al6 : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Premier alliage (Cu70Zn28Al2) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Deuxième alliage (Cu70Zn26Al4) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Quatrième alliage (Cu72Zn26Al2) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Troisième alliage (Cu70Zn24Al6) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Cinquième alliage (Cu68Zn26Al6) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Premier alliage (Cu70Zn28Al2) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Deuxième alliage (Cu70Zn26Al4) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Troisième alliage (Cu70Zn24Al6) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Quatrième alliage (Cu72Zn26Al2) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Cinquième alliage (Cu68Zn26Al6) : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Partie B ..... **Erreur ! Signet non défini.**
Présentation micrographique (vision optique) 54
Conclusion general 59

Arabic:

من خلال هذه الدراسة التي أجريت لمقارنة خمسة سبائك من النحاس والزنك والألومنيوم لتقييم خواص ذاكرة الشكل الخاصة بها.أظهرت النتائج أن سبيكة Cu72Zn26Al2كانت تتمتع بأفضل الخصائص في ذاكرة الشكل. تقدم سبائك النحاس والزنك والألومنيوم بديلاً اقتصاديًا لسبائك النيكل التيتانيوم، ولكن يجب مراقبة فقدان الزنك خلال التشكيل. يتطلب توحيد شروط التصنيع وضبط التركيب الكيميائي لتحسين خواص سبائك ذاكرة الشكل من النحاس والزنك والألومنيوم. توفر هذه النتائج افاقًا لتحسين سبائك ذاكرة الشكل القائمة على النحاس والزنك والألومنيوم.

الكلمات المفتاحية: سبائك ذاكرة الشكل ، CuZnAl ,، التصنيع ، التوصيف

English:

Through this study conducted to compare five alloys of copper, zinc and aluminum to evaluate their shape memory properties. The results showed that Cu72Zn26Al2 alloy had the best shape memory properties.

Copper-zinc-aluminium alloys offer an economical alternative to nickel-titanium alloys, but zinc loss must be monitored during elaboration.

It is required to standardize the manufacturing conditions and adjust the chemical composition to improve the properties of shape memory alloys of copper, zinc and aluminum. These results provide prospects for the improvement of shape memory alloys based on copper, zinc and aluminum.

Keywords: shape memory alloys, CuZnAl, Elaboration, characterization.

Français:

à travers cette étude menée pour comparer cinq alliages de CuZnAl afin d'évaluer leurs propriétés de mémoire de forme. Les résultats ont montré que l'alliage Cu72Zn26Al2 avait les meilleures propriétés de mémoire de forme.

Les alliages CuZnAl offrent une alternative économique aux alliages nickel-titane, mais la perte de zinc doit être surveillée lors élaboration.

Il est nécessaire d'uniformiser les conditions de élaboration et d'ajuster la composition chimique pour améliorer les propriétés des alliages à mémoire de forme de CuZnAl. Ces résultats ouvrent des perspectives d'amélioration des alliages à mémoire de forme CuZnAl.

Mots clés : alliages à mémoire de forme, CuZnAl, Élaboration, characterisation

Introduction générale

Introduction générale

Pour les métaux et alliages, et les matériaux en général, il est habituel que les objets, une fois qu'ils ont été mis en forme restent dans cette forme jusqu'à ce qu'ils soient transformés en une autre forme soit par des forces externes, soit en appliquant une température fondante ou désintégrant le matériau. Les alliages à mémoire de forme échappent à cette règle car ce sont des alliages qui semblent « se souvenir » de leur forme initiale même après une grande déformation et peuvent reprendre leur forme initiale. La condition pour qu'un alliage puisse être à mémoire de forme est qu'il présente une transformation de phase *allotrope*, c'est-à-dire une transformation de phase d'une phase cristalline en une autre, les deux ayant la même composition chimique.

Les alliages à mémoire de forme, le plus souvent notés AMF, présentent des propriétés thermomécaniques singulières telles que l'effet pseudo-élastique, l'effet mémoire de forme simple sens et l'effet mémoire de forme double sens, ces deux dernières étant probablement les plus connues. Ces propriétés sont dues à une transformation de phase thermo-élastique dans l'état solide du matériau appelée, transformation martensitique. Les alliages à mémoire de forme ont donc suscité une forte inspiration et de nombreuses applications industrielles ont été développées dans divers secteurs tels que l'automobile, l'aéronautique et le biomédical. Quelques unes des applications touchant un large public ont plus particulièrement marqué les esprits, ce sont : les montures de lunettes, les fils dentaires et les agrafes chirurgicales. Nonobstant, l'intérêt pour les AMF tant sur le plan scientifique qu'industriel présente une évolution en dents de scie depuis plus d'une trentaine d'années. Ceci peut s'expliquer par le coût élevé et une maîtrise technologique souvent délicate de ces matériaux. Depuis une dizaine d'années, un nouveau domaine d'application s'est ouvert aux AMF, il s'agit des microsystèmes. Un microsystème est un micro dispositif intégrant à la fois une électronique de commande et un mécanisme. Il est capable de capter des informations, de les identifier, de les analyser et de les transmettre en agissant sur son environnement. De nombreuses applications ont été industrialisées, les accéléromètres pour airbags, les têtes d'impression pour imprimantes à jet d'encre, les têtes de lecture/écriture pour disques durs. Le choix d'un alliage à mémoire de forme base cuivre permet de disposer de matériaux polycristallins présentant des tailles de grains importantes. Cela autorise la réalisation d'une analyse locale des contraintes grain par grain tout en conservant des moyens d'analyses relativement classiques. Le présent travail a pour but d'étudier le comportement structural de ces alliages.

Ce travail a été scindé en quatre grandes parties :

Le premier et le deuxième chapitre concernent respectivement une présentation des principales propriétés des alliages à mémoire de forme suivi de la présentation de la famille des alliages à mémoire de forme avec une particularité réservée à l'alliage à base cuivre de type Cu-Zn-Al.

Les procédures expérimentales d'élaboration, de traitement thermique et de caractérisation de l'alliage CuZnAl comportant la microscopie optique, l'analyse par diffraction des rayons X en température et à l'ambiante sont présentées dans la seconde partie de cette étude.

Quant à la partie résultats, elle concerne d'une part le système CuZnAl élaboré par fusion.

En fin une conclusion générale résume les principaux résultats obtenus.

Chapitre I :

Matériaux à mémoire de forme

I-1 Les alliages à mémoire de forme "AMF"

I-1.1 Définition :

Les alliages a mémoire de forme sont communément appelé **AMF (**en anglais **SMA** pour Shape Memory alloy). Un alliage a mémoire de forme (**AMF**) est un alliage possédant plusieurs propriétés inédites parmi les matériaux métalliques : la capacité de garder en mémoire une forme initiale et de retourner même après une déformation la possibilité d'alterner entre deux formes préalablement mémorisées lorsque sa température varie autour d'une température critique, ces alliages subissent une transformation réversible suite a un changement de température**,** et un comportement super élastique permettant des allongements sans déformation permanente supérieurs a ceux des autres métaux. Le matériau intelligent né au début des années 80 de travaux menés en grande partie aux Etats-Unis dans le domaine de l'Aérospatiale**.** Les différents matériaux intelligents sont divisés en trois catégories qui connaissent de nombreuses applications dans des secteurs divers : - les Alliages a Mémoire de Forme (AMF) **,** - les matériaux piézoélectriques**,** et magnétostrictifs **.**

Parmi les principaux alliages a mémoire de forme (AMF) , on retrouve toute une variété d'alliages de **nickel** et de **titane** comme constituants principaux, en proportions presque égales. Bien que « **nitinol** » ne soit en fait que le nom de l'un de ces « **alliages, quasi-équiatomiques nickel-titane** » cette appellation est de venue Couramment utilisée dans la littérature pour désigner l'ensemble de ces alliages, qui ont des propriétés fort semblables. Afin d'alléger le texte, il en sera fait ici le même usage. Ils sont, de nos, jours, de plus en plus connus et utilisés plusieurs applications, ont vu le jour au cours des dernières décennies dans plusieurs domaines tels que, **le domaine biomédical, l'aérospatiale, la robotique et bien d'autres**. Dans tous ces domaines d'application, les **AMF** sont utilisés soit pour leur propriété de mémoire de forme, soit pour leur propriété super élastique, soit pour leur effet amortissant. Malgré le fait qu'ils Soient de plus en plus connus et utilisés, ils demeurent coûteux comparativement aux autres matériaux plus communs. Par Contre, dans certaines situations, ils peuvent devenir économiquement rentables puisqu' il est possible de remplacer des dispositifs très Complexes par un simple dispositif **d'AMF**.

I-1.2. Principaux alliages à mémoire de forme

I-1.2.1. Introduction

Différents types d'alliages à mémoire de forme (AMF), couvrant un large domaine de températures (-200 à + 200°C), ont été développés afin de répondre aux exigences des industriels. On peut citer les alliages à base cuivre (Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni, Cu-Al-Be, ...), ceux à base fer (Fe-Pt, Fe-Mn-Si, ...), les alliages base Ti-Ni, ... etc. Nous présentons dans les paragraphes suivants, les principales familles des alliages à mémoire de forme utilisés à l'échelle industrielle : la famille des alliages base cuivre, base fer et celle à base Ti-Ni.

I-1.2.2. Les alliages base de Titane- Nickel (Ti-Ni) :

C'est en 1961 que W.J.Buhler et R.Wiley ont mis en évidence l'effet de mémoire de forme dans un alliage équiatomique de nickel - titane. Ce système a été le plus étudié et actuellement connaît le développement le plus rapide. Bien que son coût reste élevé, il doit sa popularité à ses bonnes performances, tant en effet mémoire de forme simple sens qu'en super-élasticité (tableau I.2).

Ses principaux avantages sont :

 Une bonne tenue mécanique (La contrainte à rupture est d'environ de 1 GPa, bonne résistance à la fatigue du Ti-Ni (plus de 100000 cycles à 4% de déformation) et bonne tenue au vieillissement).

 Propriétés thermomécaniques intéressantes (La déformation de transformation est la plus importante, de 5 à 8 %).

 La résistivité électrique du Ti-Ni est plus élevée que celle des alliages à base de cuivre permettant ainsi un chauffage par effet Joule plus efficace.

 Bonne tenue à la corrosion grâce à une couche mince d'oxyde agissant comme une couche de passivation

 Assez bonne biocompatibilité du Ti-Ni pouvant donner lieu à des applications médicales.

En plus de ces principaux avantages, l'alliage Ti-Ni se caractérise par une structure de grains très fins et sa faible anisotropie élastique permettent de produire des fils fins (30µm), des feuilles (50µm) et des tubes (diamètre extérieur 0.2mm).

Dans les alliages Ti-Ni, la phase à haute température (austénite) , la martensite (phase à basse température) apparaît à partir de température M S, toujours inférieure à 70°C.

Elle possède une structure compacte, mais n'est pas toujours aussi clairement définie.

Les principales propriétés des alliages nickel-titane sont résumées dans le tableau suivant :

Données sur les Nickel-Titane ; (A) : austénite, (M) : martensite

Tableau I.1: Quelques propriétés de Ti-Ni [4]

Masse volumique (g.cm-3)	6,4-6,5
Module de Young en traction E (GPa)	70-98 (A)/20-35 (M)
Limite d'élasticité austénite (MPa)	100-800
Limite d'élasticité martensite (MPa)	50-300
Charge à la rupture (MPa)	800-1500
Températures de transformation (°C)	-200 à +120
Enthalpie de transformation (J.g-1)	19-28
Hystérésis de la transformation (°C)	20-40
Déformation maximale en traction récupérable par mémoire (%) (monocristal)	6-8
Déformation superélastique (%) / monocristal	10
Déformation superélastique (%) / polycristal	4-10
Température de fusion (°C)	1240-1310
Conductivité thermique (W/m.K)	18 (A)/8,6 (M)
Coefficient d'expansion thermique (10-6/K)	10-11 (A)/6,6 (M)
Résistance à la corrosion	Excellente
Biocompatibilité	Excellente

Lorsque la concentration de Ni est inférieure à 50 at.%, la température reste pratiquement constante par contre MS diminue lorsque la concentration de Ni augmente.
Pour le Ti-Ni la température de transformation Ms dépend fortement de la Composition surtout pour des alliages riches en Ni.[2].

I-1.2.3. Les alliages base cuivre "AMF"

La plupart des alliages de cette famille possèdent des structures et des comportements proches et nous nous limiterons, dans ce qui suit, à la description succincte des alliages **Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni et Cu-Al-Be** qui sont actuellement les principaux alliages industriels **(figure I.1).**

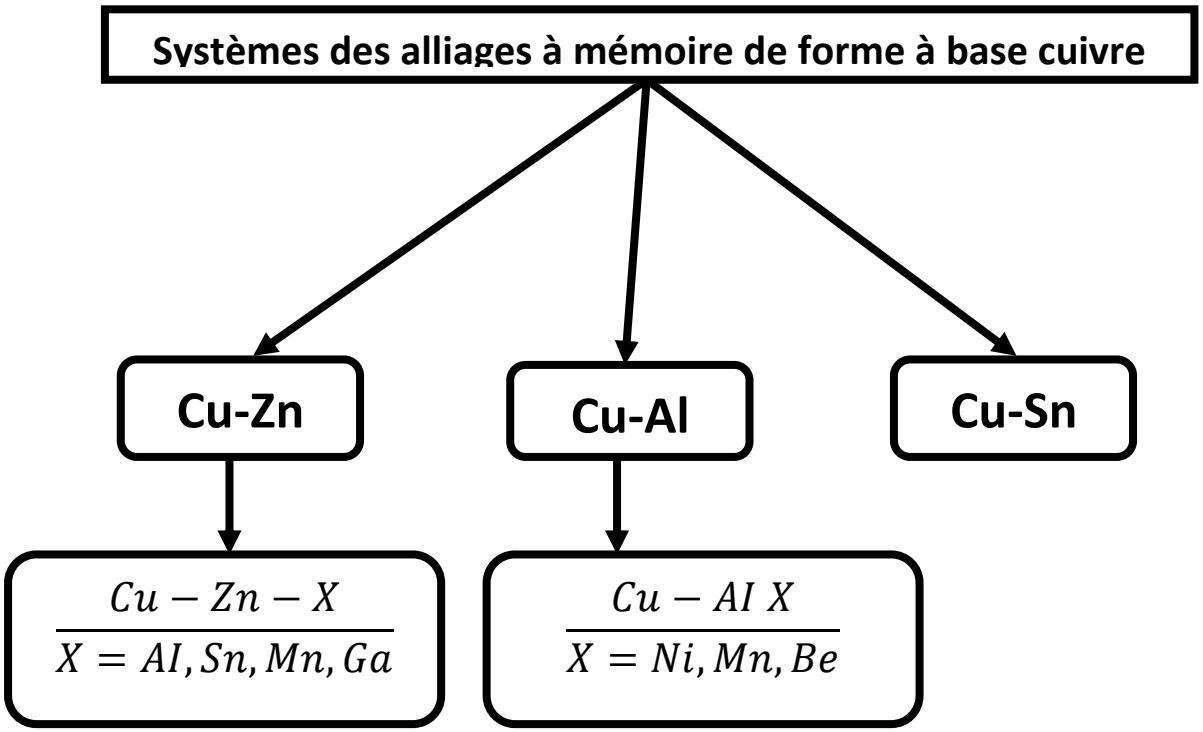
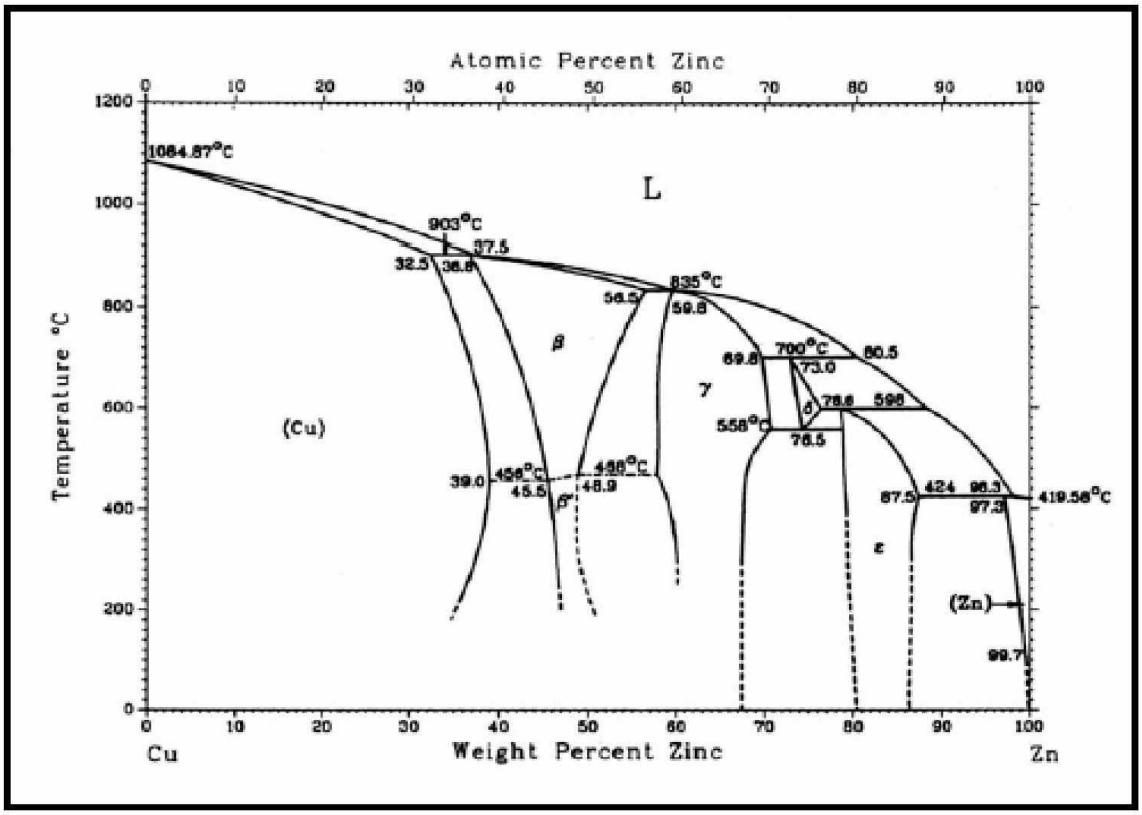


Figure. I.1: Classification de la famille des alliages à base cuivre.

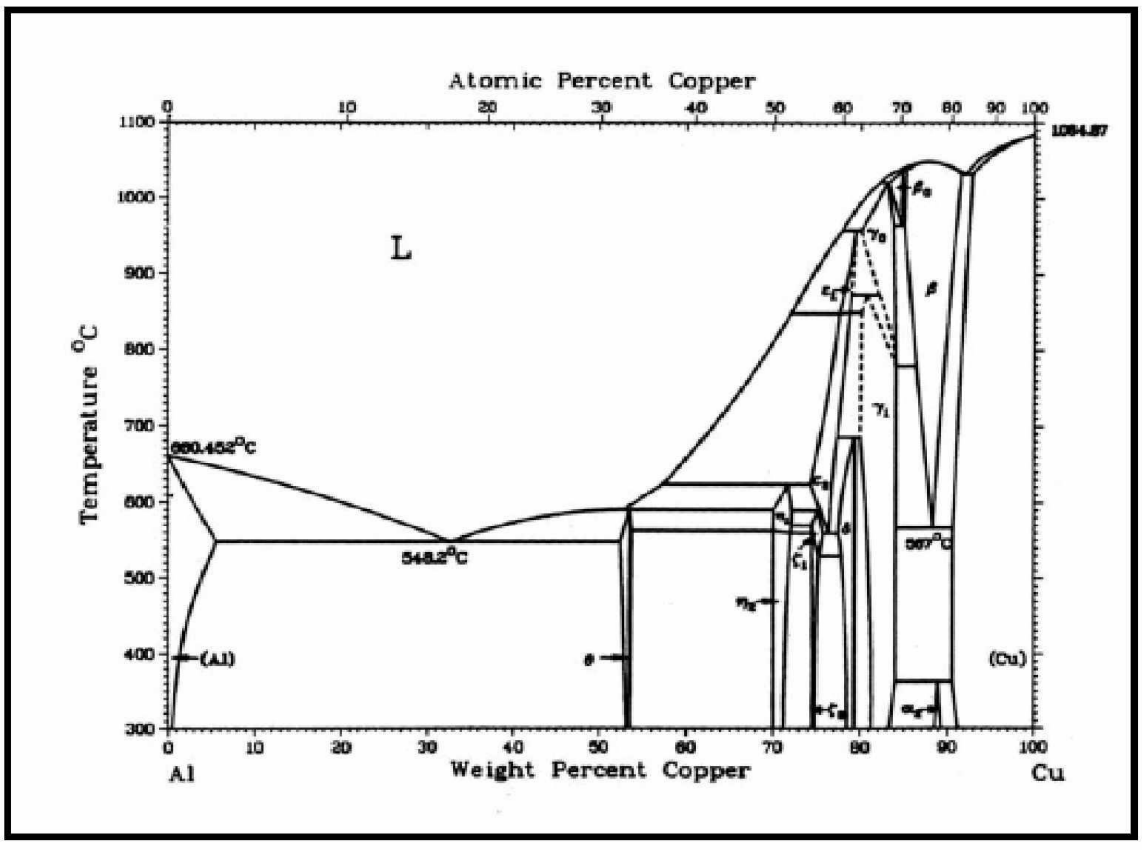
La première famille d'alliages cuivreux présentant des propriétés de mémoire de forme dérive de celle des laitons. Par la suite cette propriété a été découverte dans de nombreux autres alliages à base de cuivre comme par exemple : Cu-Sn, Cu-Al-Ni, Cu- Al-Mn, Cu-Al-Be…etc. Tous ces alliages ont des structures et des comportements proches [b].

La figure I.1 présente une classification des alliages à base de cuivre par rapport aux systèmes binaires, les diagrammes de phase binaires sont montrés sur la figure I.2 (a, b, c). Dans certains domaines de composition, ces systèmes présentent une phase β à haute température, aussi appelée phase de Hume–Rothery, avec une concentration d'électrons par atome d'environ 1.5 [a].

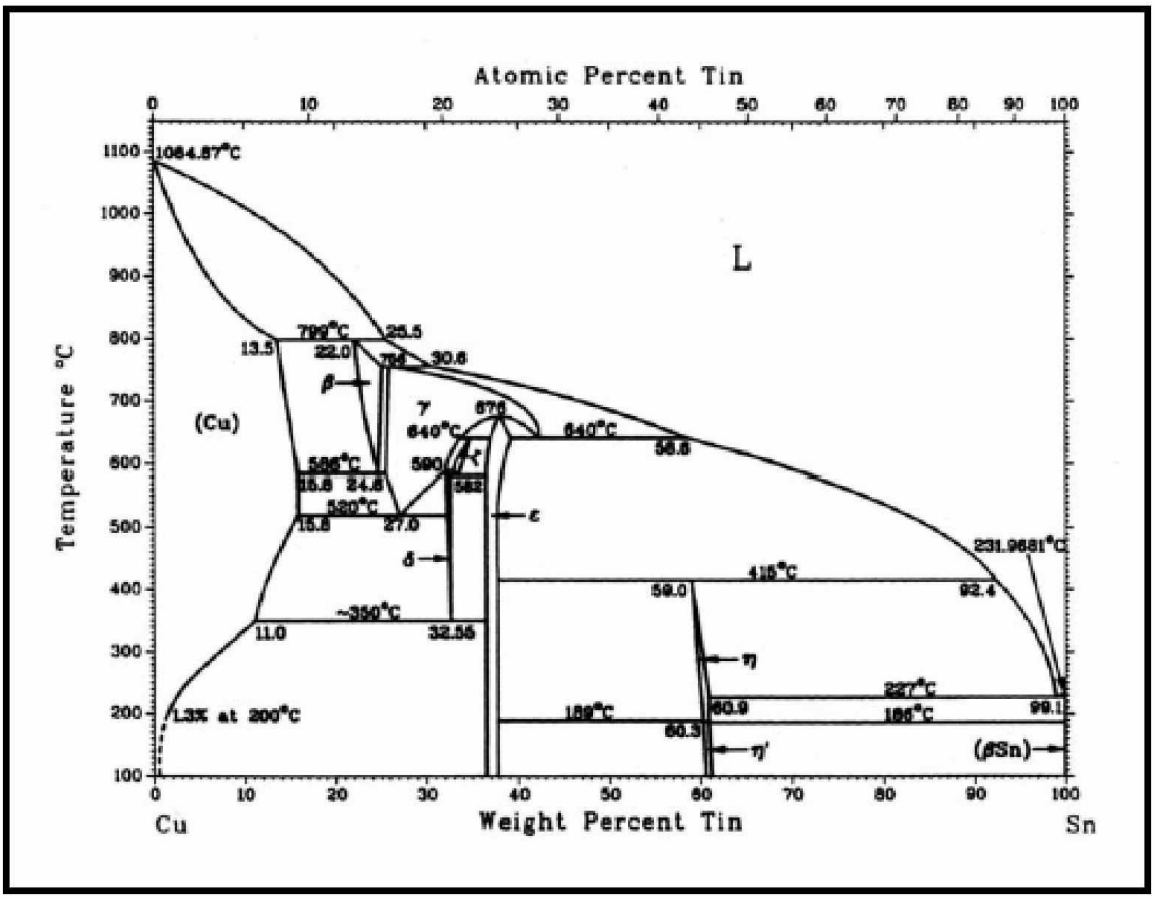
Les alliages à base de cuivre ont des avantages dans la conductivité électrique et thermique et une déformabilité comparable à celle des AMF à base de TiNi, par contre, ils présentent en général mois d'hystérésis que le TiNi. La température de transformation dans ces alliages dépend fortement de la composition, et elle peut être modifiée avec l'addition d'un troisième élément chimique. Pour le système Cu-Zn, cette adition a pour objectif d'augmenter la température de transformation, par exemple l'addition d'aluminium. Et pour le système Cu-Al de la diminuer, par exemple l'addition de béryllium [a].



a)-Diagramme binaire de système Cu-Zn.



b) Diagramme d'équilibre de Al-Cu



c) Diagramme binaire de système Cu-Sn

Figure I. 2 : Diagrammes binaires d'équilibre entre phases [40]

a) Cu-Zn b) Cu-Al c) Cu-Sn

I-2.1. Alliage Cu-Zn-Al

Les alliages Cu-Zn-Al peuvent être considérés comme dérivés des alliages binaires Cu-Zn qui présentent une transformation martensitique à partir de la phase B. Cependant, la transformation martensitique n'intervient dans les laitons ß que pour des températures inférieures à l'ambiante et l'obtention de la phase ß métastable dans le domaine de composition correspondant nécessite une trempe sévère, difficile à mettre en œuvre. L'adjonction de l'aluminium à l'alliage binaire Cu-Zn, permet l'obtention d'une transformation martensitique, dans une gamme de température beaucoup plus large tout en lui conférant des conditions métallurgiques plus aisées. Cependant, ces alliages sont très

sensibles au vieillissement et au phénomène de stabilisation, ce qui les rend difficilement utilisables au-dessus de 100°C.

I-2.1.1 Présentation de l'alliage Cu-Zn-Al :

On peut le considérer comme un dérivé du Cu-Zn dont le diagramme d'équilibre est représenté sur la figure I.2.a. La phase β, qui est susceptible de se transformer en martensite, n'est stable que dans un petite domaine de température élevée (850-900°C); donc il faudra une trempe énergique pour la retenir à l'état métastable vers l'ambiante.

L'adjonction de l'aluminium rend la situation plus favorable. Il entraîne l'élargissement et décalage de la phase β vers les bases concentrations en Zinc comme l'indique la figure I.4. Ils existent plusieurs expressions pour détermination de la température de transformation martensitique en fonction de la concentration par exemple [7, 63].

$$M_S = 2318 - 171\%\ \text{Al} - 61.91\%\text{Zn}$$

L'alliage Cu-Zn-Al est facile à mètre en □uvre et d'un prix modéré. Cependant, il présente une forte tendance à se décomposer dans ses phases d'équilibre lors de surchauffes, entraînant ainsi une stabilisation de la martensite (augmentation d'As). La présence d'affinants tels que Cobalt, Zirconium, Bore ou Titane est nécessaire pour obtenir des grains de 50-100μm.

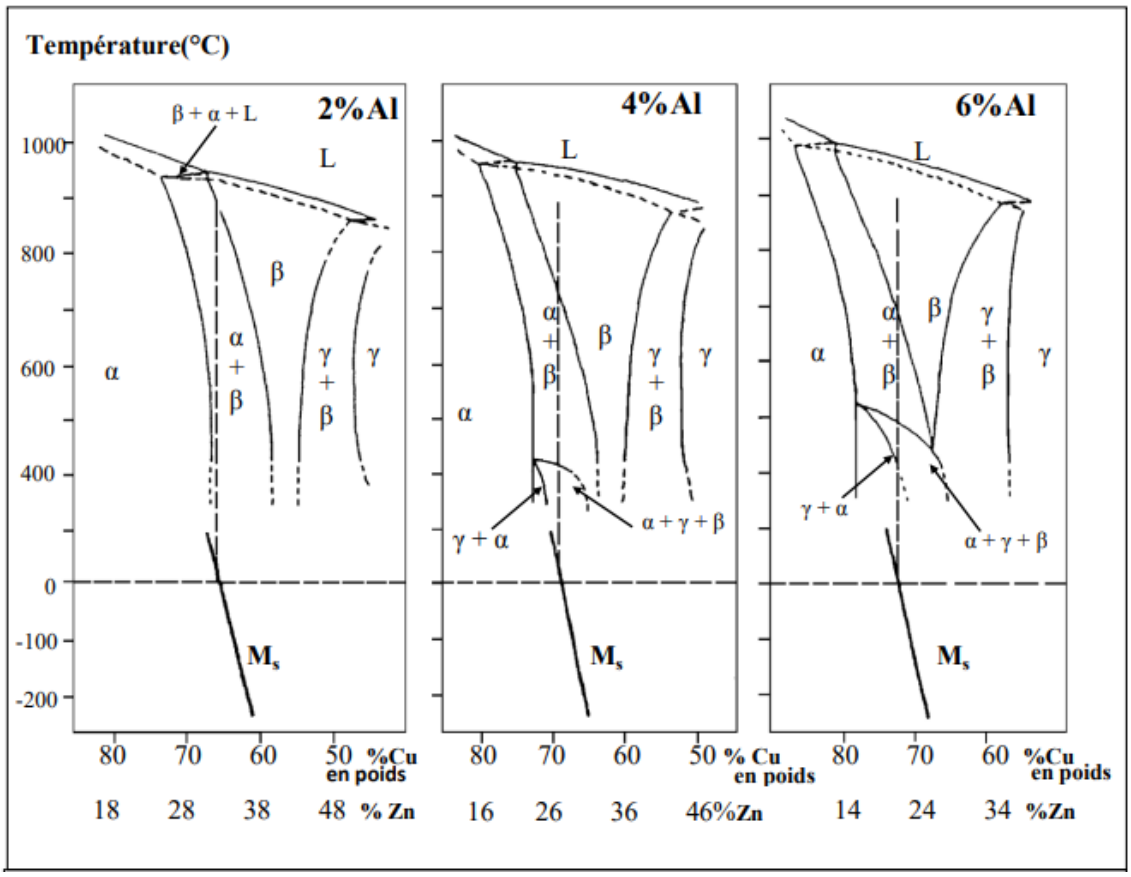


Figure I. 3 : Coupes du diagramme Cu-Zn-Al (% pondéraux) pour trois concentrations en Al. Les parties inferieurs représentent l'évolution de *Ms* pour la phase métastable obtenue par trempe depuis le domaine stable. [7]

Les alliages couramment utilisés comprennent 20 à 36% en poids de Zn et de 2à 8% en poids d'Al **(figure I-4)**. Les températures de transformation pour ces alliages dépendent fortement des concentrations en éléments.

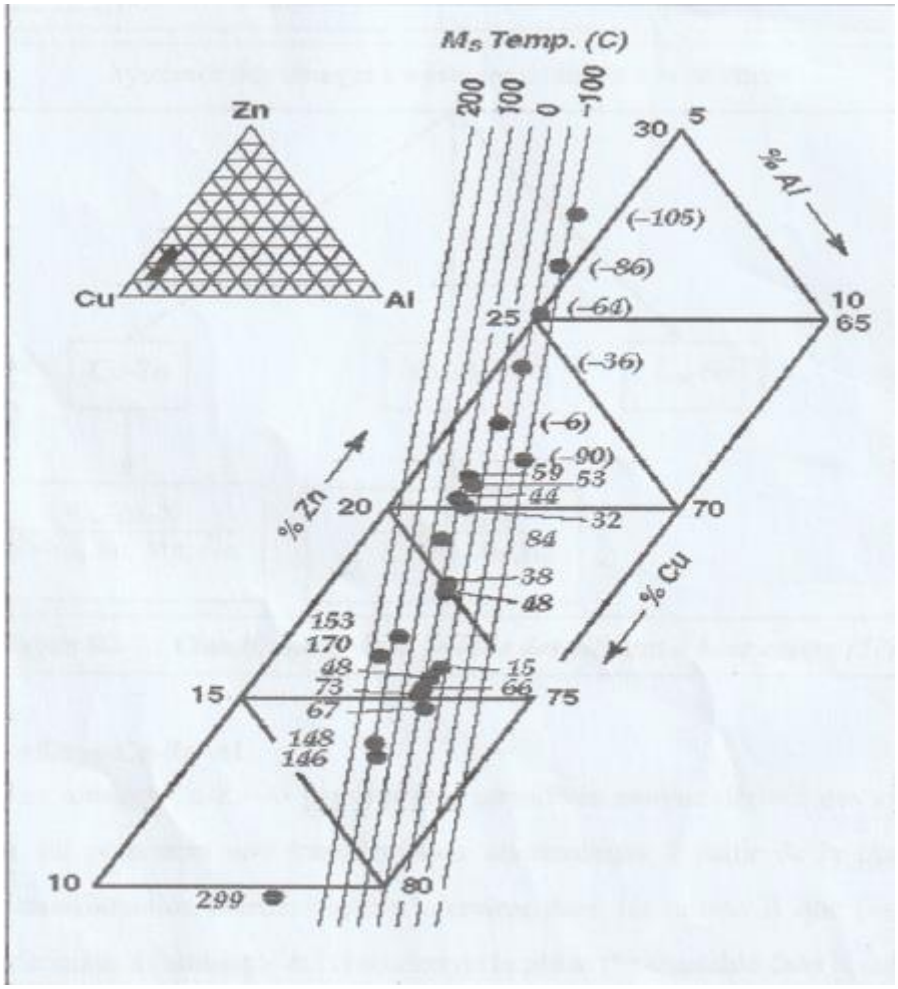


Figure I. 4 : Composition et température de transformation Ms des alliages a mémoire de forme de Cu-Zn Al

Chapitre II :

II-1 Les Traitements Thermiques

II-1. 1 Définition et but des traitements thermiques

La définition retenue par la norme NF EN 10052 pour traitement thermique est une succession d'opérations au cours desquelles un produit ferreux solide est soumis en totalité ou partiellement à des cycles thermiques pour obtenir un changement de ses propriétés et/ou de sa structure. De cela, on peut dire que les traitements thermiques sont constitués par un certain nombre d'opérations combinées de chauffage et de refroidissement : c'est la variation de la température en fonction du temps.

Les traitements thermiques ne s'appliquent pas aux métaux purs, mais seulement à quelques alliages pour lesquels on recherche principalement une augmentation de la limite élastique et une diminution de la fragilité. Ils sont appliqués surtout aux aciers destinés aux traitements thermiques (aciers fins et aciers alliés). En général les traitements thermiques ne changent pas la composition chimique de l'alliage. Il faut prendre en compte avant tout, la composition chimique, les dimensions et la géométrie de la pièce traitée.

Les traitements thermiques ayant pour but :

1) D'améliorer les caractéristiques mécaniques des matériaux et les rendreplus favorables à un emploi donné, à partir des modifications de :
   - La ductilité (capacité de déformation),
   - La résilience, ou ténacité (résistance au choc),
   - La résistance (limite d'élasticité, résistance à la traction),
   - La dureté.
2) De régénérer un métal qui présente un grain grossier affiner les grains, homogénéiser la structure (matériaux ayant subit le forgeage);
3) De supprimer les tensions internes des matériaux avant subit une déformation plastique à froid (écrouissage. emboutissage, fluotournage).

II-1.2 Procédés des traitements thermiques

Le procédé de traitement thermique (**figure II- 1**) se compose de :

1) AB : Echauffement à des températures supérieures aux températures de transformation (par exemple AC1):
2) BC : Maintient à une température bien définie :

3) CD : Refroidissement avec une vitesse donnée :

- Lente (à l'air),
- Très lente (dans le four),
- Assez rapide (dans l'huile),
- Très rapide (dans l'eau).

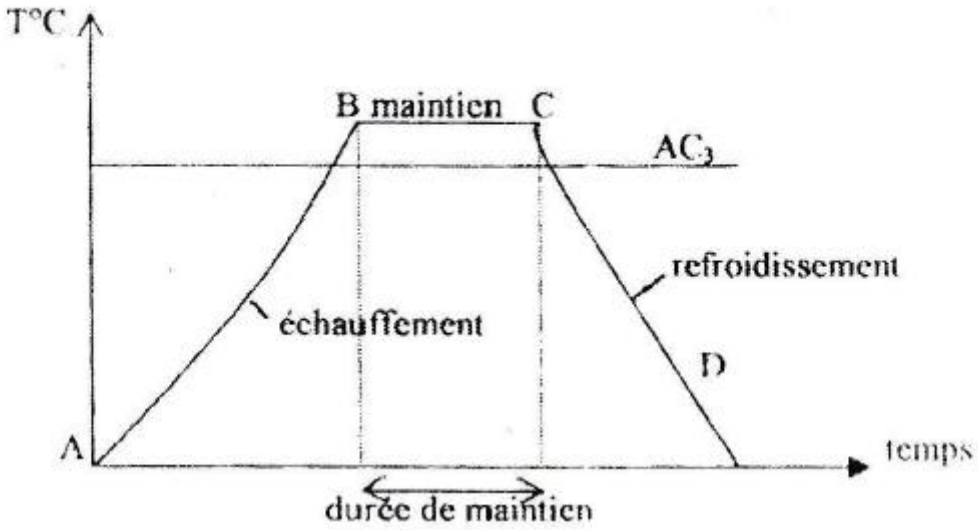


Figure II-1 : Différentes opérations des traitements thermiques

L'ensemble des traitements thermiques jouent sur les transformations de phases au chauffage et au refroidissement, les mises en solution ou apparition des précipités et la diffusion d'éléments divers au chauffage. La taille des grains et leur grossissement interviennent. Cela agit sur le résultat final de la structure et par ailleurs dépend également des conditions des traitements thermiques et éventuellement des éléments d'addition.

II.1.2.1 Chauffage des pièces

Le chauffage doit s'effectuer très rapidement pour avoir une faible consommation d'énergie et une grande productivité. Il existe deux possibilités pour le chauffage des pièces :

1) Par transmission de la chaleur (conduction, convection et rayonnement),
2) Par production de la chaleur dans la pièce (création d'un flux de courant par résistance ou par induction, cette méthode est utilisée pour les pièces à sections petites et uniformes: Φ <150mm).

Quel que soit le procédé de chauffage utilisé, il existe toujours une différence de température dans les différentes parties de la pièce, cela dit que la répartition de la chaleur est non uniforme. Les facteurs principaux, qui influent sur le chauffage de la pièce sont le diamètre (épaisseur), conductibilité, température du four, etc. En général le régime de

chauffage pour les aciers est déterminé selon le diamètre de la pièce et d'autres caractéristiques. **La figure II-2** représente la courbe de chauffage pour le contour de la pièce et le cœur de la pièce.

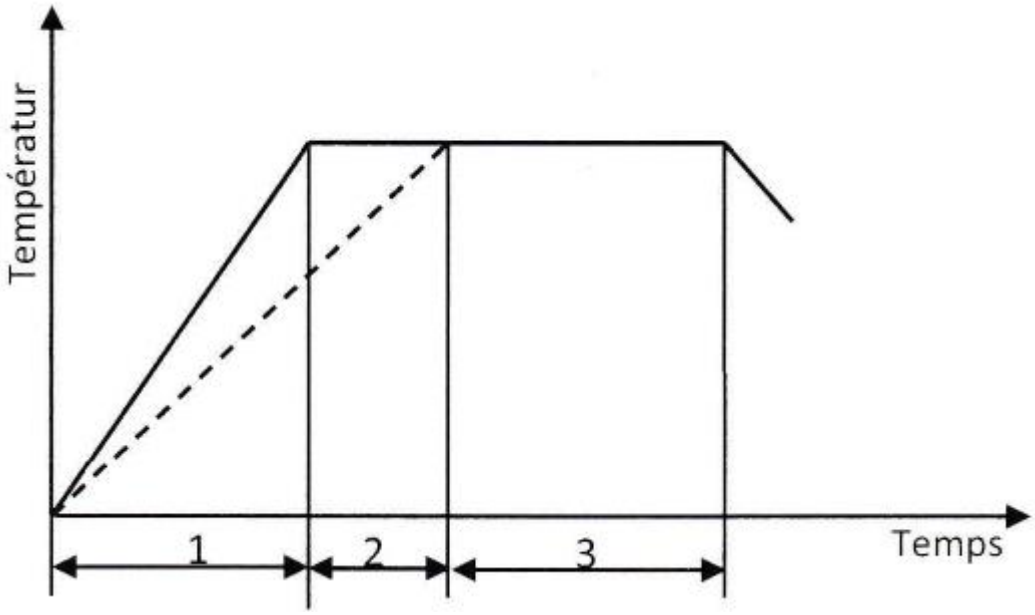


Figure II-2 : Courbe de chauffage

Durant le chauffage, on distingue trois étapes:

1. Durée de préchauffage : C'est le temps de début de chauffage jusqu'à ce que la température nominale est atteinte à la surface de la pièce.
2. Durée de chauffage de pénétration ou d'égalisation : C'est le temps nécessaire pour atteindre la température nominale à la surface et au cœur de la pièce.
3. Durée de maintien C'est le temps nécessaire pour maintenir la pièce à une température, et à partir de la température atteinte dans le cœur.

II-1.2.2 Refroidissement des pièces

Le point important pour la détermination du régime de refroidissement de la pièce est celui de l'état de structure souhaitée à obtenir. Bien sûre, on cherche toujours à refroidir rapidement pour avoir une productivité élevée, mais on doit prendre en considération les dangers de fissuration et d'étirage des pièces. La vitesse de refroidissement nécessaire a l'obtention d'un état de structure est déterminée selon le diagramme **TTT** (**Température**, **Transformation**, **Temps**). Le refroidissement s'effectue dans des bacs utilisant l'eau ou l'huile, dans les deux cas, le bain est maintenu à température constante. Le choix du bain dépend des qualités recherchées pour le métal. L'eau chaude se trouvant constamment

remplacée par de l'eau froide arrivant par le bas du bac. On utilise aussi les jets permettant de régler le refroidissement des pièces sur toute leur surface, et enfin des chambres spéciales avec production du brouillard obtenu par jet d'eau et d'air sous pression, surtout utilisé en aviation pour le traitement de certaines pièces en aluminium.

II-1.3 Différents types de traitements thermiques

Les traitements thermiques se classent en:

1) Traitements thermiques massiques (volumiques) : ce type de traitement a pour effet de modifier en profondeur les propriétés du matériau dans toute la masse du produit.
2) Traitements thermiques surfaciques : il a pour but de modifier les propriétés du matériau sur une profondeur limitée.

La figure suivante montre les classifications des traitements thermiques.

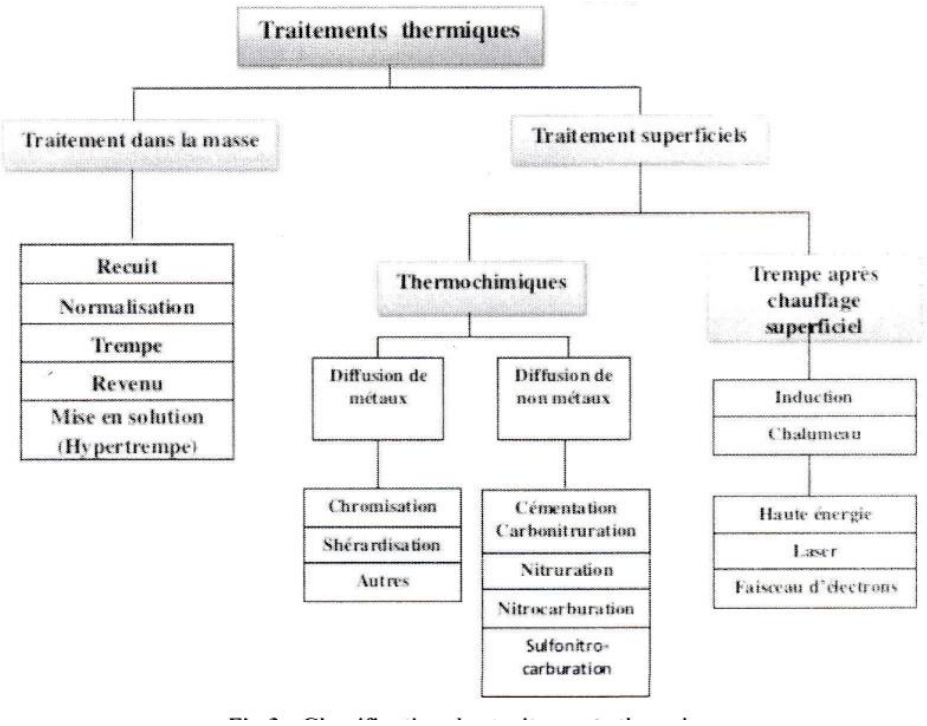


Figure II-3 : Classification des traitements thermiques

II-1.4 Principaux traitements thermiques

Les modes principaux de traitement thermique qui modifient de diverses manières la structure et les propriétés d'un alliage par des opérations de chauffage jusqu'à une certaine température, de maintien à cette température, et suivies d'un refroidissement à une vitesse plus ou moins accélérée sont :

- Le recuit,

- La trempe,
- Le revenu,
- La normalisation.

II-1.4.1 Le recuit

Le recuit consiste à :

- chauffer la pièce à une température déterminée dite température de recuit (le choix de la température dépend des objectifs)
- maintenir cette pièce à cette température pendant un temps donné
- refroidir à la vitesse adéquate afin d'obtenir après retour à la température ambiante un état structural du métal proche de l'état d'équilibre stable.

Le recuit permet notamment :

- d'éliminer ou réduire les contraintes résiduelles du métal liées à une action antérieure (déformation, soudure, etc.) ou un traitement thermique antérieur
- d'obtenir la formation d'une structure favorable à une action ultérieure (déformation, usinage, etc.) ou un traitement thermique ultérieur.

II-1.4.2. La trempe

Elle consiste à :

- chauffer la pièce à une température appropriée (austénitisation ou mise en solution);
- maintenir cette pièce à une température bien déterminée.
- refroidir à une vitesse adéquate la pièce en la plongeant par exemple dans de l'eau (trempe à l'eau) ou de l'huile (trempe à l'huile) ou par insufflation d'un gaz tel que l'air. On peut évoquer également les émulsions eau- polymères ainsi que certains sels (nitrates, nitrites) comme milieux de trempe.

Une trempe a pour objet de durcir le métal. Elle permet d'obtenir des materiaux très durs mais dans la plupart des cas peu ductiles. Elle est donc généralement suivie d'un revenu.

II-1.4.3. Le revenu

Le revenu consiste à :

- En un ou plusieurs chauffages de la pièce à une température déterminée (inférieure à la température de début de transformation de phase de materiaux .
- Un maintien de la pièce à cette température pendant un temps donné .

- Un refroidissement approprié.

Un revenu permet d'atténuer les effets de la trempe en rendant la pièce plus ductile et plus tenace. Il peut dans des cas particuliers permettre un durcissement secondaire. L'emploi du terme revenu sous-entend que le traitement est réalisé sur un état préalablement trempé. [Un traitement à 500°C sur un acier trempé est un revenu, sur un acier non traité est un recuit].

II-1.4.4. La normalisation

Le traitement de normalisation (équivalent d'un recuit à haute température suivi d'un refroidissement à l'air) est un traitement d'affinage structural permettant un adoucissement et l'élimination des contraintes apparues avec les opérations précédentes. Outre l'obtention de structures homogènes recherchées dans certaines applications mécaniques il conduit à un état reproductible idéal pour la trempe. L'état dit "normalisé" est un état de livraison des produits sidérurgiques.

II-1.4.5 La dureté

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon, par exemple une bille en acier trempé (dureté Brinell) ou une pyramide en diamant (dureté Vickers). S'il y résiste bien, il est dit dur, sinon il est dit mou. La dureté se mesure sur différentes échelles selon le type de matériau considéré.

Il existe une grande variété d'essais de dureté possibles :

- Dureté Vickers
- Dureté Brinell
- Dureté Rockwell
- Dureté Knoop

$$HV = \frac{1{,}854\ F}{D^2}$$

II-1. Généralités traitements thermiques des alliages a mémoire de forme

II-1.1.Introduction.

Une des caractéristiques essentielles des métaux et des alliages classiques est leur stabilité morphologique après une déformation plastique. En effet, une fois déformé, un objet métallique non soumis à des sollicitations mécaniques, conserve indéfiniment sa forme quelles que soient les variations de température. Cependant certains alliages (Ni-Ti, Cu-Zn-Al,…..) ont des facultés de nature anthropomorphique telles que : la mémoire et l'aptitude à l'apprentissage. Ces alliages présentent ce que l'on appelle l'effet de mémoire de forme. Quand de tels alliages subissent une déformation plastique à une certaine température, ils peuvent revenir entièrement à leur forme première quand on les porte à une température plus élevée. En reprenant leur forme, ils peuvent produire, en fonction de la température :

- ~ soit un déplacement,
- ~ soit une force,
- ~ soit les deux.

II-2.Principe de l'effet mémoire de forme :

II-2.1. Généralités sur la transformation martensitique :

Pour qu'un alliage mémorise les formes, il faut :

- ~ que sa structure cristalline puisse prendre la configuration dénommée "martensite" quand on le porte à une température déterminée ou qu'on le soumet à certaines contraintes,
- ~ qu'il reprenne sa structure normale en l'absence de ces contraintes extérieures.

A l'origine, le nom de "martensite" désigne le produit résultant de la transformation de phase au cours d'un refroidissement rapide de l'austénite dans les alliages fer-carbone. Dans ce cas, la martensite est le constituant de trempe des aciers, et elle confère à ces derniers une dureté et une résistance mécanique plus importante. Par la suite, le terme de "transformation martensitique" a été appliqué à un grand nombre d'alliages ou de métaux purs dont les transformations présentent certaines analogies avec le système fer-carbone :

- ✓ alliages de fer: Fe - C, Fe - Ni, Fe - Cr, Fe - Ni - Cr.....
- ✓ alliages de métaux nobles: Cu - Zn, Cu - Sn, Cu - Al....
- ✓ alliages à base de titane : Ni - Ti....
- ✓ métaux purs: Co, Ti, Zr ....

C'est à la conférence internationale sur la transformation martensitique, que furent définies les conditions nécessaires et suffisantes pour qu'un changement de phase soit de nature martensitique

- ✓ existence d'une déformation du réseau cristallin associée à un changement de
- ✓ forme macroscopique,
- ✓ la diffusion n'est pas nécessaire à la transformation,
- ✓ la cinétique de la transformation et les aspects morphologiques et microstructuraux sont influencés fortement par l'énergie mécanique associée à la déformation de transformation.

Aussi, l'augmentation de dureté ou de résistance mécanique n'est-elle pas forcément la caractéristique essentielle de la martensite. Elle peut dans certains cas, s'accompagner de comportements spécifiques, tels que :

- ✓ la superélasticité,
- ✓ l'effet de mémoire de forme.

Cette transformation martensitique, qui se développe au cours du refroidissement à partir d'une température critique est due à un changement de structure cristallographique.

II-2.2.Aspects cristallographique de la transformation :

A l'état solide les alliages sont constitués par un ensamble d'atomes disposés régulièrement et de façon périodique dans l'espace. Ils peuvent se constituer à l'état solide sous forme d'une seule

phase ou d'un agrégat de plusieurs phases.

Une phase est définie comme toute partie homogène d'un système en équilibre , Par modification de la température on peut assister, à l'état solide, à des changements de phase qui s'accompagnent de modifications de la structure cristalline.

On distingue deux mécanismes qui permettent d'obtenir des transformations de phase à l'état solide :

la transformation reconstructive (avec diffusion),

la transformation displacive.

II-2.2.1.Transformation reconstructive.

Dans le cas de la transformation reconstructive, il y a rupture des liaisons interatomiqueset reconstruction d'une nouvelle phase par un mécanisme de diffusion. La diffusion correspond à des sauts effectués par les atomes dans les défauts du cristal sous l'effet de l'agitation thermique : c'est le mouvement de la matière dans la matière

Ces transformations sont lentes, elles nécessitent une température élevée et peuvent êtrestoppées.

II-2.2.2. Transformation displacive :

La transformation displacive ou sans diffusion se caractérise par un déplacement faibleet étroitement corrélé des atomes de la phase mère (austénite de structure cubique centrée) Cette transformation se produit très rapidement, même à basse température. La transformation martensitique est une transformation displacive et de ce fait elle est une transformation du premier ordre présentant une déformation homogène du réseau.

Dans une transformation du premier ordre, la phase mère coexiste avec la phase transformée, ce qui implique :

- ✓ l'existence d'une interface, appelée plan d'habitat pour la transformation martensitique,

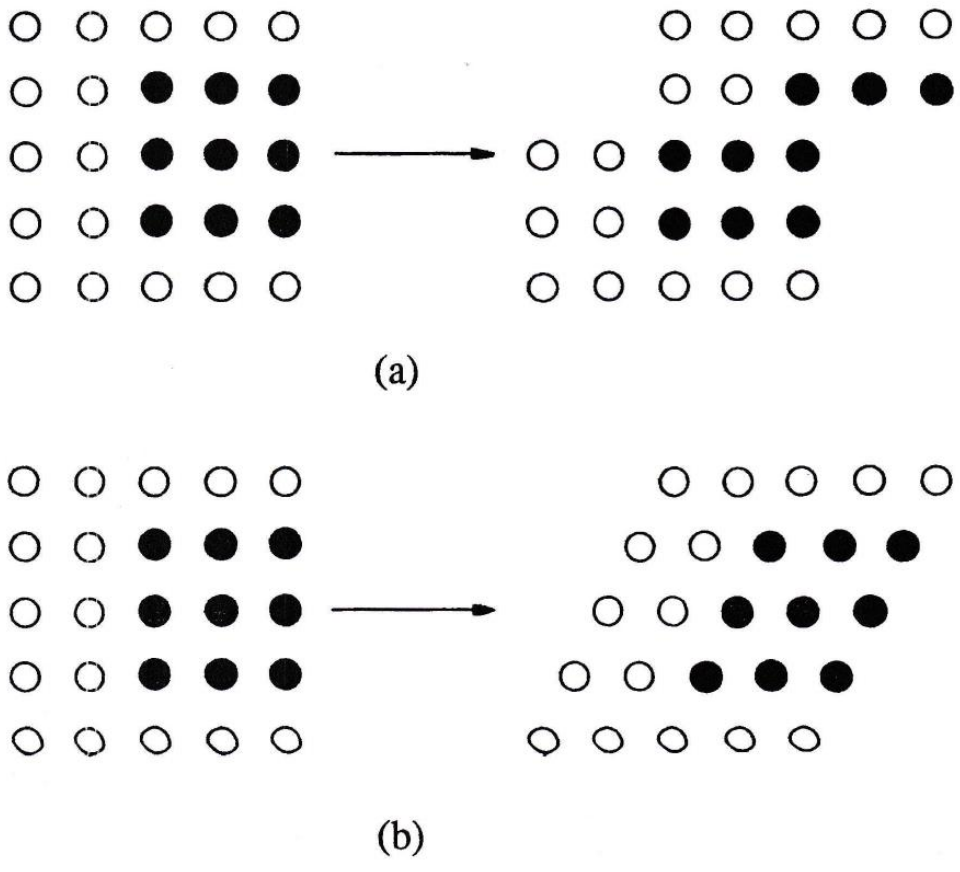


Figure II-2.1 :Les deux mécanismes qui permettent d'obtenir des transformations de phase à l'état solide :

a) Transformation reconstructive. Un atome déterminé n'a plus les mêmes voisins.

b) Transformation displacive. Chaque atome conserve toujours les mêmes voisins.

-la présence d'une déformation élastique accommodant le champ de contraintes

internes dues à la déformation du réseau.

De ce fait, la transformation martensitique peut être définie comme étant un mode de déformation ayant pour origine un changement de paramètres du réseau cristallin. Ce changement de réseau est appelé déformation de Bain et s'accompagne de contraintes internes très importantes dues à la coexistence des deux phases.

Il est de ce fait accompagné d'un mécanisme d'accommodation à réseau invariant qui relaxe les contraintes.

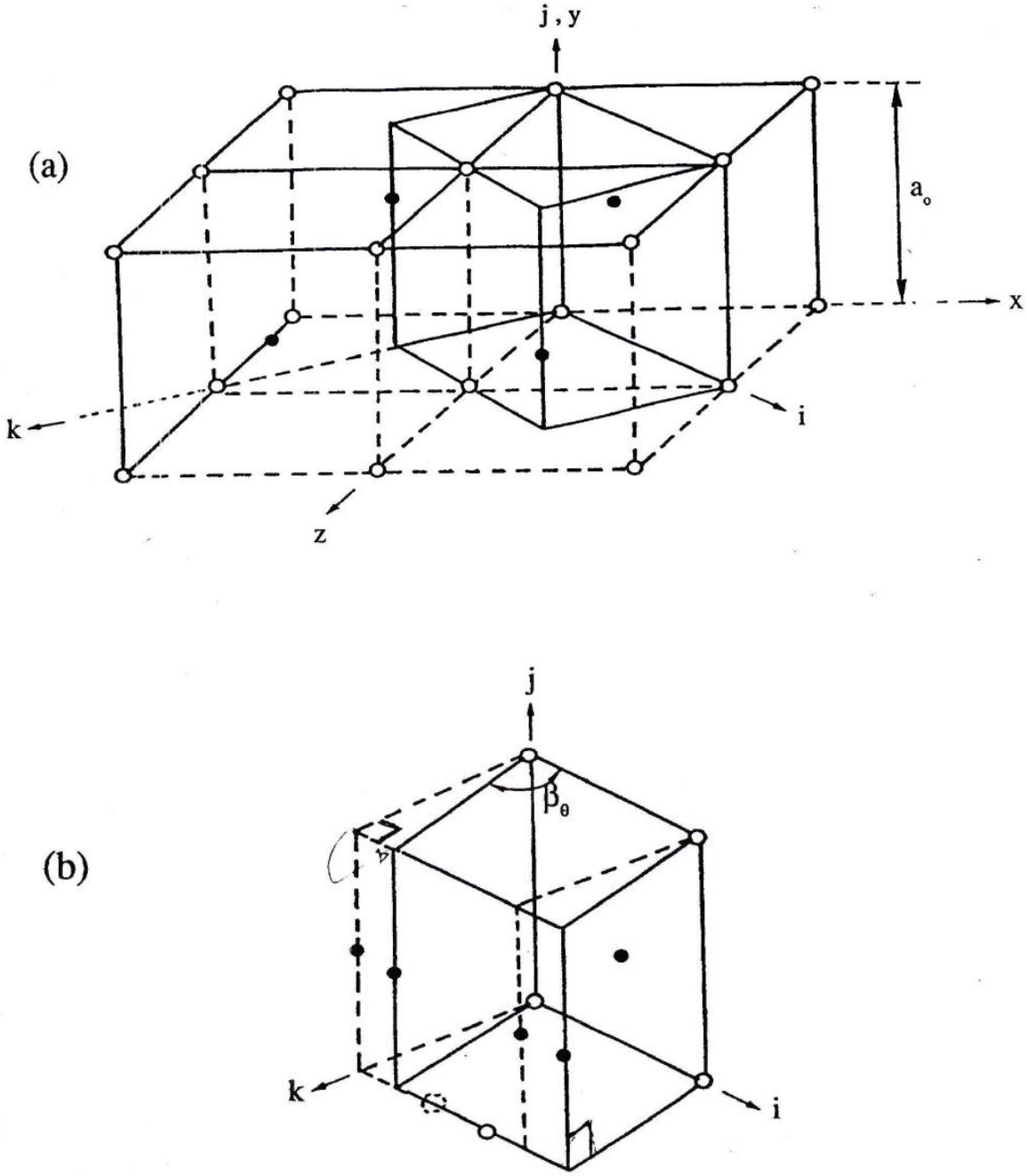


Figure II-2.2 : Déformation de Bain transformant une maille orthorhombique en maille monoclinique dans un alliage Cu - Zn - Al

β_θ = 89.50*

a_0 = 2.9388 A*

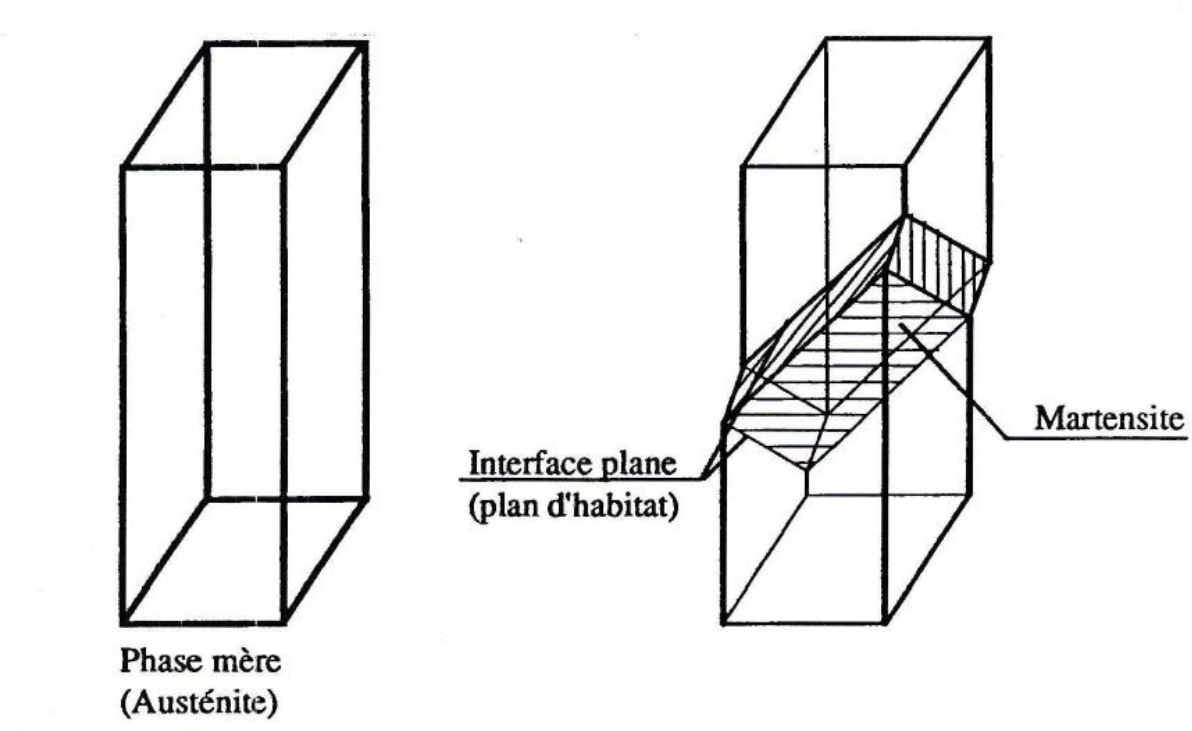


Figure II-2.3 :Martensite à une variante dans une maille cristalline de la phase mère

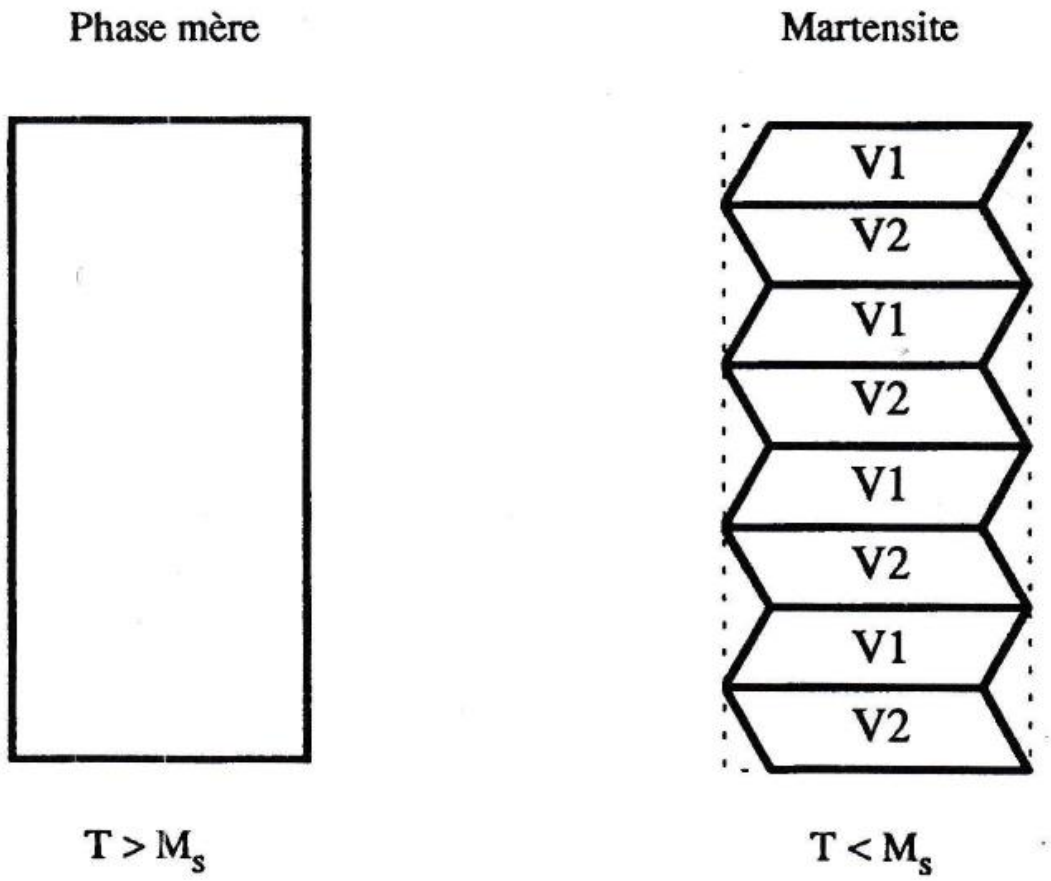


Figure II-2.4 :Exemple d'une transformation martensitique à deux variantes.

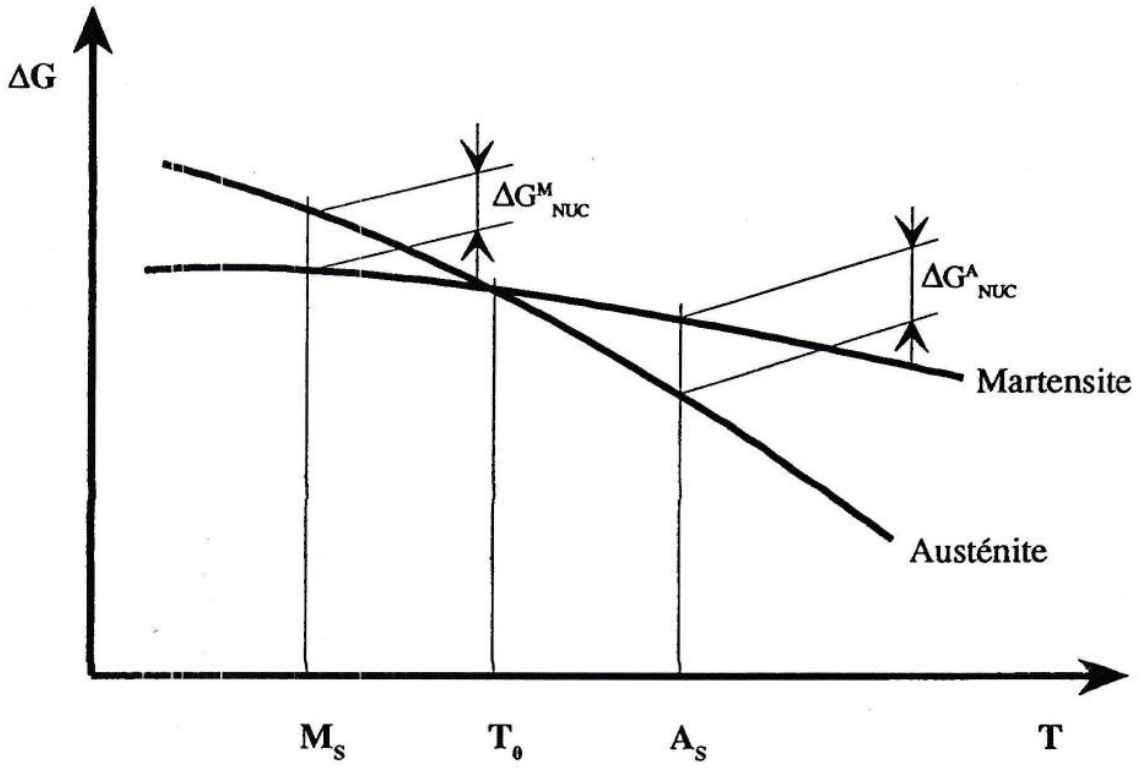


Figure II-2.5 :Diagramme représentant l'énergie libre, en l'absence de contraintes externes, de l'austénite et de la martensite en fonction de la température.

-T_0: Température d'équilibre thermochimique :

T> T l'austénite est stable,

T<T, la martensite est stable,

-M_S : Température de formation de la martensite :

T<M, formation de la martensite,

T> M, le matériau reste à l'état austénique,

-ΔG^M_{NUC} : Force motrice de la formation de la martensite,

-A_S : Température au-dessus de laquelle la martensite, se transformeen austénite,

-ΔG^A_{NUC} : Force motrice de formation de l'austénite à partir de l'état martensitique.

Développe ainsi jusqu'à une température de fin de transformation M**F**. (Martensite finish), température à laquelle l'échantillon est totalement martensitique.

II-3.Propriétés des alliages à mémoire de forme.

II-3.1.Caractéristiques générales.

L'effet mémoire de forme a été observé chez une multitude d'alliages à transformation mar- tensitique. La plupart de ces alliages ne présente cependant qu'un intérêt théorique, soit parce que les éléments de base dans leur composition ont un prix de revient trop élevé (ex.

alliages à métaux nobles), soit que l'effet mémoire de forme ou d'autres propriétés mécaniques sont trop faibles comme par exemple la résistance mécanique pour les alliages à base de métaux à point de fusion très bas. Seuls les trois alliages de type b, le Ni -Ti avec 49 à 55% de Ni, le Cu - Zn - Al avec 10.5 à 34 % de Zn et de 4 à 19 % Al, ainsi que le Cu - Al-Ni avec 27 à 30 % d'Al et 2 à 5 % de Ni, présentent actuellement un intérêt chimique. Un aperçu des principales caractéristiques est donné dans le tableau suivant :

Tableau II-2.1 : Principales caractéristiques des matériaux à mémoire de forme

Propriétés		Ni - Ti	Cu - Zn - Al	Cu - Al - Ni
Transformation :				
Température de transformation M_s [°C]		- 200 à + 100	- 40 à + 100	- 50 à + 170
Déformation recouvrable en [%]	Mémoire simple effet	8	4	5
	Mémoire double effet	5	1	1.2
Surchauffe maximale admissible [°C]		400	160	300
Physiques :				
Densité [g/cm³]		6.4 ... 6.5	7.8 ... 8	7.1... 7.2
Conductivité thermique [W/m.°K]		10	120	75
Electriques :				
Résistivité [Ω.cm.10^{-6}]		50 ... 70	7 ... 13	11 ... 14
Mécaniques :				
Module d'élasticité (Young) [daN/mm²]		9800	7000	
Résistance à la traction [daN/mm²]		80 ... 100	40 ... 70	70 ... 80

Les températures de transformation des alliages à mémoire de forme sont déterminées par leur composition chimique. Pour les alliages utilisés actuellement, la température de transformation peut varier entre -200°C et +170°C [FAU89].

II-3.2.Aspect thermique du comportement des alliages à mémoire de forme :

La courbe de déplacement en fonction de la température d'un alliage à mémoire de forme sou- mis à une contrainte fixée, se différencie de façon très significative de celle des autres matériaux et cela de par la présence de la martensite thermo élastique **(Figure II-4.1)**. En effet, la vue de la courbe de réponse de l'allongement, en fonction de la température nous montre qu'à la chauffe jusqu'en-dessous de la températureA_S l'alliage à mémoire de forme se comporte comme un matériau normal en subissant la dilatation. Par contre, lorsque la température

augmente au-dessus de A_S la martensité induite se transforme en austenite jusqu'à la température A_F ce qui provoque la contraction de l'échantillon. Au-dessus de A_F, l'alliage étant entièrement en phase austenitique il subit à nouveau la dilatation due à l'augmentation de température comme tous les matériaux. Le passage de la phase martensitique à la phase austenitique se fait dans un intervalle de température très faible.

Au refroidissement, le phénomène inverse se produit, mis à part que la transformation de phase de l'austénite en martensite ne commence pas à la température A_F et ne se termine pas à la température A_S ; mais au contraire, elle commence à la température M_S et se termine à M_F.

C'est donc l'existence de la force motrice nécessaire à l'amorçage de la transformation de phase qui induit le décallage entre la courbe de chauffe et de refroidissement entre M_F et A_F, L'hystérésis ainsi obtenue fait que dans la zone de transformation de phase la loi de comportement de la déformation en fonction de la température est univoque.

II-4.Mise en œuvre et traitement thermomécanique des alliages à mémoire de forme.

II-4.1.Généralités.

L'effet mémoire de forme est associé à une transformation martensitique thermo-réversible. Au-dessus de la température A_F, le matériau est sous forme austenitique avec une structure cubique centrées. Si l'on maintient par trempe la phase β, celle-ci présente au refroidissement une transformation martensitique dont la température dépend fortement de la composition

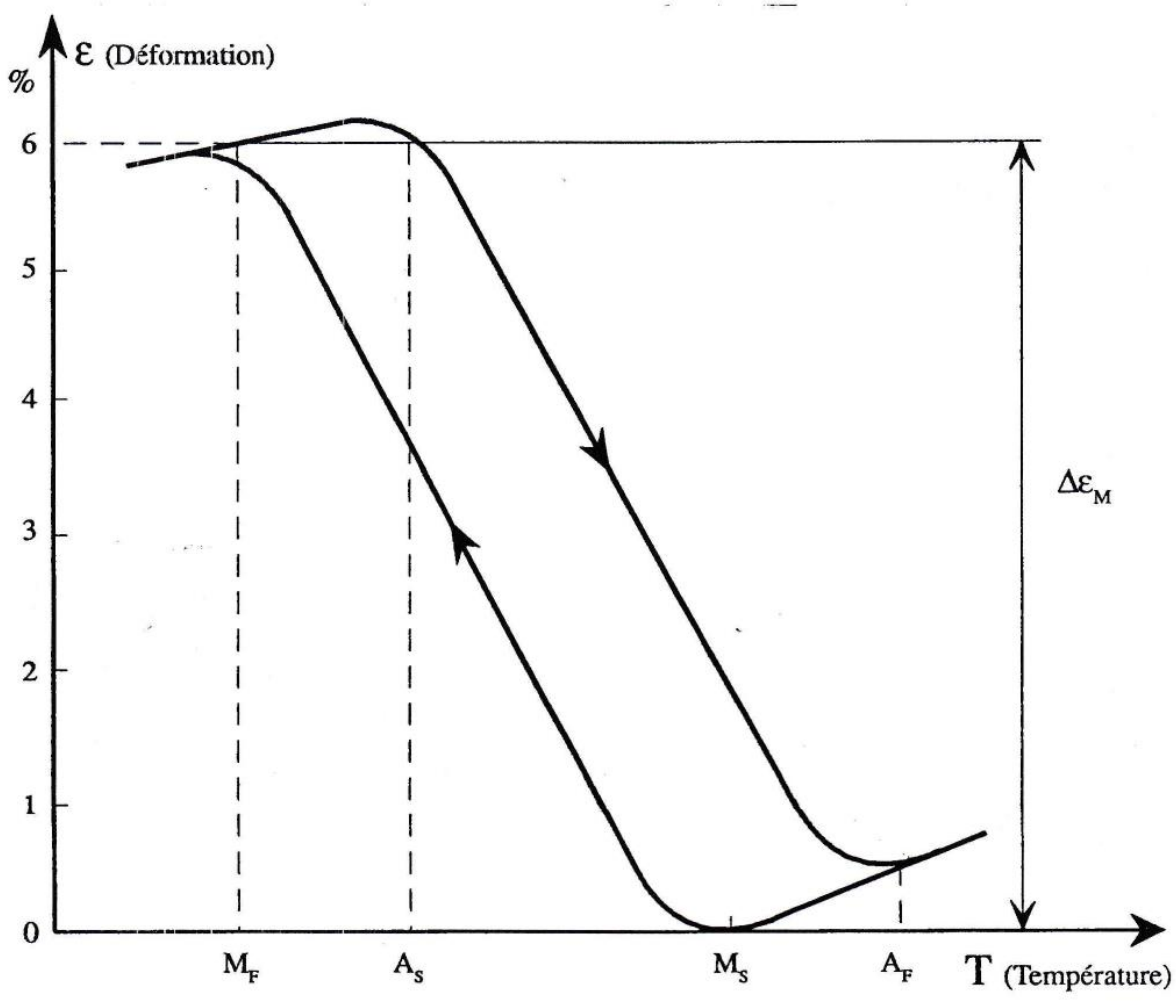


Figure II-4.1:Courbe d'allongement en fonction de la température d'un alliage à mémoire de forme Cu Zn 24 - Al 3 soumis à une contrainte fixe σ = 85 MPa.

II-4.2.Traitement de bétatisation (austénitisation) :

Pour conférer aux produits obtenus les propriétés mémoire de forme, les AMF doivent subir la séquence suivante de traitements thermiques

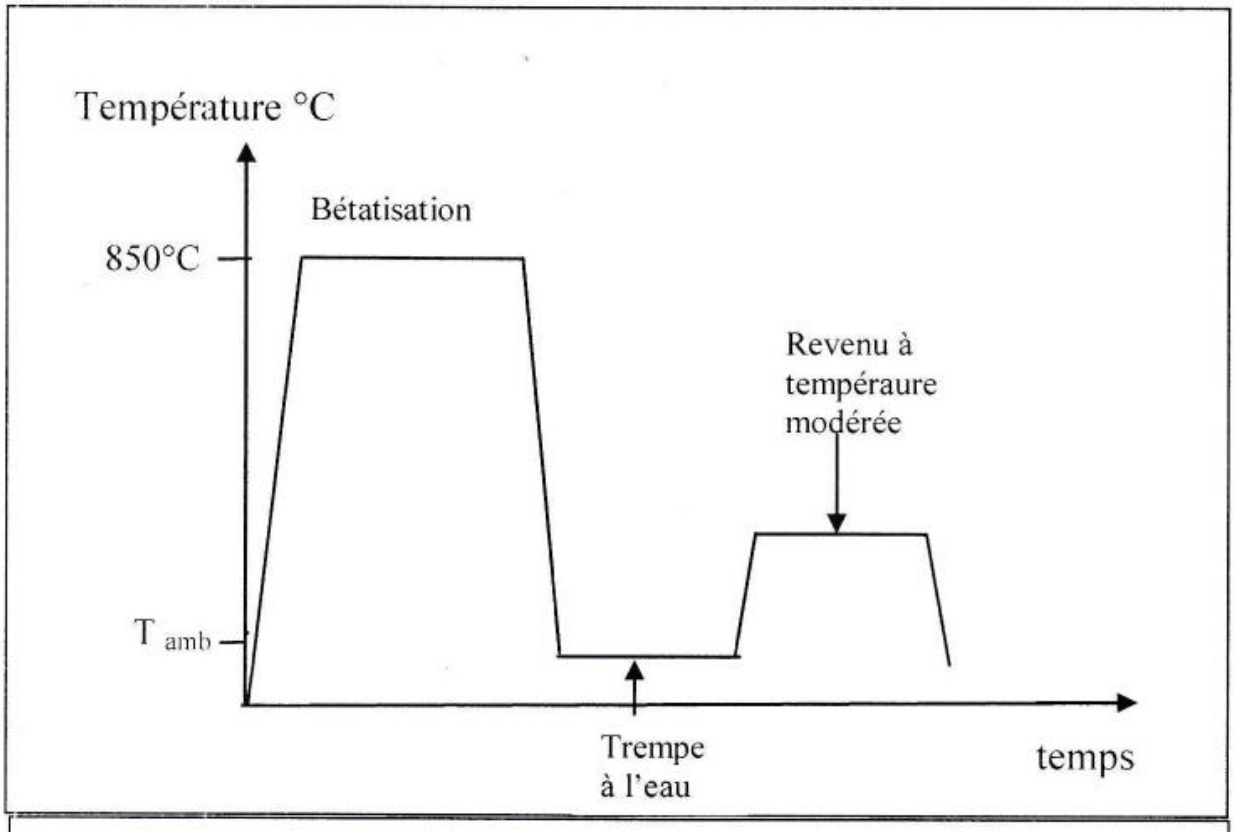


Figure II-4.2.1: Traitement de bétatisation (austenitisation) d'un AMF.

Celle-ci est composée d'une bétatisation (chauffage à haute température dans le domaine austenitique), d'une trempe qui permet de figer la martensite à température ambiante puis d'un revenu destiné à éliminer les lacunes en sursaturation et enfin une dernière trempe à l'air libre. Les étapes du traitement thermique mis en œuvre, permettent d'obtenir la transformation martensitique. De plus, d'autres facteurs régissant le traitement ont une influence sur les propriétés obtenues de l'AMF. Ainsi, la durée et la température du traitement de bétatisation influencent les réponses des échantillons. De même que certains phénomènes d'oxydation superficielle conduisent à des variations importantes des températures de transformation. Les conditions de la trempe (eau, huile) et du revenu ont une influence importante sur la mise en ordre du matériau et donc sur les températures de transition de l'alliage.

La mise en solution ou traitement de "bétatisation", à haute température (autour de 800 °C pour le CuZnAl) est nécessaire afin de conférer aux alliages les propriétés de mémoire de forme. C'est à partir de cet état que l'on peut atteindre la martensite normale ou (thermoélastique).

On peut ainsi suivre deux cheminements **(Figure II-4.2.2) :**

- Soit une trempe à l'état austenitique suivi d'un vieillissement de l'échantillon en phase austenitique.
- Soit une trempe à l'état martensitique avec un revenu de la martensite au dessus de MF (chauffage rapide).

Le vieillissement en austenite, permet d'éliminer les lacunes en sursaturation obtenues lors de la trempe ainsi que l'augmentation du degré d'ordre (chemin A). La trempe de cette austenite permet l'obtention d'une martensite normale.

Les échantillons trempés directement en phase martensitique peuvent être soumis à un revenu au dessus de M. (chauffage rapide): correspondant à l'étape B sur la figure Par contre, la retransformation par chauffage lent (étape C) ou le vieillissement de l'échantillon en phase martensitique (étape D) conduisent au phénomène de stabilisation de la martensite. Dans ces deux cas, l'austénite aurait un ordre hérité de la martensite stabilisée.

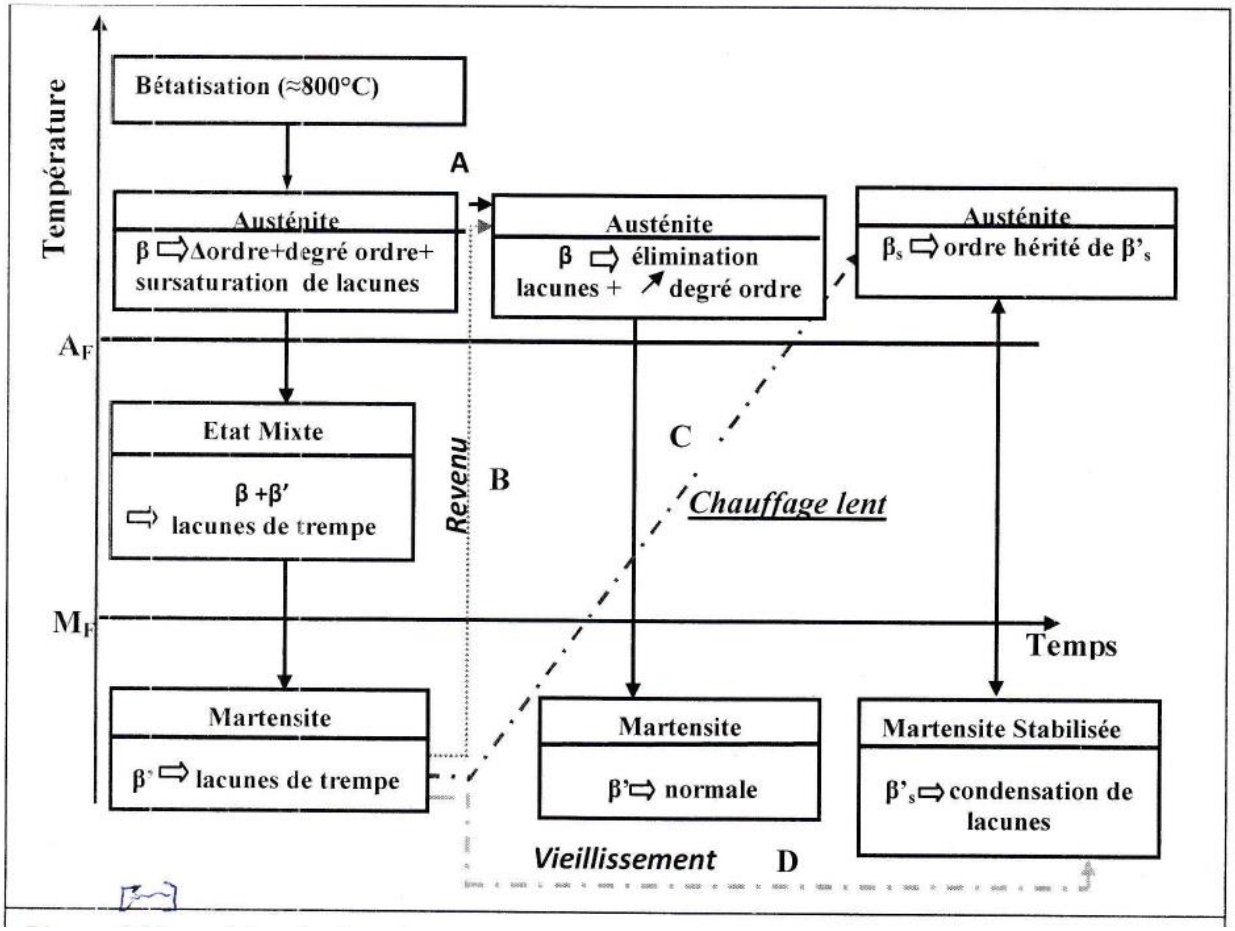


Figure II-4.2.2: schématisation des traitements thermiques et de leur influence sur les structures des alliages à base cuivre

Coupes de diagrammes ternaires de Cu-Zn-Al pour différents taux d'Al.

Courbes donnant les valeurs de M.

La phase ß est peut malléable vers la température ambiante ou bien se transforme de façon réversible en martensite (effet super élastique), donc la mise en forme est difficile .Il faut donc mettre en forme cette phase ß à haute température (de l'ordre 600-700 °C) [59]. Cependant, on peut aussi mettre en forme à température ambiante certains alliages après un traitement thermique judicieusement choisi. Par exemple, si l'on prend un alliage Cu-Zn-Al à 4%Al ayant un Ms de 0C°, un recuit à 500C° produira un mélange de phase a+ ß (environ 50%-50%). La phase a est malléable et la phase ß a changé de composition, de telle sorte qu'elle ne se transforme plus en martensite. Ce mélange est suffisamment ductile pour servir à la fabrication d'objet.

Chapitre III
Etude expérimentale

III-1 Introduction :

Les alliages à mémoire de forme sont des matériaux fascinants qui présentent la capacité unique de retrouver leur forme d'origine après avoir été déformés, sous l'effet d'une stimulation externe telle que la chaleur ou le stress. Ces alliages sont largement utilisés dans de nombreuses applications, allant de l'Industrie biomédicale à l'aérospatiale, en raison de leurs propriétés remarquables.

III-2 Suivi de travail expérimental

Dans cette étude, nous nous intéressons spécifiquement à un groupe d'alliages à mémoire de forme à base de cuivre-zinc-aluminium (Cu-Zn-Al). Les compositions des alliages étudiés sont les suivantes :

- Cu70Zn28Al2
- Cu70Zn26Al4
- Cu70Zn24Al6
- Cu72Zn26Al2
- Cu68Zn26Al6

Ces alliages ont été choisis en raison de leur composition chimique spécifique, qui influence leurs propriétés et leur comportement à mémoire de forme.

L'objectif de cette étude est d'explorer les caractéristiques des alliages à mémoire de forme du groupe Cu-Zn-Al susmentionné, en mettant l'accent sur leurs propriétés thermomécaniques, leur stabilité de la transformation de phase et leurs performances à mémoire de forme. Nous chercherons à comprendre comment la variation de la composition chimique affecte ces propriétés et à identifier les alliages qui présentent les meilleures performances pour des applications spécifiques.

Pour atteindre cet objectif, nous mènerons une série d'analyses expérimentales, telles que la caractérisation structurale par diffraction des rayons X, l'analyse thermique différentielle, les tests de traction et les essais de récupération de forme. Les résultats de ces analyses seront discutés en détail pour fournir une compréhension approfondie du comportement des alliages à mémoire de forme étudiés.

Cette étude contribuera à l'enrichissement de la connaissance sur les alliages à mémoire de forme du groupe Cu-Zn-Al et permettra d'Identifier les alliages les plus prometteurs pour des

applications spécifiques. Les informations obtenues pourraient également servir de base pour le développement de nouveaux alliages à mémoire de forme avec des performances améliorées.

Il convient de noter que cette étude est une étude préliminaire visant à explorer les propriétés des alliages à mémoire de forme du groupe Cu-Zn-Al. Des recherches supplémentaires seront nécessaires pour approfondir la compréhension de ces matériaux et pour explorer davantage leurs applications potentielles.

Dans les sections suivantes, nous décrirons en détail la méthodologie expérimentale utilisée, les résultats obtenus et les discussions sur les propriétés des alliages à mémoire de forme étudiés.

III-3 Elaboration par fusion:

Le procédé de fusion est une étape importante dans l'élaboration d'un alliage à mémoire de forme. Ceci exige, par conséquent à l'expérimentateur une grande attention lors de l'élaboration que cela soit au niveau du choix de la composition chimique, de la mise en température ou de la durée de fusion…etc. Les éléments d'alliages utilisés pour l'élaboration des alliages Cu-Zn-Al présentaient une pureté élevée supérieure à 99,97% en poids..

Les métaux de base utilisés, cuivre, zinc et l'aluminium, sont placés dans un creuset en cuivre réfrigéré par une circulation d'eau puis fondus dans un four à électrode, sous atmosphère d'argon pur.. Pour chaque échantillon, on a procédé à quatre refusions au moins pour garantir la dissolution totale (intensité I de l'arc électrique égale à 300 A) pendant quelques minutes, en prenant soin de retourner l'échantillon entre chaque fusion de manière à minimiser l'hétérogénéité générée par le fort gradient de température entre l'impact de l'arc et la sole en cuivre. Les dimensions types de chacun des lingotins obtenus étaient 25x5x3mm pour un poids unitaire d'environ 8 grammes.

III-3.1 Le Four :

Le four utilisé est un four à FOUR A MOUFLE NABERTHERM SERIE L/C450 TEMPERATURE MAX 1300°C, AVEC PORTE BASCULANTE.

En inox à double paroi pour températures extérieures basses et grande stabilité.

- Température maximale 1300°C grâce aux qualités isolantes du moufle en briques légères. Réfractaires. Multicouches.
- Temps de chauffe très rapide. Chauffage sur 2 cotés par résistances en spirale sur tubes porteurs. Rayonnement libre.

- Ouverture réglable de l'arrivée d'air dans la porte.
- Cheminée d'évacuation à l'arrière.
- Interface USB.

Disponible en 5. 9 ou 13 litres avec porte à battant.

Programmateur disponibles:

10 programmes. 20 segments. 2 fonctions spéciales. Départ réglable. Horloge temps réel. Pas de 1°C ou 1 min.



Figure III.1. FOUR A MOUFLE NABERTHERM SERIE L/C450 TEMPERATURE MAX 1300°C

reuset spécial en graphite :

Le creuset en graphite est utilisé pour contenir les métaux purs de cuivre, de zinc et d'aluminium pendant la fusion. Le graphite est choisi en raison de sa résistance à la chaleur et à la corrosion chimique.



Figure.III.2 Creuset en graphite

III 3.2 Méthode d'élaboration des alliages à mémoire de forme:

Étape 1 : Préparation des métaux purs

Les métaux purs de cuivre, de zinc et d'aluminium sont soigneusement pesés en fonction des proportions souhaitées pour les alliages à mémoire de forme. Les quantités sont déterminées en fonction des compositions chimiques spécifiques, suivents:

Cu70Zn28Al2, Cu70Zn26Al4, Cu70Zn24Al6, Cu72Zn26Al2 et Cu68Zn26Al6.

Étape 2 : Chargement des métaux dans le creuset

Le creuset en graphite est préalablement nettoyé pour éliminer toute contamination.

Les métaux purs de cuivre, de zinc et d'aluminium sont soigneusement placés dans le creuset en respectant les proportions requises.

Le creuset est fermé hermétiquement pour éviter toute perte de métaux pendant la fusion.

Étape 3 : Préparation du four

Le four Nabertherm est préchauffé à la température appropriée pour la fusion des métaux, (1100°C).

Étape 4 : Fusion des métaux

Le creuset contenant les métaux purs est placé dans le four préchauffé.

Les métaux sont chauffés progressivement jusqu'à ce qu'ils atteignent leur point de fusion et se liquéfient.

Un temps de maintien est généralement prévu pour assurer une fusion homogène et complète des métaux.

Étape 5 : Retrait du creuset du four

Une fois que les métaux sont complètement fondus et mélangés, le creuset est retiré du four avec précaution en utilisant des outils appropriés pour éviter les brûlures.

Étape 6 : Refroidissement et solidification

Le creuset contenant le mélange fondu est laissé à l'air libre pour refroidir et se solidifier.

Pendant cette étape, les métaux se solidifient pour former l'alliage à mémoire de forme désiré.

Traitement de bétatisation (austénitisation):

La trempe:

Le traitement thermique de trempe implique les étapes suivantes:

- Préparation de l'alliage
- Chauffage : Placement l'alliage dans un four et chauffé à une température spécifique.
- Maintien : Maintenement l'alliage à cette température pendant une durée déterminée.
- Trempe : Retirement rapidement l'alliage chauffé du four et plongez-le dans un milieu de refroidissement rapide (l'eau).
- Refroidissement : Laissement l'alliage refroidir complètement dans le milieu de refroidissement.

Le tableau suivant montre les étapes utilisées pour chaque alliage، températures de chauffage et temps de maintien:

Les alliages	Chauffage jusqu'à (°C)	Maintien (min)
L'alliage Cu70Zn28Al2	900	10
L'alliage Cu70Zn26Al4	850	10
L'alliage Cu70Zn24Al6	800	10
L'alliage Cu72Zn26Al2	900	10
L'alliage Cu68Zn26Al6	800	10

Préparation métallographique des alliages:

Méthodes de préparation des échantillons:

- Afin d'analyser la microstructure, l'échantillon doit être préparé correctement sans endommager la microstructure.

- Voici ci-dessous les méthodes à suivre à chaque étape du processus de préparation de l'échantillon pour analyser .
- Correctement la microstructure.
- Tronçonnage
- Lors de la préparation d'un échantillon métallographique, les régions d'intérêt doivent être choisies avec soin.
- Une Fois la région choisie, les consommables de coupe, la machine et les systèmes de fixation peuvent être choisis Correctement.
- Souvent, plusieurs coupes sont nécessaires pour séparer la zone d'intérêt.
- Enrobage

Les alliages a base de cuivre peuvent être sensibles aux températures supérieures à 150°C, qui sont généralement

Atteintes dans les processus d'enrobage à l'aide d'une presse à enrober Selon la sensibilité thermique de L'information à interpréter à partir de la microstructure, on peut choisir l'enrobage à froid (température ambiante).

Les résines 605 sans CMR largement utilisées peuvent offrir des solutions d'enrobage rapides à température ambiante et faciles à utiliser. Lorsque le retrait sur les bords de l'échantillon devient critique pour

L'analyse, fonctionnent efficacement, lorsque la pièce doit être analysée sous un MEB, des résines conductrices spéciales sont disponibles.

On peut aussi utiliser une résine d'enrobage d'usage général et pulvériser de la fine poudre d'or sur la surface après Polissage.



Les échantillons après enrobage

Polissage :

La première étape consiste généralement en un pré-polissage ébauche pour mettre plan les échantillons.

Les Papiers abrasifs SiC sont largement utilisés pour le pré-polissage des alliagesa base de cuivre car ils permettent un Enlèvement de matière rapide.

Une fois que les échantillons sont plats, ils peuvent être pré-polis/polis.

Les disques de polissage LAM PLAN .Touchlam 2 et Touchlam 3 sont très efficaces lorsqu'ils sont utilisés avec les liquides Biodiamant sur les alliages a base de cuivre.



Liquides abrasif Biodiamant

Les disques de polissage conservent la planéité des échantillons pendant le processus de polissage.

Souvent, cette étape de polissage est complétée par une étape de polissage plus fin pour affiner les rayures afin d'analyser la microstructure à des grossissements plus élevés (>200X) ou même au MEB (microscope électronique À balayage).

La machine de polissage utilisé:



Tableau: La procédure est presentée pour le polissage de 5 échantillons

Étapes	1	2	3	4	5	6
Support	Papier abrasif 240	Papier abrasif 400	Papier abrasif 1200	Tochlam 2	Tochlam 3	Tochlam 4
Fluide	Eau	Eau	Eau	Biodiamant 9 ųm	Biodiamant 6ųm	Biodiamant 1ųm

Vitesse de tête (tr/min)	60	60	60	60	60	60
Vitesse de plateau (tr/min) /H	200 / H	200 / H	200 / H	200 / H	200 / H	200 / H
Durée (min)	3	2	3	3	2	2

Pour l'alliage CuZnAl, qui est un alliage à base de cuivre contenant du zinc (Zn) et de l'aluminium (Al), un réactif couramment utilisé pour l'attaque chimique est spécifiquement conçu pour révéler les phases présentes dans les alliages de cuivre-zinc.

La composition typique du réactif est la suivante :

- Acide nitrique (p20 : 1,40 g/mL) 30%
    - Acide chlorhydrique (p20 : 1,19 g/mL) 30%
    - Acide fluorhydrique (p20 : 1,13 g/mL) dilué à 40% : 3%
    - Eau distillée 37%

Voici les étapes générales pour préparer l'attaque chimique du CuZnAl à l'aide du réactif :

1. Préparement le réactif en mélangeant les quantités appropriées d'acide fluorhydrique, d'acide nitrique et acide chlorhydrique concentré et d'eau distillée dans un récipient approprié. Assurez-vous de respecter les proportions mentionnées ci-dessus.
2. Placement l'échantillon CuZnAl sur un support approprié, tel qu'une lamelle de verre, en veillant à le maintenir en place de manière sécurisée.
3. Appliquement le réactif sur la surface de l'échantillon en utilisant une pipette ou un pinceau. Veillez à recouvrir uniformément toute la surface de l'échantillon à observer.
4. Laissement l'échantillon dans le réactif pendant une période déterminée (1 min).
5. Après le temps d'exposition requis, retirez l'échantillon du réactif et rincez-le soigneusement à l'eau distillée pour éliminer tout résidu chimique.

6. Séchement l'échantillon de manière appropriée avant de le placer sur une platine de microscope pour l'observation microscopique.

L'observation microscopique:

Microscope utilisé:

La marque OPTIKA, Ces microscopes ont un design ergonomique pour une utilisation confortable à long terme. En effet toutes les commande sont proches les unes des autres, ce qui facilite leur utilisation.

Le système optique a été développé pour les utilisateurs les plus exigeants; ses composants de haute qualité garantissent un grand contraste d'image et une excellente résolution optique. Les composants optiques ont été conçus et traités avec des techniques spéciales pour empêcher la formation de moisissures et de mycètes.

statif présente un design moderne et ergonomique.

Le microscope est facile à déplacer grâce à la grande ouverture derrière le revolver porte objectifs qui peut être utilisé comme une poignée de transport.L'ouverture permet à l'utilisateur de voir clairement les objectifs et les échantillons, comme requis en groupes de discussion.



Microscope optique type OPTIKA

Caractérisation par diffraction des rayons x.

Pour obtenir le diffractogramme de la structure de l'échantillon trempé, nous avons utilisé un diffractomètre de type « X'PERT PRO MPD » de Philips en mode Ø-Ø (configuration Bragg-

Brentano), équipé d'un goniomètre vertical de rayon 240 mm et muni d'un tube à rayons X à anticathode de cuivre. Le détecteur interfacé est de type PIXcel-1D. Le type de porte échantillon est le MPSS (Multi purpose sample stage).

Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta)

Sample stage=Multi purpose sample stage (MPSS)

Diffractometer system=XPERT-PRO MPD of Panalytical

Chapitre VI

Résultats et discussions

IV-1. Diffraction des rayons X (DRX)

Le diffractogramme des métaux purs initiale présente des pics de diffraction des plans {(111), (200), (220), (311), (222)} pour le cuivre (Cu-cfc) et ceux de l'aluminium et du nickel {(111), (200), (220), (311) } (Les paramètres de maille mesurés, respectivement de 0,360 nm pour le cuivre, 0.265 pour le Zinc et de 0,403 nm pour l'aluminium, Ceux-ci correspondent parfaitement aux valeurs du cuivre, zinc et d'aluminium.

La figure IV.1 nous présentons le diffractogramme de l'alliage Cu70Zn28Al2 obtenue avant traitement thermique. On observe clairement la domination des pics de cuivre ainsi qu'une apparition d'un étrange pic au niveau de l'angle 2θ = 31.14 ° qui correspond à une phase intermétallique Cu1Zn1 présenté par le (001).

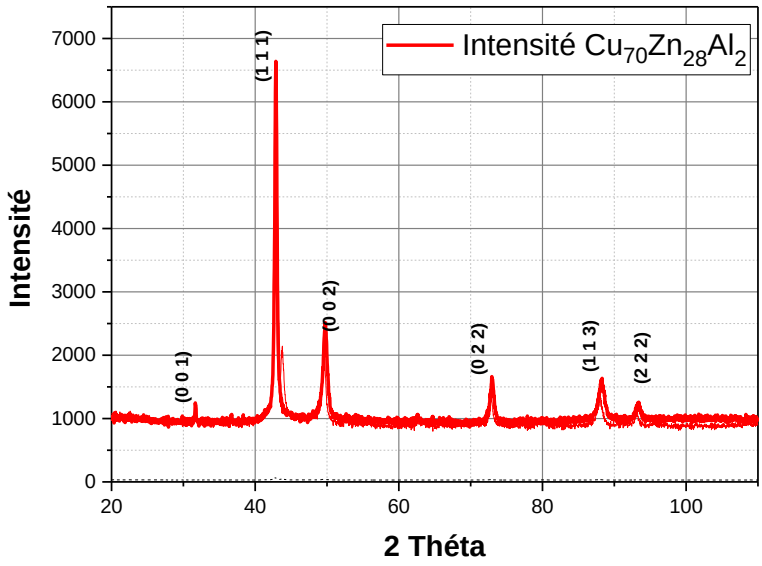


Figure. IV.1. Diffractogramme de l'alliage Cu70Zn28Al2.

La présence d'un pic distinct à 2θ = 31° suggère que l'alliage CuZn forme une phase distincte dans l'alliage global. Cela pourrait indiquer la présence d'une ségrégation de phase ou d'une microstructure hétérogène dans l'alliage.

Sur la figure IV.2 nous présentons le diffractogramme de l'alliage Cu70Zn26Al4 obtenue avant traitment thermique de trempe. Dans cet alliage on remarque l'absence du pic de la phase intermétallique Cu1Zn1 de l'angle 2θ = 31.14 °, ainsi que la conservation de solubilité de zinc et l'aluminium dans la structure CFC du cuivre.

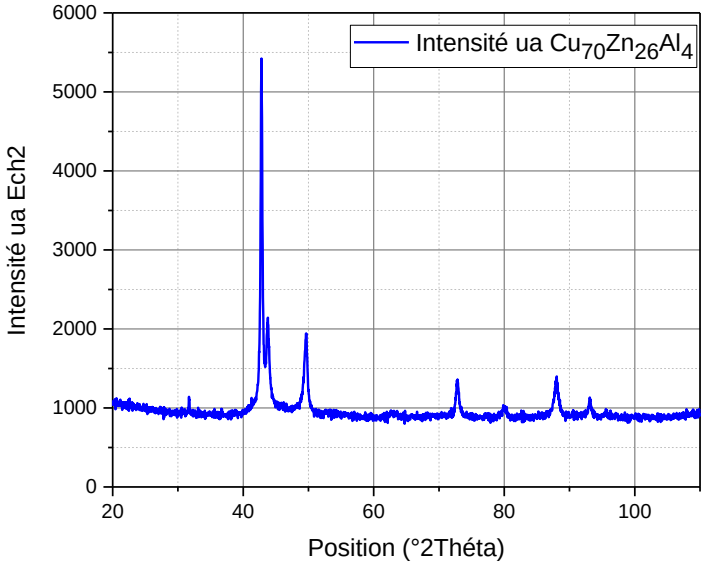


Figure. IV.2. Diffractogramme de l'alliage Cu70Zn26Al4.

Sur la figure IV.3 nous présentons le diffractogramme de l'alliage Cu70Zn24Al6 obtenue avant traitment thermique de trempe.

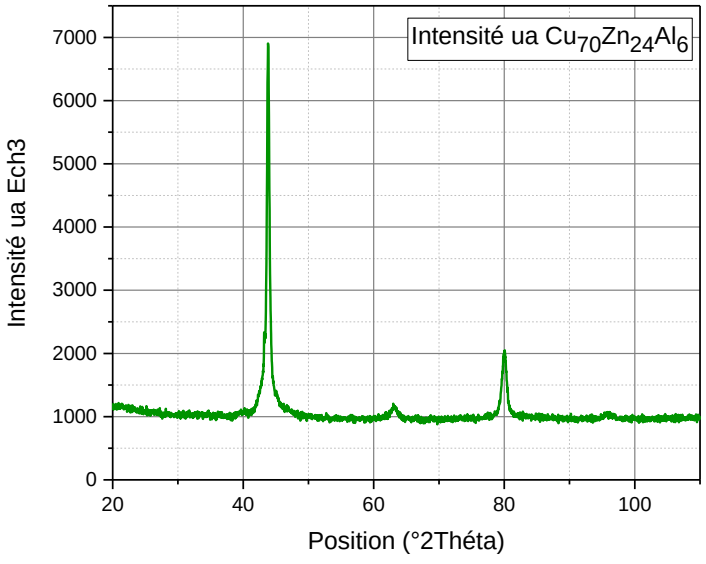


Figure. IV.3. Diffractogramme de l'alliage Cu70Zn24Al6.

Dans cet alliage Le pic à 2θ = 43° est attribué au structure CFC de cuivre. Cela indique la présence de la solution solide de Zn Et Al dans de la phase de cuivre.

Le pic à 2θ = 79,6° est également attribué à la présence de la phase intermétallique Cu1Zn1 en raison de la saturation en aluminium (6%) en masse. Ces résultats indiquent clairement la coexistence de phases à structure cuivre et une phase intermétallique CuZn dans le troisième alliage Cu70Zn24Al6.

Sur la figure IV.4 nous présentons le diffractogramme de l'alliage Cu72Zn26Al2 obtenue avant traitment thermique de trempe.

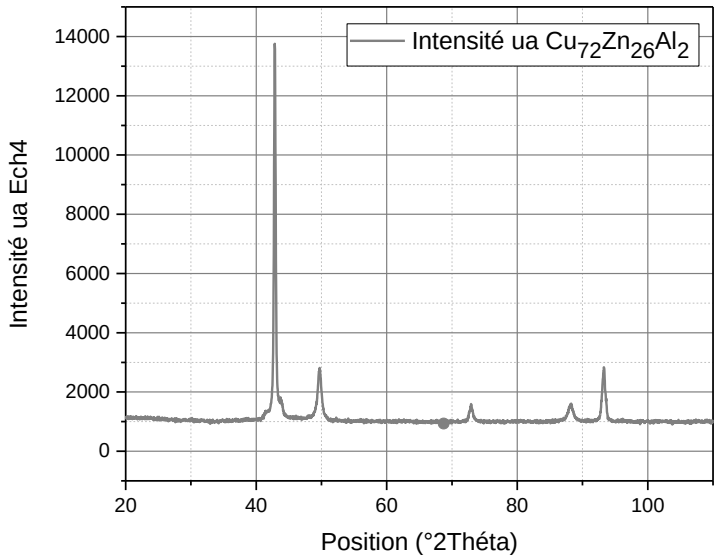


Figure. IV.4. Diffractogramme de l'alliage Cu72Zn26Al2.

Le quatrième alliage, Cu72Zn26Al2, présente une structure similaire à celle du deuxième alliage.

Sur la figure IV.5 nous présentons le diffractogramme de l'alliage Cu68Zn26Al6 obtenue avant traitment thermique de trempe.

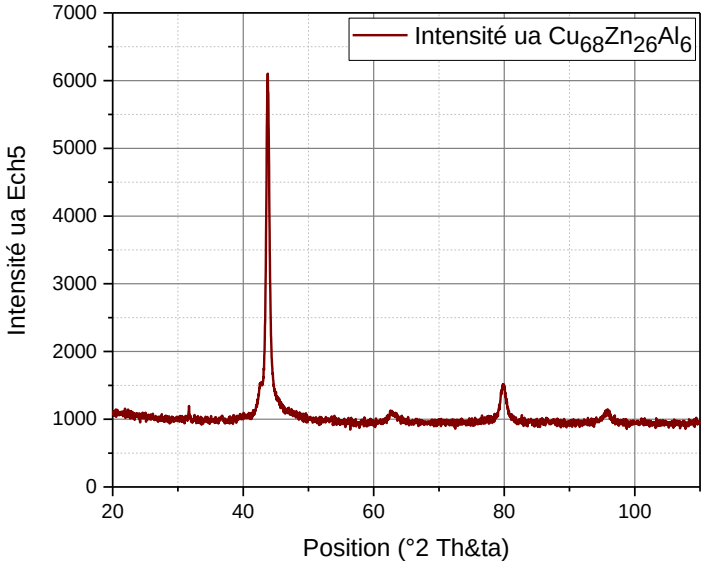


Figure. IV.5. Diffractogramme de l'alliageCu68Zn26Al26.

Le quatrième alliage, Cu72Zn26Al2, présente une structure similaire à celle du troisième alliage.

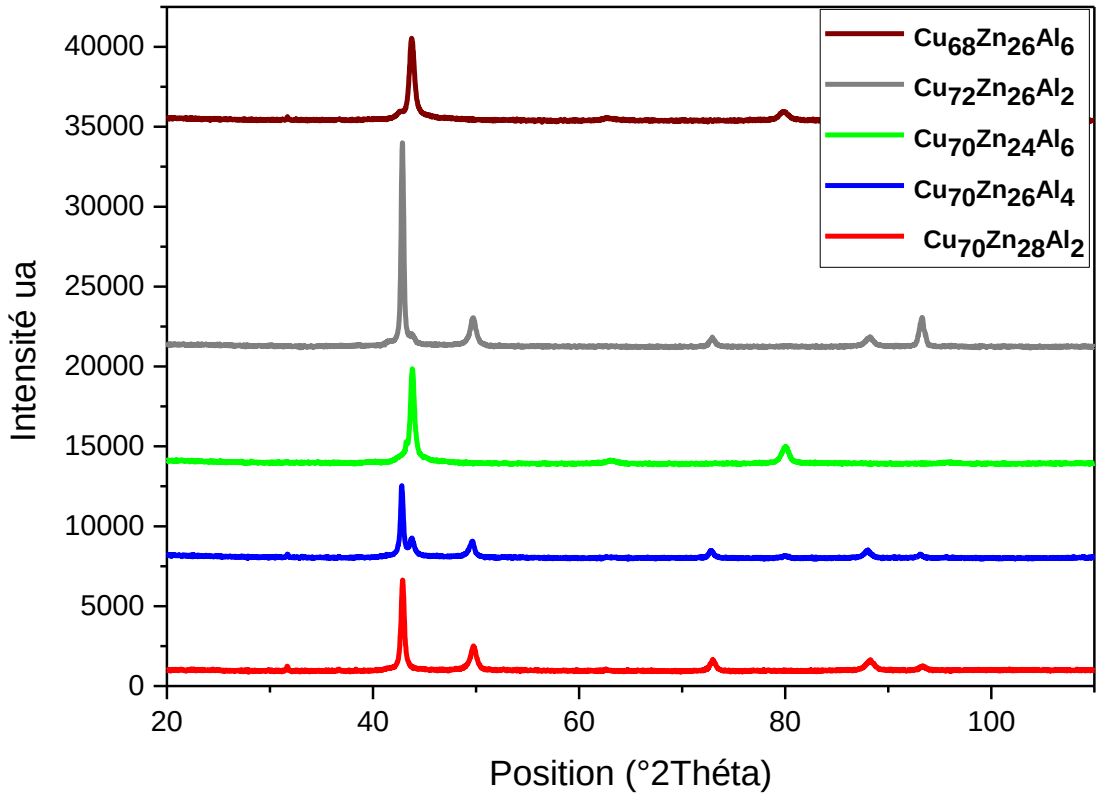


Figure. IV.6 Diffractogramme des l'alliages

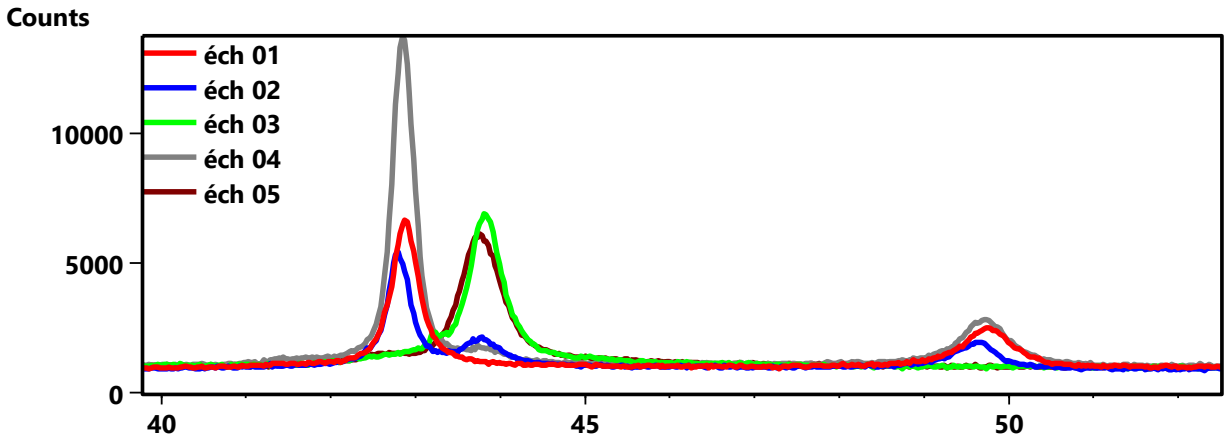


Figure. IV.7 Diffractogramme des l'alliages

:

Dans les figures IV 6 et IV 7, en se basant sur les résultats de diffraction des rayons X (DRX) fournis pour les cinq alliages à mémoire de forme CuZnAl, voici une comparaison finale basée sur les informations disponibles qui met en évidence l'élargissement des pics du cuivre en raison de la solubilité des éléments d'alliage dans le cuivre. Dans le troisième et le cinquième alliages, on observe clairement un décalage du pic à l'angle 2θ = 43°, ainsi que l'absence totale du pic à l'angle 2θ = 50°, ce qui correspond au taux majeur de 6% d'aluminium.

IV 4 Traitement des diffractogrammes

Le traitement des diffractogrammes a été effectué avec le logiciel High Score. Les principaux paramètres d'ajustement obtenus par ce logiciel sont les positions angulaires des pics ainsi que leur largeur à mi-hauteur. Ces paramètres sont ensuite utilisés pour déterminer le paramètre de maille, la taille des grains et le taux de microdistorsions.

Tableau: les résultats de paramétre de maille et la taille des grains et la microdéformation

Alliage CuZnAl	Paramètre de maille a nm	Taille des grains nm	Microdéformation %
Ech 1	0.2983	21.6	0.49
Ech2	0.2988	27.7	0.38
Ech3	0.2928	21.4	0.48
Ech4	0.2984	33.7	0.31
Ech5	0.2924	12.1	0.85

IV-4.1 Evolution du paramètre de maille en fonction du taux de Mg :

Le paramètre de maille, a (nm), a été calculé en considérant tous les pics α-du cuivre dans les spectres de diffraction. La figure IV-8 illustre l'évolution de a en fonction du type d'alliage élaboré. Comme le démontre cette figure, le paramètre a diminue de manière monotone pour le troisième et le cinquième alliage, atteignant des valeurs minimales. En effet, sa valeur diminue à (0,2928) nm et (0,2924) nm en raison de la présence majeure d'aluminium.

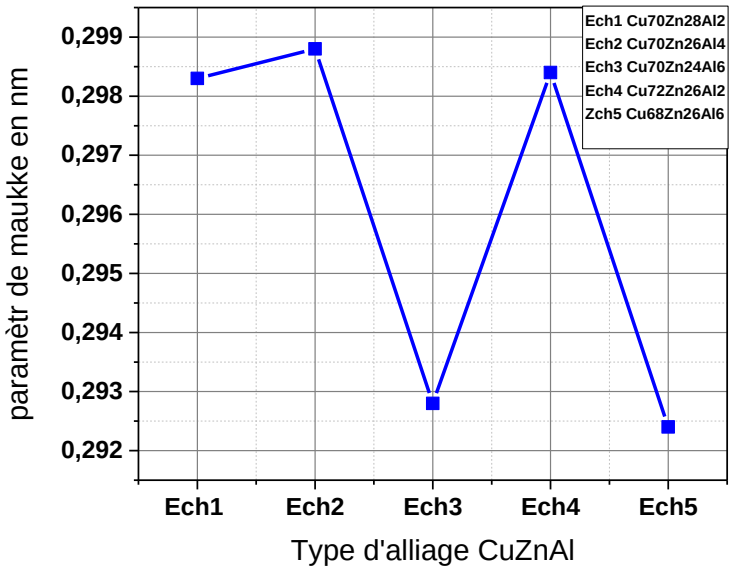


Figure IV-8 Evolution des paramètres de maille des alliages CuZnAl.

IV-4.2 +Détermination de la taille des grains et taux de microdistorsions en fonction

A partir des spectres de diffraction des rayons X simulés et après l'élimination de la contribution de la raie Kα2 aux pics de diffraction en utilisant un logiciel dit X'Pert High Score [], nous avons calculé <co> (%) en jointement la taille moyenne des grains, <D (nm)>, et le taux moyen des microdistorsions, <ε> en utilisant la méthode de Williamson Hall []. (voir chapitre II). Cette méthode consiste à tracer l'évolution de :

$\beta^*_L = \frac{\beta \cos\theta}{K\lambda}$ en fonction de $d^* = \frac{2\sin\theta}{K\lambda}$ pour tous les pics de diffraction du spectre.

Où

λ: longueur d'onde des rayons X est égale à 1.5406 A°,

θ : Position du pic,

K : représente le facteur de forme qui change avec la géométrie de la cristallite. Pour une forme sphérique, la valeur de K est égale à 0.9.

β : représente la largeur intégrale à mi-hauteur des pics.

Après avoir extrait les valeurs de θ et β à partir du spectre simulé, le diagramme de Williamson Hall a été ploté sur Origine suivi d'un fit linéaire. L'ordonnée obtenue par

extrapolation de la droite à l'origine, correspond à l'inverse de la taille moyenne des cristallites, 1/<D> (nm), alors que la pente représente le taux moyen de microdistorsions < ε > (%).

La contribution instrumentale à la largeur des pics de diffraction égale à 0.015 ° a été retirée des pics de diffraction en faisant une simple différence pour les raies Lorentziennes d'un échantillon de Si polycristallin de référence (voir chapitre II).

Le taux moyen de microdistorsions, <ε > (%), a été calculé en utilisant la formule de la tangente incluse dans le logiciel High Score et qui est donnée par la relation suivante [8]:

$$\langle \varepsilon \rangle = \frac{\beta_G}{(4 \tan \theta)} \quad (\%)$$

Où :

$_G$: contribution de la Gaussienne à la largeur vraie et qui traduit l'effet des microdistorsions.

Sur la figure IV-10, nous avons représenté l'évolution conjointe de la taille moyenne des grains, <D> (nm), en fonction du type d'alliage. Nous remarquons que les deuxième et quatrième alliages présentent de meilleures tailles moyennes des grains, avec des valeurs de 27,7 nm et 33,7 nm respectivement.

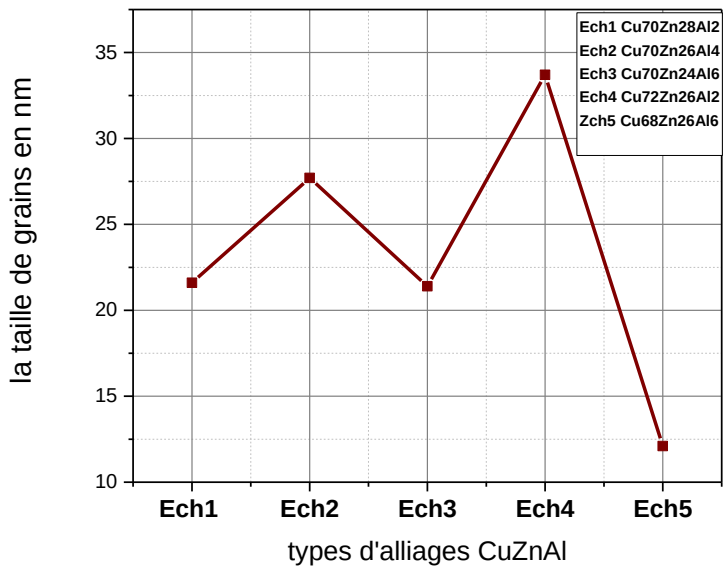


Figure IV.9. Evolution de la taille de grains en fonction de type d'alliage CuZnAl

Par ailleurs, la figure IV-10 montre l'évaluation de la valeur moyenne des microdistorsions <ε(%)> en fonction du pourcentage de type de l'alliage, dans cette figure on remarque la diminution de la microdéformation minimale pour une valeur de (0.31 %) dans la structure CFC de cuivre.

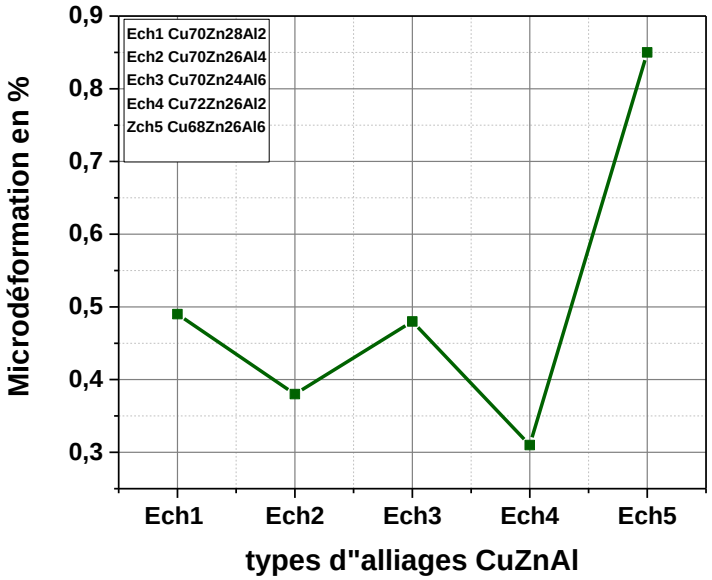
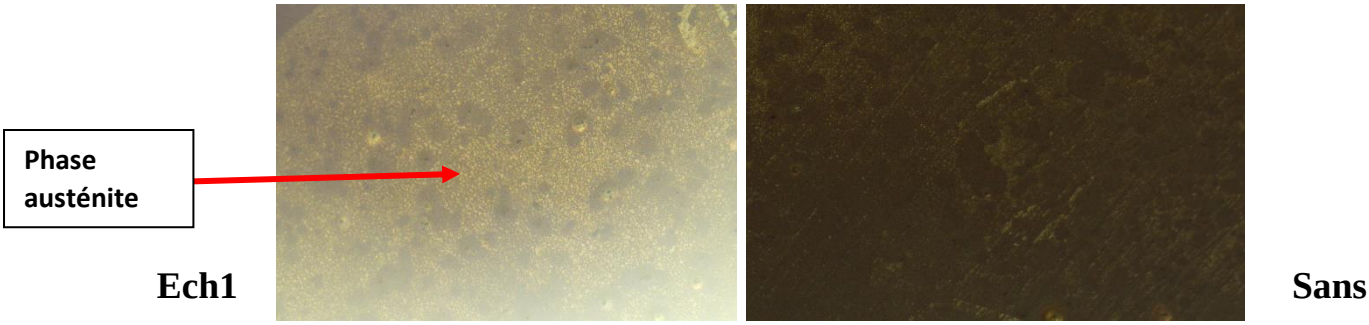


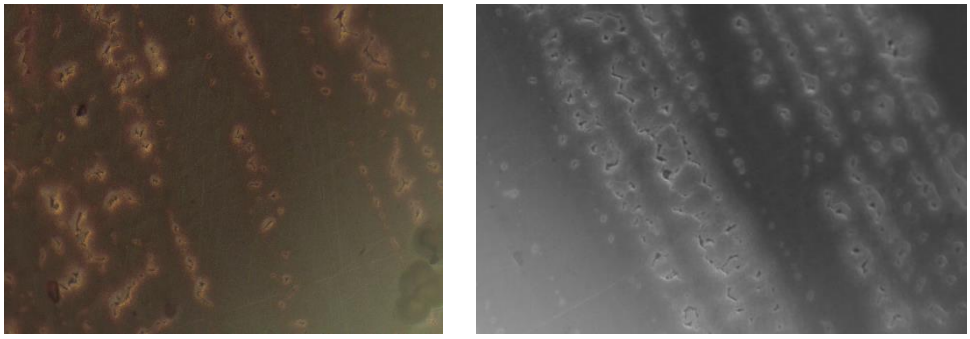
Figure IV.10. Variation de la Microdéformation en fonction de type d'alliage CuZnAl

III.1 IV-5 Étude microstructurale de la structure d'équilibre des alliages CuZnAl

Echantillon 01

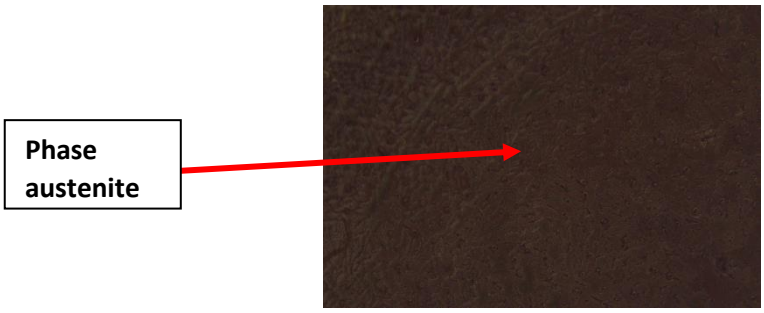


Ech1 Sans traitement Cu70Zn28Al2

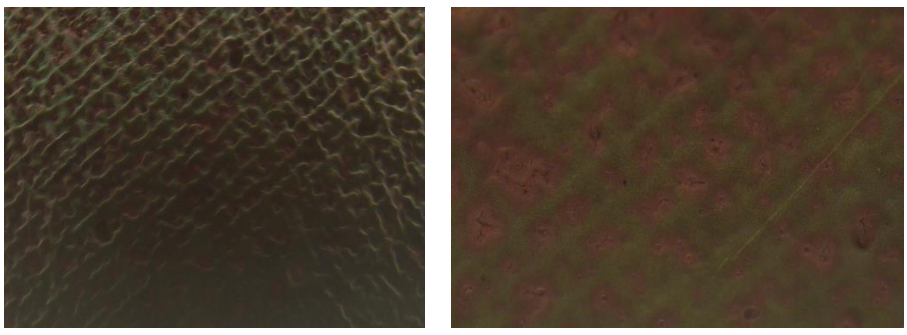


Ech1 après trempe et revenue Cu70Zn28Al2 agr 100

Echantillon 02

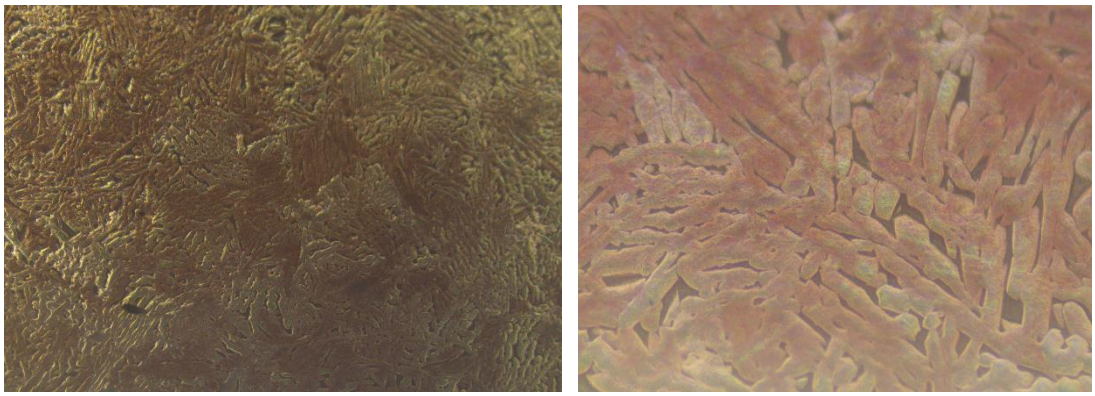


Ech 2 Sans traitement Cu70Zn26Al4 agr 50



Ech 2 avec trempe et revenue Cu70Zn26Al4 agr 100

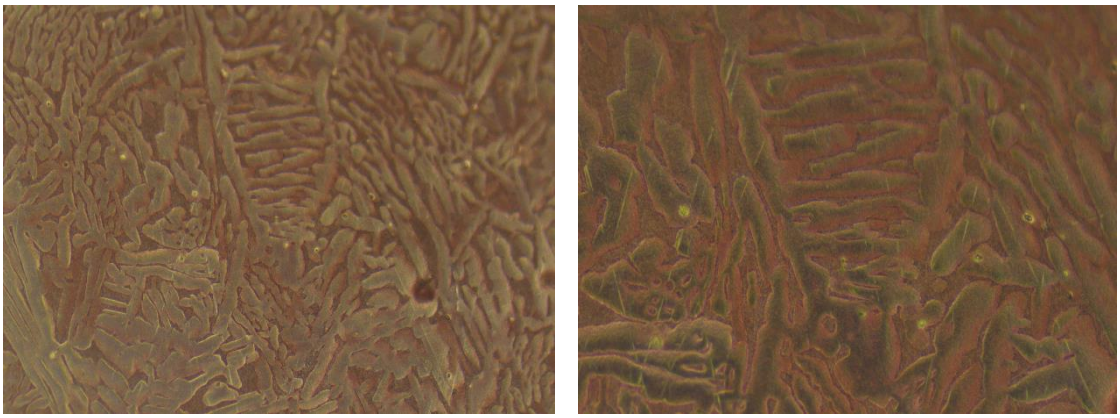
Echantillon 03



Ech 3 Sans traitement Cu70Zn24Al6 agr 200

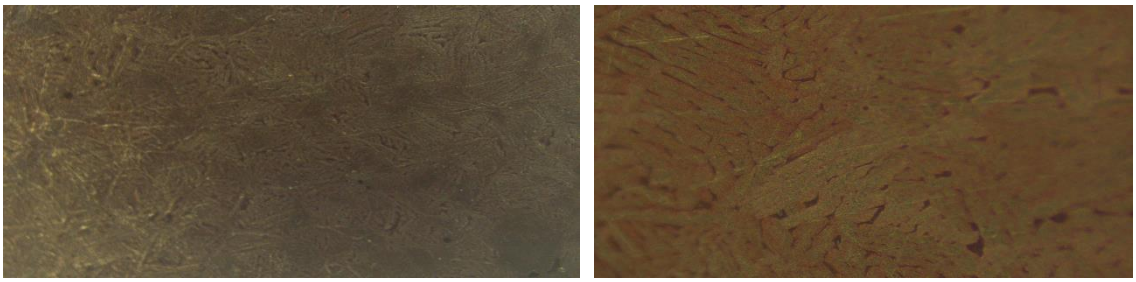
Martensite

Phase (β)



Ech 3 avec trempe et revenue Cu70Zn24Al6 agr 200

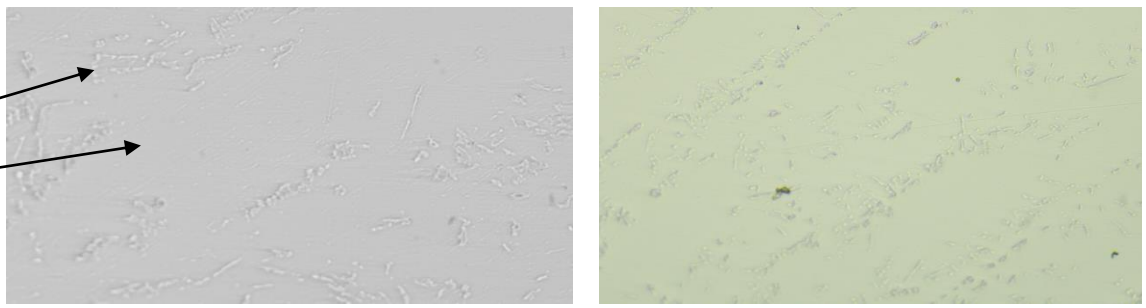
Echantillon 04



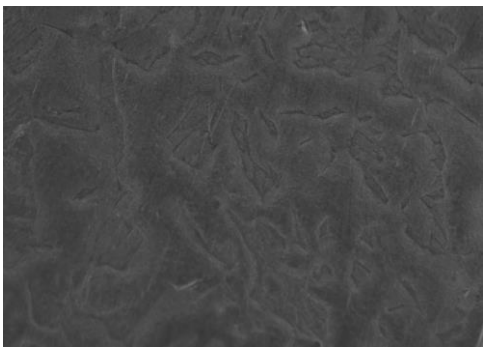
Ech 4 Sans traitement Cu72Zn26Al2 agr 200

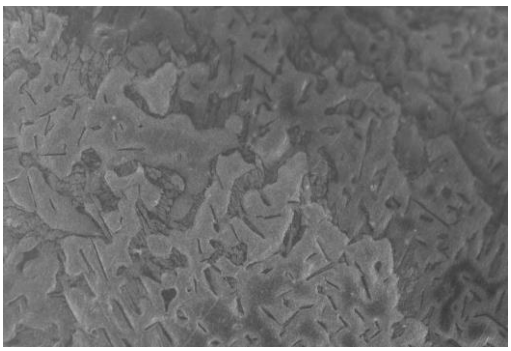
Martensite

Phase (β)

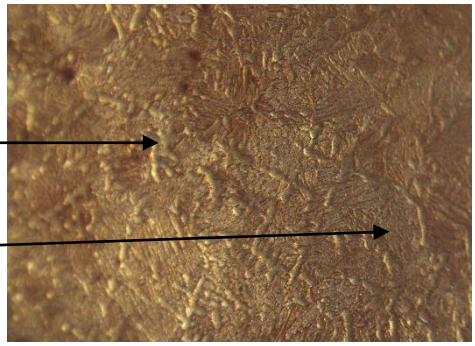


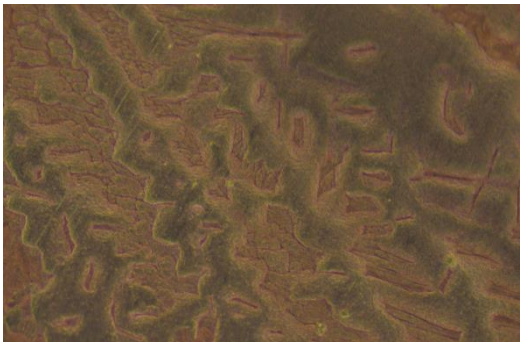
Ech 4 avec trempe et revenue Cu72Zn26Al2 agr 200





Ech 5 Sans traitement Cu68Zn26Al6 agr 100





Ech 5 Sans traitement Cu68Zn26Al6 agr 100

Conclusion general

Conclusion géneral:

Ce travail de mémoire porte sur l'élaboration et la caractérisation des alliages à mémoire de forme à base de cuivre, de zinc et d'aluminium (Cu-Zn-Al).

Les différents types d'alliages Cu-Zn-Al ont été élaborés par fusion classique, suivie de traitements thermiques visant à induire une transformation martensitique. Ensuite, différentes techniques d'analyse telles que la diffraction des rayons X (DRX) et la microscopie optique ont été utilisées pour mettre en évidence les propriétés acquises par cet alliage lors de sa formation.

Les résultats des travaux entamés dans ce sens ont permis les conclusionssuivants :

• En conclusion, l'analyse des résultats de l'observation par microscope et des diffractions des rayons X (DRX) des alliages CuZnAl a permis de déterminer que le quatrième alliage, Cu72Zn26Al2, présente les meilleures propriétés de mémoire de forme parmi les cinq alliages étudiés.

• Il est important de noter que les alliages de type CuZnAl offrent une alternative économiquement avantageuse par rapport aux alliages à base de nickel-titane. Cependant, ils présentent des défis dans leur élaboration en raison de la perte de zinc. Il est crucial de contrôler avec précision la proportion de zinc à l'intérieur de l'alliage pour obtenir les propriétés souhaitées.

• Une solution envisagée pour résoudre le problème de perte de zinc lors du processus d'élaboration consiste à standardiser les conditions d'élaboration et à prendre en compte le pourcentage de perte de zinc. Selon nos études, il a été constaté que le zinc est perdu à hauteur de 5 à 6% de sa masse lors de l'élaboration des alliages CuZnAl. Il est donc recommandé d'ajuster la composition chimique en conséquence avant le processus d'élaboration.

Références bibliographiques

[1] M. Cohen, G.B. Olson, P.C. Clapp
On the classification of displacive phase transformation
Proceedings of the international conference on martensitic transformation
Cambridge – Massachissets (USA), (1979), p1-11

[2] Rapport des alliages à mémoire de forme, actualisation
Centre d'animation régional en matériaux avancés C.A.R.M.A, **(**décembre 2001**)**, (53 P).

[3] G. Guenin
Martensitic transformation and thermomechanical properties
Key engineering materials, Vols. 101-102, (1995), 339-392.

[4] J. DE VOS, L. DELAEY, E. Aernoudt
Theoretical analysis and physical transformation model: a self accommodating groupe of 9R martensitic
L. Metallkunde, Band 69, (1978), p511-517

[5] Wayman C.M., Otsuka K
Shape memory materials ,Cambridge university presse , new ed. (1999),
ISBN-10: 0521663849,ISBN-13: 97805216638

[6] J. Van Humbeeck .,
La transformation martensitique , E. Patoor, M. Berveiller,Technologie des alliages à mémoire de forme , Editions Hermes (1994), ISBN :2-86601-426-X

[7] J. Philibert., A. Vignes ., Y. Bréchet, P. Combrade,
Métallurgie, du minerai au matériau, Edition Masson, (1998), 645-673, ISBN : 2-225-82978-0

[8] G.B. Olson, W .S. Owen
Martensite, ASM International, (février 1992) ,ISBN: 0-87170-434-X

[9] G.B. Olson, M. Cohen
A general mechanism of martensitic transformation Part I.
Met. Trans. A, 17, (1976), 1887.

[10] G. Guenin
Contribution à l'étude de la nucléation des transformations martensitiques thermoélastiques. Cas de l'alliage ternaire Cu-Zn-Al.
Thèse d'Etat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon (France), (1979), 155p.

[11] L. Manosa, A. Planes, D. Rouby, P. Fleischmann, J.L. Macqueron, M. Morin

On the origin of acoustic emission during thermoelastic martensitic transformations
proceedings of the european conference on martensitic transformation in science and technology, Bochum (Allemagne), (1989), 313-318.