

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ CHADLI BENDJEDID - EL TARF



جامعة الشاذلي بن جديد - الطارف

FACULTÉ DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE

MÉMOIRE DE MASTER

DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIÈRE

FILIÈRE : Physique

OPTION : Physique des Matériaux

Thème

*Détermination des paramètres mécaniques des alliages à mémoire
de forme type CuZnAl par ultrasons*

Présenté par :
BOUKHATEM Radia

Dirigé par :
Dr. DEBBOUB Salima

Jury de soutenance :

KHELIFATI Fatma Zahra	Président	MCB	Université - El Tarf
DEBBOUB Salima	Rapporteur	MCB	Université -El Tarf
BOUTARFA Hayette	Examineur	MCB	Université -El Tarf

Année Universitaire : 2022/2023

Dédicace

Je dédie ce travail à :

Mon père et ma mère

Ma sœur Nabila

A la mémoire de mon fiancé « Hamza », qui a été toujours mon appui moral, et qui n'a jamais arrêté de m'encourager et de m'aider dans ma vie et surtout dans mes études.

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

J'exprime toute ma gratitude à Monsieur BENCHIHEUB Mostepha, Professeur à l'Université Badji Mokhtar-Annaba, Directeur du Laboratoire LEAM, pour la possibilité qu'il m'a offert de réaliser ce travail avec le matériel technique du laboratoire.

Je tiens à remercier vivement Madame DEBBOUB Salima, Maître de Conférences, elle m'a fait le très grand plaisir d'accepter de diriger et de suivre ce travail, elle m'a offert l'occasion de découvrir la recherche. Ses encouragements m'ont beaucoup aidé à accomplir ce travail au laboratoire avec toute confiance.

Je remercie Madame KHELIFATI Fatma Zahra, Maître de Conférences, d'avoir accepté de présider le jury de soutenance.

Je remercie également Madame BOUTARFA Hayette, Maître de Conférences, qui m'a fait l'honneur d'avoir accepté de juger ce travail.

Je tiens à remercier chaleureusement Madame CHOUF Saida, Professeur à l'Université Badji Mokhtar-Annaba, pour les discussions fructueuses que nous avons eues ensemble, pour ses commentaires si pertinents. Je suis très reconnaissante pour votre soutien, vos précieux conseils et merci encore pour votre compréhension.

Je tiens à remercier également Monsieur BOUDOUR Amar pour le montage du dispositif expérimental.

J'adresse mes remerciements à Melle. FACI Djihade Nesrine, Doctor en physique, appartenant au laboratoire LEAM pour sa gentillesse et son aide.

J'exprime ma très profonde reconnaissance à mes parents, qui m'ont toujours compris, encouragé et ont eu confiance en moi. Je vous remercie de tout mon cœur.

Résumé

Le travail présenté dans ce mémoire se base sur la caractérisation d'un alliage à mémoire de forme type CuZnAl à 8% d'Al en utilisant une technique acoustique qui est l'échographie ultrasonore. Le dispositif expérimental, qui opère dans une gamme de fréquences comprise entre 20MHz et 50MHz, est destiné à la détermination des vitesses de propagation des ondes acoustiques longitudinales.

L'objectif de notre étude est de montrer l'influence des différents traitements thermiques que subit l'alliage sur les paramètres élastiques, à savoir le module de Young E et le module de cisaillement G qui sont reliés aux vitesses longitudinales et transversales des ondes ultrasonores par des relations théoriques.

En effet, les traitements thermiques modifient la structure cristalline de l'alliage à haute et à basse température. Certains traitements provoquent la transformation martensitique qui se manifeste par l'apparition de plusieurs variantes auto-accommodantes, une micro caractérisation optique a été faite afin de montrer les différentes microstructures de l'alliage à l'état martensitique.

Une caractérisation thermique par la méthode de calorimétrie différentielle à balayage apporte de multiples informations sur le comportement de l'alliage soumis à un cycle thermique.

Mots-clés : Module de Young, module de cisaillement, ondes ultrasonores, vitesses longitudinales, vitesses transversales, contrôle non destructif par ultrasons, transformation martensitique, alliage à mémoire de forme.

Abstract

This work is dedicated to the characterization of CuZnAl shape memory alloy with 8% Al using an acoustic technique by means of ultrasonic echography. The experimental device operates in a frequency range from 20MHz to 50MHz to compute the propagation speeds of longitudinal acoustic waves.

The main goal is to show the influence of various heat treatments that are undergone by the alloy on the elastic parameters such as Young's modulus E and the shear modulus G which are linked up to the longitudinal and transverse velocities of the ultrasonic waves with theoretical relations.

In fact, heat treatments changes both the crystalline structure of the alloy at high and low temperature. Some processing lead to martensitic change that yield the appearance of several self-accommodating variants, then, an optical micro characterization is achieved to focus different microstructures of the alloy in the martensitic state.

A thermal characterization by differential scanning calorimetry provides different data on the alloy behavior that submits a thermal cycle.

Key words : Young's modulus, shear modulus, ultrasonic waves, longitudinal velocities, transverse velocities, non-destructive ultrasonic testing, martensitic transformation, shape memory alloy.

ملخص

يعتمد هذا العمل على إيجاد الخصائص لسبيكة ذاكرة الشكل من نوع نحاس-زنك-المنيوم بنسبة 8 % من الألومنيوم باستخدام تقنية صوتية تسمى تخطيط الصدى للموجات فوق الصوتية. صمم الجهاز التجريبي الذي يعمل في نطاق تردد عال مابين 20ميغاهرتز و50 ميغاهرتز لتحديد سرعات إنتشار الموجات الصوتية الطولية. الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير المعالجات الحرارية المختلفة التي تخضع لها السبيكة على ثوابت المرونة، نخص بالذكر معامل يونغ ومعامل القص اللذان يرتبطان بواسطة علاقات نظرية مع السرعات الطولية والعرضية للموجات فوق الصوتية. في الواقع تقوم المعالجات الحرارية بتغيير البنية البلورية للسبيكة عند درجات الحرارة المرتفعة و المنخفضة، يتسبب البعض منها في إجراء تحول مارتنسيطي بلستعمال المجهر الضوئي يمكن رؤية البنية المجهرية للعينة وهي في حالة مارتنسييت بحيث نشاهد أيضا ظهور صفائح طولية ذات تكيف ذاتي. تعتبر طريقة المسح الحراري التفاضلي من أهم الطرق التي تسمح بإعطاء عدة معلومات حول مدى تجاوب السبيكة مع فعل الحرارة بحيث أن السبيكة تتعرض إلى دورة حرارية تشمل عملية تسخين ثم تبريد.

الكلمات الدالة : معامل يونغ، معامل القص، الموجات فوق الصوتية، السرعات الطولية، السرعات العرضية، تقنية مراقبة غير مدمرة باستخدام الموجات فوق الصوتية، تحول مارتنسيطي، سبيكة ذاكرة الشكل.

Table des matières

Liste des symboles	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale.....	1

Chapitre I. L'élasticité dans les milieux isotropes

I.1. Lois de comportement élastique.....	4
I.1.1. Tenseur des contraintes.....	4
I.1.2. Tenseur des déformations.....	5
I.1.3. Tenseur d'élasticité.....	6
I.1.3.1. Tenseur élastique d'un milieu isotrope.....	6
I.1.3.2. Modules élastiques.....	8
I.2. Elasticité dynamique.....	9
I.2.1. Ondes longitudinales.....	9
I.2.2. Ondes transversales.....	10

Chapitre II. Techniques de caractérisation de l'AMF

II.1. CND par ultrasons.....	13
II.1.1. Description du dispositif expérimental.....	14
II.1.2. Principe de l'échographie ultrasonore.....	16
II.1.2.1. Précautions de réglage de la hauteur de la colonne d'eau.....	16
II.1.2.2. Détection des signaux échographiques.....	17
II.1.3. Autres utilisations de la technique échographie ultrasonore.....	19
II.2. Caractérisation thermique.....	19
II.2.1. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	19
II.3. Conclusion.....	20

Chapitre III. Effet mémoire et paramètres élastiques du CuZnAl

III.1. Effet mémoire de forme.....	22
III.1.1. Transformation martensitique.....	22
III.1.1.1. Aspect thermodynamique de la transformation.....	23

III.1.1.2. Aspect cristallographique de la transformation.....	24
III.1.1.3. Aspect macroscopique de la transformation.....	24
III.1.2. Principales propriétés thermomécaniques des AMF.....	25
III.1.2.1. Effet mémoire simple sens.....	25
III.1.2.2. Effet mémoire double sens.....	25
III.1.2.3. La superélasticité.....	26
III.1.3. Alliage CuZnAl.....	27
III.1.3.1. Différentes Phases du diagramme d'équilibre.....	28
III.1.3.2. Phases martensitiques de l'alliage CuZnAl.....	28
III.1.3.3. Propriétés liées à la transformation martensitique de l'alliage CuZnAl.....	29
III.2. Résultats expérimentaux.....	29
III.2.1. Paramètres élastiques d'un échantillon non traité.....	29
III.2.2. Influence des traitements thermiques sur l'alliage.....	31
III.2.2.1. Paramètres élastiques d'un échantillon traité.....	32
III.2.2.2. Caractérisation microstructurale optique d'un échantillon traité.....	33
III.2.2.3. Caractérisation thermique par DSC d'un échantillon traité.....	34
III.3. Applications de l'alliage CuZnAl.....	35
III.4. Conclusion.....	36
Conclusion générale et perspectives.....	37
Références bibliographiques.....	38

Liste des symboles

Symbole	Signification
σ	Contrainte
τ	Contrainte de cisaillement
ε	Déformation
$\vec{T}$	Vecteur contrainte
$\bar{\sigma}$	Tenseur des contraintes
$\vec{u}$	Vecteur déplacement
$\bar{\varepsilon}$	Tenseur de déformation
λ	Coefficient de Lamé
μ	Coefficient de Lamé
E	Module de Young
G	Module de cisaillement
γ	Déformation de distorsion
ν	Coefficient de Poisson
V_L	Vitesse des ondes longitudinales
V_T	Vitesse des ondes transversales
e	Epaisseur
V	Vitesse de propagation de l'onde
Δt	Temps de parcours de l'onde
Z	Impédance acoustique
ρ	Masse volumique du milieu
A_i	Amplitude du déplacement particulaire de l'onde incidente
A_r	Amplitude des ondes réfléchies
A_t	Amplitude des ondes transmises
r	Coefficient de réflexion en amplitude
t	Coefficient de transmission en amplitude
Z_0	Distance entre le capteur et le substrat
Z_1	Distance entre l'échantillon et le capteur
M_s	Martensite start
M_f	Martensite finish
A_s	Austenite start

A_f	Austenite finish
σ_c	Contrainte critique

Liste des abréviations

AMF	Alliage à mémoire de forme
CND	Contrôle non destructif
US	Ultrasons
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry)

Liste des figures

Chapitre I

	Titre	N° de page
Figure 1.1	Propagation de l'onde longitudinale dans un solide	09
Figure 1.2	Propagation de l'onde transversale dans un solide	10

Chapitre II

	Titre	N° de page
Figure 2.1	Appareillage utilisé pour mesurer le temps de parcours de l'onde ultrasonore traversant l'échantillon	14
Figure 2.2	Transducteur ultrasonore (OLYMPUS PANAMETRICS NDT, 20MHz)	15
Figure 2.3	Générateur d'impulsions hautes fréquences (OLYMPUS 5073PR, pulser-receveir)	15
Figure 2.4	Oscilloscope (AGILENT DSO 1102B, 100MHz)	16
Figure 2.5	Principe de l'échographie ultrasonore	18
Figure 2.6	Changement d'indice acoustique	18
Figure 2.7	Schéma montrant la détermination de l'épaisseur de l'échantillon	19
Figure 2.8	DSC SETARAM 131Evo	20

Chapitre III

	Titre	N° de page
Figure 3.1	Paramètres caractérisant l'évolution de la transformation martensitique	24
Figure 3.2	Effet mémoire de forme simple sens	25
Figure 3.3	Effet mémoire double sens (assisté par la contrainte)	26
Figure 3.4	Déformation superélastique	27
Figure 3.5	Coupes de diagrammes d'équilibre ternaires du CuZnAl pour différents taux d'Al	28

Figure 3.6	Echantillons de CuZnAl à l'état brut	29
Figure 3.7	Polisseuse	30
Figure 3.8	Echantillon de CuZnAl après le polissage	30
Figure 3.9	Signal des échos a. l'échantillon CuZnAl non traité est à l'état brut b. l'échantillon CuZnAl non traité est poli	30
Figure 3.10	Fours utilisés pour le recuit	32
Figure 3.11	Echantillon ayant subi un revenu à 100°C	32
Figure 3.12	Signaux échographiques obtenus pour les différents traitements thermiques a. traitement thermique 1 b. traitement thermique 2 c. traitement thermique 3	32
Figure 3.13	Microscope optique ZEISS	33
Figure 3.14	Micrographies optiques montrant la microstructure de l'alliage CuZnAl (après traitement thermique 2)	33
Figure 3.15	Micrographies optiques montrant la microstructure de l'alliage CuZnAl (après traitement thermique 3)	34
Figure 3.16	Diagramme DSC de l'échantillon à l'état de stabilisation	34
Figure 3.17	Diagramme DSC de l'échantillon après déblocage de la structure	34

Liste des tableaux

Tableau 1	Paramètres élastiques de l'échantillon CuZnAl non traité.....	30
Tableau 2	Paramètres élastiques de l'échantillon CuZnAl pour les différents traitements thermiques.....	33

Introduction générale

Le présent travail a été réalisé au **Laboratoire d'Elaboration et d'Analyse des Matériaux (LEAM) du département de Physique, Université Badji Mokhtar-Annaba.**

On s'intéresse aux alliages à mémoire de forme (AMF) à base de cuivre type cuivre-zinc-aluminium (CuZnAl). Le but de ce travail est de caractériser cet alliage ternaire à 8% d'Al en poids, en utilisant trois méthodes :

- Une méthode de contrôle non destructif (CND)
- Une méthode de caractérisation microstructurale
- Une méthode de caractérisation thermique

Le CND regroupe un ensemble de méthodes qui ont pour but général de contrôler un matériau sans l'endommager soit au cours de la production, soit en cours d'utilisation, soit au cours de la maintenance. On peut les classer selon les phénomènes physiques mis en jeu [1]:

- acoustiques (ultrasons, émission acoustique)
- rayonnements (visuel, radiographie RX, gammagraphie γ , tomographie, neutronographie, thermographie infrarouge)
- flux de matière (ressuage, étanchéité)
- champs électromagnétiques (magnétoscopie, courants de Foucault).

L'exploitation de cette technique sert à chercher plutôt certaines caractéristiques globales du matériau, tels que les réponses élastiques, l'état de contrainte, l'homogénéité, ou des paramètres géométriques telles que l'épaisseur de la pièce, ou d'une couche superficielle [1].

Le contrôle par ultrasons (US) est très souvent utilisé car il présente des avantages intrinsèques certains comme, par exemple, la facilité de mise en œuvre, la non accessibilité obligatoire aux deux faces d'une pièce, la bonne adaptation aux orientations naturelles de la plupart des défauts, la durée d'obtention des résultats, la grande utilisation sur la plus part des matériaux. Mais il a aussi des inconvénients majeurs, comme la nécessité de coupler le transducteur à la pièce, ou la très grande sensibilité de la propagation des ultrasons aux degrés d'hétérogénéité ou d'anisotropie du matériau, la difficulté de déceler les défauts parallèles aux ondes ultrasonores [1].

Le CND qui regroupe des procédés et techniques permettant d'assurer la conformité et l'intégrité d'un matériau sans avoir à le détruire ou à l'altérer, est appliqué dans la quasi-totalité des secteurs industriels. En particulier : l'aéronautique, l'aérospatiale, l'industrie pétrolière, l'industrie navale, le ferroviaire, le nucléaire, l'industrie de l'énergie, l'industrie automobile, la sidérurgie, la fonderie, chaudronnerie, etc.

La technique de CND par ultrasons existant au laboratoire LEAM est dénommée échographie ultrasonore, elle permet de visualiser sur un écran les échos provenant des faces avant et arrière de l'échantillon lors de la propagation d'une vibration de très haute fréquence et de très courte durée dans le matériau étudié. C'est une méthode permettant de déterminer les paramètres mécaniques élastiques d'un échantillon de l'alliage.

Le contenu de ce mémoire inclut trois parties essentielles :

Le premier chapitre porte sur une synthèse bibliographique sur l'élasticité dans les milieux isotropes et homogènes, nous abordons l'étude de la propagation des ondes acoustiques dans un matériau, et nous décrivons les relations théoriques entre les vitesses des ondes ultrasonores (longitudinales et transversales) et les paramètres mécaniques élastiques E et G .

Le deuxième chapitre expose les différentes techniques expérimentales mis en jeu pour étudier cet alliage, nous présentons d'abord la technique CND par ultrasons et l'appareillage nécessaire à la mise en œuvre de l'expérimentation. Ensuite, nous nous intéressons à la description de la méthode calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

Le troisième chapitre est scindé en deux parties. Dans un premier temps, nous présentons les propriétés thermomécaniques spécifiques aux AMF, l'effet mémoire de forme repose sur une transformation structurale de type martensitique réversible. Nous donnons un aperçu succinct sur les propriétés de l'alliage CuZnAl et ses principales applications. Dans un second temps, nous présentons l'ensemble des résultats acquis quant à la détermination des paramètres élastiques qui dépendent de différents traitements thermiques que subit un échantillon de cet alliage.

Une caractérisation microstructurale optique permet d'obtenir des micrographies optiques montrant les différentes microstructures de l'échantillon à l'état martensitique.

Une caractérisation thermique par DSC a été faite pour étudier le comportement de l'alliage soumis à un cycle thermique.

Chapitre I

L'élasticité dans les milieux isotropes

Ce chapitre comporte deux parties, la première est consacrée à la définition des concepts de base de la mécanique des milieux continus (notions de tenseurs de contrainte et de déformation) ainsi que sur l'étude du comportement élastique des matériaux isotropes dans le cadre des petites déformations. Les constantes mécaniques élastiques E et G des solides s'expriment en fonction des coefficients de Lamé. Ces derniers sont les composantes d'un tenseur d'élasticité de rang quatre. Pour cela, on admet qu'une fois le solide est déformé, tous les points resteront au repos et le déplacement de chaque point ne dépend que de ses coordonnées initiales.

Dans la deuxième partie, un principe de mesure dynamique repose sur la détermination des modules élastiques à partir des vitesses longitudinales et transversales de propagation des ondes élastiques dans les milieux isotropes. Dans ce cas, on suppose que le milieu, traversé par un ébranlement, est localement en mouvement; le déplacement de chaque point varie au cours du temps.

1.1. Lois de comportement élastique

1.1.1. Tenseur des contraintes

Des actions extérieures sont nécessaires pour déformer un solide. Des forces peuvent être exercées sur sa surface, par contact mécanique, ou en son cœur par un champ [2]. La déformation fait apparaître des forces internes dont l'origine se situe à l'échelle atomique. Ce sont les liaisons atomiques distendues (ou comprimées) qui exercent des forces de rappel qui tendent à ramener les atomes à leur position d'équilibre et le corps dans son état initial.

Les forces de rappel sont des forces à courte portée qui ne se transmettent qu'à leur environnement immédiat.

Il en résulte que les forces exercées sur une partie du corps par les parties environnantes agissent directement sur sa surface. Les forces internes sont des forces surfaciques, des actions de contact [3].

Le vecteur contrainte $\vec{T}$ représente, au point M du milieu, la densité surfacique de force sur la facette d'orientation $\vec{l}$, il dépend de l'orientation de l'élément de surface.

$$T_i(\vec{l}) = T_{ik} l_k \quad (1.1)$$

$T_i(\vec{l})$ et l_k sont les composantes des vecteurs $\vec{T}(\vec{l})$ et $\vec{l}$.

La relation physique $\vec{T}(M, \vec{l}) = \bar{\sigma} \vec{l}$ est indépendante du repère choisi pour décrire les vecteurs. Dans un repère orthonormé, le tenseur de contrainte sera représenté par une matrice de composantes $\sigma_{ij} = \frac{F_i}{S_j}$. Le tenseur des contraintes $\bar{\sigma}$ caractérise, au point M, l'état de contrainte [4].

$$\bar{\sigma}(M) = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix}$$

En réalité, dans un repère local, les composantes non nulles du vecteur contrainte $\vec{T}$ sont sa composante normale et sa composante tangentielle. La composante normale, selon $\vec{l}$, est appelée contrainte normale (notée σ), son signe est positif dans le cas de la traction et négatif dans le cas de la compression. L'autre composante, située dans un plan perpendiculaire à $\vec{l}$, est appelée contrainte de cisaillement (notée τ).

Autrement dit, l'état mécanique local au point M sera donc déterminé si l'on connaît en ce point les composantes σ et τ de tous les vecteurs contraintes associés à toutes les facettes d'orientation $\vec{l}$ possibles passant par ce point [3].

Il est à noter que le tenseur des contraintes doit être symétrique $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$ [5] :

Les composantes de $\bar{\sigma}$ forment deux groupes distincts :

- Les composantes normales : ce sont les composantes de la diagonale principale σ_{ij} avec $i = j$, elles sont dirigées selon les normales aux facettes et leurs signes peuvent être positifs ou négatifs.
- Les composantes tangentielles (cisaillement) : ce sont les composantes hors diagonale σ_{ij} avec $i \neq j$, contenues dans le plan des facettes [3].

I.1.2. Tenseur des déformations

Sous l'action des forces extérieures appliquées, tous les points du solide, de forme quelconque, se déplacent. Il en résulte des variations angulaires en plus des variations de longueur que l'on appelle déformations qui caractérisent le changement de forme local en tout point du matériau.

Le champ de déplacement $\vec{u}$ induit par la transformation géométrique qui définit le passage de l'état initial non déformé à l'état final déformé, est défini par $\vec{u} = \vec{x}' - \vec{x}$.

$\vec{x}$: vecteur position du point matériel M du milieu non déformé.

$\vec{x}'$: vecteur position du milieu déformé.

$$(\vec{dx}')^2 - (\vec{dx})^2 = \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} + \frac{\partial u_k}{\partial x_i} \frac{\partial u_k}{\partial x_j} \right) dx_i dx_j = 2\varepsilon_{ij} dx_i dx_j$$

Dans le cadre de la théorie des petites déformations où la variation relative des distances dans le solide est faible ($\frac{\partial u_i}{\partial x_j} \ll 1$), les composantes du tenseur des déformations se réduisent à :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (1.2)$$

Les neuf quantités ε_{ij} forment un tenseur des déformations de rang deux.

Donc, l'état de déformation en un point M est décrit par le tenseur $\bar{\varepsilon}(M)$, seules six composantes sont indépendantes car le tenseur est symétrique ($\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$).

$$\bar{\varepsilon}(M) = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} & \varepsilon_{23} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}$$

Les termes ε_{ij} ($i \neq j$), qui font intervenir des déplacements du_j , perpendiculaires à l'élément dx_i , correspondent à un mouvement de cisaillement [4].

I.1.3. Tenseur d'élasticité

La capacité d'un corps à résister à la déformation lorsqu'une contrainte externe est appliquée est appelée rigidité. Le corps déformé est élastique si a une capacité à reprendre sa forme initiale lorsque la contrainte n'est plus exercée. Ce retour à l'état initial est l'œuvre des contraintes internes.

Dans un corps élastique isotrope, les contraintes et les déformations sont liées par une relation qui est la loi de comportement. L'expérience montre que le comportement élastique de la plupart des substances est décrit correctement, dans l'hypothèse des petites déformations, par le terme du premier ordre du développement de Taylor de la relation [4] :

$$T_{ij}(\varepsilon_{kl}) = T_{ij}(0) + \left(\frac{\partial T_{ij}}{\partial \varepsilon_{kl}} \right)_{\varepsilon_{kl}=0} \varepsilon_{kl} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial^2 T_{ij}}{\partial \varepsilon_{kl} \partial \varepsilon_{mn}} \right)_{\substack{\varepsilon_{kl}=0 \\ \varepsilon_{mn}=0}} \varepsilon_{kl} \varepsilon_{mn} + \dots \quad (1.3)$$

Comme $T_{ij}(0) = 0$, soit :

$$T_{ij} = c_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (1.4)$$

C'est la loi de Hooke, elle établit la proportionnalité entre contraintes et déformations. En posant :

$$c_{ijkl} = \left(\frac{\partial T_{ij}}{\partial \varepsilon_{kl}} \right)_{\varepsilon_{kl}=0} \quad (1.5)$$

Les tenseurs T_{ij} et ε_{kl} étant symétriques, les constantes élastiques définies par la relation 1.5 ne changent pas lors d'une permutation des deux premiers ou des deux derniers indices :

$$c_{ijkl} = c_{jikl} \text{ et } c_{ijkl} = c_{ijlk} \quad (1.6)$$

Les modules élastiques indépendants sont repérés par seulement deux indices α et β , chaque indice varie de 1 à 6.

$c_{\alpha\beta} = c_{ijkl}$ avec $\alpha \leftrightarrow (ij)$ et $\beta \leftrightarrow (kl)$

La loi de Hooke s'écrit, en notation matricielle, sous la forme :

$$T_{\alpha} = c_{\alpha\beta} \varepsilon_{\beta} \quad (1.7)$$

I.1.3.1. Tenseur élastique d'un milieu isotrope

Les propriétés mécaniques d'un solide isotrope, qui possède le plus haut degré de symétrie, sont entièrement décrites par deux coefficients. Elles sont indépendantes du choix des axes

orthonormés. En conséquence, le tenseur élastique c_{ijkl} est invariant dans tous les changements d'axes de référence et peut se présenter sous la forme [4]:

$$c_{ijkl} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu_1 \delta_{ik} \delta_{jl} + \mu_2 \delta_{il} \delta_{jk}$$

λ , μ_1 et μ_2 sont des constantes.

$\delta_{ij} \delta_{kl}$, $\delta_{ik} \delta_{jl}$, $\delta_{il} \delta_{jk}$ sont trois combinaisons distinctes contenant les quatre indices $ijkl$.

δ_{ij} est un tenseur unité.

De plus, $\mu_1 = \mu_2 = \mu$ car $c_{ijkl} = c_{jikl}$. La symétrie est satisfaite si :

$$c_{ijkl} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad (1.8)$$

Cette expression donne les propriétés mécaniques d'un milieu isotrope, elles sont définies par deux constantes indépendantes λ et μ qui s'appellent les coefficients de Lamé.

Or (ij) et (kl) prennent les valeurs de 1 à 6, les composantes du tenseur élastique sont :

$$\begin{aligned} c_{11} &= c_{22} = c_{33} = \lambda + 2\mu \\ c_{12} &= c_{13} = c_{23} = \lambda \\ c_{44} &= c_{55} = c_{66} = \mu = \frac{c_{11} - c_{12}}{2} \end{aligned} \quad (1.9)$$

Les autres composantes c_{ijkl} sont nulles.

La propriété $c_{\alpha\beta} = c_{\beta\alpha}$ réduit le nombre de composantes indépendantes qui forment une matrice symétrique par rapport à la diagonale principale. La matrice devient pour un milieu isotrope [4] :

$$c_{\alpha\beta} = \begin{vmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{12} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{12} & c_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{c_{11} - c_{12}}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{c_{11} - c_{12}}{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{c_{11} - c_{12}}{2} \end{vmatrix}$$

La loi de Hooke se réduit aux deux équations de Lamé :

- pour les contraintes normales (T_{11} , T_{22} , T_{33}) : $T_{ii} = c_{iikl} \varepsilon_{kl} = (\lambda \delta_{kl} + 2\mu \delta_{ik} \delta_{il}) \varepsilon_{kl}$

$$T_{ii} = \lambda (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}) + 2\mu \varepsilon_{ii} \quad (1.10)$$

- pour les contraintes tangentielles T_{ij} avec $i \neq j$: $T_{ij} = c_{iikl} \varepsilon_{kl} = \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \varepsilon_{kl}$

$$T_{ij} = 2\mu \varepsilon_{ij} \quad (1.11)$$

$\mu = \frac{T_{ij}}{2\varepsilon_{ij}}$ est le coefficient de proportionnalité entre la contrainte de cisaillement T_{ij} et la variation de

l'angle entre les deux directions i et j initialement perpendiculaires.

λ sert à simplifier la matrice de raideur dans la loi de Hooke.

Les deux coefficients de Lamé λ et μ ne sont pas directement accessibles par mesure expérimentale. Il existe néanmoins deux autres paramètres qui caractérisent pareillement les

propriétés élastiques du matériau et qui s'obtiennent expérimentalement à partir d'une mesure simple : il s'agit du module de Young et du coefficient de Poisson. Les relations suivantes établissent leur lien avec les deux coefficients de Lamé.

$$\lambda = \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \text{ et } \mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$$

1.1.3.2. Modules élastiques

Les milieux isotropes sont caractérisés par deux modules élastiques indépendants.

➤ Module de Young E

Il représente, pour un matériau isotrope, le rapport entre contrainte externe et déformation élastique unitaire. Ce coefficient de proportionnalité est constant tant que cette déformation reste petite et que la limite d'élasticité n'est pas atteinte. Pour des essais pratiques, il représente la pente de la partie en ligne droite d'une courbe de contrainte-déformation ($\sigma = E\varepsilon$).

Le module de Young caractérise la rigidité; plus il est faible, moins le matériau est rigide et il se déforme facilement. Il a la dimension d'une contrainte et son unité la plus utilisée est le GigaPascal (GPa).

Ce module a été découvert lors des essais de traction uni-axiale, on l'exprime en fonction des coefficients de Lamé par la relation :

$$E = \frac{\mu(3\lambda+2\mu)}{\lambda+\mu} \quad (1.12)$$

➤ Module de cisaillement G

Similairement à la loi de Hooke, la déformation de distorsion γ est proportionnelle à la contrainte de cisaillement τ pour un matériau élastique qui subit de petites déformations.

La déformation de distorsion γ caractérise la variation d'orientation d'un segment du milieu et peut être assimilée à un angle [6].

Ce module aussi appelé module de glissement ou module de Coulomb, dont la dimension est celle d'une contrainte, établit une relation entre le glissement γ et le cisaillement τ appliqué : $\tau = G\gamma$

Il représente le cisaillement qu'il faudrait appliquer pour obtenir un glissement d'un radian [3], et sa valeur est donc comprise entre $0,4E$ et $0,33E$ [7].

Il quantifie la résistance au changement de forme (à volume constant) des matériaux.

On l'exprime en fonction des coefficients de Lamé par la relation :

$$G = \mu \quad (1.13)$$

➤ Coefficient de Poisson ν

Lorsqu'un matériau est déformé dans une direction, il se contracte en général dans les deux autres directions transverses. Le coefficient de Poisson traduit, dans les limites d'élasticité, le rapport entre l'allongement relatif transversal et l'allongement relatif longitudinal. Ainsi, ce paramètre lie les composantes de l'état de déformation. Une composante selon la direction de sollicitation ε_l et l'autre selon la direction transverse ε_t .

$$\nu = \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_l}$$

C'est un nombre sans dimension compris dans l'intervalle [0-0,5], la plupart des matériaux isotropes continus ont un coefficient de Poisson compris dans l'intervalle [0,25-0,35]. Les élastomères, comme le caoutchouc, ont un coefficient $\nu \approx 0,5$, les matériaux structurellement complexes peuvent avoir des coefficients de Poisson supérieurs à 0,5. C'est le cas des granulaires, des poreux, des textiles et de nombreux tissus biologiques [3].

Ce coefficient permet de caractériser l'aptitude d'un matériau à se contracter perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué.

On l'exprime en fonction des coefficients de Lamé par la relation :

$$\nu = \frac{\lambda}{2(\lambda + \mu)} \quad (1.14)$$

I.2. Elasticité dynamique

On s'intéresse à la propagation des ondes élastiques dans les milieux solides isotropes illimités. Il existe deux types d'ondes fondamentales :

I.2.1. Ondes longitudinales

Appelées aussi ondes de compression, elles induisent un déplacement des particules parallèle à la direction de propagation de l'onde. La polarisation et le vecteur d'onde sont parallèles, et l'onde apparaît comme une succession de compressions et de dilatations.

Les ondes longitudinales existent pour tous les états physiques (solide, liquide et gazeux).

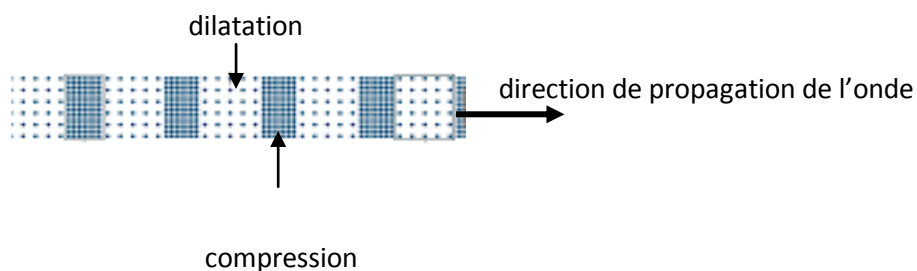


Figure 1.1 : Propagation de l'onde longitudinale dans un solide

I.2.2. Ondes transversales

Appelées aussi ondes de cisaillement, elles induisent un déplacement des particules perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde. La polarisation et le vecteur d'onde sont perpendiculaires.

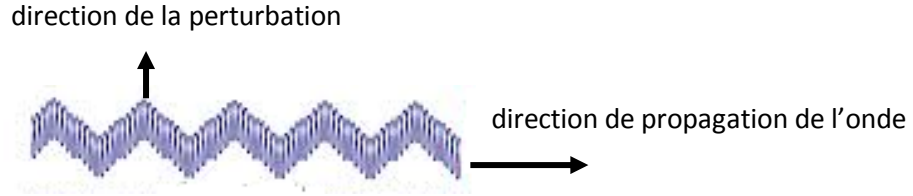


Figure 1.2 : Propagation de l'onde transversale dans un solide

La propagation des ondes transversales fait intervenir des contraintes de cisaillement qui ne se propagent que dans les solides et les liquides visqueux. D'ailleurs la propagation des ultrasons est très atténuée dans les gaz.

Les vitesses et les polarisations des ondes planes progressives se propageant dans la direction définie par le vecteur unitaire $\vec{n}(n_1, n_2, n_3)$ dans un milieu de rigidité c_{ijkl} s'obtiennent en cherchant les valeurs propres et les vecteurs propres du tenseur de propagation $\Gamma_{il} = c_{ijkl} n_j n_k$ [4].

Le tenseur Γ_{il} du second ordre a pour composantes :

$$\Gamma_{il} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} n_j n_k + \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} n_j n_k + \delta_{il} \delta_{jk} n_j n_k)$$

$$\Gamma_{il} = (\lambda + \mu) n_i n_l + \mu \delta_{il} n_k n_k$$

D'après l'équation (1.9), il vient :

$$\lambda + \mu = \frac{c_{11} + c_{12}}{2}$$

$$\Gamma_{il} = \frac{c_{11} + c_{12}}{2} n_i n_l + \frac{c_{11} - c_{12}}{2} n_k n_k \delta_{il} \quad (1.15)$$

$n_k n_k = \vec{n}^2 = 1$, donc :

$$\Gamma_{il} = \frac{c_{11} + c_{12}}{2} n_i n_l + \frac{c_{11} - c_{12}}{2} \delta_{il}$$

L'équation de Christoffel est défini par :

$$\Gamma_{il} {}^\circ u_l = \rho V^2 {}^\circ u_i \quad (1.16)$$

V : vitesse de phase.

ρ : masse de l'unité de volume.

${}^\circ u_l$ et ${}^\circ u_i$ représentent la polarisation de l'onde.

${}^\circ u_i$ est vecteur propre du tenseur Γ_{il} avec comme valeur propre ρV^2 .

$$\frac{c_{11} + c_{12}}{2} n_i n_l {}^\circ u_l + \frac{c_{11} - c_{12}}{2} {}^\circ u_i = \rho V^2 {}^\circ u_i$$

Cette dernière équation aux vecteurs propres peut se mettre sous la forme :

$$\frac{c_{11} + c_{12}}{2} (\vec{n} \cdot \vec{u}) \vec{n} = \left(\rho V^2 - \frac{c_{11} - c_{12}}{2} \right) \vec{u}$$

Puisque $(\vec{n} \cdot \vec{u}) \vec{n} = \vec{n}^2 \vec{u} = \vec{u}$, deux solutions sont possibles :

- $\vec{n} \cdot \vec{u} = 0$ qui correspond à une onde transversale dégénérée se propageant à la vitesse V_T .
- $\vec{n} \cdot \vec{u} \neq 0$ ($\vec{n}$ parallèle à $\vec{u}$) qui correspond à une onde longitudinale se propageant à la vitesse V_L .

Donc les vitesses des ondes planes longitudinales ou transversales sont indépendantes de la direction de propagation, et sont définies par [4]:

$$V_T = \sqrt{(c_{11} - c_{12})/2\rho}$$

$$V_L = \sqrt{c_{11}/\rho}$$

Les vitesses peuvent réécrire de la manière suivante :

$$V_L = \sqrt{\frac{\lambda + 2\mu}{\rho}} = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}}$$

$$V_T = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} = \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\nu)}}$$

Le rapport des vitesses longitudinale et transversale ne dépend que du coefficient de Poisson et quel que soit le solide isotrope, la vitesse V_T est inférieure à celle V_L .

$$V_T < (V_L/\sqrt{2})$$

Finalement, les modules élastiques s'expriment en fonction des vitesses V_L et V_T selon les relations suivantes :

$$E = \rho V_T^2 \left[\frac{3V_L^2 - 4V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \right] \quad (1.17)$$

$$G = \rho V_T^2 \quad (1.18)$$

$$\nu = \left[\frac{2V_L^2 - V_T^2}{2(V_L^2 - V_T^2)} \right] = \frac{E}{2G} - 1 \quad (1.19)$$

Chapitre II

Techniques de caractérisation de l'AMF

L'objectif primordial du contenu de ce chapitre est de présenter les deux méthodes utilisées pour la caractérisation de l'AMF. La première est une technique dénommée échographie ultrasonore, la seconde est la DSC.

II.1. CND par ultrasons

L'échographie ultrasonore est une technique importante de CND, utilise des US pour pouvoir détecter sur un écran des signaux échographiques, ce sont des échos de réflexions multiples. Ces échos successifs constituent un moyen de caractérisation de cet alliage.

Le principe de cette technique consiste à générer des ondes acoustiques hautes fréquences à l'aide d'un transducteur qui convertit une impulsion électrique haute fréquence en un signal acoustique se propageant à la même fréquence. Le signal ultrasonore sera réfléchi au niveau de toute interface séparant deux milieux d'impédances acoustiques différentes en donnant des échos qui à leur tour seront captés par le même transducteur.

Cette technique de contrôle en échographie et par immersion dans l'eau consiste à envoyer une impulsion de courte durée dans un matériau et à analyser les échos traduisant les variations d'impédance acoustique dans les milieux traversés. Les échos peuvent ainsi être visualisés sur l'écran d'un oscilloscope.

Autrement dit, le principe de cette méthode est basé sur l'étude et l'enregistrement de la réponse du matériau examiné à une excitation générée par le système. Dans ce cas, les paramètres d'excitation sont parfaitement maîtrisés.

Cette méthode d'impulsion-écho fait intervenir des capteurs focalisés avec générateurs fournissant des impulsions en forme de trains d'ondes relativement long, ce qui est aussi l'origine de la microscopie acoustique. Cette dernière a permis pareillement d'obtenir des informations sur le comportement élastique à l'échelle locale pour des matériaux isotropes à forte rigidité (métaux, céramiques, composites...) [8].

En réalité, le contrôle échographique à haute fréquence est dérivé directement de la microscopie acoustique par l'utilisation de l'électronique analogique et l'exploitation du signal réfléchi en fonction du temps. Il est utilisé dans certains cas à la place du contrôle par imagerie [9].

Généralement, les techniques CND par US sont peu coûteuses en comparaison avec d'autres techniques utilisant les rayons X, gamma, ...etc [10].

Les ondes sonores sont classées en fonction de leur fréquence, la fréquence des US est supérieure à 20 kHz. C'est un rayonnement non ionisant, donc sans danger pour les applications

biomédicales, et non destructif permettant un CND des matériaux par l'observation des solides, sans les endommager, au voisinage de leur surface ou en profondeur.

Les US sont des ondes mécaniques progressives longitudinales, se propagent dans les milieux gazeux, les liquides, les solides sous la forme d'une variation de pression créée par une source. Ils se déplacent difficilement dans l'air, un couplant comme l'eau est nécessaire pour assurer le contact entre le transducteur et la surface du matériau.

Le contrôle par US est d'une mise en œuvre délicate lorsque les pièces sont lourdes et encombrantes. Mais elle se prête facilement à l'automatisation [11].

Dans le paragraphe suivant, nous exposons les différents appareils utilisés au laboratoire.

II.1.1. Description du dispositif expérimental

L'appareillage utilisé pour mesurer le temps de parcours de l'onde ultrasonore est constitué essentiellement d'un capteur focalisé, d'un générateur d'impulsions hautes fréquences et d'un oscilloscope.

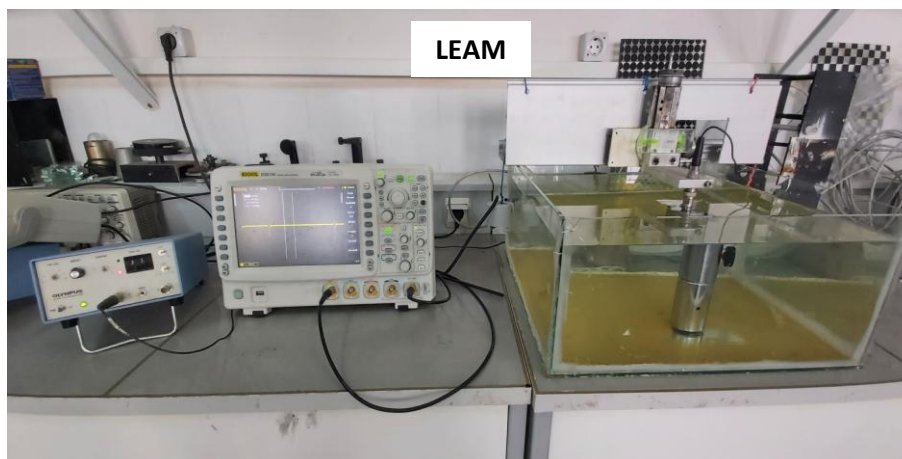


Figure 2.1 : Appareillage utilisé pour mesurer le temps de parcours de l'onde ultrasonore traversant l'échantillon

➤ **Transducteur ultrasonore (OLYMPUS PANAMETRICS NDT, 20MHz)**

Le transducteur ultrasonore est à la fois un émetteur et un récepteur, utilise l'effet piézoélectrique pour transformer un signal électrique en ondes mécaniques ultrasonores et inversement.

En appliquant une tension électrique (signal d'émission) sur un cristal piézoélectrique, le cristal se comprime et se décomprime alternativement et émet une vibration dont la fréquence dépend des caractéristiques du cristal.

Les ondes ultrasonores produites par le transducteur ou autrement dit l'impulsion acoustique émise se propage dans tout le matériau et est réfléchiée par tout obstacle se trouvant sur son parcours. Le contrôle de l'échantillon oblige l'opérateur à déplacer le transducteur soit verticalement, soit parallèlement à la surface de cet échantillon.



Figure 2.2 : Transducteur ultrasonore (OLYMPUS PANAMETRICS NDT, 20MHz)

➤ **Générateur d'impulsions hautes fréquences (OLYMPUS 5073PR, pulser-receveir)**

Un générateur du type Olympus opère dans une bande de fréquences comprises entre 20MHz et 50 MHz. Il émet une impulsion très courte, de quelques dizaines de nanosecondes et d'une amplitude de 100 Volts. Il reçoit aussi le signal provoqué par l'écho de retour qui est visualisé sur un écran par un système d'amplification performant.



Figure 2.3 : Générateur d'impulsions hautes fréquences (OLYMPUS 5073PR, pulser-receveir)

➤ **Oscilloscope digital (AGILENT DSO 1102B, 100MHz)**

Le signal électrique recueilli à la sortie du transducteur (récepteur) doit être exploité pour pouvoir être affiché sur l'écran de l'oscilloscope.

Il permet d'une part de visualiser les signaux des échos et d'autre part d'effectuer des mesures du temps et d'amplitude de la tension électrique; l'échelle verticale correspond à l'amplitude des échos et l'échelle horizontale correspond au temps de parcours de l'onde.

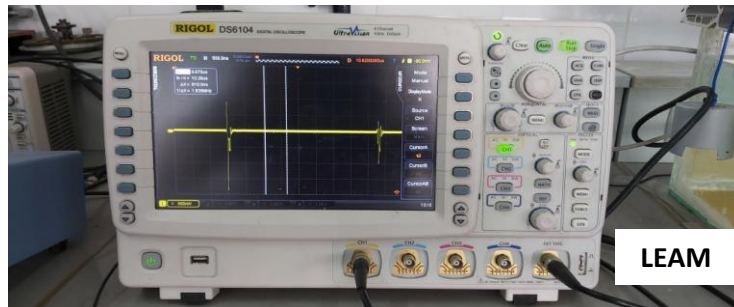


Figure 2.4 : Oscilloscope (AGILENT DSO 1102B, 100MHz)

➤ Liquide de couplage

Les US de très haute fréquence utilisés ne se propagent pas dans le vide, donc un milieu intermédiaire est nécessaire pour garantir une transmission optimale de la puissance acoustique entre le transducteur et l'échantillon à étudier.

L'air n'est pas un choix pertinent en raison de sa forte atténuation en hautes fréquences. Un milieu fluide, plus dense et moins atténuant s'avère être un choix plus judicieux.

L'eau étant généralement le milieu de couplage adéquat en vertu de sa grande absorption pour les ultrasons. Elle peut offrir une bonne mouillabilité, une atténuation acoustique relativement faible, une bonne inertie chimique et non nocif pour le matériau étudié.

L'atténuation dans le liquide de couplage intervient mais cela dépend des fréquences utilisées.

II.1.2. Principe de l'échographie ultrasonore

En pratique, l'exploration des échantillons est réalisée par l'envoi d'une impulsion ultrasonore puis l'étude du signal reçu. Le principe en détail d'un fonctionnement en échographie est décrit dans ce qui suit [12].

Soit un échantillon (milieu 2) à faces parallèles, d'épaisseur e , plongé dans une cuve remplie d'un liquide de couplage qui est l'eau distillée (milieu 1).

II.1.2.1. Précautions de réglage de la hauteur de la colonne d'eau

Dans le cas d'un contrôle en échographie et en immersion dans l'eau, la région située entre le transducteur et la première interface de l'échantillon est appelée colonne d'eau, et la distance h correspondante est appelée hauteur d'eau. Lors d'un contrôle par US, un certain nombre de

précautions de réglage sont à prendre en raison des réflexions multiples dans l'échantillon et dans la colonne d'eau. La hauteur de la colonne d'eau doit être choisie de telle sorte que les multiples réflexions dans la colonne d'eau ne viennent pas s'intercaler entre les multiples réflexions dans l'échantillon [12].

II.1.2.2. Détection des signaux échographiques [12]

Dans la technique d'échographie ultrasonore, le transducteur émet une onde ultrasonore dans le fluide. Une partie du faisceau incident d'US va pénétrer dans l'échantillon, et l'autre partie va être réfléchi par l'interface 1 (fluide/échantillon). Les ondes ultrasonores qui repartent de l'échantillon par réflexion et par transmission vont être reçu par le transducteur.

L'onde ultrasonore réfléchi par l'interface 1 puis reçu par le transducteur est le premier écho reçu par le transducteur, appelé écho de face avant ou écho d'interface (figure 2.5).

Si l'onde ultrasonore ayant pénétré dans l'échantillon ne rencontre pas de défaut, elle va se propager jusqu'à la dernière interface ou interface 2 (échantillon/substrat). Une partie de cette onde est réfléchi par l'interface 2, se propage jusqu'à l'interface 1, et l'autre partie va traverser l'interface 1, pour revenir vers le transducteur. L'écho reçu par le transducteur correspond donc à l'onde qui effectue un aller-retour, cet écho est appelé écho de fond (figure 2.5a).

L'intervalle de temps Δt entre l'écho de face avant et l'écho de fond correspondant au temps de parcours de l'onde dans l'échantillon, l'épaisseur e de l'échantillon et la vitesse V de propagation de l'onde dans le matériau sont alors reliés par l'équation suivante :

$$\Delta t = \frac{2e}{V} \quad (2.1)$$

Dans le cas où l'onde rencontre un défaut, ce dernier va servir de réflecteur, et un écho supplémentaire appelé écho de défaut sera reçu par le transducteur (figure 2.5b). Connaissant la vitesse V de propagation, une mesure de temps permet donc de connaître la position du défaut dans le milieu par utilisation de l'équation (2.1).

En effet, la figure 2.5 illustre un signal temporel obtenu pour une position du transducteur. Ce signal représente une amplitude des échos en fonction du temps de parcours. Par exemple, lorsque la face avant du transducteur est parallèle à l'échantillon, l'onde ultrasonore se propage alors perpendiculairement par rapport aux interfaces, et l'on dit que le contrôle se fait en incidence normale.

La majorité des contrôles non destructifs par ultrasons fonctionnent sur le phénomène de changement d'impédance acoustique qui fait intervenir un coefficient de réflexion et de transmission relatif à l'amplitude de l'onde incidente [13].

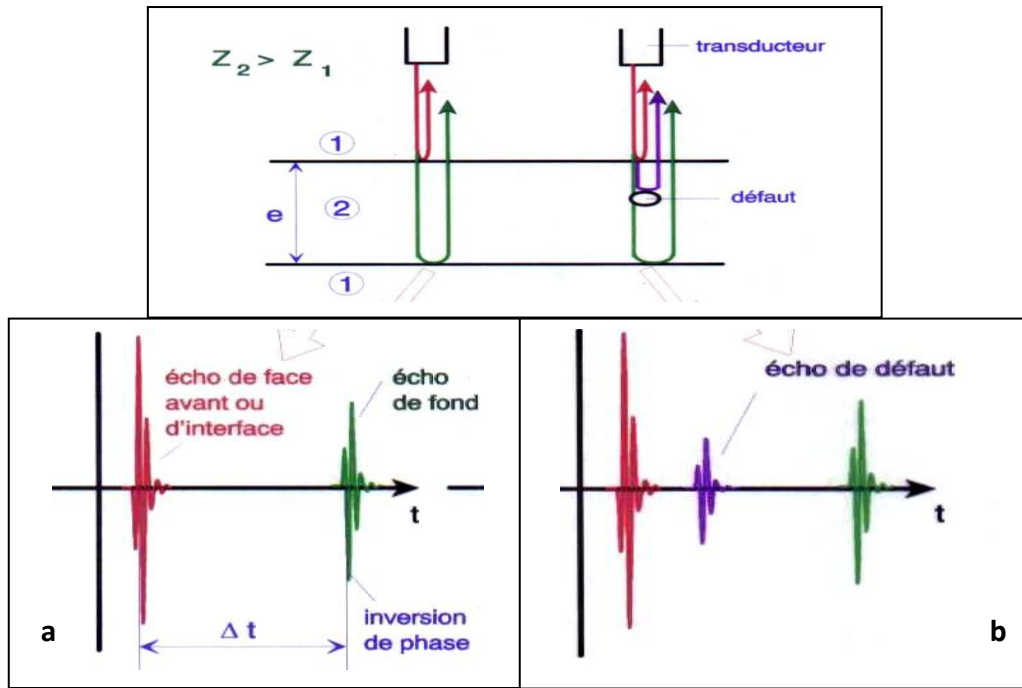


Figure 2.5 : Principe de l'échographie ultrasonore [12]

L'impédance acoustique Z désigne la résistance qu'oppose un milieu matériel au passage de l'onde sonore. Cette caractéristique traduit également l'aptitude de ce milieu à reprendre sa forme après une déformation. Elle s'exprime également en fonction de la vitesse V des ondes planes et de la masse volumique ρ du milieu [12],[14].

$$Z = \rho V \quad (2.2)$$

La figure 2.6 schématise la propagation des ondes dans les milieux dans le cas où l'impédance acoustique du milieu 2 est supérieure à celle du milieu 1.

Z_1 : impédance acoustique du milieu 1.

Z_2 : impédance acoustique du milieu 2.

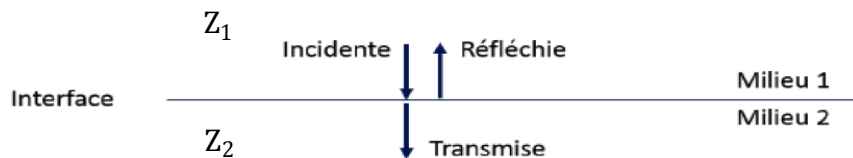


Figure 2.6 : Changement d'indice acoustique [13]

Notons A_i l'amplitude du déplacement particulaire de l'onde incidente, A_r et A_t les amplitudes respectivement des ondes réfléchie et transmise par l'interface 1. Les coefficients de réflexion r et de transmission t en amplitude sont donnés par :

$$r = \frac{A_r}{A_i} \text{ et } t = \frac{A_t}{A_i} \quad (2.3)$$

Dans le cas d'une onde plane ayant une incidence normale se propageant vers l'interface de deux milieux semi-finis, les coefficients de réflexion r et de transmission t en amplitude sont respectivement définis par [13] :

$$r = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_1 + Z_2} = -r' \text{ et } t = \frac{2Z_1}{Z_1 + Z_2} \quad (2.4)$$

r' : coefficient de réflexion sur l'interface 2.

On constate sur la figure 2.5 une inversion de phase entre l'écho de face avant et l'écho de fond, elle se retrouve au niveau du signe des coefficients de réflexion r et r' qui sont opposés.

II.1.3. Autres utilisations de la technique échographie ultrasonore

Détermination de l'épaisseur de l'échantillon par échographie

La première étape consiste en un déplacement du capteur, ce dernier est positionné de telle manière qu'il ne détecte que les échos provenant uniquement des interfaces capteur/liquide de couplage (écho R_0) et liquide de couplage/substrat (écho R_S). L'intervalle de temps entre ces deux échos et la connaissance de la vitesse de l'onde acoustique dans le liquide conduisent à la détermination de la valeur de la distance Z_0 entre le capteur et le substrat (figure 2.7).

Dans la deuxième étape, l'échantillon est mis sur le substrat ensuite il est déplacé vers le capteur. Il apparaît sur écran deux échos R_1 et R_2 correspondant aux échos des deux faces de l'échantillon. L'intervalle de temps entre les échos R_0 et R_1 permet de déterminer la distance Z_1 entre l'échantillon et le capteur (figure 2.7). L'épaisseur de l'échantillon correspond à la soustraction des distances Z_0 et Z_1 ($e = Z_0 - Z_1$).

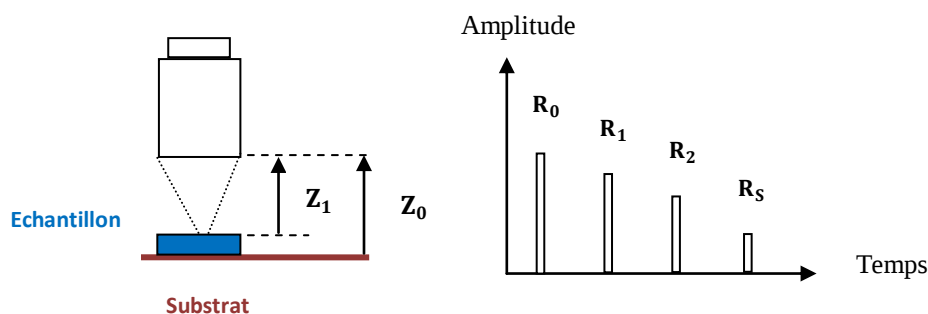


Figure 2.7 : Schéma montrant la détermination de l'épaisseur de l'échantillon

II.2. Caractérisation thermique

II.2.1. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

C'est une méthode calorimétrique d'une grande sensibilité (mW), permet de mesurer la chaleur dégagée ou absorbée par un échantillon d'alliage au cours d'une transformation de phases, cette transformation peut être exothermique ou endothermique.

Le dispositif expérimental est composé de trois parties :

- L'appareil DSC avec sa canne DSC, muni d'un dispositif de refroidissement et d'un four pré-réglable.
- Le gaz de balayage.
- L'informatique : le four est guidé par un logiciel d'analyse thermique. On programme à l'aide de ce dernier la vitesse du traitement thermique, les températures de départ et finale et la durée de maintien.

L'échantillon est placé dans l'un des deux creusets, l'autre creuset reste vide et sert à un creuset de référence, la différence de température entre les deux creusets est transformée, à chaque instant, en différence de potentiel qui contribue à la formation des courbes DSC.



Figure 2.8 : DSC SETARAM 131Evo

II.3. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons détaillé la méthode d'échographie ultrasonore en incidence normale qui est la mieux adaptée à la caractérisation de l'alliage du fait de la nature élastique de l'onde sonore se propageant à travers l'échantillon. Les données acquises à partir du diagramme temporel des échos provenant des interfaces nous conduisent à l'étude du comportement élastique de cet alliage. En plus, l'efficacité du CND par ultrasons réside dans la représentation et l'interprétation du signal des échos.

On constate une diminution d'amplitude des échos, et cela est strictement corrélé à la perte d'énergie de l'onde élastique lors de sa propagation, au cours du temps, à travers un matériau donné. D'autres facteurs contribuent également à cette décroissance d'amplitude tels que : les propriétés intrinsèques des matériaux, les interfaces traversées, la longueur du trajet, ... etc.

Nous avons également expliqué la technique DSC qui fournit des thermogrammes, à partir desquels on peut déterminer les températures de transformation de phases ainsi que les variations d'enthalpies associées.

Chapitre III

Effet mémoire et paramètres élastiques du CuZnAl

Dans ce chapitre, on reprend tout d'abord des notions de base sur l'effet mémoire de forme d'un alliage et ses propriétés thermomécaniques principales, et se limite à une description succincte de l'alliage CuZnAl et ses applications. On présente ensuite les principaux résultats de la caractérisation par échographie ultrasonore et par DSC.

III.1. Effet mémoire de forme

Les AMF constituent une famille de matériaux qui diffèrent par leur composition mais également par leur traitement thermomécanique de mise en forme. Ils sont capables, après avoir été déformés à froid, de revenir à leur forme initiale par un changement de température.

Habituellement, quand un métal ou un alliage est soumis à une contrainte mécanique supérieure à sa limite d'élasticité, il subit une déformation plastique permanente même après cessation de la contrainte. Les AMF ne le sont pas, possèdent des propriétés pseudo-élastiques : la mémoire de forme et la superélasticité.

Un échantillon d'un tel alliage, déformé de façon apparemment plastique à basse température donnée, peut récupérer intégralement sa forme initiale au delà d'une certaine température par simple chauffage. Ce phénomène est appelé "effet mémoire de forme". Au dessus de cette température, il est aussi capable de présenter une importante déformation réversible, lorsqu'il est soumis à une contrainte mécanique : c'est la superélasticité.

Ce comportement mécanique est lié à l'existence d'une transformation structurale à l'état solide, appelée transformation martensitique thermomécanique [15], [16], [17].

III.1.1. Transformation martensitique

A l'origine, le terme martensite désigne le constituant résultant de la transformation de phase au cours d'un refroidissement rapide (trempe) des aciers. Cette transformation de phase de type solide-solide provient d'un changement de la microstructure virtuellement sans diffusion des espèces atomiques, il s'agit alors du passage d'une phase mère haute température, appelée austénite, à une phase fille basse température, appelée martensite.

La transformation martensitique, initialement reconnue comme responsable du durcissement des aciers par refroidissement brutal, a été généralisé par la suite à toutes les transitions analogues à la transformation de phase des aciers.

Dans le cas des alliages à mémoire de forme, il s'agit d'une transformation thermoélastique qui s'effectue sans changement de volume. Donc, cette transformation structurale de type martensitique réversible est à l'origine du comportement des AMF [15], [16], [17].

III.1.1.1. Aspect thermodynamique de la transformation

La transformation martensitique peut être provoquée soit thermiquement en abaissant la température, soit mécaniquement par l'application d'une contrainte dans un certain domaine de température. Les températures caractéristiques qui définissent le début et la fin de la transformation directe ou inverse sont : M_s , M_f , A_s et A_f .

M_s (martensite start) : température d'apparition de la première plaquette de martensite au sein de la phase austénite au cours du refroidissement de l'AMF.

M_f (martensite finish) : température pour laquelle l'AMF est devenu martensitique à 100% et la dernière trace de la phase austénitique a disparu.

A_s (austenite start) : température d'apparition de l'austénite au cours du réchauffage de l'AMF en phase martensitique.

A_f (austenite finish) : température pour laquelle l'AMF est devenu austénitique à 100% et la dernière trace de la phase martensitique a disparu.

La transformation martensitique directe résulte de l'apparition de plaquettes de martensite, appelées variantes, dans un cristal d'austénite.

Pour les AMF, avec une transformation martensitique thermoélastique, la progression des variantes de martensite est contrôlée par l'évolution de la température. A une température constante entre M_s et M_f , une certaine fraction de martensite cohabite avec l'austénite et les interfaces entre martensite et austénite sont immobiles. Un changement de température, dans un sens ou dans l'autre, fait déplacer ces interfaces vers la structure favorisée, une inversion de température conduit aux déplacements inverses [18].

Les températures de la transformation martensitique sont fortement dépendantes de la composition chimique, de la taille des grains de la microstructure et du passé thermomécanique de l'alliage (écrouissage, tréfilage, usinage, recuit...). Elles sont obtenues par la mesure de toute propriété sensible au changement de structure en utilisant des méthodes de mesure comme [19],[20] :

- la résistivité électrique (RE)
- la dilatométrie
- la calorimétrie différentielle à balayage
- la thermogravimétrie

La transformation martensitique a lieu par un processus de germination et croissance dans un intervalle de température entre A_f et M_f , où coexistent les phases austénitiques et martensitiques, leurs proportions diffèrent en fonction de la température.

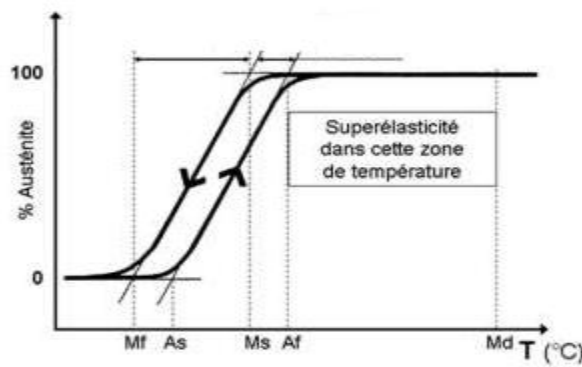


Figure 3.1 : Paramètres caractérisant l'évolution de la transformation martensitique [21]

III.1.1.2. Aspect cristallographique de la transformation

Si on varie la température, l'alliage à l'état solide subira des changements de phase qui s'accompagnent de modification de la structure cristallographique.

D'après Guénin, la transformation martensitique est une transformation displacive du premier ordre présentant une déformation homogène du réseau cristallographique, constituée principalement par un cisaillement [21].

Cette transformation se caractérise par un déplacement collectif et coopératif des atomes, ce mouvement qui s'effectue principalement selon un mécanisme de cisaillement, crée une déformation homogène du réseau cristallin qui permet une corrélation entre la phase austénite et la phase martensite.

On distingue deux mécanismes qui permettent d'obtenir des transformations de phase à l'état solide [22] :

- la transformation reconstructive (avec diffusion) : un atome déterminé n'a plus les mêmes voisins
- la transformation displacive : chaque atome conserve toujours les mêmes voisins

III.1.1.3. Aspect macroscopique de la transformation

Elle peut se décrire par la combinaison d'une dilatation normale à l'interface martensite-austénite ou plan d'habitat (plan d'accolement) et d'un cisaillement homogène parallèle à ce même plan. Il existe plusieurs directions de cisaillement qui donnent les possibilités équivalentes de plaquettes de martensite.

Lors d'un refroidissement, la phase produite est plutôt martensitique et la déformation macroscopique n'est pas importante, ceci est dû à l'accommodation des différentes variantes de martensite dont le regroupement s'effectue de sorte que le changement de forme reste très faible [22].

III.1.2. Principales propriétés thermomécaniques des AMF

La transformation martensitique est la transformation de phase à l'état solide de référence qui confère aux AMF leurs propriétés pseudo-élastiques.

Ces alliages qui présentent un comportement thermoélastique peuvent subir des déformations réversibles (8 à 10%) sous des contraintes importantes (quelques centaines de MPa).

III.1.2.1. Effet mémoire simple sens

Cet effet décrit le recouvrement de forme d'un alliage au chauffage, après déformation plastique en phase martensitique. La martensite est formée de plusieurs variantes qui accommodent le niveau de contraintes internes.

Lors de l'application d'une contrainte sur l'alliage à température constante, les interfaces entre les différentes variantes de martensite sont très mobiles et se déplacent facilement, et les variantes de martensite qui sont dans le champ de contraintes externes seront favorisées au détriment des autres, il y aura donc une modification de la fraction volumique de chacune des variantes.

Une déformation martensitique permanente persiste même après suppression de la contrainte tant que la température reste inférieure à A_s .

En augmentant la température au-dessus de A_s , jusqu'à la disparition complète de la martensite, l'AMF peut retrouver sa forme initiale mais en phase austénitique stable (mémorisée).

En refroidissant à température inférieure à M_f , l'alliage retourne à son état initial à froid [15], [16], [17].

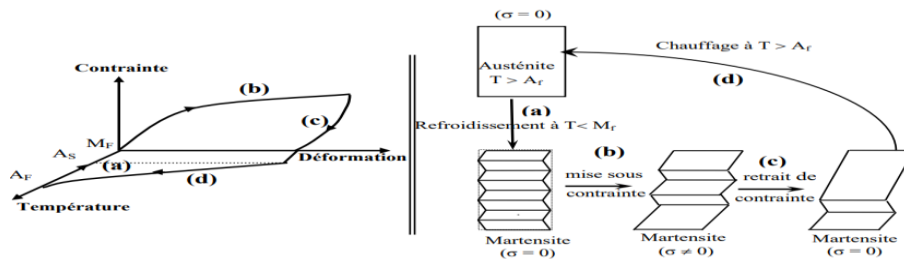


Figure 3.2 : Effet mémoire de forme simple sens [23]

III.1.2.2. Effet mémoire double sens

Pour certains alliages, il est possible de mémoriser deux formes stables; une forme à haute température (dans l'état austénitique) et une forme à basse température (dans l'état martensitique).

Cet effet est obtenu par un cycle thermomécanique d'apprentissage de la forme de la matrice martensitique ou processus d'éducation. Le cyclage mécanique ou thermique sous contrainte devra être répété plusieurs fois afin d'induire des dislocations suffisantes (défauts) au sein du matériau.

Le matériau retrouvera sa forme initiale lorsque la température dépasse A_f . En revanche, si l'on refroidit à nouveau, les variantes de martensite se forment de façon à accommoder le champ des contraintes internes induit par les dislocations. Cette formation sélective des variantes permet au matériau de mémoriser une seconde forme.

Donc, le passage de l'état haute température à l'état basse température et inversement, entraîne un changement de forme qui est réversible lors d'un balayage thermique [15], [16], [17].

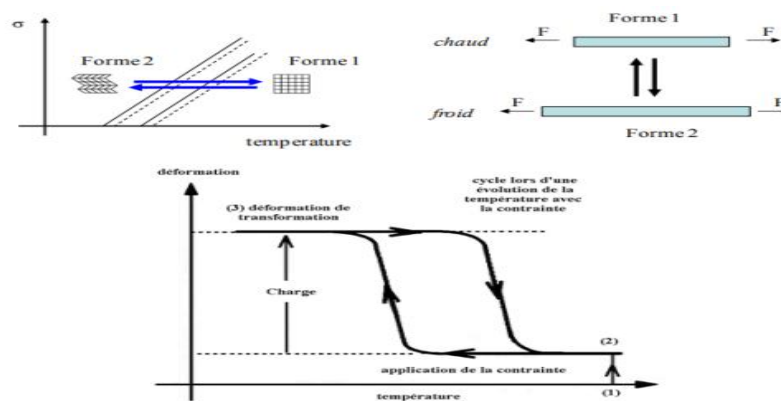


Figure 3.3 : Effet mémoire double sens (assisté par la contrainte) [24]

III.1.2.3. La superélasticité

Dans les AMF thermoélastiques, la martensite se forme soit spontanément au cours du refroidissement à partir d'une température M_s , soit sous l'action d'une contrainte σ extérieure croissante à une température supérieure à A_f . Ils peuvent tolérer des contraintes plus importantes qu'un matériau élastique simple, avant d'aboutir à la déformation plastique puis à la rupture.

La transformation martensitique ne peut se produire thermiquement et la martensite va disparaître d'une façon réversible lorsque la contrainte cesse et tant qu'on ne dépasse pas la limite de déformation élastique du matériau.

Dans le domaine de température où l'austénite est stable, le comportement superélastique d'un AMF subissant une contrainte croissante est décrit comme suit :

- Lorsque la contrainte σ est inférieure à une contrainte critique σ_c dépendante de la température, la déformation a lieu dans le domaine de déformation élastique de l'austénite. La loi de Hooke s'établit tant que la contrainte est directement proportionnelle à la déformation.
- Lorsque $\sigma > \sigma_c$, la déformation résulte de la formation de martensite au sein de la matrice austénitique, cette quantité de martensite formée s'élève au fur et à mesure que la contrainte augmente. Les variantes formées mécaniquement sont uniquement celles qui sont favorisées par la contrainte.

- Le relâchement de la contrainte conduit à la réversion totale de la martensite en austénite (la transformation inverse) car la phase martensitique n'est pas la plus stable sans contrainte. Dans ce cas, aucune déformation ne subsiste et le matériau reprend alors sa forme initiale.

La figure 3.4 représente l'hystérésis de la transformation de phase d'un AMF superélastique, elle montre la différence entre la courbe de transformation initiale et la courbe de transformation inverse.

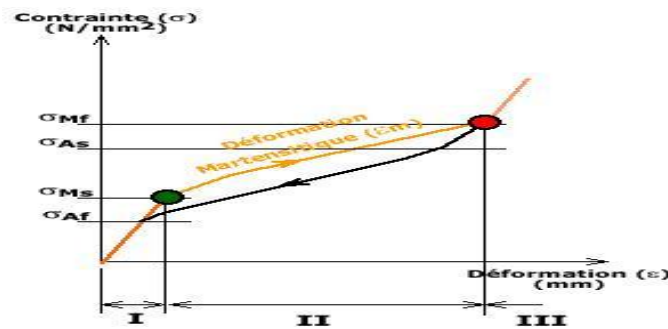


Figure 3.4 : Déformation superélastique [25]

En revanche, si la température est trop élevée par rapport à A_f , il y a compétition entre la transformation martensitique et la déformation plastique de l'austénite. Dans ce cas, la transformation martensitique ne se produit pas et le matériau suit donc un comportement mécanique classique : il n'est pas capable d'exprimer sa superélasticité. La température maximale pour laquelle il peut se produire une transformation sous contrainte, d'austénite en martensite, est notée M_d (martensite déformation) et va dépendre de l'alliage [15], [16], [17].

III.1.3. Alliage CuZnAl

Les alliages de cuivre, aussi appelés cupro-alliages, désignent un ensemble d'alliages où la teneur en cuivre est majoritaire. Suivant le type d'alliage et sa composition chimique, les températures de changement de forme de l'AMF peuvent être comprises entre -200°C et $+200^{\circ}\text{C}$, pendant un temps court.

L'effet mémoire de forme est dû à une transformation de type martensitique de la phase β , pour des températures inférieures à 150°C . Comme l'alliage CuZn ne présente un effet mémoire qu'à basses températures inférieures à la température ambiante, interdisant donc un grand nombre d'applications, il devient nécessaire d'ajouter l'élément de l'Al.

Le domaine le plus intéressant est celui de la phase β , se situe dans la zone où la concentration en aluminium augmente.

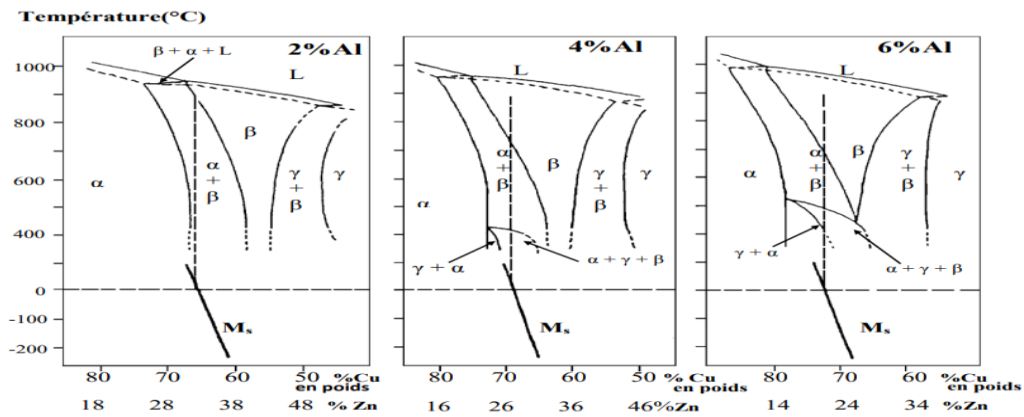


Figure 3.5 : Coupes de diagrammes d'équilibre ternaires du CuZnAl pour différents taux d'Al [20]

III.1.3.1. Différentes Phases du diagramme d'équilibre

- Phase α : de structure cubique à faces centrées. Elle peut se former soit à partir du liquide, soit par décomposition de la phase β , c'est une phase ductile mais sa dureté augmente avec la concentration en Al. Elle est responsable de la diminution de M_s et de la largeur de l'hystérésis.
- Phase γ : de structure ordonnée cubique centrée, elle peut se former soit à partir du liquide, soit par décomposition de la phase β . C'est une phase extrêmement fragile et non déformable, elle confère à l'alliage de mauvaises propriétés telles que : la stabilisation de la phase β , la diminution des températures de réversion et l'augmentation de la largeur de l'hystérésis.
- Phase β : de structure désordonnée cubique centrée à haute température. C'est la phase β des laitons, elle est fragile mais déformable par une transformation martensitique.

D'une façon générale, la phase β de cet alliage présentant la transformation martensitique n'est pas à l'équilibre à température ambiante. Il est donc souvent nécessaire, pour l'obtenir, d'avoir recours à un traitement thermique à haute température suivi d'une trempe rapide.

Cependant, l'alliage CuZnAl est très sensible au vieillissement et présente facilement une stabilisation de la martensite [26],[20].

III.1.3.2. Phases martensitiques de l'alliage CuZnAl

La composition de l'alliage ainsi que l'ordre influent sur le type de martensite formée. On distingue trois différentes structures de martensite en fonction du type de leur séquence d'empilement et de l'ordre de la phase β [26]:

- des martensites de structure d'empilement cubique à face centrée.
- des martensites monocliniques.
- des martensites à empilement hexagonal compact.

III.1.3.3. Propriétés liées à la transformation martensitique de l'alliage CuZnAl

- Température de transformation : de -200 à 130°C
- Etalement de la transformation : de 15 à 30°C
- Déformation maximale pour un effet mémoire simple sens : de 3 à 6%
- Déformation maximale pour un effet mémoire double sens : de 1 à 2%
- Température maximale d'utilisation : 140°C

III.2. Résultats expérimentaux

Les échantillons de l'alliage CuZnAl à 8% d'Al sont fournis par le laboratoire LEAM (figure 3.6), l'échantillon opté pour l'étude est de longueur de 64,98mm, de largeur de 19,4 mm et d'épaisseur de 1,04mm.



Figure 3.6 : Echantillons de CuZnAl à l'état brut

En utilisant tout d'abord la méthode d'échographie ultrasonore pour déterminer les vitesses des ondes ultrasonores. La vitesse longitudinale de l'onde se détermine par la formule (2.1) et les paramètres élastiques E et G se calculent en utilisant les relations théoriques (1.17) et (1.18).

En effet, on effectue plusieurs mesures du temps de parcours en différentes parties de l'échantillon, donc on a plusieurs signaux d'échos. Chaque signal visualisé sur l'écran de l'oscilloscope est obtenu pour une position choisie de l'échantillon.

Le signal des échos résulte des réflexions multiples de l'onde, d'où l'on s'intéresse uniquement aux échos de l'échantillon notamment les échos de face avant et de face arrière.

III.2.1. Paramètres élastiques d'un échantillon non traité

L'ensemble des résultats des vitesses ainsi que les paramètres élastiques de l'échantillon brut qui n'a subi aucun traitement thermique, est indiqué dans le tableau 1.

Un appareil polisseur est utilisé afin de faire polir l'échantillon. Le polissage consiste à rendre la surface de l'échantillon plane et brillante et de telle sorte qu'elle ne présente pas de rayure susceptible de gêner l'analyse ultérieure au microscope optique. Pour ce faire, on a frotté l'une des deux surfaces sur des papiers abrasifs différents (1000 et 1200) qui sont placés dans l'appareil

polisseur. Cet appareil est équipé d'un robinet à jet d'eau qui sert à éviter l'échauffement de l'échantillon et à éliminer les particules détachées du papier abrasif.

Les valeurs des vitesses et des paramètres élastiques de l'échantillon poli sont regroupées dans le tableau 1.



Figure 3.7 : Polisseuse



Figure 3.8 : Echantillon de CuZnAl après le polissage

La figure suivante illustre les signaux d'échos de l'échantillon non traité.

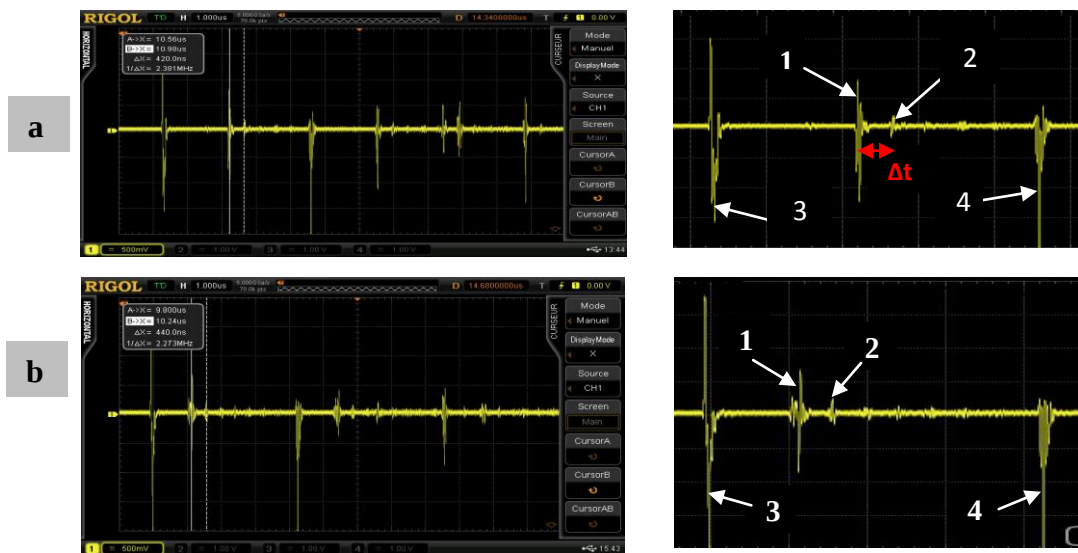


Figure 3.9 : Signal des échos

a. l'échantillon CuZnAl non traité est à l'état brut b. l'échantillon CuZnAl non traité est poli

- | | | | |
|----------|---------------------------------------|----------|--------------------------------------|
| 1 | Echo de face avant de l'échantillon | 3 | Echo de face avant du transducteur |
| 2 | Echo de face arrière de l'échantillon | 4 | Echo de face arrière du transducteur |

Echantillon CuZnAl	Vitesse V_L (m/s)	Vitesse V_T (m/s)	E (GPa)	G (GPa)
Brut non traité	4952,38	3512,32	183,94	92,52
Poli non traité	4727,27	3352,67	167,60	84,30

Tableau 1 : Paramètres élastiques de l'échantillon CuZnAl non traité

On remarque un écart entre les valeurs de l'échantillon, ce qui nous incite à prévoir que le polissage sert à donner des meilleurs résultats.

III.2.2. Influence des traitements thermiques sur l'alliage

L'échantillon va subir trois différents traitements thermiques.

➤ Traitement thermique 1

Ce traitement consiste à maintenir l'échantillon au four pendant 15 minutes à une température de 520°C puis on lui fait une trempe rapide dans l'eau à température ambiante.

Il est à noter qu'on a choisi cette température car elle n'appartient pas au domaine de température pour lequel la transformation martensitique peut apparaître.

Pour ce traitement, la trempe ne provoque pas la transformation martensitique et l'alliage ne peut avoir les propriétés de mémoire de forme.

➤ Traitement thermique 2

Il s'agit d'un traitement d'homogénéisation suivi d'une trempe rapide dans l'eau à température ambiante.

Le traitement d'homogénéisation consiste en un chauffage à haute température dans le domaine austénitique, dans ce cas l'échantillon est maintenu au four pendant 15 minutes à une température de 850°C.

La transformation martensitique se produit grâce à une trempe qui permet de figer la martensite à température ambiante et inhibe la décomposition de la phase austénitique β en d'autres phases.

➤ Traitement thermique 3

Pour ce traitement, l'échantillon subira la séquence de traitements thermiques suivante :

- traitement d'homogénéisation à 850°C pendant 15 minutes.
- puis une trempe rapide dans l'eau à température ambiante.
- ensuite un revenu à 100°C par immersion de l'échantillon dans l'eau bouillante pendant une demi-heure, il permet de supprimer les effets parasites de la trempe en diminuant les lacunes en sursaturation et en amenant l'alliage dans son état d'ordre d'équilibre.
- enfin, un refroidissement à l'air libre.

Il en résulte alors une phase stable martensitique. Cette stabilisation peut être vérifiée par une caractérisation thermique à l'aide par exemple de la DSC.



Figure 3.10 : Fours utilisés pour le recuit



Figure 3.11 : Echantillon ayant subi un revenu à 100°C

III.2.2.1. Paramètres élastiques d'un échantillon traité

Le tableau 2 récapitule les résultats obtenus des vitesses des ondes et des paramètres élastiques de l'échantillon pour chaque traitement thermique.

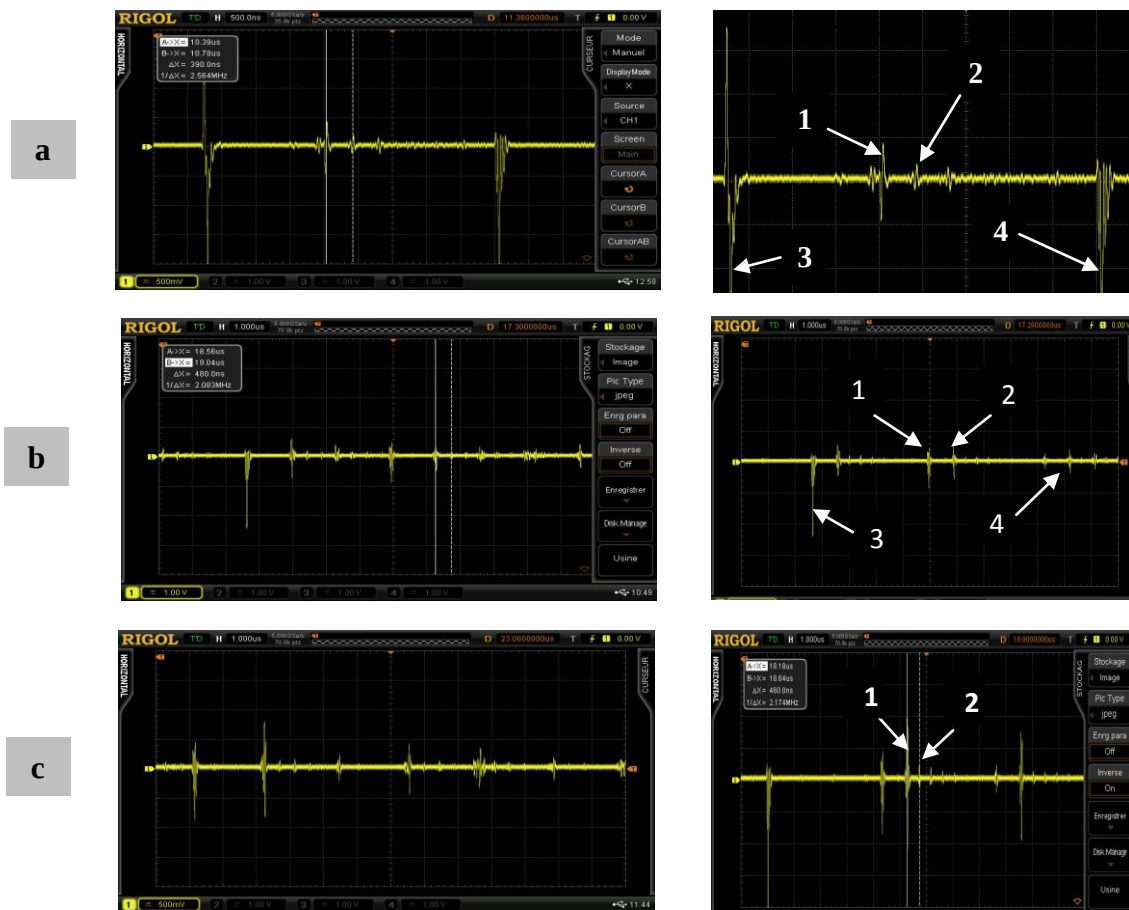


Figure 3.12 : Signaux échographiques obtenus pour les différents traitements thermiques
a. traitement thermique 1
b. traitement thermique 2
c. traitement thermique 3

Echantillon traité	Vitesse V_L (m/s)	Vitesse V_T (m/s)	E (GPa)	G (GPa)
Traitement 1	4891,37	3469,05	179,44	90,25
Traitement 2	4458,93	3162,36	149,11	75,00
Traitement 3	4816,33	3415,83	173,97	87,50

Tableau 2 : Paramètres élastiques de l'échantillon CuZnAl pour les différents traitements thermiques

Le traitement thermique 2 donne naissance à une transformation martensitique et peut conférer à l'alliage la propriété de mémoire de forme. La décroissance des paramètres élastiques pour ce type de traitement s'explique par la diminution de la rigidité de la structure.

En outre, la dureté et la résistance mécanique de l'alliage à l'état martensitique obtenu par le traitement thermique 2, sont plus faibles que celles de la l'alliage ayant subi le traitement thermique 3. Pour ce dernier, les modules élastiques s'élèvent à nouveau du fait de l'augmentation de la rigidité de la structure par l'élimination de défauts.

III.2.2.1. Caractérisation microstructurale optique d'un échantillon traité

Après le traitement thermique 2, on procède à un examen de microstructure. L'échantillon a été observé au moyen d'un microscope optique de marque ZEISS. Sous un grossissement convenable, les images optiques ont été obtenues avec trois résolutions différentes (500 μ m, 1000 μ m, 2000 μ m) (figure 3.14).

Les micrographies optiques montrent de gros grains et apparition de plusieurs variantes auto-accommodantes d'orientations différentes, ce qui confirme que l'alliage est à l'état martensitique.



Figure 3.13 : Microscope optique ZEISS

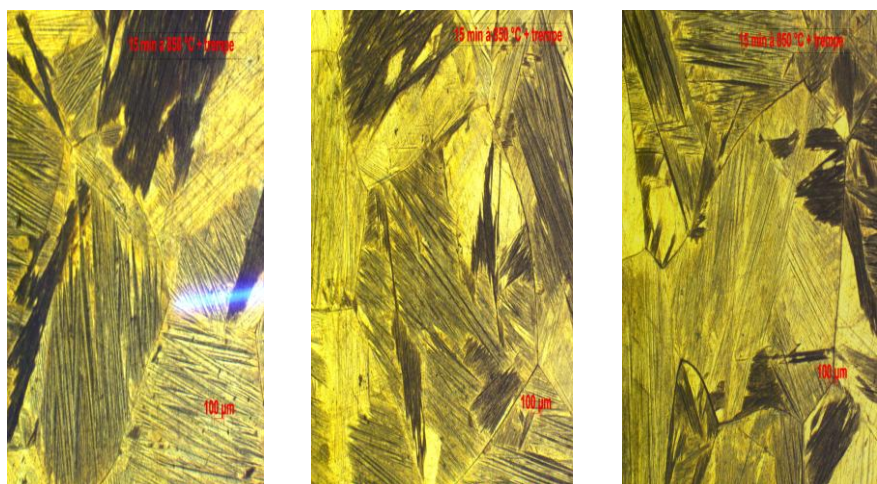


Figure 3.14 : Micrographies optiques montrant la microstructure de l'alliage CuZnAl (après traitement thermique 2)

Une autre observation optique de l'échantillon a été faite pour vérifier l'effet du traitement thermique 3. La figure 3.15 montre l'apparition de plusieurs variantes d'orientations différentes.

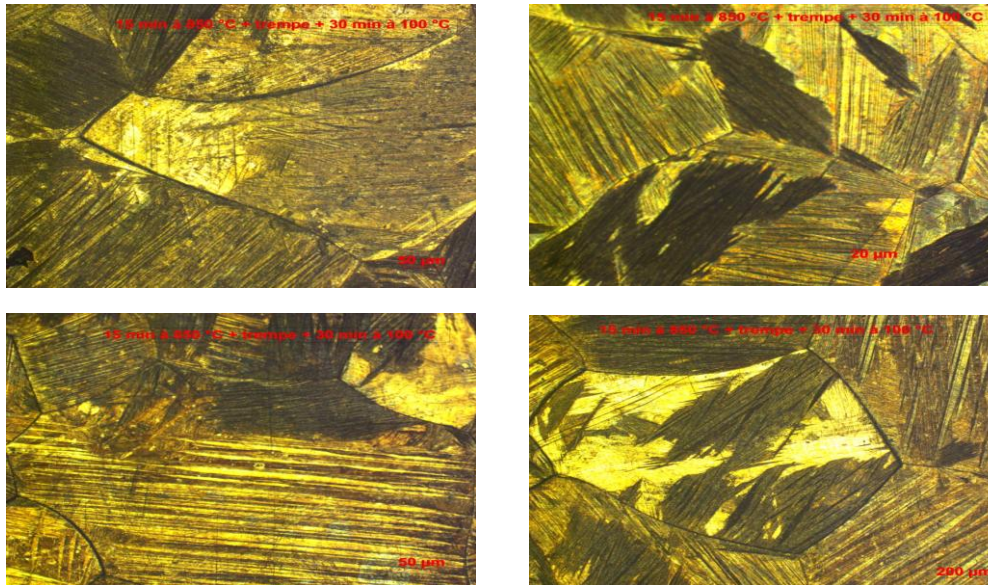


Figure 3.15 : Micrographies optiques montrant la microstructure de l'alliage CuZnAl (après traitement thermique 3)

III.2.2.3. Caractérisation thermique par DSC d'un échantillon traité

Une caractérisation par DSC d'une faible quantité de matière de l'échantillon ayant subi le traitement thermique 3, de masse de l'ordre de quelques milligrammes, donne des informations sur le comportement de l'alliage soumis à un cycle thermique (chauffage puis refroidissement).

La DSC est méthode calorimétrique permet de mesurer avec précision les températures de transformation de phases, ainsi que les variations d'enthalpie associées.

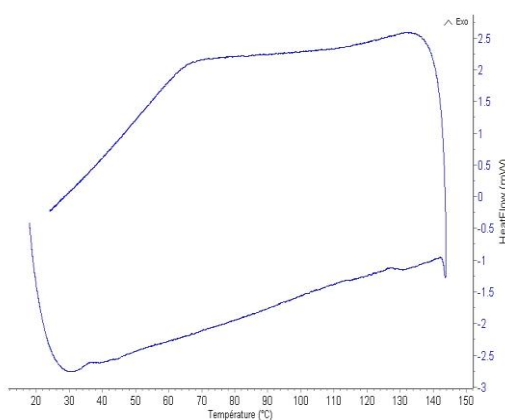


Figure 3.16 : Diagramme DSC de l'échantillon à l'état de stabilisation

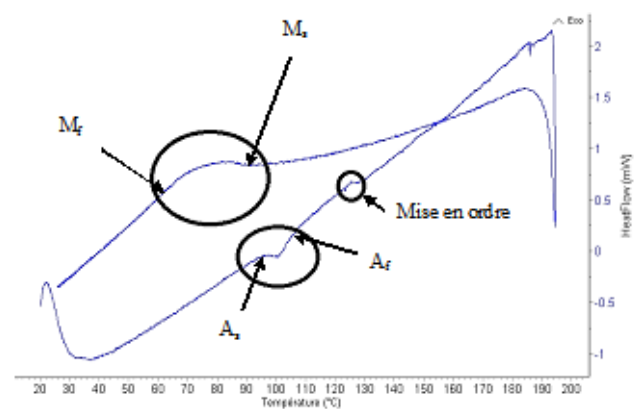


Figure 3.17 : Diagramme DSC de l'échantillon après déblocage de la structure

On remarque, selon le diagramme DSC de la figure 3.16, que la transformation n'est pas réversible. C'est le phénomène de stabilisation qui se traduit par la diminution de la quantité de martensite transformée lors de la transformation inverse ou par l'inhibition plus ou moins complète de la transformation inverse. Dans ce cas, on a une perte de l'effet mémoire et une élévation des points de transformation M_s et M_f .

Pour débloquer la structure à l'état de stabilisation, l'échantillon est réchauffé à 850°C pendant deux heures et demi (2H:30min), puis on lui fait subir une trempe rapide suivi d'un revenu à 100°C pendant une heure, et enfin un refroidissement à l'air.

Il a été constaté qu'il y a évolution de la courbe du chauffage (figure 3.17), les températures de transformation sont : $M_s = 89^\circ\text{C}$, $M_f = 64^\circ\text{C}$, $A_s = 96^\circ\text{C}$, $A_f = 106^\circ\text{C}$.

III.3. Applications de l'alliage CuZnAl

Le cuivre est le deuxième métal non-ferreux employé industriellement pour ses propriétés remarquables :

- une meilleure conductivité électrique et thermique.
- c'est un métal non magnétique.
- une bonne résistance à la corrosion.
- une grande facilité de mise en forme.
- c'est un métal esthétique.
- possède des propriétés biologiques.

L'augmentation de la résistance mécanique du cuivre pur se fait par l'addition d'autres métaux pour former des alliages. Tous les éléments d'addition principales ou secondaires influent, par leur nature et leur teneur, sur plusieurs propriétés qui permettent de satisfaire un grand nombre d'applications. Les principales propriétés sont :

- les caractéristiques mécaniques (charge de rupture, limite élastique, allongement à la rupture, dureté)
- la masse volumique.
- les conductivités électriques et thermiques.
- l'usinabilité.
- l'aptitude à la déformation à froid et à chaud.

Il existe trois familles de laitons où la teneur en Cu est majoritaire : les laitons au plomb (Cu+Zn+Pb), les laitons binaires (Cu+Zn) contenant 5 à 45% de zinc, et les laitons complexes (Cu+Zn+X), X peut être Sn, Al, Mn,...etc. Ils ont de nombreuses utilisations telles que : les circuits imprimés, canalisation et connexions circuits de freinage, prises, interrupteurs, radiateurs,

thermostats, industrie, machines, outils, filtres de papeterie, visserie, boulonnerie, décoration luxe, orfèvrerie, bijouterie, boîtiers de montres, boutons pression, stylos, briquets, boucles de ceinture, instruments de musique.

La mise au point des alliages ternaires de CuZnAl a été réalisée dans un souci d'amélioration des propriétés des alliages Cu-Zn. Le zinc permet de durcir l'alliage, sa teneur élevée dans les laitons permet d'abaisser le coût de la matière.

Les alliages à base de cuivre couramment utilisés comprennent 20 à 36% de Zn et 2 à 8% d'Al (en poids), le choix de ce matériau revient à sa grande facilité de mise en forme lors de l'élaboration, cette mise en forme dépend du taux d'aluminium.

L'alliage CuZnAl présente de bonnes propriétés physiques et de bonnes propriétés de mémoire de forme. Mais sa tenue en fatigue est inférieure à celle des autres alliages.

Cet alliage présente aussi des propriétés mécaniques, sa limite élastique ainsi que son allongement à la rupture étant nettement plus faibles.

Il a en général une résistance à la corrosion et une excellente conductivité électrique et thermique.

D'une façon générale, l'addition de l'élément Al permet d'augmenter la température de transformation martensitique du Cu-Zn sans recourir à l'emploi de techniques coûteuses.

III.4. Conclusion

Les traitements thermiques provoquent un changement structural, à volume constant, à haute et basse température lors d'un chauffage ou d'une trempe.

Les modules élastiques sont influencés par les traitements thermiques qui induisent la transformation martensitique, celle-ci est l'origine de l'effet mémoire.

Certaines précautions doivent être prises en considération pour éviter le phénomène de stabilisation de la martensite après la trempe, dans ce cas, la transformation martensitique inverse peut être partiellement ou complètement bloquée.

Conclusion générale et perspectives

L'objectif du travail présenté dans ce mémoire est de caractériser l'alliage CuZnAl, nous nous sommes intéressés tout d'abord à une technique de CND par ultrasons à très hautes fréquences (20MHz), c'est une technique d'impulsion-écho.

Les différentes méthodes de CND ont classiquement deux objectifs différents mais souvent complémentaires : la recherche de défauts macroscopiques à l'échelle de la mesure et la caractérisation globale de matériaux.

Nous avons déterminé les valeurs des paramètres mécaniques élastiques E et G d'un échantillon de cet alliage. Par ailleurs, nous avons également montré que ces paramètres sont influencés par les traitements thermiques que subit cet échantillon.

Les paramètres E et G , obtenus par deux traitements thermiques différents (2 et 3), sont dissemblables. Ces traitements thermiques induisaient la transformation martensitique et l'alliage s'est transformé en une nouvelle phase martensitique. La structure de l'alliage ayant subi le traitement thermique 3 est la plus rigide et de résistance à la déformation plus importante.

En revanche, nous devons signaler que pour pouvoir aboutir à des résultats d'autant plus meilleurs, par la technique échographie ultrasonore, il faut que :

- la taille des grains de l'alliage ne soit pas grande.
- la structure ne contienne pas trop de défauts.
- le liquide utilisé soit l'eau distillée.
- l'étalonnage doit être fait pour chaque épaisseur et chaque type de matériau.
- l'opérateur doit suivre une formation pour interpréter le signal des échos de manière précise.

Une observation optique a révélé la formation de la martensite qui se manifestait par l'apparition de plusieurs variantes auto-accommodantes d'orientations différentes.

La dernière partie de nos résultats a été consacrée à la caractérisation thermique, les diagrammes DSC ont montré que l'alliage peut acquérir la propriété de mémoire de forme après déblocage de la structure à l'état de stabilisation.

Nos perspectives les plus importantes seront de faire une étude sur la détection de défauts au sein des matériaux. Le choix d'une méthode de CND la mieux adaptée au problème posé est essentiel pour identifier ces défauts (la localisation, la forme surfacique ou volumique, les dimensions) et pour en déduire leur degré de nocivité.

Références bibliographiques

- [1] Gilles Corneloup, Cécile Gueudré, Le contrôle non destructif et la contrôlabilité des matériaux et des structures, PPUR, p1, 2016
- [2] Harhout Riad, Dispersion et atténuation des ondes ultrasonores dans des matériaux métalliques soumis aux contraintes, Mémoire de Magister, Université M'hamed Bougara de Boumerdes, 2006
- [3] Jean-Claude Charmet, Mécanique du solide et des matériaux, Elasticité-Plasticité-Rupture, ESPCI - Laboratoire d'Hydrodynamique et Mécanique Physique –
- [4] E. Dieulesaint et D. Royer, Ondes élastiques dans les solides Application au traitement du signal, Masson et C^{ie}, Editeurs, 1974
- [5] Prof. Matteo Ciccotti, Mécanique des Solides et des Matériaux 2, Elasticité-Viscoélasticité, Plasticité-Rupture, ESPCI Paris - Laboratoire de Science et Ingénierie de la Matière Molle, 2021
- [6] Idriss Ammara Gabriel Caron L'Ecuyer, TCH 006Matériaux, cours 3, Propriétés mécaniques Explications physiques, Automne 2011
- [7] Bernard Le Neindre, Techniques de l'ingénieur, Module de Young, module de rigidité et coefficient de Poisson- Constantes mécaniques - Coefficients d'élasticité, 1991
- [8] Bruno Clair, Gilles Despaux, Bernard Chanson, Bernard Thibaut, Utilisation de la microscopie acoustique pour l'étude des propriétés locales du bois : étude préliminaire de paramètres expérimentaux. Ann. For. Sci. 57, 335–343, 2000
- [9] Chafia Atailia, Modélisation et séparation des vitesses transmises à travers les matériaux monocouches et multicouches par microscopie acoustique, Thèse de Doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba, p24, 2019
- [10] Nadir Maghlaoui, Etude de la focalisation des ondes ultrasonores par réseau de transducteurs hautes fréquences. Application à la signature acoustique des matériaux, Thèse de Doctorat, p21, 2015
- [11] Fares Djerfi, Techniques Avancées de Traitement du Signal Adaptées aux Contrôles non Destructifs par Ultrasons, Thèse de Doctorat, Université Mohammed Seddik Ben Yahia de Jijel, p21, 2017
- [12] Jean-Pierre Lefebvre, Philippe Lasaygue, Catherine Potel, Jean-François de Belleval, Philippe Gatignol, L'acoustique ultrasonore et ses applications 2ème partie, Acoustique & Techniques n° 36, Spécial ultrasons
- [13] Hajar Saikouk, Imagerie par microscopie acoustique haute résolution en profondeur de la surface interne d'une gaine de crayon combustible de type REP, Thèse de Doctorat, Université de Montpellier, p49, 2018
- [14] Philippe Cormier, Microscopie de localisation par ultrasons pour l'angiographie myocardique, Mémoire de Maîtrise es sciences appliquées, p15, 2020

- [15] K. Otsuka and C. M. Wayman, Shape memory materials, Cambridge University Press, p1-44, 2002
- [16] R. Schaller, G. Fantozzi and G. Gremaud, Méchanical Spectroscopy Q^{-1} 2001, with Applications to Materials Science, ttp Trans Tech Publications LTD, p301, p383-390, 2001
- [17] T W Duerig, K N Melton, D Stöckel, C M Wayman, Engineering aspects of shape memory alloys, Butterworth-Heinemann Ltd, 1990
- [18] G.B. Olson and W.S. Owen, Martensite, The Materials Information Society, p41, 1992
- [19] L'actualité chimique, Un point sur, n° 18, n° 371-372, - février-mars 2013
- [20] Djihade Nesrine Faci, Etude de l'effet d'un vieillissement sur le comportement d'un alliage à mémoire de forme CuZnAl par mesure de la résistance électrique, Mémoire de Master, Université Badji Mokhtar-Annaba, p15-16, p27, 2016
- [21] Greyce Nasreddine, Intérêts potentiels de l'utilisation de l'alliage Cuivre-AluminiumBéryllium monocristallin en Endodontie, Université de Lorraine, Thèse de Doctorat, p64, 2016
- [22] Hubert Kihl, Etude et application des alliages à mémoire de forme pour la réalisation de capteurs-actionneurs dans le domaine de la robotique, Thèse de Doctorat, Université de Metz, p20-21, 1990
- [23] B. Mecheri, Etude du vieillissement d'un alliage à mémoire de forme de type CuZnAl, Mémoire de Magister, Université Badji Mokhtar-Annaba, p30, 2011
- [24] Waibaye Adoum, Création de structures actives à l'aide d'alliages à mémoire de forme, Thèse de Doctorat, Université Blaise Pascal - Clermont II, p11, 2016
- [25] Vincent Sonney, Réalisation par couplage en barbotine de revêtements anti-usure, Sion 2008
- [26] M. Laurent Buffard, Influence des interactions des défauts, de l'ordre-désordre et de la transformation martensitique sur l'hystérésis mécanique d'un alliage à mémoire de forme CuZnAlNi, L'école centrale de Lyon, p24, p33, 1991