Quelques aspects sur l'élaboration par frittage des alliages à mémoire de forme à base de Cu-Al-Ni

M. Bouabdallah¹ et G. Cizeron²

¹ *Laboratoire de Structure des Matériaux Métalliques, Département de Métallurgie, École Nationale Polytechnique, Alger, Algérie*

² *Laboratoire de Structure des Matériaux Métalliques, Université de Paris Sud, France*

Résumé : Dans la présente étude nous montrons qu'un matériau à mémoire de forme préparé par métallurgie des poudres, présente une structure granulaire nettement inférieure à celle d'un même matériau élaboré par fusion classique, tout en ayant sensiblement les mêmes propriétés thermoélastiques. D'autre part, la tendance au grossissement des grains dans le matériau fritté est également moins prononcée. Le produit fritté comporte des porosités dont l'origine est due à la formation au cours du chauffage, d'une phase liquide (phase eutectique Al - Cu). Une addition de poudre de nickel dans le mélange initial, associée à une vitesse de chauffage plus rapide, atténue sensiblement le taux de porosités et améliore la densification et l'homogénéisation de ces matériaux.

1. INTRODUCTION

Les alliages à base de cuivre et d'aluminium et notamment les alliages à mémoire de forme sont réputés difficile à réaliser par métallurgie des poudres [1.2]. Cette technique est recherchée surtout pour affiner la taille des grains. Si les problèmes physico - chimiques (effet Kirkendall, présence de phase liquide ...) se manifestant lors du frittage sont contrôlés, cette technique pourrait économiquement, remplacer les techniques classiques basées sur la fusion.

Parmi les avantages d'un procédé d'élaboration par frittage on peut citer la facilité d'ajuster la composition de l'alliage, et l'obtention de meilleurs caractéristiques mécaniques.

L'objet de cette étude est de proposer des conditions optimales afin d'obtenir un produit fritté ayant des caractéristiques de mémoire de forme similaires à ceux observées dans le cas d'un alliage massif.

2. METHODE EXPERIMENTALE

Les poudres sont pesées avec une précision de 0,2 mg puis mélangées pendant 2h dans un appareil Turbula. Avant d'être frittés, les mélanges sont d'abord compactés dans une matrice flottante donnant des échantillons parallélépipédiques de 5 x 5 x 20 mm³.

Le compact ainsi obtenu doit être, non seulement assez rigide pour être manipulé, mais aussi suffisamment dense pour que le contact entre les divers grains de poudre soit bien établi. A cet effet, une série de tests préliminaires ont été effectués pour déterminer la pression de compaction optimale. Dans le cas présent, une pression $P_c = 700$ MPa qui conduit à une densité du compacté $d_c \approx 6.4$ a été retenue.

Le frittage a été réalisé dans le four d'un dilatomètre à capteur Adamel type DC (Fig. 1), afin de suivre les évolutions dimensionnelles de l'éprouvette pendant le traitement thermique. De plus, il est possible de contrôler l'atmosphère de l'enceinte du four soit en réalisant le traitement sous vide primaire, ou sous gaz protecteur de balayage.

Fig. 1: Représentation schématique du four de frittage équipant le dilatomètre DC.

3. RESULTATS ET DISCUSSION

En observant les courbes dilatométriques enregistrées au cours du chauffage à la vitesse de 5 °C/mn sous une atmosphère réductrice d'hydrogène, d'agglomérés mis en forme à partir d'un mélange binaire Cu - 13 % Al, ou d'un mélange ternaire Cu - 13 % Al - 4 % Ni (fig. 2), on constate que leurs comportements sont assez similaires.

Fig. 2: Courbes dilatométriques de frittage sous atmosphère d'hydrogène de la poudre de cuivre pur, d'un mélange binaire Cu - 13Al, et d'un mélange ternaire Cu-13Al-4Ni.

Au frittage, le mélange binaire, comparé au cuivre pur, présente plusieurs inconvénients majeurs:

- On observe d'abord un fort gonflement (d'environ 2.5 %) qui intervient entre 400 et 620 °C, avec un ralentissement transitoire à 540 °C (point E).
- Un second gonflement de faible amplitude est observé approximativement à 670 °C (point F).
- La densification est très limitée, même à température élevée ($\theta > 960^\circ\text{C}$).
- L'homogénéisation est très insuffisante puisque, après retour à la température ambiante, on observe encore des îlots de cuivre non dissous.

Le premier stade du frittage (θ comprise entre 200 et 400 °C) correspond à l'édification des ponts de raccordement entre les particules de poudre. Le processus s'opère grâce aux différentes énergies "motrices" (énergie de surface, énergie des défauts structuraux, énergie des contraintes ...).

Le gonflement qui se manifeste entre 400 et 620 °C correspond à la formation d'une phase liquide, en l'occurrence l'eutectique binaire Al - Cu. Parmi les phénomènes qui peuvent intervenir au cours du frittage en phase liquide et en contrôler le développement, le mouillage joue un rôle prépondérant, puisque au lieu d'un phénomène de *tassement* et de réarrangement des particules de poudre solide prévue par la théorie de KINGERY [3], on observe au contraire, un gonflement important. On constate également que la phase eutectique, après refroidissement, forme une coquille autour des grains de poudre de cuivre ; Le volume des pores se trouve ainsi augmenté.

Bien que le mélange ternaire présente les mêmes phénomènes que ceux observés dans le cas du mélange binaire, on remarque cependant, que les inconvénients sus cités sont sensiblement atténués. En effet, l'addition de poudre de nickel dans le mélange pulvérulent de cuivre et d'aluminium modifie les processus mis en jeu lors du frittage et agit essentiellement sur les phénomènes de gonflement, de la diffusion et de la densification :

- En atténuant l'effet Kirkendall durant le chauffage au dessous de 500 °C, et en modifiant les propriétés du liquide eutectique lors de sa formation vers 550 °C, l'amplitude du gonflement est sensiblement réduite (environ 1/3).
- En accentuant le processus de diffusion de l'aluminium, particulièrement durant le premier gonflement lors de la formation du liquide eutectique, le temps nécessaire pour obtenir un produit homogène est nettement plus court que dans le cas du mélange binaire Cu-Al.
- La densification commence plus tôt que dans le cas du mélange binaire, mais reste toujours incomplète, car la porosité n'a pu être totalement éliminée, même après traitement à une température relativement élevée (1000 °C).

En Opérant à une vitesse de chauffage plus rapide (dans le domaine de température compris entre 25 et 600 °C), le début du gonflement est repoussé jusqu'à une température plus élevée (520°C) et il se poursuit très rapidement (Fig. 4). Immédiatement après, un retrait presque aussi rapide est enregistré mais dont l'amplitude est toujours inférieure à celle du gonflement antérieur (0,5 % contre 1,1 %). Une vitesse rapide de chauffage réduit le temps de diffusion et par conséquent la quantité d'eutectique formé au moment de la fusion est aussi réduite, de sorte qu'une fraction importante d'aluminium atteint la température de 660°C; température à laquelle débute un nouveau gonflement (secondaire) dû probablement au passage à l'état liquide de l'aluminium non dissout.

Fig.4: Courbe dilatométrique enregistrée lors du chauffage d'un mélange ternaire Cu-Al-Ni avec une vitesse de chauffage de 10 °C/mn jusqu'à 650°C, et ensuite graduellement moindre.

La diminution de la fraction de phase eutectique, entraîne une augmentation de phase solide d'Al, d'où l'ampleur du gonflement secondaire. Cependant, le retrait qui se manifeste à 850 °C environ est nettement plus important que dans le cas d'un chauffage plus lent. La cinétique de ce retrait est traduite dans la fig. 5. On remarque que le retrait commence durant le chauffage et se poursuit durant la phase isotherme. La cinétique de ce retrait est d'abord rapide, puis diminue progressivement au cours du temps. Le retrait observé n'est qu'une conséquence de l'élimination des pores résiduels [3-7].

La taille des grains dans le matériau préparé par frittage est nettement inférieure à celle du matériau massif; d'autre part, la tendance au grossissement des grains y est aussi moins prononcée. En effet, après un traitement de 48 h à 950 °C (voir Fig. 6 et 7), on constate que la taille des grains reste encore inférieure à celle du matériau massif traité pendant 15 mn à 850°C.

Fig. 5: Superposition des courbes de variation de la température et de variation de la dilatation en fonction du temps durant la phase du retrait.

Nous avons également remarqué que la structure de trempe présente un comportement thermoélastique semblable à celui obtenu à partir d'un matériau massif.

Fig. 6: Structure obtenue au terme d'un traitement de 15 mn à 850 °C suivi d'une trempe à l'eau (20 °C) d'un matériau élaboré par fusion.

Fig. 7: Structure obtenue au terme d'un traitement de 50h à 950 °C suivi d'une trempe à l'eau (20 °C), d'un échantillon élaboré par frittage.

BIBLIOGRAPHIE

1. DUERIG, J. ALDRECHT and G.H. GESSINGER, *Journal Of Metals*, 1982, pp. 14.20
2. M. BOUABDALLAH et G. CIZERON: *Influence de l'addition nickel sur le comportement au frittage et les évolutions structurales d'alliages AMF type Cu-Al-Ni*, SFMM, Paris, 1992, pp. 32-1. 32-6.
3. W. D. KINGERY: *J. of Appl. Physics*, 30-3 (1959) 301.
4. G.C. KUCZYNSKI: *Mater. Sci. Monogr.*, s. PEJVONIK, M.M. RISTIC, (ed.) Elsevier, Amsterdam, (1982) pp. 37-44.
5. J. E. BURKE: *J. Am. Ceram. Soc.* 40 (1957), 80.
6. R. L. COBLE et J. E. BURKE: *Proc. IV Int. Symp. on reactivity of solids*, Ed. J. H. de Boer Elsevier Pub. (1961), 38.
7. B. H. ALEXANDER et R.W. BALUFFI: *Acta. Met.* 5 (1957), 666.
8. G. CIZERON et P. LACOMBE: *Rev. Met.* 11 (1956), 53.