

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieures et de la Recherche Scientifique

BADJI MOKHTAR UNIVERSITY
UNIVERSITE BADJI MOKHTAR



جامعة باجي مختار عنابة

Année 2024

Faculté des Sciences

Département de Physique

Thèse

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

Doctorat en Sciences

Thème :

Etude des alliages à mémoire de forme par NDT et démarche résolution du problème inverse

Option : Génie des Matériaux et Contrôle Non Destructif

Par

RANIA BENLACHEMI

Directeur de thèse

Amar. BOUDOUR

Prof. U. Annaba

Co- Directeur de thèse

Erick OGAM

Prof. LMA-CNRS Marseille France

Devant le jury :

Président du Jury :

Mostepha Benchiheub

Prof. U. Annaba

Examineur

Mohamed Cherif BENOUDIA

Prof. E.N.S.T.I. Annaba

Examinatrice

Saida CHOUF

Prof. U. Annaba

Je Dédie ce travail

A mes parents

A mon mari

A mon frère et ma sœur

A toute la famille BENLACHEM,

ABDELOUAHAB

ET

BOUAZIZ

Remerciements

Ce travail est la résultante d'une étroite collaboration entre notre Laboratoire d'Elaboration et d'Analyse des Matériaux (LEAM), Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar Annaba, Algérie et le Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (LMA) CNRS-Marseille France pour l'aboutissement de nos travaux de recherche.

Monsieur le Professeur Amar BONDUR, Vous nous avez fait le très grand plaisir d'accepter de diriger ce travail et de nous guider dès notre réussite au concours national d'accès au doctorat LMD, option génie des matériaux et contrôle non destructif, de nous avoir proposé un sujet d'actualité et pertinent.

Nous avons toujours pu compter sur votre disponibilité, la mise à notre disposition les équipements et les produits chimiques nécessaires pour réaliser notre thèse de doctorat à travers les laboratoires Algériens et étrangers et nous sommes très reconnaissants pour votre patience, votre écoute et le partage de vos précieux conseils. Nous mesurons la chance d'avoir pu bénéficier de votre enseignement bienveillant et votre rigueur nous servira d'exemple tout au long de notre parcours professionnel. Sachez trouver dans ce travail le témoignage de notre plus grande estime et de nos remerciements les plus sincères.

Mes remerciements vont également à mon Co-directeur Monsieur Erick OGAM, Professeur au Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique (LMA) au Centre national de la recherche scientifique (CNRS), Ecole Centrale de Marseille - France de m'avoir accueilli dans son laboratoires et dont les travaux dans le domaine de l'acoustique basse et haute fréquence font autorité, de m'avoir appris à manipuler des logiciels tel que Abacus, Vesta pour la visualisation des structures cristallographiques thermo-Cal Software 2024 pour la qualité de son encadrement, pour l'originalité du travail qu'il m'a proposé et de la méthodologie à suivre, pour son engagement constant dans mon travail. D'avoir accepté de se déplacer et de faire partie du jury de cette thèse malgré ses occupations, j'exprime mes sentiments très respectueux et reconnaissants.

Je tiens à remercier vivement Monsieur le professeur Mostepha BENCHAHEN directeur du laboratoire de recherche LEAM, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury, et de m'avoir aidé dans la réalisation de ce travail.

A notre examinateur Monsieur Mohamed Cherif BENOUADIA Professeur à l'École Nationale Supérieure de Technologie et d'ingénierie (ENSTI) Annaba.

Nous vous remercions d'avoir accepté de faire part au jury d'examinations de ma thèse, nous sommes très sensibles à l'intérêt que Monsieur qui a bien voulu apporter à cette thèse en acceptant de faire partie de ce jury et je l'en remercie vivement.

A notre examinatrice Madame le Professeur Saida CHOUF au laboratoire LEAM-Annaba,

Nous vous remercions de bien vouloir prendre part à notre jury. Merci aussi pour votre dévouement, l'intérêt que vous portez aux étudiants et votre aide précieuse lors de notre formation doctorale dans l'axe de recherche élaboration et caractérisation des alliages à mémoire de forme. Nous avons apprécié votre dévouement et votre pédagogie tout au long de nos études

Je tiens à remercier de manière soutenue, Monsieur le professeurs Youcef BOUNAZA., je voudrais lui faire savoir combien ses discussions, ses conseils pédagogiques m'ont été d'un grand secours. Je veux souligner que ses conseils m'ont été d'une grande utilité et je me sens comblé. Une fois encore je le remercie vivement pour la confiance qu'il a placée en moi et pour le soutien morale accordé durant cette période de ma thèse.

Je tiens aussi à remercier de façon persévérante, Monsieur le Professeur Soliman BELKHALA, qui a accepté de me fournir la matière première pour la réalisation de la partie expérimentale de cette thèse, d'avoir mis à ma disposition son expérience dans le domaine des SMA qui fait notoriété tant sur le plan expérimental que théorique.

Je veux souligner que sa méthode pédagogique, ses conseils et ses discussions fructueuses sur les résultats expérimentaux obtenus m'ont été d'une grande utilité et je me sens comblé. Une fois encore je ne peux le remercier assez pour les efforts fournis malgré ses obligations.

*Je souhaite vivement remercier **Monsieur Lakhdar DEBOUB (M. A. A)** d'avoir mis à ma disponibilité une riche bibliographie dans le domaine de l'NDT (microscopie acoustique à balayage HF), et ses discussions fructueuses et pertinentes*

Mes remerciements vont aussi aux techniciens et ingénieurs de l'école des mines et de métallurgie d'Annaba qui ont très souvent répondu à mes différents besoins techniques ou matériels.

J'exprime ma profonde reconnaissance et mes remerciements à toutes les personnes que je n'ai pas pu citer et qui m'ont aidée à entamer et à réaliser ce travail de thèse que ce soit de près ou de loin.

Abstract

This work presents a method to determine the mechanical parameters of small samples of ternary shape memory alloy (SMA), Cu-Al-Be. Different concentrations of high-purity metals are used to uniformly synthesize alloys and form sheets of different geometries. The phase and fracture amounts of each sub alloy making up the SMA were determined using SEM/EDS data and the lever rule, and confirmed by comparing calculated and measured X-ray diffraction peak patterns.

Determined by mixing rules; using elastic modulus obtained from Ab initio calculations (density functional theory). For this purpose, high-frequency ultrasound and vibrational spectroscopy are used. This was then used in a 3D finite element model to calculate the resonance peak of the vibration spectrum, which matched the resonance peak of the experimental vibration response. This value is also compared with the pressure wave modulus (P-wave) determined by non-contact ultrasonic waves propagating through the thickness of the sample.

The aim is to study and characterize CuAlBe (CAB) type ternary memory alloys (AMF) by solving retro reflection problems. The method is designed to reconstruct mechanical parameters (Young's modulus: E , density: ρ and Poisson's ratio: ν) using ultrasound data at two frequencies (20 and 50 MHz) to improve measurement accuracy and recover data. To classical measurements based on phase change and reflectivity amplitude measurements.

The method is based on measuring incident and reflected acoustic signals received by an acoustic sensor in reflection mode. The resulting signal allows determination of the modulus of the reflection coefficient as a function of normal incidence frequency and subsequent determination of its mechanical parameters using a simple interaction model to solve an inversion problem.

Differences that occur mainly in beta-phase alloys can be resolved by determining the anisotropic spatial elastic modulus. Overall, the proposed method provides a comprehensive characterization of the mechanical properties of small alloy samples.

Key words: AMF- Inverse problem- NDT- Acoustics- Mechanical parameters.

Résumé

Ce travail présente une méthode pour déterminer les paramètres mécanique des petits échantillons d'un alliage ternaire à mémoire de forme ternaire «CuAlBe».

Les alliages sont synthétisés de manière uniforme et homogène en utilisant diverses concentrations de métaux de haute pureté et transformés en plaques de différentes formes géométriques. Les phases et les quantités fractionnaires de chaque alliage sont déterminées à l'aide des données MEB/EDS et de la règle du levier, et confirmées par la mise en correspondance des modèles de pics de diffraction des rayons X calculés et mesurés.

Le module de Young effectif E_{effectif} est déterminé en utilisant la règle des mélanges, en utilisant des modules d'élasticité obtenus à partir de calculs Ab Initio (théorie fonctionnelle de la densité). Pour cela des ondes ultrasonores à haute fréquence et la spectroscopie de vibration sont utilisées. Le E_{effectif} est ensuite utilisé dans un modèle d'éléments finis 3D pour calculer les pics de résonance du spectre vibratoire, qui se sont en correspondre à ceux de la réponse vibratoire expérimentale. Le E_{effectif} est également comparé au module de compressibilité récupéré à l'aide d'ondes ultrasonores sans contact se propageant dans l'épaisseur de l'échantillon.

L'objectif est l'étude et la caractérisation des alliages à mémoire forme (AMF) ternaire de type CuAlBe par problème inverse. Cette nouvelle méthode est développée pour la reconstruction des paramètres mécaniques (module de Young : E , densité : ρ et le coefficient de Poisson : ν) à l'aide des données mesurées par ultrasons afin d'augmenter la précision de mesure par rapport aux mesures classiques qui sont basées sur la mesure du changement de phase et de l'amplitude du pouvoir réflecteur $R(\theta)$. Elle est basée sur la mesure des signaux acoustiques incidents et réfléchies reçus par le capteur acoustique en mode réflexion. Le signal résultant nous permet de tracer le module du coefficient de réflexion en fonction de la fréquence (20 MHz et 50 MHz) en incidence normale et par la suite déterminer leurs paramètres mécaniques.

Les divergences se produisant principalement pour les alliages avec la phase β sont résolues en déterminant son module de Young spatial anisotrope. Dans l'ensemble, la méthode présentée fournit une caractérisation complète des propriétés mécaniques des échantillons des AMF.

Mot clés : AMF- Problème inverse- CND- Ultrasons- Paramètres mécaniques.

ملخص

يقدم هذا العمل طريقة لتحديد الوسائط الميكانيكية لعينات صغيرة من سبيكة ذاكرة الشكل الثلاثي "CuAlBe". يتم تصنيع السبائك بشكل موحد ومتجانس باستخدام تركيبات مختلفة من المعادن عالية النقاء وتشكيلها في ألواح ذات أشكال هندسية مختلفة. يتم تحديد المراحل والكميات الكسرية لكل سبيكة باستخدام بيانات SEM/EDS وقاعدة الرافعة، ويتم تأكيدها من خلال مطابقة أنماط ذروة حيود الأشعة السينية المحسوبة والمقاسة.

يتم تحديد معامل يونغ الفعال باستخدام قاعدة المخاليط، وذلك باستخدام معاملات مرنة تم الحصول عليها من حسابات Ab Initio (نظرية الكثافة الوظيفية) (théorie fonctionnelle de la densité). لهذا، يتم استخدام الموجات فوق الصوتية عالية التردد والتحليل الطيفي للاهتزاز. ثم يتم استخدامه في نموذج ثلاثي الأبعاد للعناصر المحدودة لحساب قمم الرنين لطيف الاهتزاز، والتي تتوافق مع استجابة الاهتزاز التجريبية. تتم أيضاً مقارنة معامل الانضغاط الذي تم استرداده باستخدام الموجات فوق الصوتية غير المتصلة التي تنتشر عبر سمك العينة.

الهدف هو دراسة وتوصيف السبائك ذات ذاكرة الشكل الثلاثي (AMF) من نوع CuAlBe عن طريق المشكلة العكسية. تم تطوير هذه الطريقة الجديدة لإعادة بناء الوسائط الميكانيكية (معامل يونغ (module de Young) : E، الكثافة: ρ ونسبة بواسون (coefficient de Poisson) : ν) باستخدام البيانات المقاسة بالموجات فوق الصوتية من أجل زيادة دقة القياس مقارنة بالقياسات القياسية. من تغير الطور وسعة القوة العاكسة. يعتمد ذلك على قياس الإشارات الصوتية الحادثة والمنعكسة التي يتلقاها المستشعر الصوتي في وضع الانعكاس. تتيح لنا الإشارة الناتجة رسم معامل الانعكاس كدالة للتردد (20 ميغاهرتز و 50 ميغاهرتز) عند حدوث طبيعي ومن ثم تحديد وسائطها الميكانيكية.

يتم حل التناقضات التي تحدث بشكل رئيسي للسبائك ذات الطور β من خلال تحديد معامل يونغ E المكاني متباين الخواص. وعموماً، توفر الطريقة المقدمة وصفاً شاملاً للخصائص الميكانيكية لعينات AMF.

الكلمات المفتاحية: السبائك ذات ذاكرة الشكل- الوسائط الميكانيكية- الموجات فوق الصوتية- المشكلة العكسية – الفحص الغير مدمر.

Table des matières

Remerciements.....	iii
Abstract	v
Résumé.....	vi
ملخص	vii
LISTE DES FIGURES.....	xii
LISTE DES TABLEAUX	xvi
LISTE DES SYMBOLES	xviii
INTRODUCTION GENERALE	1
I.1. Introduction.....	3
I.2. La transformation martensitique.....	3
I.2.1. Définition	3
I.2.2. Températures de la transformation martensitique	4
I.2.3. Classification des transformations martensitiques	4
Transformation non thermoélastique "par burst"	5
Transformation thermoélastique.....	5
I.3. Les propriétés des alliages à mémoire de forme	6
1.3.1. Effet mémoire simple sens	6
Cet effet est réalisé en 4 étapes:	6
I.3.2. Effet mémoire double sens.....	7
I.3.2.1. Effet mémoire double sens non assisté	7
I.3.2.2 Effet mémoire double sens assisté	8
I.3.3 Effet superélastique.....	8
I.3.4. Effet caoutchoutique	9
I.3.5. Effet d'amortissement	10
I.4. Les familles des alliages à mémoire de forme	10
I.4.1. A base de cuivre (Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni et Cu-Al-Be).....	11

I.4.2. Effet des éléments d'addition sur l'effet mémoire.....	12
I.4.3. Effet de l'ajout du béryllium (Be) sur l'aspect métallurgique du Cu-Al.....	12
I.5. Les applications des alliages à mémoire de forme.....	13
1.5.1. Application médicale.....	14
I.5.2. Application militaire dans l'aérospatial.....	14
I.5.3. Applications industrielles.....	14
I.5.4. Systèmes de sécurité.....	15
II.1. Introduction.....	17
II.2. Elaboration du CuAlBe.....	17
II.2.1. Elaboration des polycristaux.....	17
II.2.2. Elaboration des monocristaux.....	19
II.3. Caractérisation des alliages du CuAlBe.....	20
II.3.1. Caractérisation thermique par DSC.....	20
II.3.1.2. Thermogrammes obtenus par calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	22
II.3.2. Caractérisation microstructurale.....	24
II.3.2.1. Préparation des échantillons pour l'observation micrographique.....	24
II.3.2.2. Observation optique.....	25
II.3.2.3. Observation par microscopie électronique à balayage (MEB).....	30
II.3.3. Diffraction des rayons X.....	35
II.3.4. Détails des calculs AB Initio.....	41
II.3.4.1. Optimisation structurelle.....	41
II.3.4.2. Calcul des constantes élastiques.....	42
II.4. Conclusion.....	45
Annexe1.....	47
III.I. Introduction.....	50
III.2 Technique expérimentale.....	50
III.3. Propagation de l'onde acoustique dans un solide.....	52

III.4. Les conditions aux limites	56
III.5. Mesure de coefficient de réflexion.....	57
III.6. Résolution par problème inverse et détermination de la fonction coût pour la reconstruction des paramètres mécaniques du CAB	58
III.7. Détermination des paramètres mécaniques E, ν, ρ pour la configuration CAB/Substrat et Substrat/CAB	59
III.8 Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ et signature acoustique $V(z)$ du CAB	62
Analyse de l'amplitude et de la phase	64
a) Analyse de l'amplitude (figure III.10a).....	64
b) Analyse de la phase (figure 10b).....	65
c) Les oscillations de $V(z)$ résultent de l'interférence entre deux ondes	65
III.8. Conclusion	65
Annexe 1	67
Calcul de $R(\theta), E, \rho$ et ν expérimentale.....	67
Calcul du spectre et sa FFT	68
Annexe 2	69
IV.1. Introduction.....	71
IV.2. Méthodes des mesures par Ultrasons.....	71
IV.3. Spectroscopie vibratoire.....	74
IV.3.1. Configuration avec disques piézoélectriques en mode transmission	74
IV.3.2. Identification et classification des modes de vibration dans le spectre de réponse.....	76
IV.3.3. Modes de vibration.....	76
VI.3.4. Modèles de vibration pour les échantillons du CAB de différentes géométries - 3D FEM..	79
IV.4. Etude comparatives des résultats des paramètres élastiques obtenus par les 3 techniques	81

IV.4.1. Utilisation des données de spectroscopie de vibration ultrasonore pour vérifier les paramètres récupérés.....	81
IV.4.2. Mesures ultrasoniques du Temps de Vol dans des Couches des échantillons immergées dans l'eau.....	82
IV.4.3. La dépendance spatiale du module de Young.....	83
IV.4.4. Effet de la présence des phases au joints de grains.....	84
IV.5. Conclusion	86
Annexe 1	87
Annexe 2	91
CONCLUSION GENERALE	93
Références	95

LISTE DES FIGURES

Chapitre I

Figure I. 1: Structure cristallographique de l'austénite et de la martensite α' de l'alliage Fer- Carbone [2].	4
Figure I. 2: Déplacement des points de la transformation en fonction de la température [1, 2].	4
Figure I. 3: Classification des transformations martensitique. (a) Transformation par «burst», (b) Transformation thermoélastique de type I et (c) Transformation thermoélastique type II [5].	6
Figure I. 4: Effet mémoire de forme [4, 9].	7
Figure. I. 5: Effet de mémoire double sens.	8
Figure. I. 6: Illustration de l'effet superélastique (superélasticité par transformation) [11].	9
Figure I. 7: Effet caoutchoutique [5].	9

Chapitre II

Figure II. 1: Schéma synoptique de la méthode de Bridgman modifiée pour la de fabrication des monocristaux [3].	19
Figure II. 2: Dispositif de mesure de calorimétrie différentielle à balayage utilisé "DSC131 Evo".	20
Figure II. 3: Exemple de thermogrammes obtenu par DSC pour déterminer les phases de transformation dans les AMF [6].	21
Figure II. 4: Thermogrammes DSC de l'alliage CAB4.	23
Figure II. 5: Thermogrammes DSC de l'alliage CAB18.	23
Figure II. 6: Thermogrammes DSC de l'alliage CAB24.	23
Figure II. 7: Microscope ZEISS Axio Imager 2.	25
Figure II. 8: (a) Micrographies optique de l'échantillon CuAlBe ₂₄ après une homogénéisation pendant 15 min à 750°C.	26
Figure II. 9: Micrographies optique de l'échantillon CuAlBe ₂₄ , après un traitement d'homogénéisation + 30 min à 500°C.	26
Figure II. 10: Micrographies optique de l'échantillon CuAlBe ₂₄ après le traitement de 2h à 500°C.	27
Figure II. 11: Microstructure de l'échantillon CuAlBe ₄ qui a subi un traitement d'homogénéisation de 15 min à 750°C.	27
Figure II. 12: Microstructure de l'échantillon CuAlBe ₄ qui a subi un traitement pendant 30 min à 500°C.	28
Figure II. 13: Micrographie de l'échantillon CuAlBe ₄ après le traitement de 2h à 500°C.	28
Figure II. 14: Image optique d'un échantillon du CuAlBe ₁₈ homogénéisé 15 min à 750°C.	29
Figure II. 15: Image optique d'un échantillon du CuAlBe ₁₈ traité 30 min à 500°C.	29

Figure II. 16: Morphologie d'un échantillon du CuAlBe18 après un traitement de 2h à 500°C.....	29
Figure II. 17: Microscope électronique à balayage (MEB) Quanta 250 avec son EDS et son porte échantillon.	31
Figure II. 18: Micrographie du CAB4 homogénéisé 15 min à 750°C.....	32
Figure II. 19: Image MEB de l'alliage CAB4 homogénéisé 15 min à 750°C+ 30min à 500°C.....	32
Figure II. 20: Micrographie de l'échantillon CAB 18 Homogénéisé.	33
Figure II. 21: Image MEB de l'alliage CAB18 Homogénéisé + traité à 500°C pendant 30 min.	33
Figure II. 22: Image MEB du CAB24 Homogénéisé 15 min à 750°C.....	34
Figure II. 23: Micrographie du CAB24 Homogénéisé et traité 30 min à 500°C.....	34
Figure II. 24: le diffractomètre Rigaku Ultima IV.	35
Figure II. 25: Principe de la diffraction des rayons X par un réseau cristallin, dans la géométrie Bragg-Brentano [21].....	36
Figure II. 26: Diffractogramme de l'alliage CAB4 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C.....	37
Figure II. 27: Diffractogramme de l'alliage CAB4 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C+ un recuit à 500°C.	37
Figure II. 28: Diffractogramme de l'alliage CAB18 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C.....	38
Figure II. 29: Diffractogramme de l'alliage CAB18 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C+ un recuit à 500°C.	38
Figure II. 30: Diffractogramme de l'alliage CAB24 qui a subi un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C.....	39
Figure II. 31: Diffractogramme de l'alliage CAB24 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C+ un recuit à 500°C.	39
Figure II. 32: Structures 3D montrant les atomes dans les cellules CuAl. (a) la cellule Cu cubique à face centré, (b) la supercellule dopée d'AlCu ₃ , et (c) la supercellule d'Al ₄ Cu ₉ (d) la supercellule d'AlCu ₁₅ vue dans Burai, une interface utilisateur graphique pour le programme Quantum Espresso [11].	42
Figure II. 33: Le diagramme de phase CuAl [1, 20] montrant la région d'intérêt. En utilisant la ligne de liaison à 750 ° C, la fraction atomique aux points marqués par : (a) le o est pour CAB24, (b) le * est pour CAB4.	45
Figure II. 34: Thermogramme DSC de l'alliage CAB4 homogénéisé + recuit 30 min à 500°C.....	47
Figure II. 35: Thermogramme DSC de l'alliage CAB4 homogénéisé + recuit 2h à 500°C.	47
Figure II. 36: Thermogramme DSC de l'alliage CAB18 homogénéisé + recuit 30 min à 500°C.....	47
Figure II. 37: Thermogramme DSC de l'alliage CAB18 homogénéisé + recuit 2h à 500°C.	48
Figure II. 38 : Thermogramme DSC de l'alliage CAB24 homogénéisé + recuit 30min à 500°C.....	48
Figure II. 39: Thermogramme DSC de l'alliage CAB24 homogénéisé + recuit 2h à 500°C.	48

Chapitre III

Figure III. 1: Dispositif expérimental pour la mesure du coefficient de réflexion $R(\theta)$ expérimental. 51	
Figure III. 2: Configuration géométrique des trajets des différentes ondes sur le matériau (CuAlBe) en mode réflexion..... 53	
Figure III. 3: Configuration utilisée pour la mesurer le champ incident de l'onde acoustique. 57	
Figure III. 4: Coefficient de réflexion pour un substrat en verre, couplant eau, fréquence 50MHz..... 59	
Figure III. 5: Signal temporel du champ incident et réfléchi en mode réflexion couplant eau, fréquence 50 MHz..... 60	
Figure III. 6: Spectre de fréquences des signaux temporel de l'échantillon CAB24 en mode réflexion couplant eau, fréquence 50MHz..... 60	
Figure III. 7: Module de Young obtenu par fonction coût du CAB24 en mode réflexion. 61	
Figure III. 8: Mesure de la densité par la fonction coût en mode réflexion. 61	
Figure III. 9: Coefficient de poisson du CAB24 obtenu par la fonction coût en mode réflexion. 61	
Figure III. 10: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$: a) Phase, b) Amplitudes et c) Signature acoustique de l'échantillon CuAlBe (CAB24). 63	

Chapitre IV

Figure IV. 1: Les formes des échantillons étudiés: (a): circulaire (sous forme d'une pastille) avec un rayon r, (b): parallélépipédique ayant une longueur L, largeur l et épaisseur t. 72	
Figure IV. 2: Schéma synoptique du capteur et des trajets acoustiques en mode réflexion. 72	
Figure IV. 3: (a) Signal temporel obtenue sur le CAB 4 « épaisseur 2mm». 73	
Figure IV. 4: Dispositif expérimentale utilisé pour la mesure des spectroscopies vibratoires. 75	
Figure IV. 5: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB4, 2 mm d'épaisseur. 77	
Figure IV. 6: Réponse expérimentale de spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB4-2 mm et CAB 4-3 mm..... 78	
Figure IV. 7: Réponse expérimentale de spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB18-4 mm et CAB 24-4 mm..... 78	
Figure IV. 8: Réponse expérimentale de spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB24-2 mm et CAB 24-4 mm..... 78	
Figure IV. 9: Les formes de mode reconstruites en utilisant les données de la spectroscopie de vibration 3D et FEM pour le CAB4..... 80	
Figure IV. 10: Comparaison entre la réponse expérimentale de spectroscopie vibrationnelle en régime permanent et la réponse calculée FEM 3D des alliages AMF, où la force est appliquée au coin et sur les bords pour les échantillons circulaires. 82	
Figure IV. 11: Dépendance spatiale du module de Young (GPa) pour les phases β (a, b, c), γ (d, e, f) et ε_2 (g, h, i) des AMF. 84	

Figure IV. 12 Le CAB18 Homogénéisé, At% (Al, Cu): (35.30, 64.70).....	85
Figure IV. 13: Signal temporelle de l'onde ultrasonore réfléchi par le CAB4 «épaisseur 3 mm».à partir duquel le temps de vol (TOF) est récupéré.	87
Figure IV. 14: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB4 ayant 3 mm d'épaisseur.....	87
Figure IV. 15: Signal temporelle de l'onde ultrasonore réfléchi par le CAB24 « epaisseur4 mm ». ..	88
Figure IV. 16: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB24 « 4 mm d'épaisseur ».	88
Figure IV. 17: Signal temporelle de l'onde ultrasonore réfléchi par le CAB24« épaisseur 2 mm ». ..	89
Figure IV. 18: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB24 « 2 mm d'épaisseur ».	89
Figure IV. 19: Signal temporelle de l'onde ultrasonore réfléchi par le CAB18.	90
Figure IV. 20: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB18.....	90
Figure IV. 21: Les formes des modes 3D et FEM pour le CAB4 «épaisseur 3mm».	91
Figure IV. 22: Les formes des modes 3D et FEM pour le CAB24 « épaisseur2mm ».	91
Figure IV. 23: Les formes des modes 3D et FEM pour le CAB24« épaisseur4mm ».	92
Figure IV. 24 : Les formes des modes 3D et FEM pour le CAB18.	92

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I

Tableau I. 1: Les alliages à mémoire de forme les plus connus.	11
Tableau I. 2: Propriétés du CuAlBe les plus utilisés [7].	13

Chapitre II

Tableau II. 1. Les compositions des alliages CAB24, CAB4 et CAB18.....	22
Tableau II. 2: Les points de transformation des alliages CAB24, CAB4 et CAB18.....	24
Tableau II. 3: la composition atomique et massique des alliages du CuAlBe par l'EDS.....	35
Tableau II. 4: Phases récupérées de la mise en correspondance des diagrammes de diffraction des rayons X avec ceux mesurés pour les alliages homogénéisés (traitement d'homogénéisation de 15 minutes à 750 °C).	41
Tableau II. 5: La composition en pourcentage des éléments dans les deux supercellules, ainsi que le nombre réel d'atomes.....	42
Tableau II. 6: Constantes de rigidité élastique calculées (en GPa) et modules élastiques et paramètres de réseau correspondants.....	43
Tableau II. 7: Les phases identifiées à partir de l'analyse MEB avec EDS des SMA homogénéisés, leurs formules chimiques.	44

Chapitre III

Tableau III. 1: Les paramètres mécaniques des alliages du CuAlBe obtenus par problème inverse. ...	62
Tableau III. 2: Angles critiques des courbes de la phase et d'amplitude et les vitesses obtenues.....	64

Chapitre IV

Tableau IV. 1: Le TOF, les vitesses des ondes ultrasonores (V_L), les modules d'onde (M_{us}), le module de Young et le coefficient de Poisson obtenus par ultrasons, des échantillons homogénéisés du CuAlBe (15 minutes de chauffage à 750 °C).	74
Tableau IV. 2: Le TOF, les vitesses des ondes longitudinales (V_L) et le module de compressibilité M pour les échantillons homogénéisés suivi d'un traitement thermique de recuit durant 30' à 500 °C....	74
Tableau IV. 3: Fréquences de résonance des alliages calculées à l'aide de la spectroscopie vibratoire, $(f_1^{exp}, f_3^{exp}, f_4^{exp})$, ν_{vib} et M_{vib} sont le module de compressibilité et le coefficient ν de Poisson récupéré en utilisant les fréquences de résonance.	79

Tableau IV. 4: Propriétés mécaniques calculées, fréquences de résonance des alliages calculées à l'aide de la méthode des éléments finis 3D($f_1^{fem}, f_3^{fem}, f_4^{fem}$), E_s est le modules de Young récupérés en utilisant les fréquences de résonance..... 80

LISTE DES SYMBOLES

Symbole	Désignations
CuAlBe	Cuivre Aluminium Béryllium
AMF	Alliage à mémoire de forme
CND/NDT	Contrôle non destructif
MEB	Microscope électronique à balayage
EDS	Spectromètre à dispersion d'énergie
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage
AB Initio/DFT	Théorie fonctionnelle de la densité
QE	Quantum Espresso
DRX	Diffraction des rayons X
M_s	Martensite Start
M_f	Martensite finish
A_s	Austenite Start
A_f	Austenite finish
σ_c	Contrainte critique
CAB	Cuivre Aluminium Béryllium
β	Phase Mère (Béta)
γ	Précipités Gamma
ε	Epsilon
E	Module de Young
G	Module de cisaillement
ν	Coefficient de Poisson
ρ	Densité
C_{ij}	Constantes de rigidité élastique
M	Module d'onde de compressibilité
E_{effectif}	Module de Young effectif
$R(\theta)$	Pouvoir réflecteur
Θ	Fraction de masse
V_L	Vitesse longitudinale

V_T	Vitesse transversale
V_R	Vitesse de Rayleigh
$V(z)$	Signature acoustique
Θ_i	Angle d'incidence
Θ_r	Angle de l'onde réfléchi
Θ_L	Angle de l'onde longitudinale
Θ_T	Angle de l'onde transversale
Ω_0	Le fluide
Ω_1	Le matériau
Ω_2	Le substrat
P_1	Potentiel du champ incident
R	Onde réfléchi
Ψ_{s1}	Onde longitudinale dans le matériau
φ_{s1}	Onde transversale dans le matériau
Ψ_{s2}	Onde longitudinale dans le substrat
φ_{s2}	Onde transverse dans le substrat
K_{z11}	Nombre d'onde de l'onde longitudinale dans le matériau
K_{z31}	Nombre d'onde de l'onde transversale dans le matériau
K_{z21}	Nombre d'onde de l'onde longitudinale dans le substrat
FFT	Transformé de Fourier rapide
A_{11}	Amplitude de l'onde de compression
B_{11}	Amplitude de l'onde de cisaillement
Γ	Interface
ω	Pulsation/fréquence angulaire
\mathfrak{S}	Fonction coût
P	Fonction pupille
PZT	Piézoélectrique
Δz	Période de $V(z)$

INTRODUCTION GENERALE

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont réputés pour leurs propriétés thermomécaniques remarquables et inhabituelles.

Ils sont utilisés dans différents domaines tels que l'aérospatial, l'aéronautique, le biomédical, la connectique et l'industrie automobile. Les alliages à mémoire de forme ont la capacité de convertir une énergie thermique en énergie mécanique dans certaines circonstances. Ils ont également la capacité de reproduire des déformations et de produire des efforts assez importants lorsqu'ils subissent un chauffage. La liste des AMF a connu une croissance significative et leur intérêt fondamental ou pratique n'a cessé de croître.

Les alliages Ti-Ni, les alliages à base de fer et à base de cuivre sont les principales catégories d'alliages à mémoire de forme. Notre sujet repose sur cette dernière famille.

L'objectif visé dans cette thèse est de déterminer les paramètres mécaniques et les constantes C_{ij} des alliages à mémoire de forme par des techniques non destructives et par problème inverse afin de corréler nos résultats avec ceux obtenus par des techniques destructives (traction, compression, ...etc.).

Nous allons présenter dans cette thèse trois méthodes de calcul et de mesure des paramètres mécaniques module de Young (E), coefficient de Poisson (ν) et la densité (ρ) des alliages à mémoire de forme par des techniques non destructives.

La première méthode est innovante et elle consiste à déterminer des causes à partir de la connaissance des effets, cela revient à résoudre un problème mal posé ou dit par problème inverse. Ce problème est l'inverse du problème dit direct, consistant à déduire les effets à partir de la connaissance des causes, c'est à quoi nous sommes plus souvent habitués. Par exemple le radar et l'acoustique sous-marine (détermination de la forme d'un obstacle), le traitement d'image (restauration d'images floues) ... etc.

La deuxième méthode porte sur le calcul des paramètres mécaniques à partir du coefficient de réflexion mesuré $R(\theta)$ par problème inverse et d'en déduire les vitesses qui interagissent dans le matériau (V_L , V_T et V_R).

La troisième technique de mesure est la spectroscopie vibratoire qui permet d'obtenir les paramètres mécaniques à partir de la mesure des fréquences de résonances.

Et enfin, optimiser et faire converger ces trois méthodes pour retrouver les mêmes résultats de mesure et ceux obtenus dans les modèles développés au laboratoire LEAM-Univ-Annaba Algérie et LMA-CNRS-Marseille France.

Dans le premier chapitre nous donnons une présentation succincte sur les alliages à mémoire de forme (AMF), leurs propriétés et leurs applications. Les techniques et les conditions expérimentales d'élaboration des alliages à mémoire de forme y sont décrites.

Dans le chapitre II, on présentera les différents traitements thermiques que va subir l'alliage CuAlBe retenu pour cette étude, les techniques de caractérisations de ces alliages en commençant par l'identification des points de transformation par DSC, ensuite l'observation microscopique à l'aide d'un microscope optique et d'un microscope électronique à balayage relié à un EDS ainsi que la caractérisation par DRX pour connaître les phases et la composition des échantillons.

Le chapitre III comporte l'identification des paramètres mécaniques en utilisant le problème inverse par le développement d'un modèle numérique qui permet d'obtenir le coefficient de réflexion $R(\theta)$ qui permet de déterminer les constantes élastiques (le module de Young (E), le coefficient de poisson (ν) et la densité (ρ)) de ces matériaux.

Le chapitre IV est destiné à l'étude des alliages à mémoire de forme par des techniques non destructives tel que la méthode de mesure par ultrasons en utilisant les ondes ultrasonores à haute fréquences, la spectroscopie vibratoire à l'aide des transducteurs piézoélectriques et une simulation par modélisation tridimensionnelle par élément finis.

Une étude comparative des modules de Young mesurés dans les deux derniers chapitres avec ceux rapportés dans la littérature.

Et on termine par une conclusion et perspective d'application et développement de notre travail.

Chapitre I

LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

I.1. Introduction

Les alliages à mémoires de forme (AMF) font partie de nouveaux matériaux qui sont développés ces dernières années pour remplir des fonctions de plus en plus complexes et de répondre aux exigences des industriels, ce sont des matériaux qui subissent une transformation à l'état solide de type martensitique, certains présentent une transformation thermoélastique qui est à l'origine des propriétés particulières des AMF telles que: la super élasticité, l'effet mémoire de forme, ...etc.

Dans ce chapitre, nous allons donner un rappel succinct sur la transformation martensitique, ses propriétés générales et les notions de base de cette transformation. Ensuite on donne un aperçu sur l'alliage étudié « Cuivre-Aluminium-Béryllium : CuAlBe ».

I.2. La transformation martensitique

I.2.1. Définition

Historiquement, le nom de « transformation martensitique » est associé à la transformation de l'austénite de l'acier en martensite découverte en 1879 par Adolf Martens. Il fait référence à la transformation de phase qui se produit dans l'acier lors d'un refroidissement rapide après une période de stabilisation à haute température. Dans l'acier, l'austénite est la phase stable à haute température et la martensite est la phase stable à basse température. Par extension, le terme a été généralisé à certains alliages dont la transformation présente certaines caractéristiques typiques de la transformation martensitique de l'acier: c'est le cas non seulement des alliages à base de fer mais aussi des alliages ou métaux précieux et des alliages à base de Titane-Nickel (Ti, Ni) et même certains métaux purs (Co, Ti, Ni).

La transformation martensitique est un changement de phase à l'état solide, elle possède des propriétés de déplacement du premier ordre, elle représente une déformation uniforme du réseau et est principalement due au mécanisme de cisaillement [1- 2].

Transformation par déplacement dites displacive: La transformation de l'austénite en martensite est caractérisée par un mouvement collectif et coopératif des atomes, sur de courtes distances (de l'ordre du dixième de la distance d'interaction). L'absence de diffusion permet à la transformation martensitique d'être quasi instantanée et généralement indépendante de la vitesse de refroidissement de l'alliage.

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

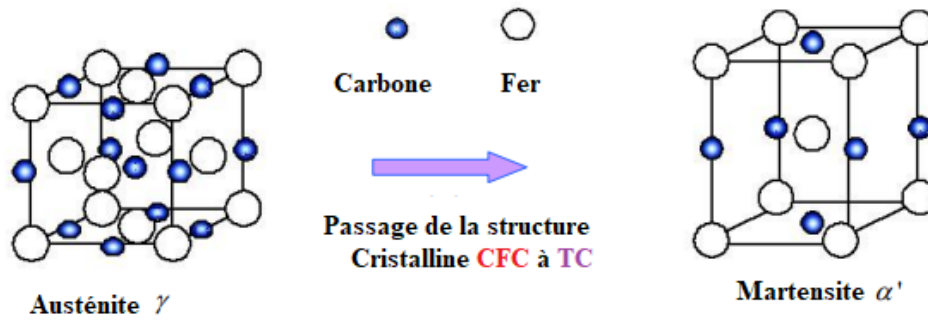


Figure I. 1: Structure cristallographique de l'austénite et de la martensite α' de l'alliage Fer- Carbone [2].

Le comportement des différentes transformations des AMF sont donnés dans les différentes sources bibliographiques du laboratoire LEAM [1-3, 4].

I.2.2. Températures de la transformation martensitique

Les transformations de type martensitique ont des températures caractéristiques qui définissent les points de début et la fin de la transformation (figure I. 2).

La détermination de ces températures s'effectue en analysant tout phénomène physique associé directement à la transformation. Diverses techniques peuvent être employées : la dilatométrie, la résistivité électrique, la calorimétrie différentielle à balayage «DSC».

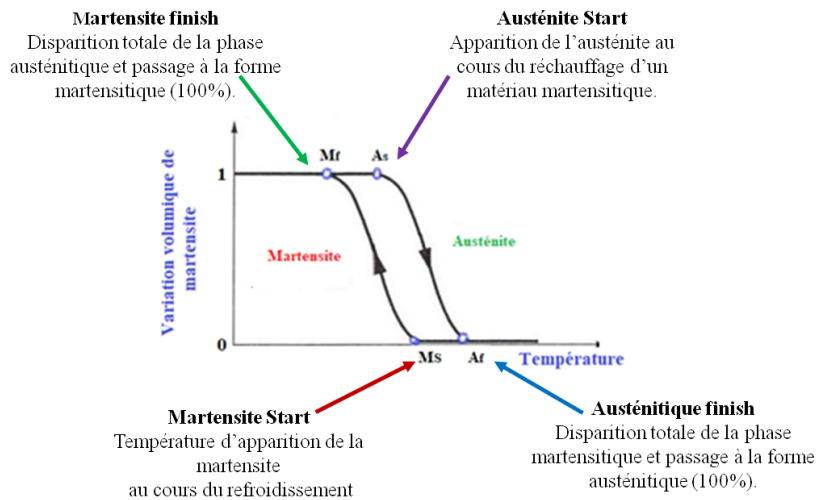


Figure I. 2: Déplacement des points de la transformation en fonction de la température [1, 2].

I.2.3. Classification des transformations martensitiques

Les alliages qui présentent une transformation martensitique ne possèdent pas tous l'effet mémoire de forme. Les conditions requises pour qu'un matériau possède cette propriété sont le faible étalement des températures de transformation et la réversibilité de la

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

transformation. Les positions relatives des points de transformation conduit à distinguer l'étude de deux types de transformations.

Transformation non thermoélastique "par burst"

Dans ce type de transformation, appelée également transformation par burst, la nucléation est plus difficile que la croissance et cette dernière s'effectue par un processus d'avalanche "burst", à une vitesse proche de la vitesse du son, ce qui conduit à des microstructures sévèrement déformées et largement irréversibles. Chaque variante de martensite croît très rapidement à travers le grain d'austénite jusqu'à ce qu'elle rencontre un obstacle : une autre variante, un joint de grain, un précipité, ...etc. La transformation inverse ne peut alors se produire que par germination de la phase austénitique à l'intérieur des plaquettes de martensite (ou à partir de l'austénite résiduelle) celle-ci ne retrouve pas généralement son orientation initiale. On rencontre ce type de transformation dans les alliages présentant de fortes hystérésis (figure I.3 (a)) et généralement ils ne présentent pas, ou très peu, d'effet mémoire de forme.

Transformation thermoélastique

Dans ce type de transformation, la germination est plus facile que la croissance, c'est-à-dire le mouvement des interfaces phase mère martensite s'effectue par une succession de positions d'équilibre en fonction des forces motrices. Autrement dit, la formation continue de la martensite par germination et croissance des variantes est directement liée à la variation de la température et/ou de la contrainte. A une température T constante comprise entre M_s et M_f , les interfaces phase mère martensite sont immobiles, et une variation de la température dans un sens ou dans l'autre entraîne le déplacement de l'interface de façon réversible dans un sens ou dans l'autre (avec une hystérésis). Ces transformations thermoélastiques se rencontrent généralement dans les alliages à faible hystérésis.

Enfin, selon les positions relatives des points de transformation, on peut considérer deux types de transformations thermoélastiques:

- a. Transformation thermoélastique type I: Ce sont les transformations à très faible étalement et hystérésis (de 5 à 20°C) et les points de transformation s'échelonnent comme suit: $M_f < M_s < A_s < A_f$ (Exemple: Au-Cd), (figure I. 3(b)).

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

b. Transformation thermoélastique type II: Dans ce type de transformation, l'hystérésis reste faible mais l'étalement est plus important et les points de transformation s'échelonnent dans l'ordre suivant: $M_f < A_s < M_s < A_f$ (Exemple: Cu-Zn-Al), (figure I. 3(c)).

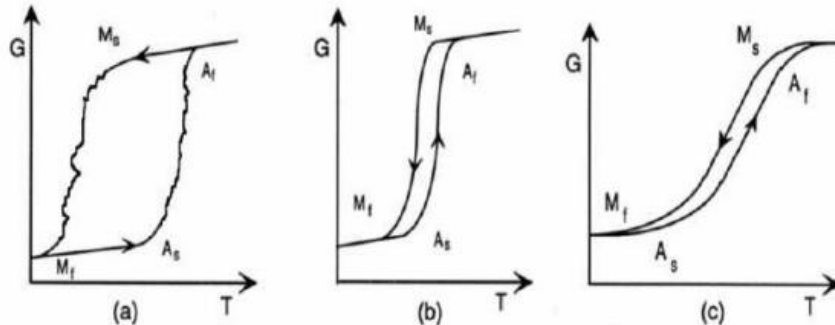


Figure I. 3: Classification des transformations martensitiques. (a) Transformation par «burst», (b) Transformation thermoélastique de type I et (c) Transformation thermoélastique type II [5].

Les alliages à mémoire de forme sont une classe de matériaux qui ont la capacité de se déformer fortement et de trouver leur géométrie initiale après un simple chauffage. Les deux principaux états de phases de ces matériaux exceptionnels sont la phase martensitique (dite phase à basse température) et la phase austénitique (dite phase à haute température ou phase mère). Ainsi, ces matériaux possèdent des propriétés remarquables dues à l'existence de cette transformation de phase austénite \leftrightarrow martensite réversible d'origine thermique.

I.3. Les propriétés des alliages à mémoire de forme

Les effets des alliages à mémoires de formes sont longuement étudiés par Gérard Guénin, Soliman Belkahla et al au laboratoire GMPPM Lyon France et présentent cinq propriétés physiques d'origine thermique et/ou mécanique qui se manifeste par le recouvrement d'une déformation apparemment plastique en phase basse température (martensite) après un chauffage en phase haute température (austénite) [9].

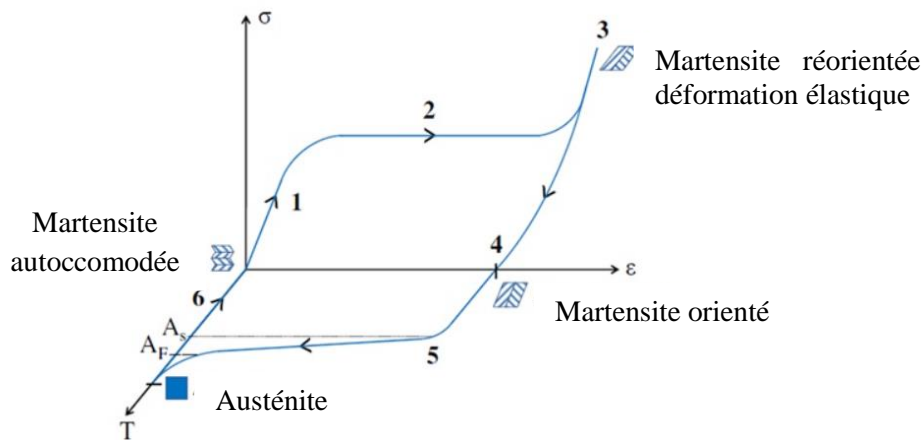
1.3.1. Effet mémoire simple sens

Cet effet est réalisé en 4 étapes:

- L'étape (1) l'échantillon est refroidi à une température inférieure à M_f (figure I.4), ce qui entraîne un effet d'auto accommodation qui gouverne la croissance des variantes de martensite. Ces variantes d'orientations différentes tendent à compenser les cisaillements résultant de leur formation.

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

- L'étape (2) est observée après application d'une contrainte de déformation à l'échantillon pour $T < M_f$ ce qui entraîne un mouvement des interfaces martensite-martensite qui sont très mobiles. L'échantillon subit ainsi une déformation importante qui est due à la croissance préférentielle de certaines variantes favorablement orientées par rapport à la direction de la contrainte appliquée au détriment des autres variantes.
- L'étape (3) est caractérisée par la présence de déformation résiduelle due à la suppression de la contrainte, c'est-à-dire la réversion des interfaces est partielle, car certaines variantes ne retrouveront pas leur orientation originale.
- Dans l'étape (4), le matériau retrouve son état initial par une réversion totale des interfaces pour $T > A_f$.



I.3.2. Effet mémoire double sens

I.3.2.1. Effet mémoire double sens non assisté

L'effet mémoire double sens traduit le pouvoir de mémorisation d'une forme haute température et une autre basse température. L'acquisition de cette qualité permet aux alliages à mémoire de forme de se déformer spontanément au refroidissement sans application d'aucune contrainte. Il peut être obtenu après un traitement thermomécanique convenable appelé «éducation». Un tel traitement peut consister en la répétition de cycles thermiques sous contrainte, ou en un cyclage par effet super élastique ou simplement par une vraie déformation plastique du matériau. Ce traitement garantit l'accroissement privilégié de certaines variantes par rapport aux autres : un champ de contraintes internes oriente les variantes qui se forment lors du refroidissement, sans l'aide d'aucun changement externe et la forme initiale se retrouve par réchauffage au-dessus de A_f . Ce champ de contraintes internes tire son origine de:

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

- -La martensite résiduelle (après un vieillissement sous contraintes).
- -L'augmentation de la densité des dislocations après une déformation plastique en phase martensitique ou austénitique.

I.3.2.2 Effet mémoire double sens assisté

L'effet mémoire double sens assisté diffère de l'effet mémoire double sens non assisté par le maintien d'une contrainte constante lors de la transformation. Le départ est toujours de l'état austénitique ($T > A_f$), où on applique une faible contrainte qui va provoquer une déformation purement élastique. Au cours du refroidissement, on assiste à la croissance des variantes martensitiques favorablement orientées par rapport à la contrainte appliquée, ceci implique une déformation importante. Le chauffage qui s'ensuit sans retirer la contrainte, permet de retrouver la phase austénitique.

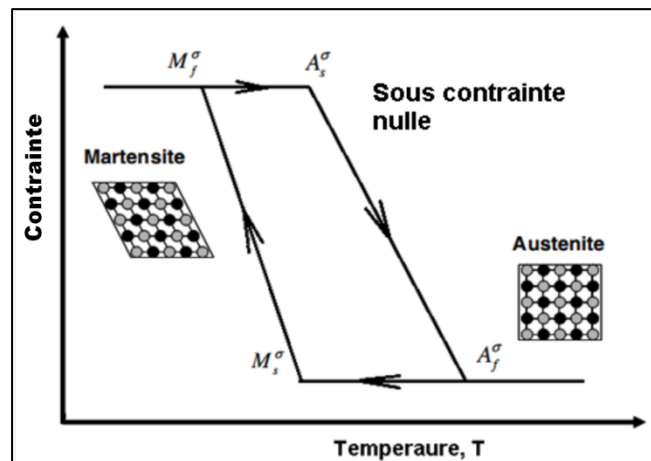


Figure. I. 5: Effet de mémoire double sens.

I.3.3 Effet superélastique

L'effet superélastique dans les AMF, se caractérise par la récupération complète de la forme de l'échantillon lorsque la contrainte cesse. Cette propriété est observée, pour la première fois, sur un alliage Cu-Zn en 1952. Elle est de nature mécanique et dépend également de la transformation martensitique.

Dans un domaine de température où le matériau est austénitique ($T > A_f$), la transformation martensitique va être induite par l'application d'une contrainte provoquant une déformation. La courbe des propriétés mécaniques présente un allongement élastique normal jusqu'à une valeur critique de la contrainte. A partir de cette contrainte, des plaquettes de martensite commencent à se former et la déformation continue comme s'il s'agissait d'un

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

allongement plastique. Quand la contrainte est relâchée, la martensite formée disparaît et l'alliage revient à sa forme austénitique, en reprenant sa dimension première (Figure I.6). Le retour se fait avec une hystérésis due aux frictions des mouvements des interfaces.

L'effet est moins important dans un polycristal que dans un monocristal. Ceci est dû aux problèmes d'accommodation aux joints de grain de la phase austénitique.

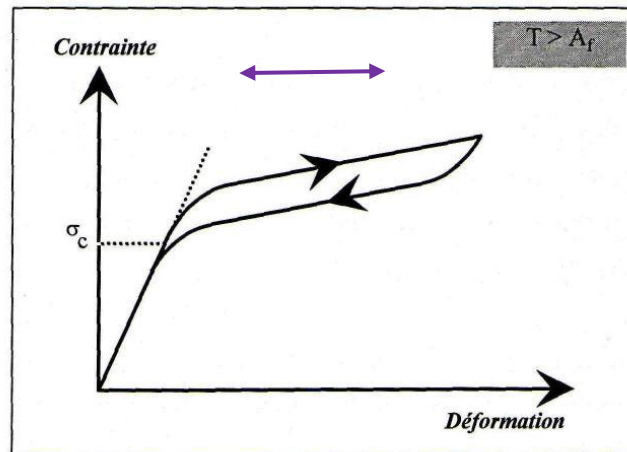


Figure. I. 6: Illustration de l'effet superélastique (superélasticité par transformation) [11].

I.3.4. Effet caoutchoutique

L'effet caoutchoutique découle de la mise en place d'une contrainte à l'état martensitique et peut être décrit en trois étapes (voir figure I.7).

- Lorsqu'une contrainte est appliquée à la martensite auto-accommodante, les interfaces se déplacent et l'échantillon présente une déformation ε (position 2).
- Une partie de la déformation est réversible lorsque la contrainte est supprimée en renforçant partiellement les interfaces. À l'inverse, une autre partie est résiduelle et irréversible (3).
- Une contrainte cyclique entre 2 à 3 crée un fuseau dans le plan contrainte-déformation avec une pente bien inférieure à celle d'un comportement purement élastique.

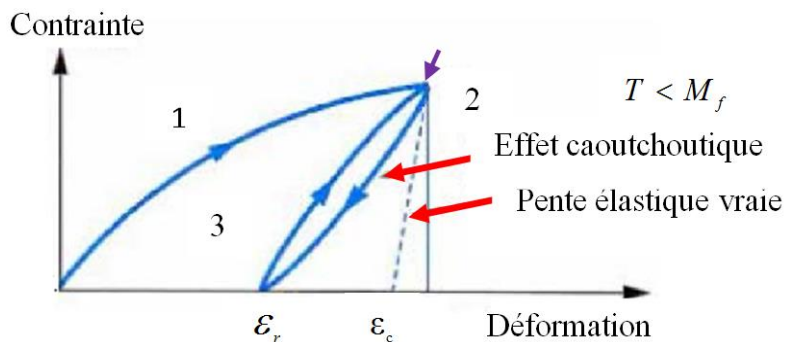


Figure I. 7: Effet caoutchoutique [5].

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

I.3.5. Effet d'amortissement

Le frottement interne, également connu sous le nom d'amortissement mécanique des matériaux, est le résultat d'une transformation indéfinie d'énergie mécanique en énergie thermique dissipée. Par exemple, lors d'oscillations mécaniques, on constate une baisse de l'amplitude de ces oscillations au fil du temps.

Le frottement intérieur est influencé par différentes variables telles que la température, la fréquence, le niveau de déformation, ainsi que le matériau et son état interne. En ce qui concerne les AMF, on observe trois domaines où le frottement intérieur varie considérablement en fonction de la température.

- C'est pendant la transition entre les phases que le frottement interne est le plus significatif. Dans ce stade, il est fortement lié au déplacement des interfaces entre l'austénite et la martensite.
- Dans l'état austénitique, on note de faible frottement intérieur causée par le mouvement réversible des dislocations et des défauts ponctuels.
- Lorsqu'il est martensitique, l'alliage possède des capacités significatives pour amortir les chocs ou réduire les vibrations mécaniques. Le mouvement réversible des interfaces entre les différentes variantes de martensite est lié à un frottement intérieur important.

I.4. Les familles des alliages à mémoire de forme

Il y a différentes familles d'AMF. Le tableau I.1 regroupe les plus utilisés en fonction de leurs caractéristiques thermomécaniques qui répondent aux critères de compétitivité industrielle et physico-chimiques.

La majorité des alliages du Tableau I.1 présentent une transformation martensitique [3].

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Type d'alliage	Propriétés
<u>A base de TiNi</u>	<ul style="list-style-type: none"> - C'est un alliage équiatomique - Cout encore très élevé - Présente de bonnes performances, aussi bien en effet mémoire de forme simple sens qu'en superélasticité. - Possède une bonne tenue à la corrosion. - Biocompatibilité autorise son utilisation dans le domaine biomédical. <p>Remarque : Présentent beaucoup plus un intérêt scientifique dans le domaine de recherche</p>
<u>A base de cuivre</u> CuZnAl Cu-Al-Ni Cu-Al-Be	<ul style="list-style-type: none"> - Bonne propriétés thermomécaniques. - Prix industriellement compétitifs
<u>A base Aur</u> Au-Cd Cu-Au-Zn <u>A base d'argent</u> Ag- Cd	<ul style="list-style-type: none"> - Très couteux - ne sont pas commercialisables - Présentent uniquement un intérêt scientifique
<u>A base de Fer</u> Fe-Mn-Cr-Ni-Si Fe-Cr-Ni-Co-Mn-Si Fe-Pt et Fe-Pd, ...etc.	<ul style="list-style-type: none"> - Peu coûteux - Possède des propriétés thermomécaniques plutôt limitées. - Présente un effet mémoire faible par rapport aux alliages à base de cuivre généralement inférieur à 2 % - La martensite thermique est liée à la structure du matériau et elle est différente de la martensite de déformation.

Tableau I. 1: Les alliages à mémoire de forme les plus connus.

1.4.1. A base de cuivre (Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni et Cu-Al-Be)

Dans le cas de ces alliages l'hystérésis et l'étalement de la transformation martensitique sont importants. La transformation est rarement thermo élastique. Le changement de volume entre l'austénite et la martensite, la diffusion d'atome interstitiels, et des transformations d'ordre magnétique gênent l'obtention d'une transformation réversible [3]. Il existe différents types de martensite dont certaines sont susceptibles de présenter un effet mémoire de forme simple après formation de martensite sous contrainte. Selon les alliages et les traitements initiaux, la recouvrance de la déformation peut être totale ou partielle. Cet effet mémoire de forme est cependant beaucoup plus faible que dans les bases cuivre, et dépasse rarement les 2%. Enfin, il faut noter que la martensite thermique dépendant de la structure du matériau est différente de la martensite de déformation.

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

1.4.2. Effet des éléments d'addition sur l'effet mémoire

L'ajout en très faible proportion permet d'améliorer la trempabilité et la durée de vie de l'alliage à mémoire de forme c'est à dire retarder son vieillissement, et notamment diminuer le taux de la martensite susceptible de se stabiliser et bloquer l'effet mémoire [4].

1.4.3. Effet de l'ajout du béryllium (Be) sur l'aspect métallurgique du Cu-Al

L'ajout d'une faible proportion de béryllium à l'alliage binaire (Cu-Al), peut améliorer la résistance et la durée de vie des AMF, ce qui signifie retarder considérablement son vieillissement, en réduisant notamment le taux de martensite qui pourrait stabiliser l'effet mémoire et bloquer toutes transformations [3]. La présence de béryllium (Be) a un impact direct sur l'aspect métallurgique du Cu-Al. Les propriétés physiques et chimiques de l'alliage binaire Cu-Al sont considérablement améliorées grâce à l'ajout d'une faible proportion de Béryllium, ce qui a donné lieu aux caractéristiques suivantes [3]:

Une diminution significative des températures de transformation est observée lorsque l'ajout du Be est $\leq 6\%$ à l'alliage Cu-Al c'est-à-dire quand on est proche de la composition eutectoïde. En ajoutant du Be, la nature de la transformation martensitique ne change pas. Ces nouveaux alliages peuvent être transformés à différentes températures, ce qui leur donne une grande plage d'application.

Ces alliages possèdent une remarquable résistance à haute température et une bonne aptitude à l'effet mémoire de forme double sens.

C'est sur ce dernier alliage (CuAlBe) que repose notre étude. Cependant nous nous intéressons beaucoup plus à étudier ces alliages par des techniques non destructives et de déterminer leurs paramètres mécaniques (E , G , ν , ρ et les C_{ij}), soit par optimisation ou le développement de nouveaux modèles tend sur le plan théorique qu'expérimental, tel que:.

- Par problème inverse ou problème dit mal posé (*modélisation et mesure*)
- Etude des AMF par CND (*modélisation et mesure*)
- Par spectroscopie vibratoire (*modélisation et mesure*)

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Les principales caractéristiques de l'alliage CuAlBe sont présentées dans le tableau I.2

Propriétés Physiques		CuAlBe
Point de fusion (°C)		970-990
Densité (Kg/m ³)		970-990
Résistivité électrique (Ω -m x 10 ⁻⁶)		0,07-0,09
Conductivité thermique (W-m-1-K-1)		-
Coefficient de dilatation (K-1x10 ⁻⁶)		-
Chaleur spécifique (J-Kg-1- K-1)		-
Enthalpie de transformation (J-Kg-1)		7200
Module de Young (GPa)		90
Résistance à la traction (MPa)		900-1000
Allongement à la rupture (%)		15
Limite de fatigue (Etat austénite) (MPa)		-
Taille de grain (μ m)		100-500
Domaine de transformation (°C)		-200 à 150
Hystérésis (A_s - M_f) (°C)		20-25
Etalement (A_f - A_s) (°C)		15-20
Déformation maximale	Mémoire simple effet (%)	3-5
	Mémoire double effet (%)	2
	Cycle (N)=102 (%)	-
	Cycle (N)=105 (%)	-
	Cycle (N)=107 (%)	-
Température max d'usage (1heure) (°C)		400
Déformation maximale (Superélasticité)	Polycristal (%)	3
	Monocristal (%)	10
Amortissement (SDC-%)		-
Résistance à la corrosion		Moyenne
Biocompatibilité		Mauvaise

Tableau I. 2: Propriétés du CuAlBe les plus utilisés [7].

I.5. Les applications des alliages à mémoire de forme

Les propriétés spécifiques des alliages à mémoire de forme font que leurs applications ont connu un considérable essor au cours de ces dernières années dans des domaines aussi pointus et différents que le domaine spatial ou médical. D'autres secteurs d'activité, notamment

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

l'industrie automobile et nucléaire, manifestent également un intérêt croissant à l'égard de ces éléments sous diverses formes telles que des fils, des tubes, des ressorts ou des films minces. L'ordre de grandeur de ces systèmes varie du nanomètre au mètre. Ce paragraphe fait un tour d'horizon non exhaustif des applications intégrant les alliages à mémoire de forme :

1.5.1. Application médicale

Le succès commercial des AMF trouve principalement son origine dans le domaine de la bio-ingénierie et le médical. La propriété de superplasticité est dans ce cas largement mise en profil. On donne, ci-dessous, quelques exemples d'application :

- Arc dentaire [8].
- Agrafes.
- Stents (microstructures auto-expansives) [8].
- Endoscope
- Disque d'espacement médullaire
- Instruments microchirurgicaux (micro pince).

1.5.2. Application militaire dans l'aérospatial

- Accouplement de tube en titane
- Antenne de satellite
- Dispositif Frangibolt

1.5.3. Applications industrielles

En dehors de l'industrie automobile qui utilise certaines des propriétés des alliages à mémoire de forme, les autres secteurs de l'industrie intègrent relativement peu d'éléments en alliages à mémoire de forme dans les systèmes.

- *L'automobile*

L'intégration des composants en alliages à mémoire de forme dans le secteur automobile présente plusieurs avantages:

- Faible encombrement
- Activation silencieuse
- Nombre peu important des composants pour un système donné.

CHAPITRE I: LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

- *Les soupapes*

C'est l'une des applications la plus courante des alliages à mémoire de forme. Utilisés sous forme de ressort, de film mince ou de fil, les alliages à mémoire de forme permettent de contrôler le débit de fluides ou de réguler une pression en fonction de la température.

I.5.4. Systèmes de sécurité

Le changement de phases des alliages à mémoire de forme, pouvant s'opérer par variation de la température, ceci a favorisé leurs exploitations dans les systèmes de sécurité ou de détection :

- Trappe d'évacuation de fumée
- Valve de circuit de gaz
- Déclencheur d'extincteur d'incendie

La liste des applications citées jusqu'ici n'est en aucun cas exhaustive. Elle peut être élargie et inclure d'autres applications telles que:

- Interrupteur thermiques
- Thermomarqueur (domaine alimentaire et paramédical)
- Dispositifs antisismiques (architecture, génie civil)
- Montures de lunettes résistant à la déformation
- Actionnaires de minirobots simulant le fonctionnement des muscles électriquement
- Certaines œuvres d'arts, etc...

**Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE
FORME**

Chapitre II

**CARACTERISATION DES ALLIAGES A
MEMOIRE DE FORME**

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

II.1. Introduction

Les alliages à mémoire de forme possèdent la caractéristique de subir une transformation martensitique. Ils peuvent acquérir deux formes différentes, une forme haute température et une forme basse température, que l'utilisateur peut imposer.

Dans ce chapitre, on va citer les différentes techniques de caractérisation de ces alliages ternaires à mémoire de forme:

- En commençant par leurs élaborations et la caractérisation par Calorimétrie Différentielle à balayage «DSC» pour connaître les points de transformation de ces alliages.
- On identifie la microstructure par observation sur un microscope optique.
- L'analyse des histogrammes sont effectués pour déterminer les phases et les composants coexistant dans l'alliage.
- après chaque traitement on a effectué une analyse par diffraction des rayons X, et on la complète par la technique dite Ab Initio pour prédire les propriétés mécaniques. C'est la méthode la plus utilisée pour les calculs quantiques des structures électroniques du solide. Nous avons donc utilisé cette approche pour explorer la relation entre la composition chimique et les propriétés élastiques

II.2. Elaboration du CuAlBe

Comme la concentration en béryllium de l'alliage est toujours faible, (1,9 % au maximum et inférieur à 0,7 % la plupart des cas), le béryllium n'est pas utilisé directement parce qu'il est toxique, mais un alliage à base Cu – 4,3 % Be auquel on a ajouté du cuivre et de l'aluminium pour obtenir les proportions stœchiométriques convenables [1].

II.2.1. Elaboration des polycristaux

Selon le diagramme de phases du CuAlBe établi par BELKAHLA [1] (figure II. 1), les polycristaux sont fabriqués dans un four à induction (figure II. 2), avec une composition proche du point eutectoïde. Les alliages sont initialement fondus sous atmosphère d'argon. Pour garantir l'homogénéité du produit final, tous les alliages sont soumis à un traitement d'homogénéisation à une température de 850 °C pendant une heure, puis ils sont trempés dans l'eau à la température ambiante. Les barreaux cylindriques de diamètre 14 mm et de longueur 110 mm peuvent être fabriqués à l'aide de la lingotière massive en cuivre.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

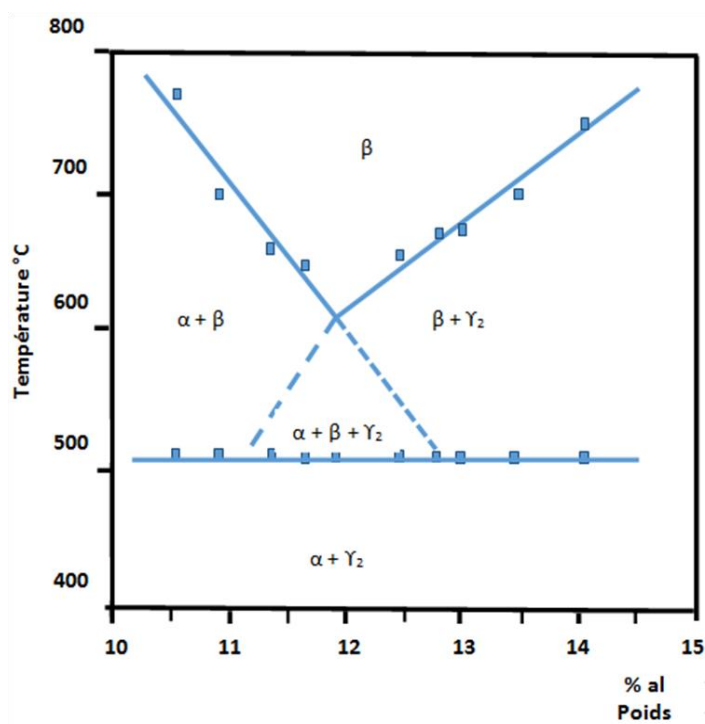


Figure II. 1: Coupe de diagramme de phases du CuAlBe pour 0.47% de Béryllium (en poids) [1].

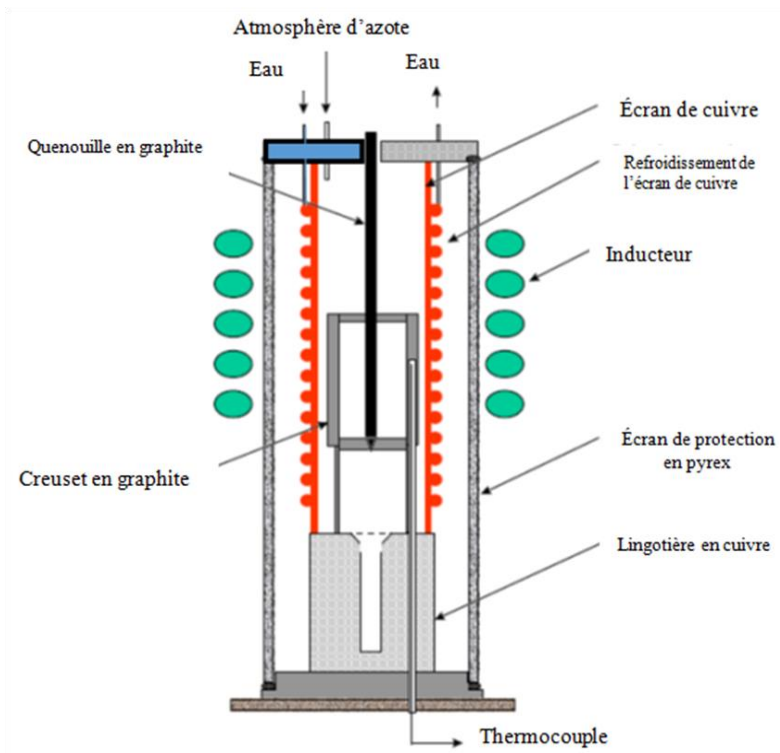


Figure II. 2: Représentation schématique du four à induction permettant l'élaboration des polycristaux de CuAlBe.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

II.2.2. Elaboration des monocristaux

Pour choisir une composition optimale, nous avons utilisé les équations établies dans les travaux de BELKAHLA [1] et de CONTARDO [2] afin d'obtenir une température de transformation M_s dans le domaine de la température ambiante et cela après plusieurs essais. La méthode de Bridgman a été modifiée pour produire des monocristaux [3].

Les monocristaux sont élaborés par la méthode de Bridgman modifiée [3]. Les polycristaux sont scellés dans des ampoules de silice SiO_2 , sous vide. Puis, l'ampoule est placée dans le four à $1120^\circ C$ (figure II.3). Le four s'élève à une vitesse constante de 11 mm/heure. Le matériau, à l'état liquide, commence à se solidifier en partant du bas. Un germe se forme et croît, formant un unique grain. Une fois que le monocristal est formé, la température de transformation M_s augmente de quelques degrés, ce qui est probablement dû à l'évaporation du Béryllium ou du Zinc, selon le matériau étudié [4, 5]. On peut également observer un gradient de température de transformation dans l'échantillon.

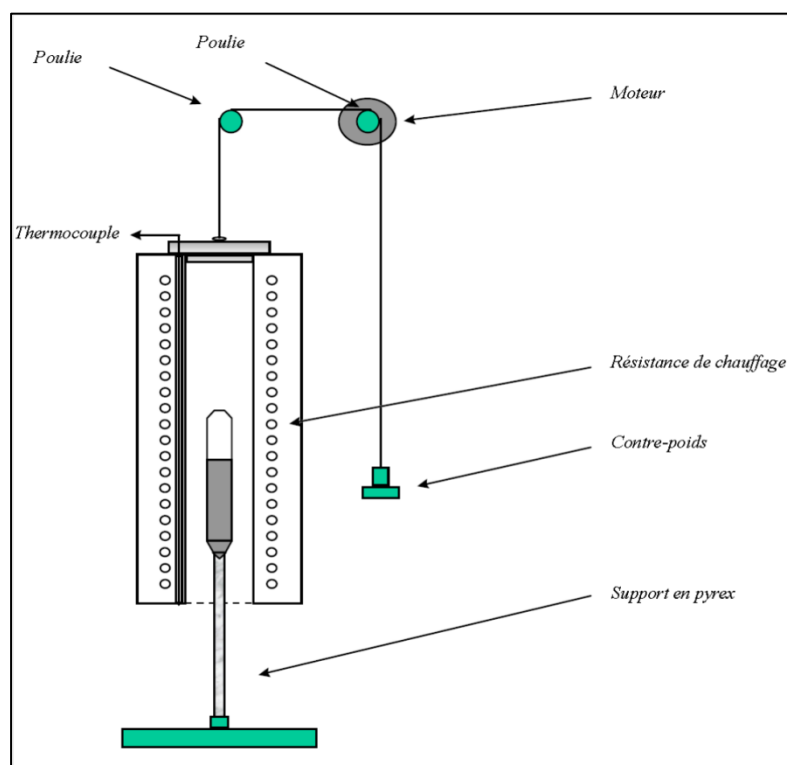


Figure II. 1: Schéma synoptique de la méthode de Bridgman modifiée pour la de fabrication des monocristaux [3].

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

II.3. Caractérisation des alliages du CuAlBe

- Préparation des échantillons

Les échantillons sont découpés en des petits morceaux de quelques mg de masse. La masse de chaque échantillon est pesé à l'aide d'une balance numérique (Toledo à 10^{-4} de précision).

II.3.1. Caractérisation thermique par DSC

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permet d'une part de mesurer la chaleur dégagée (ou absorbée) pendant la transformation et d'autre part de déterminer les températures de transformation de l'alliage.



Figure II. 2: Dispositif de mesure de calorimétrie différentielle à balayage utilisé "DSC131 Evo".

Un appareil Setaram DSC 131 Evo couplé à un microordinateur et d'un logiciel d'acquisition et de traitement des données numériques est employé pour effectuer des balayages à des températures allant de $(-170 \text{ à } 700^\circ \text{C})$ à des vitesses inférieures à $10^\circ \text{C}/\text{mn}$ (figure II.4).

Nous avons choisi de travailler sur des échantillons de masse variant entre 5 à 20 mg avec une cinétique de $5^\circ\text{C}/\text{min}$. Cette vitesse est suffisante pour les transformations directes et inverses soient nettement mises en évidence et elle est assez faible pour avoir un bon équilibre entre la température du creuset et celle de l'échantillon. L'échantillon à mesurer et l'échantillon de référence (creuset vide) sont introduits en même temps dans une enceinte hermétique, balayée par un gaz inerte (argon ou azote) et régulée en température. La cellule mesure en permanence la différence de température entre l'échantillon testé et le creuset de référence.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Lorsque cet échantillon subit une transformation de phase, le dégagement ou l'absorption de chaleur qui résulte va donner une fluctuation de température, et par la mesure de cette fluctuation (figure II.5), on peut estimer le flux de chaleur dégagé ou absorbé par l'échantillon.

L'acquisition des thermogrammes s'affiche instantanément sur l'écran de l'ordinateur qui seront stockée et traités par la suite sous le **logiciel Origin 2019** pour déterminer les différentes phases de transformations détectées (*en tenant compte des différences inerties thermiques*).

À partir de l'enregistrement général des données, on définit les températures de transformation de phase en identifiant le début et la fin des pics de transformation par rapport à l'état stable (figure II.5).

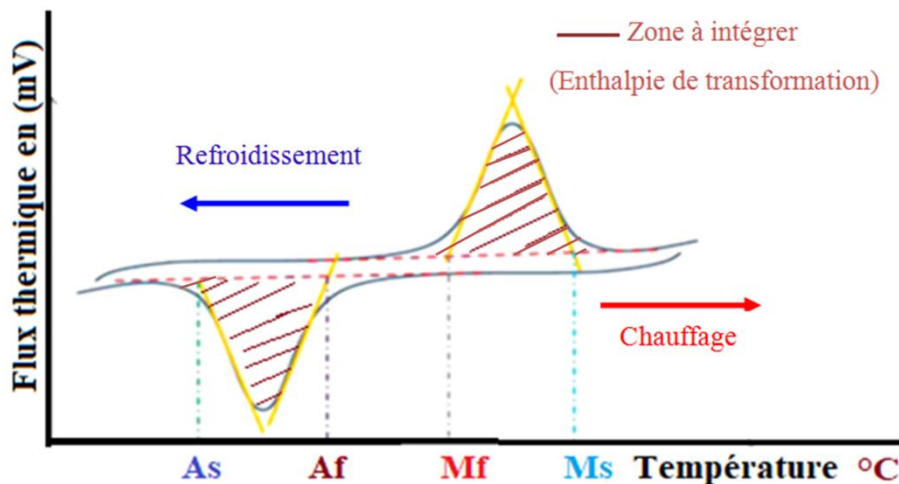


Figure II. 3: Exemple de thermogramme obtenu par DSC pour déterminer les phases de transformation dans les AMF [6].

L'intégration temporelle du flux de chaleur Q permet de déterminer l'échange de chaleur produit pendant la réaction. Une courbe sera toujours intégrée par rapport à la ligne relative à l'état stable (ligne horizontale). L'intégration de l'aire du pic par rapport à cette ligne de base va conduire à l'enthalpie de transformation (en Joule/gramme).

Certains matériaux vont présenter des phases qui ne sont plus susceptibles de se transformer tels que des précipités ou de la martensite stabilisée (martensite ne se transformant plus sous l'effet de l'augmentation de chaleur). L'impact direct de ces phases entraîne une transformation partielle du matériau, ce qui entraîne une diminution de l'enthalpie. La

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

température du pic de transformation correspond à la température à laquelle la vitesse de transformation est maximale.

II.3.1.2. Thermogrammes obtenus par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Trois types d'échantillons du CuAlBe sont étudiés que nous définissons le long de la thèse par CAB24, CAB4 et le CAB18 dont les compositions stœchiométriques sont regroupé dans le tableau II.1 suivant:

Alliage	Composition (%)		Structure
CAB24	Cu	87.49	Monocristallin
	Al	12.04	
	Be	0.47	
CAB4	Cu	87.74	Polycristallin
	Al	11.50	
	Be	0.43	
CAB18	Cu	87.77	Polycristallin
	Al	11.76	
	Be	0.47	

Tableau II. 1. Les compositions des alliages CAB24, CAB4 et CAB18.

➤ Chaque échantillon doit subir un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750 °C qui sera suivi d'une trempe rapide à l'eau pour être sûr que la phase β est bien la phase de départ et afin d'éliminer tout son historique.

➤ Par la suite, un traitement de recuit est effectué pendant 30 mn à 500°C pour provoquer l'apparition des précipités, dans le cas où il n'y pas de précipité durant 30 mn, un second recuit est effectué pendant 2 heures.

Les figures II.6, II. 7 et II.8 représentent les thermogrammes obtenus par mesure DSC des trois échantillons du CuAlBe qui sont effectuées sous atmosphère d'azote liquide pour des plages de températures entre $(-40\text{ °C et }100\text{ °C})$.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

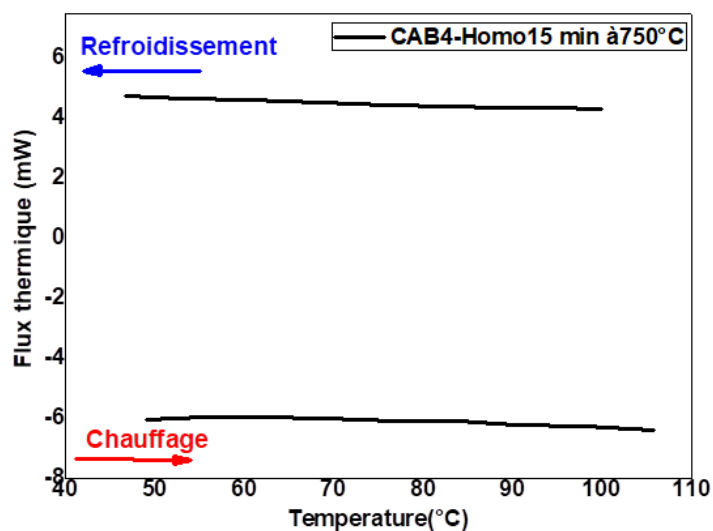


Figure II. 4: Thermogrammes DSC de l'alliage CAB4.

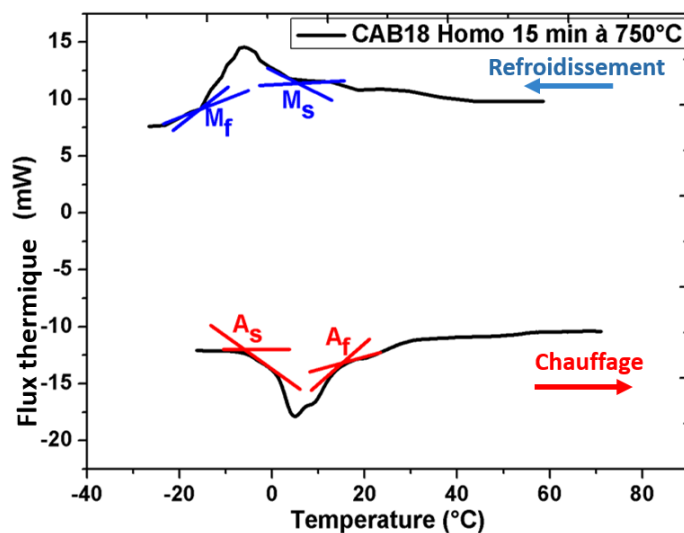


Figure II. 5: Thermogrammes DSC de l'alliage CAB18.

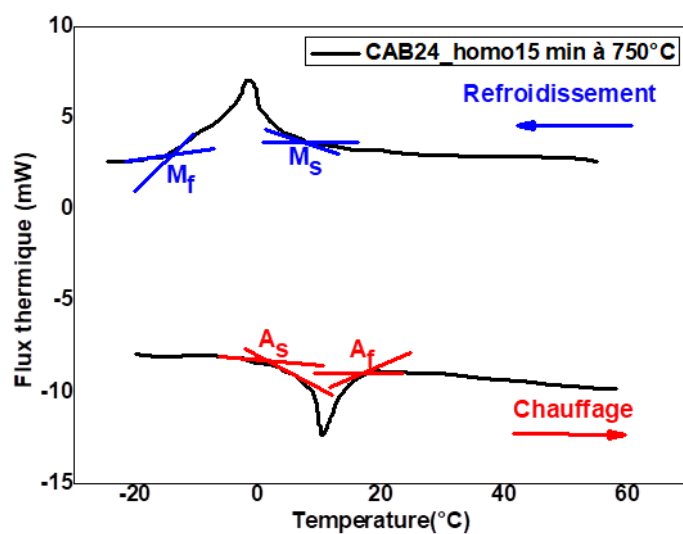


Figure II. 6: Thermogrammes DSC de l'alliage CAB24.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

A partir des figures (II. 6, II.7 et II. 8), on remarque que l'alliage CAB24 représente un pic endothermique au cours du chauffage caractéristique de la phase austénitique et un pic exothermique au refroidissement qui correspond à la phase martensitique. Tandis que l'alliage CAB4 ne représente aucun pic, ceci est dû à la stabilisation de la transformation qui conduit au blocage de l'échantillon.

L'échantillon CAB18 représente un pic exo et endothermique seulement après l'homogénéisation à 750°C pendant 15 min, mais après le recuit pendant 30 min et 2h, il n'y-a aucune transformation, ceci est dû à la formation des précipités qui stabilisent la transformation martensitique [annexe II.1].

Les points de transformations M_s , M_f , A_s et A_f obtenus après les mesures de DSC en faisant l'intégrale des thermogrammes obtenus sont regroupés dans le tableau II.2.

Alliage	M_s	M_f	A_s	A_f
CAB4	Pas de Transformation (il présente un caractère bloquant). $M_s=42^\circ\text{C}$ [1]			
CAB24	1.21 °C	-6.42°C	5.13°C	13.88°C
CAB18	1.9°C	6.87°C	0.71°C	16.91°C

Tableau II. 2: Les points de transformation des alliages CAB24, CAB4 et CAB18.

II.3.2. Caractérisation microstructurale

II.3.2.1. Préparation des échantillons pour l'observation micrographique

Des échantillons de CuAlBe monocristallins sont découpés sous forme de pastilles de 10 mm diamètre et 2, 3 et 4mm d'épaisseur et des polycristallins sous forme de parallélépipède (10 mm x 20 mm x 3 mm) à l'aide d'une microtrancheuse BAINCUT HSS PLUS à froid.

Par la suite les échantillons sont polis sur une polisseuse électrolytique de type **metkon Forcipol 1V Grinder Polisher** à l'aide des disques abrasifs de granulométrie (allant de 1200

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

jusqu'à 4000), qu'on termine à l'aide de feutre et de pate diamantée pour avoir un polissage miroir.

Pour révéler les grains, on procède à une attaque chimique (5g de FeCl_3 + 10 ml de HCl et 100 ml H_2O) pendant 20 s.

De la même manière que dans II.3.1.2. Un traitement d'homogénéisation à 750°C est effectué dans un four tubulaire à 750°C pendant 15 min, suivi d'un recuit à 500°C pendant 30 min et 2h.

II.3.2.2. Observation optique

Pour l'identification de la nature des phases un microscope optique Zeiss (**Imager.A2M – AXIO**, muni d'une caméra **AxioCam ICc5** est utilisé (figure II.9).



Figure II. 7: Microscope ZEISS Axio Imager A2M.

Ce microscope ZEISS Axio Imager A2M est un microscope optonumérique destiné à l'analyse et l'observation des matériaux avec une haute résolution parfaite pour le contrôle qualité.

Les résultats de mesures sont représentés sur les figures II.10 à II.18.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

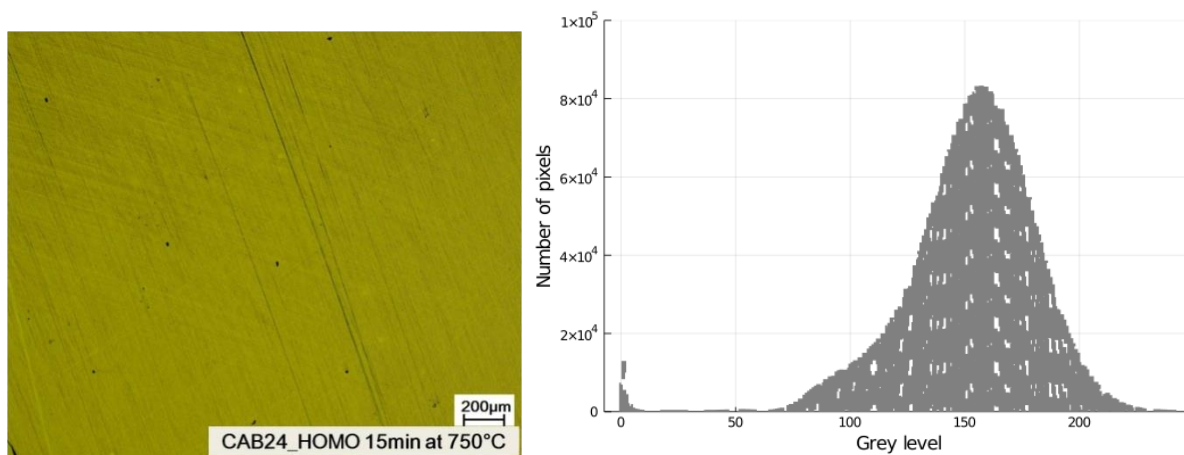


Figure II. 8: (a) Micrographies optique de l'échantillon CuAlBe₂₄ après une homogénéisation pendant 15 min à 750°C.

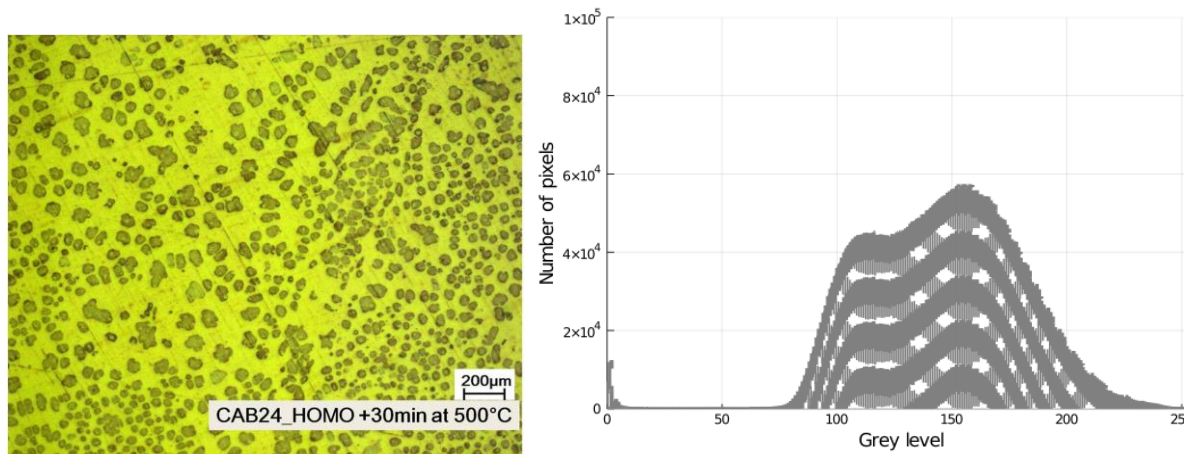


Figure II. 9: Micrographies optique de l'échantillon CuAlBe₂₄, après un traitement d'homogénéisation + 30 min à 500°C.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

FORME

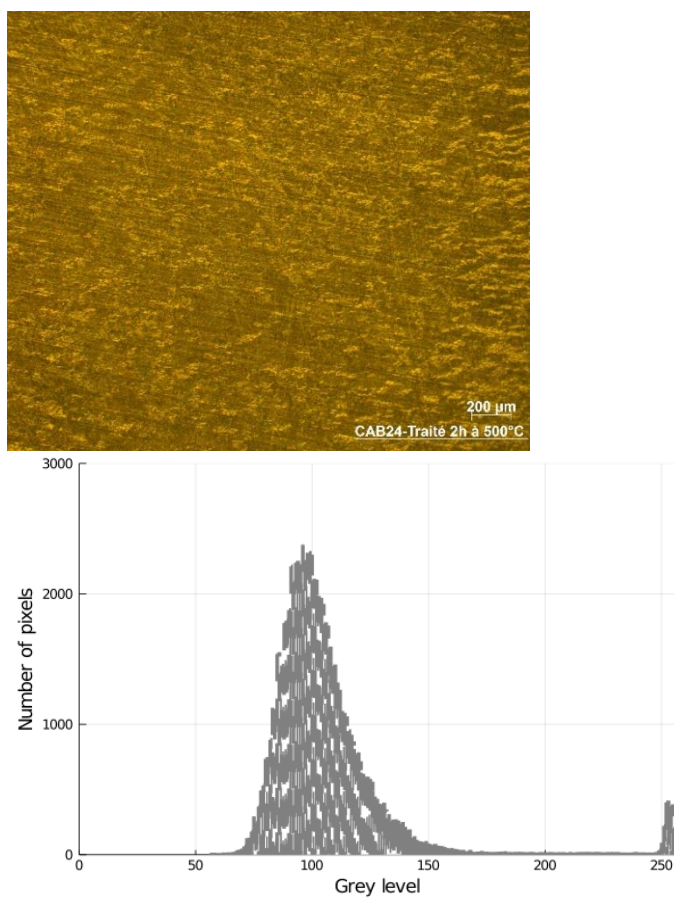


Figure II. 10: Micrographies optique de l'échantillon CuAlBe₂₄ après le traitement de 2h à 500°C.

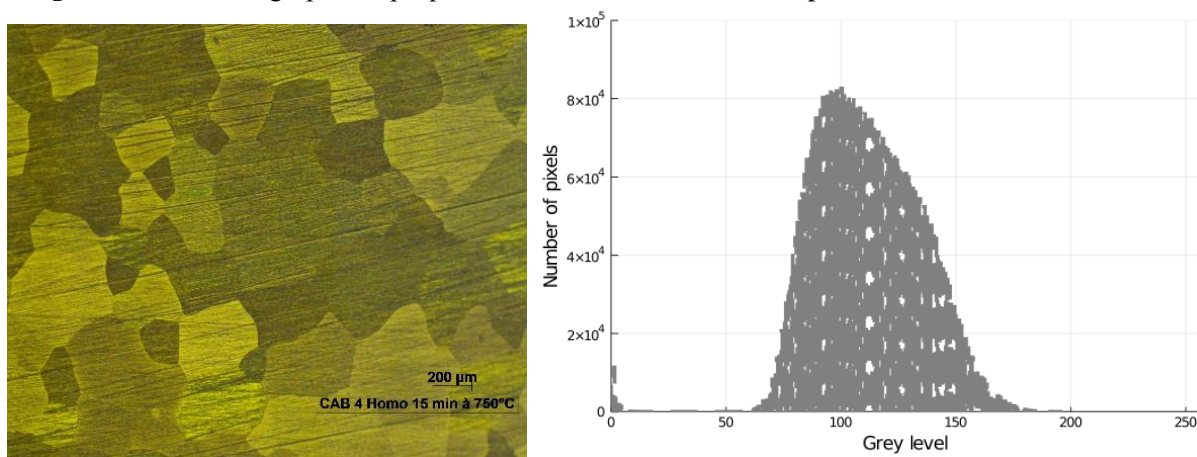


Figure II. 11: Microstructure de l'échantillon CuAlBe₄ qui a subi un traitement d'homogénéisation de 15 min à 750°C.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

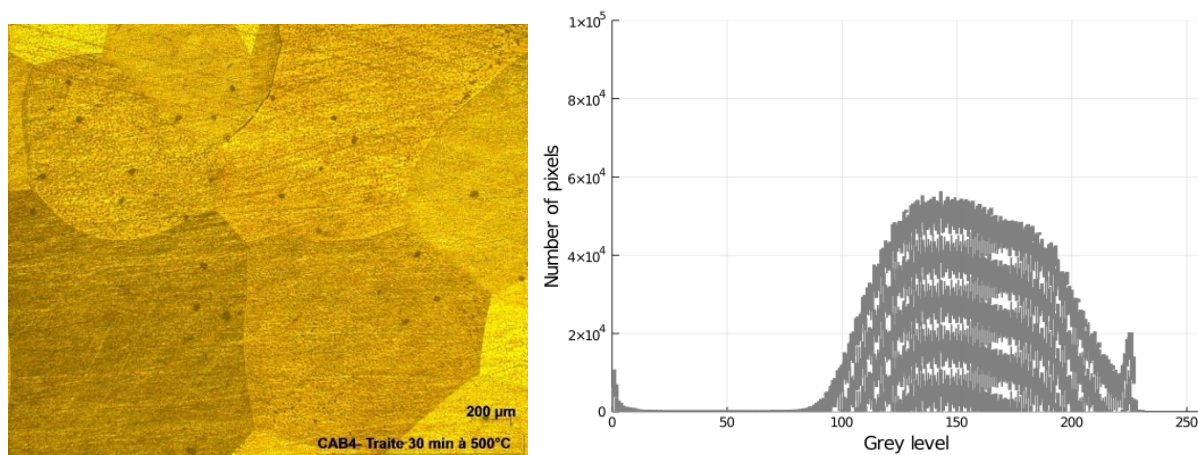


Figure II. 12: Microstructure de l'échantillon CuAlBe₄ qui a subi un traitement pendant 30 min à 500°C.

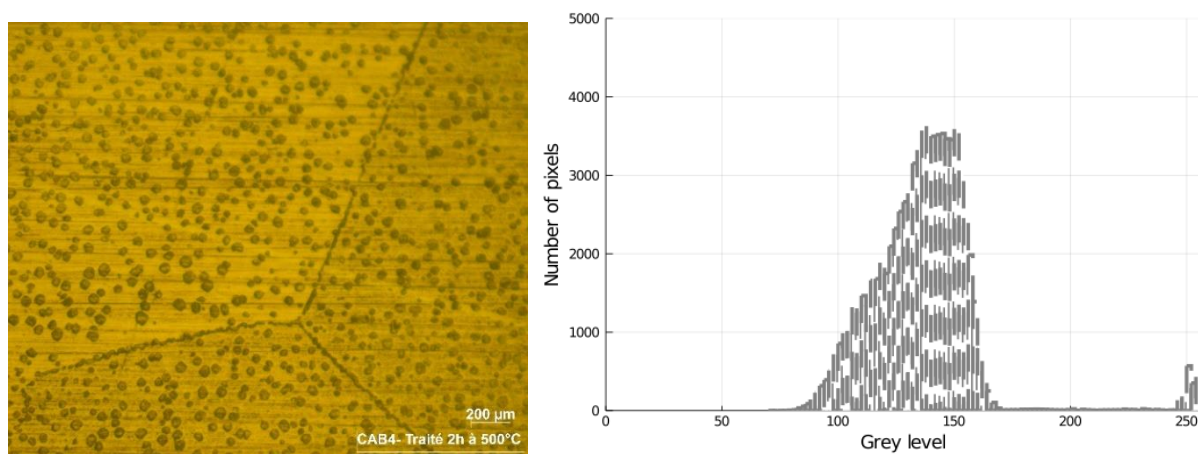


Figure II. 13: Micrographie de l'échantillon CuAlBe₄ après le traitement de 2h à 500°C.

On observe sur ces images que l'échantillon CuAlBe₄ (figure II.10) est un monocristal à l'état austénitique, après un traitement de 500°C, on remarque aussi la naissance des précipités de forme globulaires et dendritiques. On rappelle que le point de transformation M_s de cet alliage est égal à 1°C (tableau II.1)

La figure II.13 montre qu'après un traitement de bétatisation l'alliage CuAlBe₄ présente une microstructure polycristalline et est à l'état austénitique.

Après un traitement de recuit de 30 min à 500°C, on note qu'il y a un grossissement des grains et une apparition des taches noires des précipités globulaires répartis d'une manière homogène (Figure II.14).

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Pour un traitement de 2h à la température de 500°C, on observe l'augmentation de la quantité des précipités (Figure II.15).

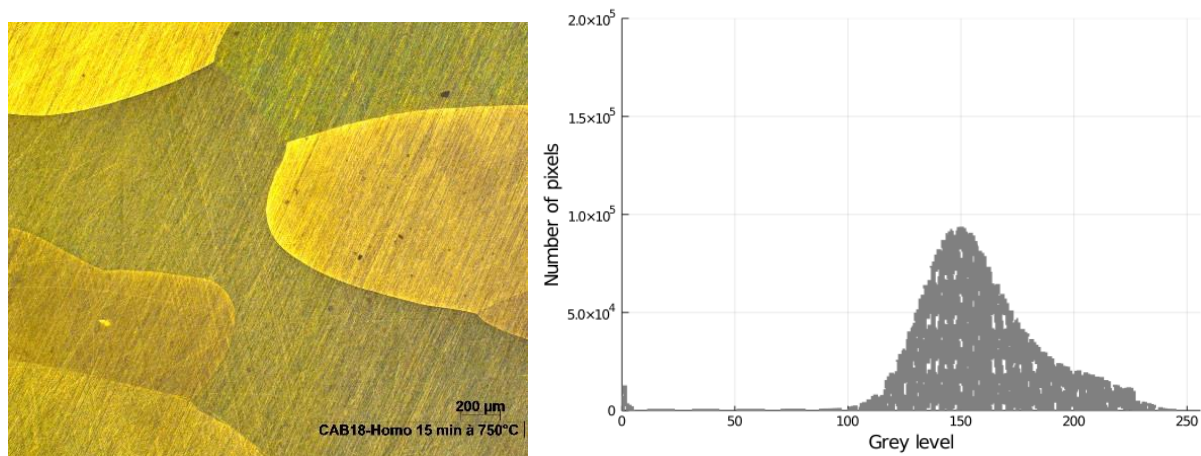


Figure II. 14: Image optique d'un échantillon du CuAlBe18 homogénéisé 15 min à 750°C.

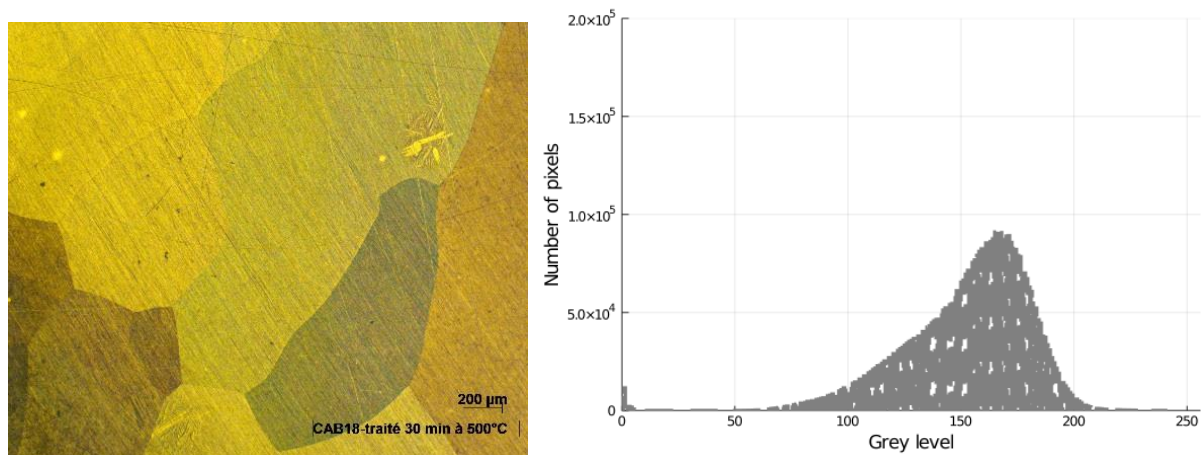


Figure II. 15: Image optique d'un échantillon du CuAlBe18 traité 30 min à 500°C.

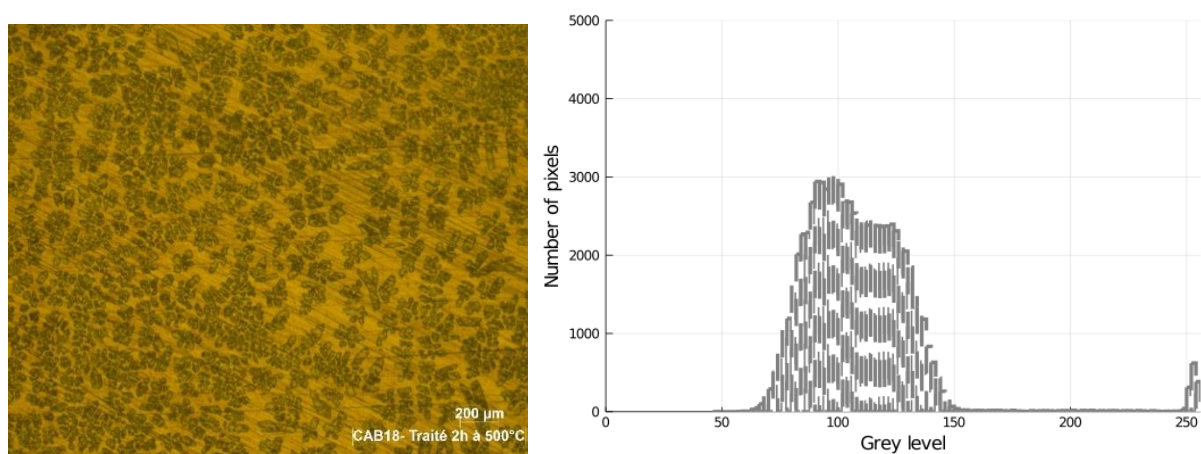


Figure II. 16: Morphologie d'un échantillon du CuAlBe18 après un traitement de 2h à 500°C.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

On remarque que l'échantillon du CuAlBe18 est un polycristal est à l'état austénitique, la température M_s mesuré par DSC est d'environ 4°C (figure II.16).

L'étude faite pour le CAB18 à 450°C et à 550°C montre des résultats similaires (identiques) à ceux obtenus à 500°C (figure II.18).

II.3.2.3. Observation par microscopie électronique à balayage (MEB)

La spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS) permet de réaliser des analyses quantitatives avec une forte précision, où la composition chimique de zones est de l'ordre du micromètre. Pour s'assurer de la quantité des mesures, une procédure d'étalonnage du système de détection a été mise en place. Cette procédure consiste à évaluer des standards pour les différents éléments de l'étude à partir de témoins d'éléments de hautes puretés.

L'analyse de la composition chimique des AMF est réalisée à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) doté de six porte-échantillons et couplé à un Spectromètre à Dispersion d'Energie doté (EDS) de l'Ecole Nationale Supérieure de Technologie et d'Ingénierie d'Annaba. L'appareil utilisé est de type **Quanta 250** (figure II.19).

Le fonctionnement de ce microscope est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode et la détection de signaux provenant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon. Dans ce volume d'interaction, les électrons du faisceau perdent leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreux phénomènes secondaires [7-8].

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

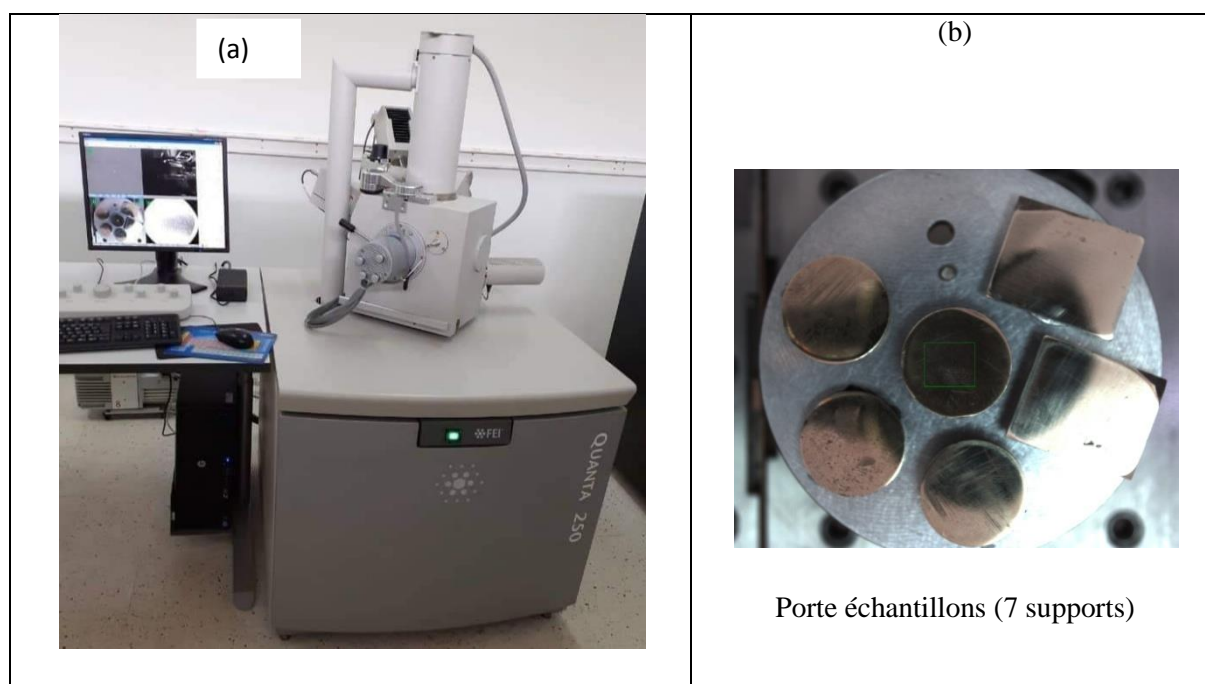


Figure II. 17: Microscope électronique à balayage (MEB) **Quanta 250** avec son EDS et son porte échantillon.

Un détecteur à électrons secondaires permet d'observer la topographie de surface et un détecteur d'électrons rétrodiffusés permet d'obtenir des images en contraste chimique.

Le fonctionnement en mode électrons secondaires a permis de révéler certaines inclusions dans nos alliages. Les observations en mode rétrodiffusé ont permis de mettre en évidence différents aspects de la microstructure de nos échantillons.

Les phases riches en éléments lourds apparaissent alors claires, tandis que celles constituées majoritairement d'éléments légers apparaissent sombres.

La micrographie obtenue par MEB de l'alliage CAB4 homogénéisé pendant 15 min à 750°C (figure II. 20) confirme bien le résultat obtenu par microscopie optique (figure II. 13). C'est que l'échantillon est bien dans un état austénitique.

Nous observons clairement les grains, les joints de grains, et les macles de l'austénite. Ce qui confirme que l'alliage CAB4 est un polycristal austénitique.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

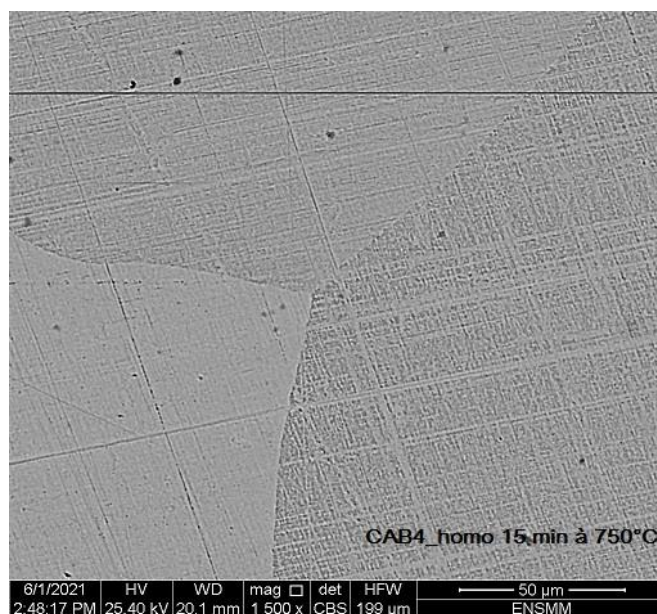


Figure II. 18:Micrographie du CAB4 homogénéisé 15 min à 750°C.

La micrographie de l'alliage CAB4 homogénéisé à 750°C pendant 15 min suivi d'un traitement de 30 min à 500°C, montre que l'alliage est à l'état austénitique avec une apparition des précipités de forme dendritique qui commencent à apparaître au niveau des joints des grains puis se propagent à tout l'échantillon (figure II. 21).

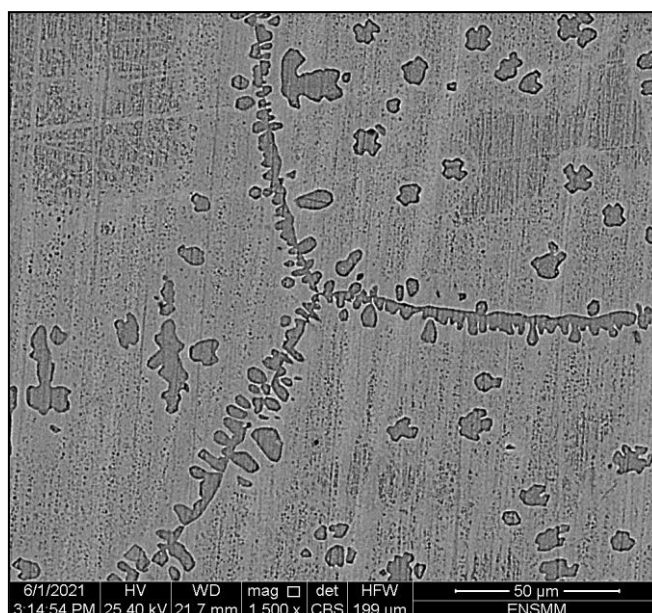


Figure II. 19: Image MEB de l'alliage CAB4 homogénéisé 15 min à 750°C + 30 min à 500°C.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

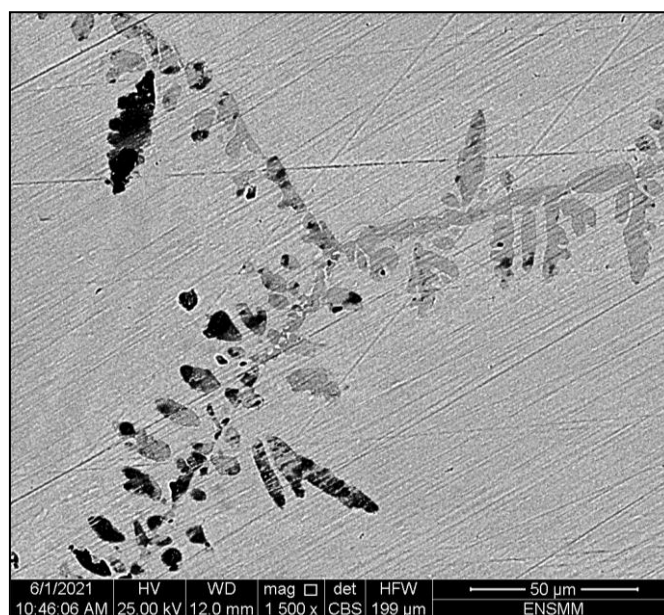


Figure II. 20: Micrographie de l'échantillon CAB 18 Homogénéisé.

On remarque sur cette figure que le CAB 18 (figure II.22) homogénéisé est un polycristal qui est à l'état austénitique

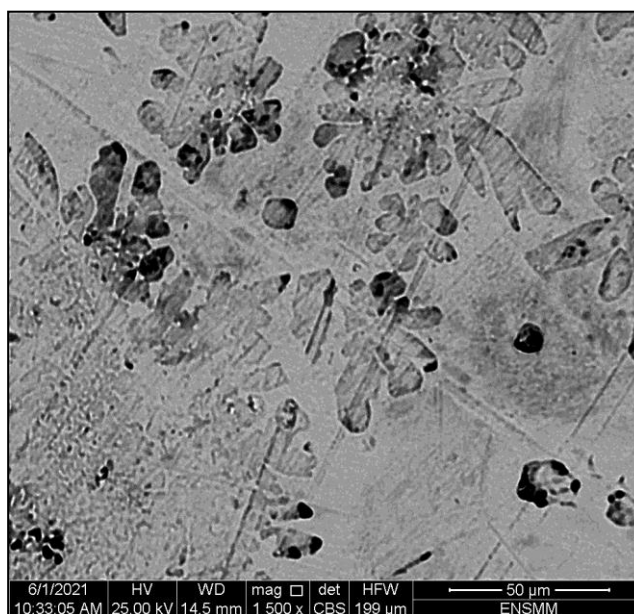


Figure II. 21: Image MEB de l'alliage CAB18 Homogénéisé + traité à 500°C pendant 30 min.

La figure II. 23 montre une augmentation de la formation et la propagation des précipités dans tout l'alliage.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

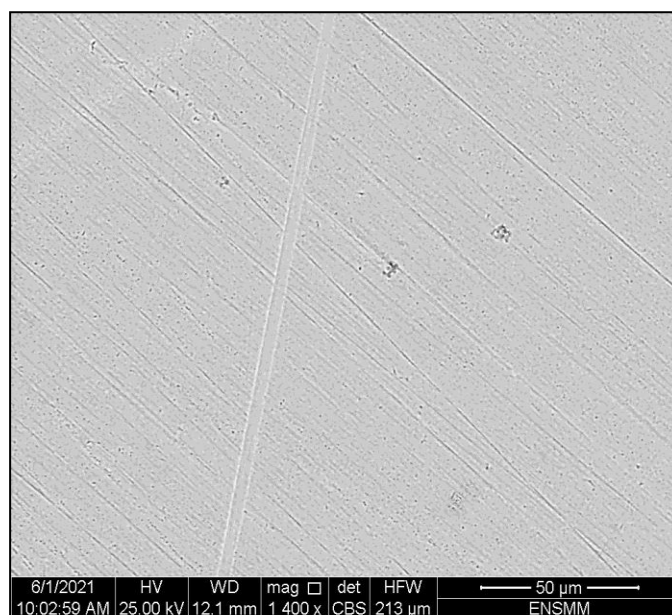


Figure II. 22: Image MEB du CAB24 Homogénéisé 15 min à 750°C.

On remarque aussi que le CAB24 monocristallin homogénéisé est à l'état austénitique (figure II.24).

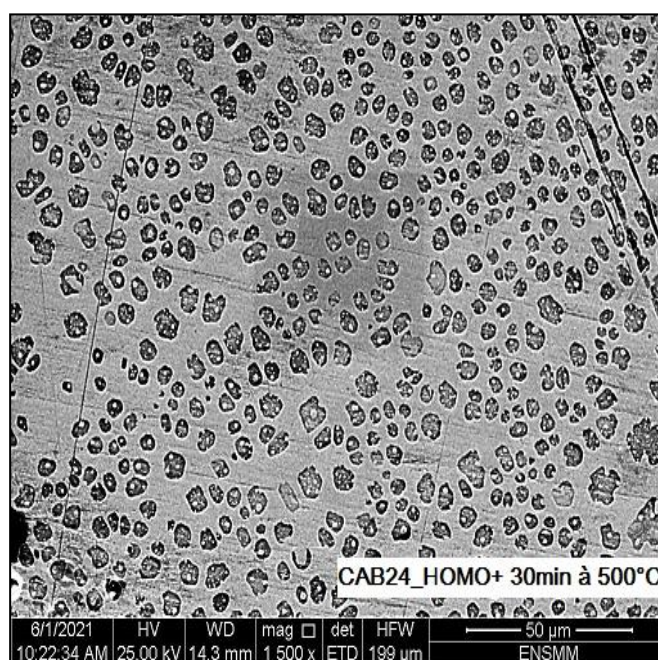


Figure II. 23: Micrographie du CAB24 Homogénéisé et traité 30 min à 500°C.

Le recuit pendant 30 min à 500°C du CAB24 provoque l'apparition des précipités globulaires et dendritiques (figure II. 25).

Les compositions des échantillons obtenus par mesure EDS sont regroupés dans le tableau II.3.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Alliage	Al (at%)	Cu (at%)	AL (Wt%)	Cu (Wt%)
CAB4	28.57/27.60	71.43/72.40	14.37	85.63
CAB24	37.71	62.29	13.76	86.24
CAB18	26.18/20.38	73.82/76.62	20.45	79.55

Tableau II. 3: la composition atomique et massique des alliages du CuAlBe par l'EDS.

II.3.3. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a permis d'identifier les différentes phases présentes dans les matériaux.

Le diffractomètre utilisé dans notre étude est un appareil de type **Rigaku Ultima IV** du centre de recherche (CRTI) Annaba doté d'une anticathode de cuivre ($K_{\alpha}=1.54 \text{ \AA}$) (figure II.26).



Figure II. 24: le diffractomètre Rigaku Ultima IV.

La diffraction a pour origine un phénomène de diffusion d'un faisceau par un très grand nombre d'atomes. Ces atomes étant arrangés de façon périodique en un réseau, les rayons X diffusés ont des relations de phase entre eux, ces relations peuvent être destructives ou constructives suivant les directions. Les directions constructives correspondant aux faisceaux diffractés sont définies par la loi de Bragg :

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Avec :

d : La distance entre les plans cristallographiques (hkl)

θ : L'angle entre le faisceau incident et le plan cristallin (hkl)

λ : La longueur d'onde du faisceau des rayons X incidents

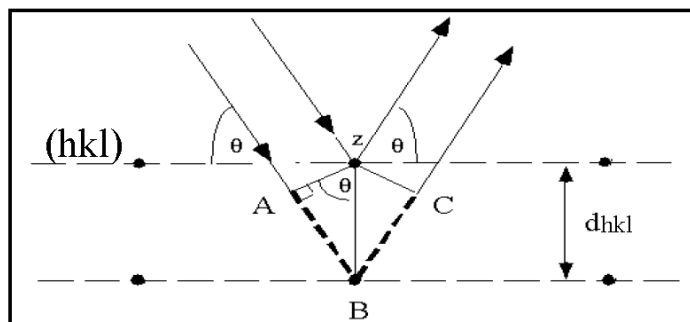


Figure II. 25: Principe de la diffraction des rayons X par un réseau cristallin, dans la géométrie Bragg-Brentano [21].

Il est important de noter que d'un point de vue géométrique :

- le faisceau incident et le faisceau diffracté sont coplanaires et le plan formé par ces deux derniers est normal au plan diffractant,
- la bissectrice des faisceaux incident et diffracté est confondue avec la normale au plan diffractant.

La diffraction des rayons X permet d'avoir des informations sur les matériaux analysés : nature des phases, orientation cristalline, déformation du volume diffractant, écrouissage... Cette technique est actuellement la plus utilisée dans l'analyse de contraintes dans les matériaux.

• **Analyse de la composition des échantillons du CuAlBe en comparant les courbes DRX mesurés avec ceux obtenus des diagrammes de phase calculés et des données EDS respectives**

Les diffractogrammes des rayons X prélevés sur les échantillons de CAB4, CAB18 et CAB24, ensuite, sont traités sous le logiciel Thermo_calc Software 2023 [9] pour déterminer les différentes phases et la composition de chaque échantillon.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Cas du CAB4

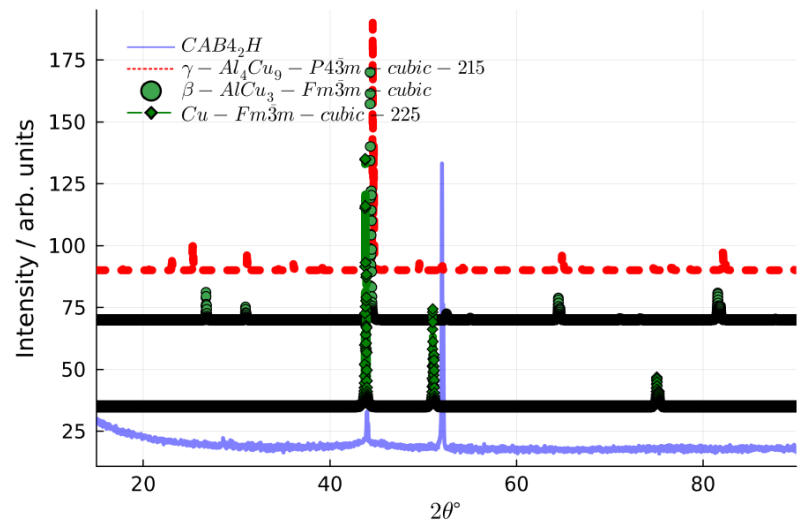


Figure II. 26: Diffractogramme de l'alliage CAB4 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C.

Cas du CAB4 (14.37 % Al, 85.63 % Cu) après d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C (figure II.28).

Le diffractogramme DRX, montre l'existence de la phase β austénitique et un précipité de type γ . Cela signifie que le traitement d'homogénéisation à 750°C pendant 15 mn est insuffisant pour éliminer tous les précipités) ainsi que la présence du Cu qui est due à la stabilisation de la transformation (blocage de l'échantillon).

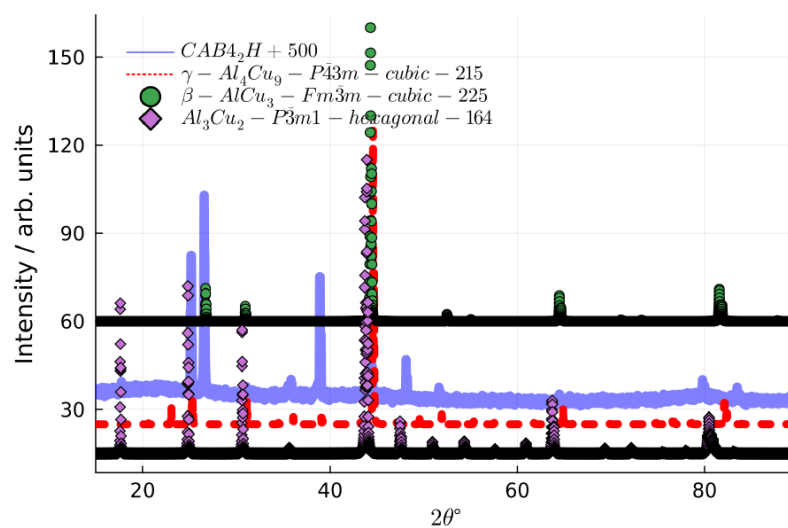


Figure II. 27: Diffractogramme de l'alliage CAB4 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C+ un recuit à 500°C.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Cas du CAB4 après un traitement d'homogénéisation (+) un recuit à 500°C (figure II.29).

Le diffractogramme présente une phase austénitique et des précipités de type γ et Al_3Cu_2 .

Cas du CAB 18

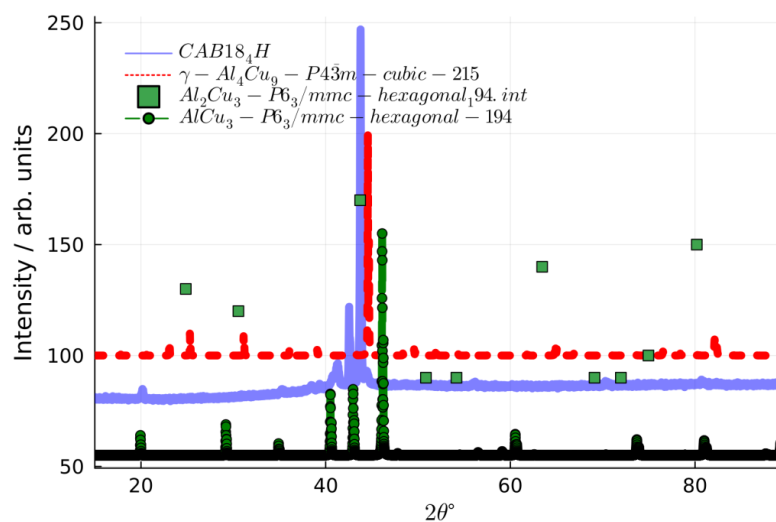


Figure II. 28: Diffractogramme de l'alliage CAB18 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C.

Après le traitement d'homogénéisation effectué sur le CAB18 (13.76 % Al, 86.24 % Cu), on remarque sur le diffractogramme DRX de ce dernier une apparition de la phase β (hexagonale), γ et δ (Al_2Cu_3) (figure II.30).

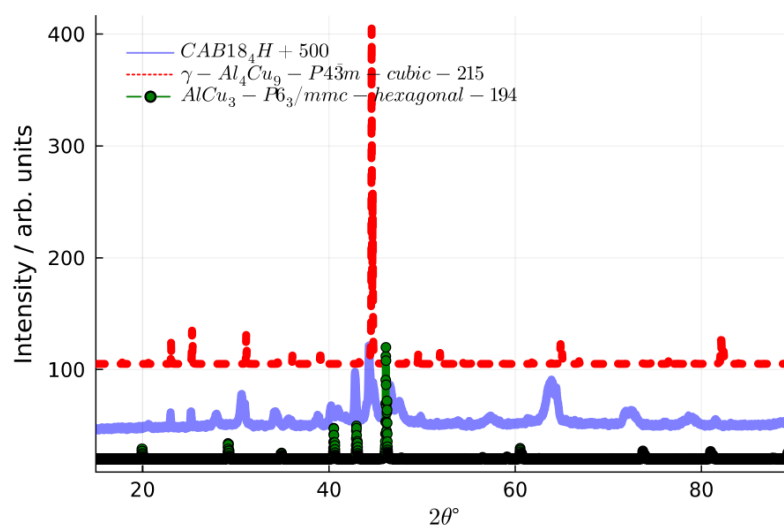


Figure II. 29: Diffractogramme de l'alliage CAB18 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C+ un recuit à 500°C.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Après un recuit à 500°C on remarque que l'échantillon est composé uniquement de la phase β et la phase γ (figure II.31).

Cas du CAB 24

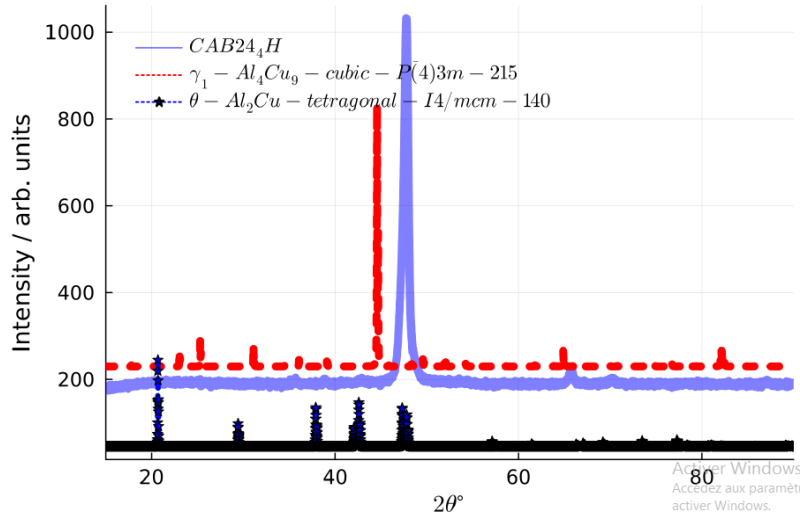


Figure II. 30: Diffractogramme de l'alliage CAB24 qui à subi un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C.

Après le traitement d'homogénéisation sur le CAB24 avec la composition (20.45 % Al, 79.55 % Cu), on observe l'existence de la phase γ et la phase θ (figure II.32).

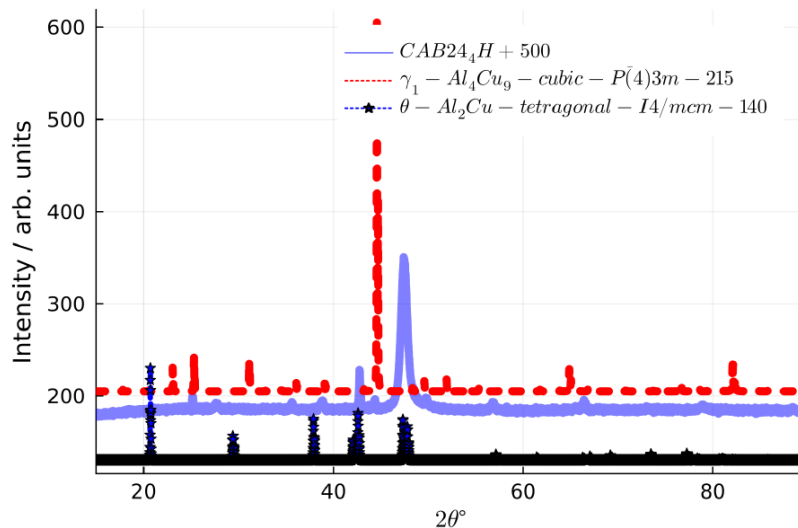


Figure II. 31: Diffractogramme de l'alliage CAB24 après un traitement d'homogénéisation pendant 15 min à 750°C+ un recuit à 500°C.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Après un recuit à 500°C du CAB24 homogénéisé, on retrouve les mêmes phases, cela veut dire que le traitement d'homogénéisation n'était pas suffisant pour obtenir et identifier le changement de phase β (figure II.33).

- **Etude et analyse des diagrammes de diffraction des rayons X**

Pour valider les phases identifiées, les diagrammes de diffraction des rayons X mesurés sont comparés à ceux calculés sur la base des données obtenues à partir des diagrammes de phases. Les diagrammes de diffraction des rayons X sont calculés à l'aide du logiciel Vesta de visualisation et analyse cristallographique [10], tandis que les phases de l'alliage intermétallique sont obtenues à partir de diagrammes de phases calculés à l'aide du logiciel Thermo-Calc Software [9]. De plus, les concentrations des éléments sont déterminées à partir des données expérimentales présentées dans le tableau II.3. En combinant ces techniques, une caractérisation approfondie des phases présentes dans les AMF est obtenue, ce qui était essentiel pour les analyses ultérieures et la modélisation des propriétés des matériaux.

Pour le CAB4, l'analyse EDS a révélé une composition de 14,37 % en poids d'aluminium et de 85,63 % en poids de cuivre après un traitement d'homogénéisation de 15 minutes à 750°C. L'analyse des diagrammes du diffractogramme DRX a indiqué la présence de plusieurs phases.

La phase austénitique β (AlCu_3 avec une structure cristalline cubique $Fm\bar{3}m$) est détectée, ainsi que des précipités de type γ (avec une structure de type Al_4Cu_9 gamma dans le groupe spatial cubique $P\bar{4}3m$), qui sont des restes du traitement précédent à 500°C. Ceci suggère que le traitement d'homogénéisation n'est pas suffisant pour éliminer tous les précipités.

De plus, la présence de cuivre est observée en raison de la stabilisation de la phase austénitique, ce qui a provoqué le blocage de l'échantillon. Ces résultats confirment les résultats des analyses précédentes.

Sur la figure II.29, l'alliage est soumis à un traitement d'homogénéisation suivi d'un recuit à 500° C. Le diagramme montre la présence de la phase austénitique et d'un précipite γ et du composé Al_3Cu_2 .

Après le traitement d'homogénéisation de l'alliage CAB18 (composition de 13,76 % en poids d'Al, 86,24 % en poids de Cu), le diffractogramme DRX est principalement constitué des phases β et γ .

Les valeurs en pourcentage semi-quantitatif (SQP) pour les phases β et γ sont regroupées dans le tableau II.4.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Alliages	(Al, Cu) Wt%	Phases	Symbole	Groupe spatial	Nombre	Structure cristalline
CAB4	(14.37, 85.63)	BCC_β2	β-AlCu ₃	Fm $\bar{3}$ m	225	Cubique
		GAMMA_D83	γ-Al ₄ Cu ₉	P $\bar{3}$ m	215	Cubique
CAB18	(13.76, 86.24)	BCC_β2	β-AlCu ₃	P6 ₃ /mmc	194	Hexagonal
		GAMMA_D83	γ-Al ₄ Cu ₉	P $\bar{3}$ m	215	Cubique
CAB24	(20.45, 79.55)	AlCu_EPS	θ -Al ₂ Cu (C16)	I4/mcm	140	Tetragonal
		Gamma_D83	γ-Al ₄ Cu ₉	P $\bar{3}$ m	215	Cubique

Tableau II. 4: Phases récupérées de la mise en correspondance des diagrammes de diffraction des rayons X avec ceux mesurés pour les alliages homogénéisés (traitement d'homogénéisation de 15 minutes à 750 °C).

II.3.4. Détails des calculs AB Initio

Des calculs selon la Théorie Fonctionnelle de la Densité (TFD) dite AB Initio sont entrepris afin de déterminer les modules de Young directionnels ainsi que globaux des phases identifiées (β , ε_2 et γ_2) des alliages AMF. Ces derniers sont utilisés pour calculer le Module de Young effectif utilisé dans le calcul dynamique 3D en régime permanent du spectre de réponse vibratoire.

Ce spectre est ensuite comparé au spectre vibratoire expérimental pour voir si les pics de résonance coïncideraient. L'objectif était également d'examiner les raisons pour lesquelles les valeurs des modules de Young du CuAlBe obtenues à partir d'études expérimentales précédemment rapportées étaient inférieures aux attentes.

II.3.4.1. Optimisation structurelle

Les premiers calculs sont effectués à l'aide du code Quantum Espresso (QE) [11].

Le Be étant présent en très petites quantités, l'aluminium (Al) et le cuivre (Cu) étaient les seuls éléments utilisés dans le processus de dopage. Le dopage a commencé avec une cellule unitaire en cuivre (Cu) (Figure II. 34a), qui a une structure cubique à face centrée avec un groupe spatial $FM - 3M$ (numéro 225), composé de 4 atomes.

Une supercellule (2 x 2 x 2) est ensuite créée, composée de 32 atomes. Les supercellules sont ensuite dopées (dopage substitutionnel) en remplaçant certains atomes de Cu par des

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

atomes d'aluminium (Al) (Tableau II.5). La figure II. 34 montre la cellule simple de Cu et les deux supercellules dopées. Le paramètre de réseau expérimental était de 6,8321 u.a. au pour la cellule simple et de 13,6642 u.a. au pour les supercellules.

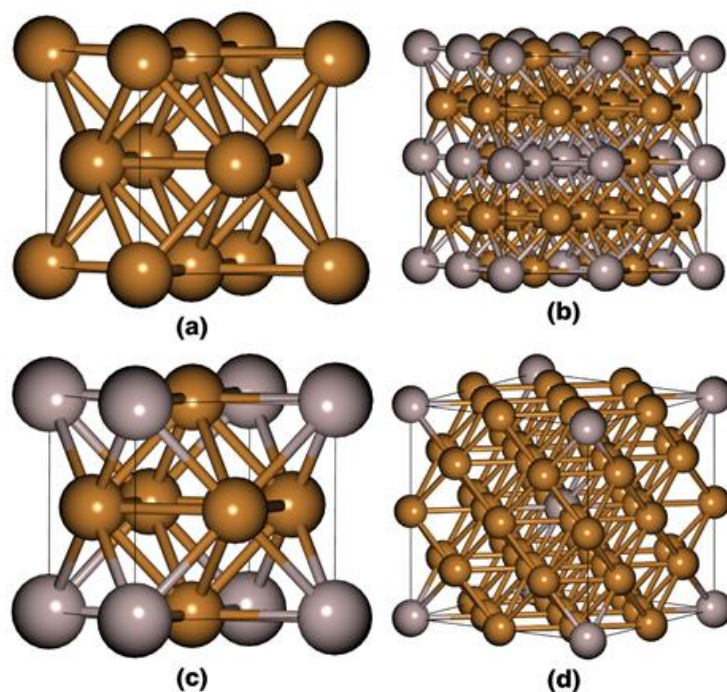


Figure II. 32: Structures 3D montrant les atomes dans les cellules CuAl. (a) la cellule Cu cubique à face centré, (b) la supercellule dopée d'AlCu₃, et (c) la supercellule d'Al₄Cu₉ (d) la supercellule d'AlCu₁₅ vue dans Burai, une interface utilisateur graphique pour le programme Quantum Espresso [11].

Phases des alliages	Nombre des atomes	
	Al	Cu
AlCu ₃	8	24
Al ₄ Cu ₉	10	22
AlCu ₁₅	2	30

Tableau II. 5: La composition en pourcentage des éléments dans les deux supercellules, ainsi que le nombre réel d'atomes.

II.3.4.2. Calcul des constantes élastiques

Dans le calcul des constantes élastiques, la méthode contrainte-déformation [12] est utilisée dans le cadre de l'approximation du gradient généralisé dans le code QE. De petites déformations sont appliquées au cristal afin de rester dans le régime linéaire de la loi de Hooke (< 1 %). Les déformations appliquées sont de ($\pm 0,008$) par pas de ($0,004$), pour les calculs

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

un total de 5 points de données dans chaque calcul est nécessaire. À partir des données de la rigidité élastique et de conformité élastique, le module de cisaillement (G), le module de Young (E) et le coefficient de Poisson (ν) sont calculés à l'aide de l'approximation de Voigt, qui décrit la limite supérieure, et de l'approximation de Reuss, qui décrit la limite inférieure. La moyenne des deux approximations est appelée aussi approximation de Hill [13]. Deux matrices de distorsion sont générées, et elles sont suffisantes pour trouver les 3 constantes de rigidité élastique c_{ij} (c_{11} , c_{12} et c_{44}) pour les cristaux cubiques. Les matrices de distorsion D_n pour ($n = 1, 2$) sont données dans [14]. A partir des matrices de distorsion, c_{11} et c_{12} sont obtenus à partir de la matrice de contraintes de fichier de sortie de D_1 . Autrement dit, la rigidité élastique c_{11} est obtenue à partir du premier élément de la diagonale de la matrice de contraintes tandis que c_{12} est obtenue à partir du deuxième élément de la diagonale.

La constante de rigidité élastique restante (c_{44}) est obtenue à partir de la sortie de la deuxième matrice de distorsion de D_2 .

Afin de déterminer le module effectif des phases dans les alliages AMF, chaque constante de rigidité individuelle est d'abord calculée théoriquement à l'aide d'AB Initio (DFT). Le module de Young effectif est alors la somme des contributions massiques individuelles de chaque phase de l'alliage.

Pour les matériaux à structure cubique, seules trois constantes de rigidité (c_{11} , c_{12} et c_{44}) des 36 composants c_{ij} sont nécessaires car elles sont indépendantes. Ces constantes de rigidité élastique sont obtenues à partir de la comparaison entre contrainte et déformation. Ils sont présentés dans le tableau II.6. Les valeurs du module de cisaillement (G) et du module de Young (E) peuvent être calculées à partir de ces constantes [15, 16]. Ils sont calculés selon le schéma de Hill [17], qui consiste à faire la moyenne des estimations des méthodes de Reuss (borne inférieure) et de Voigt (borne supérieure).

Remarque 1: La référence [18] est la méthode de base pour obtenir les valeurs des constantes de rigidité c_{ij} dans Materials Project [19].

Phases	C_{11}	C_{12}	C_{44}	G (GPa)	E (GPa)	ν	ρ (Kg/m ³)
B	151	126	97	45	119	0.353	7565
γ_2	230	87	68	68	174	0.285	7100
ϵ_2				60.5	161.7	0.3358	

Tableau II. 6: Constantes de rigidité élastique calculées (en GPa) et modules élastiques et paramètres de réseau correspondants.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

La composition chimique des alliages identifiés sont données dans le tableau II.7. La fraction massique de chaque alliage dans les distributions des compositions et les modules de Young globaux sont également donnés.

Alliages	PHASES	Formule Chimique	Mass fraction γ_2 (Θ)	E(GPa) AB Initio
CAB4	β et γ_2	AlCu ₃ et Al ₄ Cu ₉	0.44	98
CAB24	ε_2 et γ_2	AlCu ₁₅ et Al ₄ Cu ₉	0.83	173
CAB18	β et γ_2	AlCu ₃ et Al ₄ Cu ₉	0.26	74.8
Al	Al	Al	-	E=69, $\nu=0.364$

Tableau II. 7: Les phases identifiées à partir de l'analyse MEB avec EDS des SMA homogénéisés, leurs formules chimiques.

Le module de Young est calculé en utilisant la relation suivante

$$E_{\text{effectif}} = \Theta E_{\text{phase } \gamma_1} + (1 - \Theta) E_{\text{phase } 2}$$

Ici l'aluminium est également donné à titre de comparaison.

Les phases des alliages CAB4, CAB18 et CAB24 sont identifiées à partir du diagramme de phases [1, 20] et les quantités relatives des phases déterminées (composition des phases) calculées à l'aide de la règle du Levier (la règle du Levier inverse). Par conséquent, ces valeurs sont déterminées à l'aide des données MEB-EDS, à la température de 750 °C et de la position globale de la composition sur la ligne de liaison, comme illustré par un cercle ou une ligne sur la figure II.35.

La fraction d'une phase est calculée en prenant la longueur de la ligne de liaison depuis la composition globale de l'alliage jusqu'à la limite de phase pour l'autre phase, et en la divisant par la longueur totale de la ligne de liaison. Les phases composant les alliages devaient alors être des alliages binaires formant la combinaison des phases β , γ_1 et ε_2 . Pour déterminer le module de Young effectif des phases dans les alliages AMF, nous avons initialement calculé les constants élastiques théoriques pour chaque phase à l'aide de méthodes AB Initio (DFT). Le module de Young effectif était alors la somme des contributions de masse individuelles de chaque phase d'alliage.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

FORME

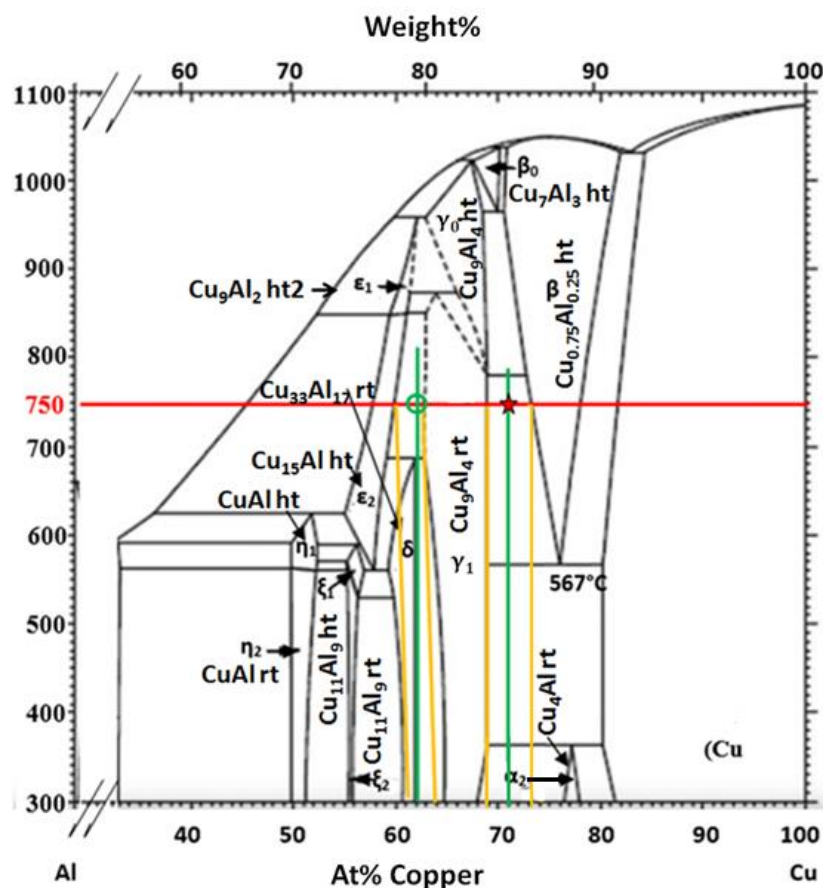


Figure II. 33: Le diagramme de phase CuAl [1, 20] montrant la région d'intérêt. En utilisant la ligne de liaison à 750 ° C, la fraction atomique aux points marqués par : (a) le \circ est pour CAB24, (b) le $*$ est pour CAB4.

II.4. Conclusion

Les points de transformation des alliages à mémoire de forme étudiés sont déterminés par trois méthodes différentes :

En mesurant et en analysant les pics de génération et d'absorption de la chaleur par calorimétrie différentielle à balayage.

Par analyse métallographique au microscope optique Zeiss Imager A2M est également réalisée afin d'identifier la nature et la granulométrie des phases d'alliage présentes dans les échantillons après différents traitements thermiques.

On a introduit une nouvelle méthode pour déterminer le module de Young effectif des AMF. En utilisant les données MEB-EDS, les diagrammes de phases, le pourcentage de masse fractionnaire de chaque phase dans les AMF est déterminé. Ces résultats, sont en bon accord

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

avec le module de Young calculé à partir de la méthode Ab Initio (DFT) pour chaque phase, et ont permis de calculer le module de Young effectif (E_{effectif}).

Des nouvelles données des constantes élastiques sont générées pour la phase ϵ_2 . L'analyse a révélé que la présence de la phase β présentait un module de Young hautement anisotrope, avec des valeurs E_{100} allant de 40 GPa à 70 GPa. Ces résultats donnent un aperçu des valeurs inférieures du module de Young précédemment observées et rapportées dans la littérature pour les alliages du Cu-Al-Be.

L'utilisation complète du MEB-EDS, des diagrammes de phases et des diagrammes théoriques de diffraction des rayons X a assuré l'identification précise des phases, établissant ainsi une base solide pour des recherches plus approfondies sur les propriétés des AMF uniques et leurs applications potentielles.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Annexe1

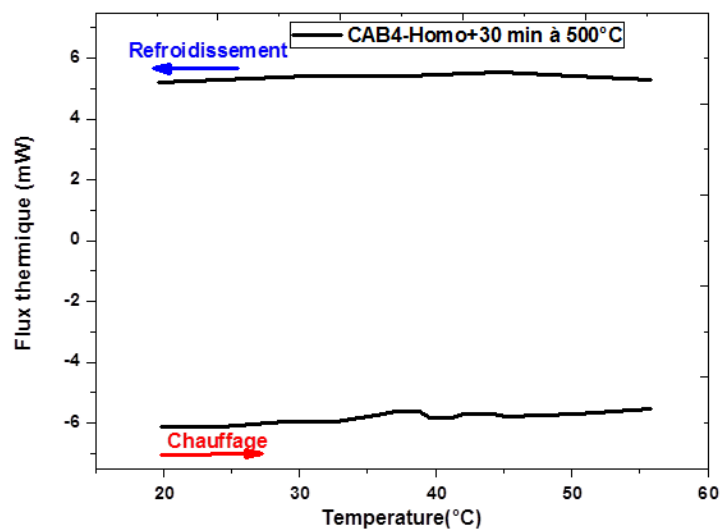


Figure II. 34: Thermogramme DSC de l'alliage CAB4 homogénéisé + recuit 30 min à 500°C.

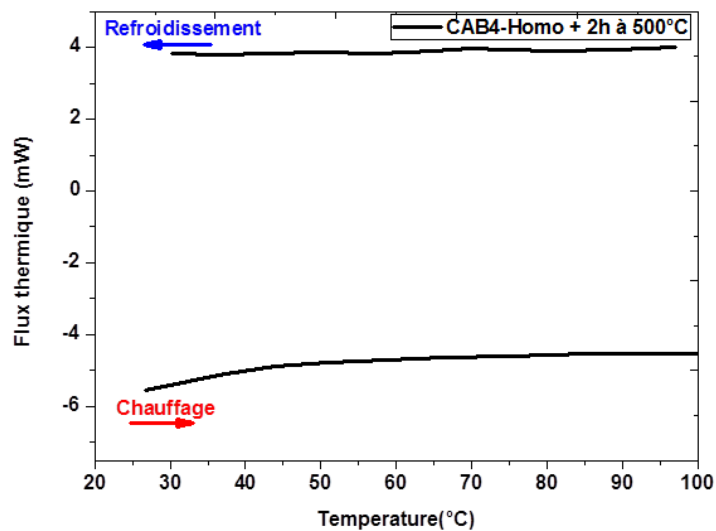


Figure II. 35: Thermogramme DSC de l'alliage CAB4 homogénéisé + recuit 2h à 500°C.

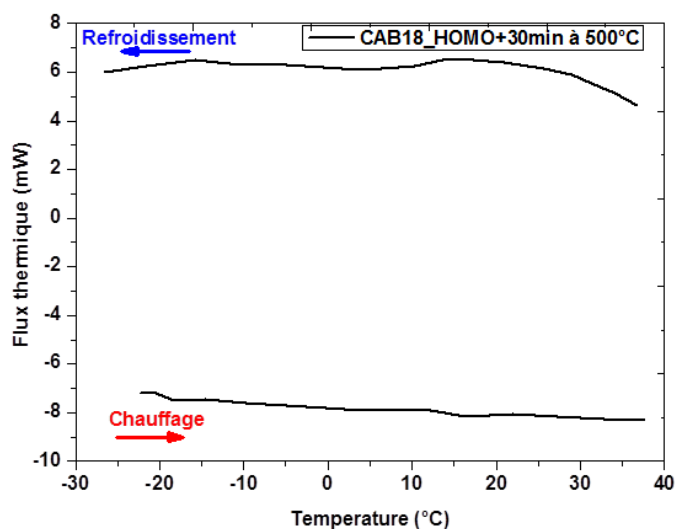


Figure II. 36: Thermogramme DSC de l'alliage CAB18 homogénéisé + recuit 30 min à 500°C.

Chapitre II : CARACTERISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

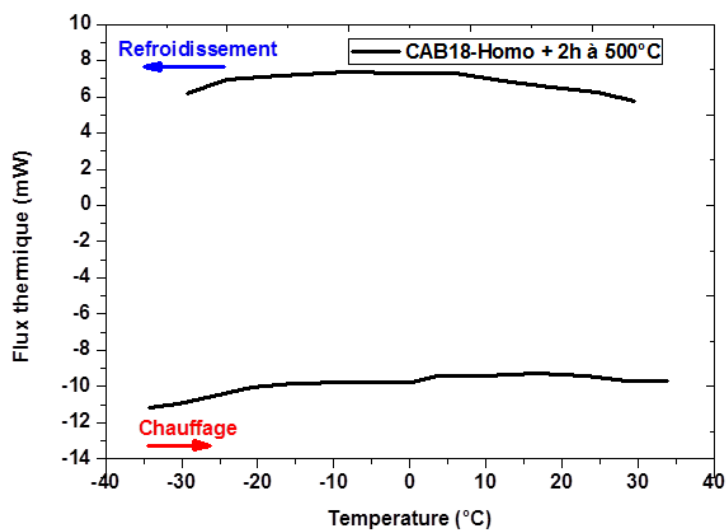


Figure II. 37: Thermogramme DSC de l'alliage CAB18 homogénéisé + recuit 2h à 500°C.

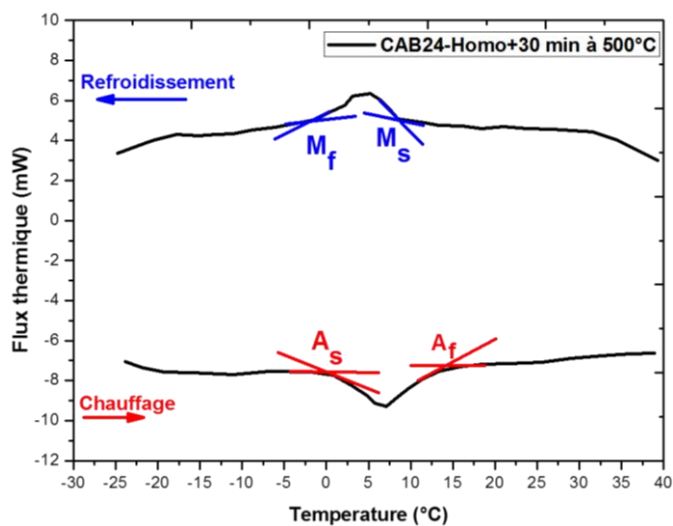


Figure II. 38 : Thermogramme DSC de l'alliage CAB24 homogénéisé + recuit 30min à 500°C.

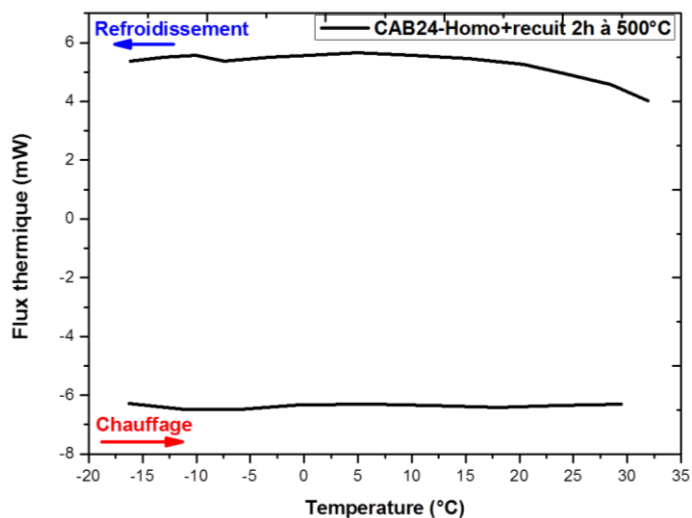


Figure II. 39: Thermogramme DSC de l'alliage CAB24 homogénéisé + recuit 2h à 500°C.

**CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES
MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE**

CHAPITRE III

**IDENTIFICATION DES PARAMETRES
MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME
INVERSE**

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

III.I. Introduction

L'objectif de cette étude est d'optimiser le modèle numérique déjà développé au laboratoire pour l'étude des films minces [1] et le rendre valable pour n'importe quelle configuration (film, multicouches et échantillons massifs) pour déterminer les paramètres mécaniques (E , ν et G) de ces alliages ternaires à mémoire de forme par problème inverse ou dit problème mal posé.

Les différents paramètres mécaniques (E , ρ et ν) des ces alliages sont déterminés à partir du coefficient de réflexion $R(\theta)$ mesurés et calculés selon le modèle théorique optimisé du programme de $R(\theta)$ et mesurés directement ces derniers (annexe1).

Par la suite nous déterminons la phase et l'amplitude de $R(\theta)$ à partir du quelles on détermine les angles critiques θ_L , θ_T et θ_R puis le calcul la vitesse longitudinal V_L , la vitesse transverse V_T et la vitesse de Rayleigh V_R selon la relation de Snell-Descartes (équation 1).

En outre cela nous permettra aussi de tracer la signature acoustique $V(z)$ et de déterminer la vitesse de Rayleigh V_R après un traitement du $V(z)$ par transformé de Fourier rapide (FFT) (équation 2), afin d'optimiser ces paramètres qu'on calculés auparavant selon la méthode directe simplifier de Shepard et Wilson, ou de Bertoni (modèle géométrique), ou d'Atalar (modèle se basant sur les vecteur d'onde k ...etc.) [2, 3].

$$\frac{\sin \theta}{V_{Liq}} = \frac{\sin \theta_T}{V_T} = \frac{\sin \theta_L}{V_L} \quad (1)$$

$$V_R = \frac{V_{Liq}}{\left[1 - \left(1 - \frac{V_{Liq}}{2F\Delta z}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}}} \quad (2)$$

III.2 Technique expérimentale

Un stand expérimental est réalisé au laboratoire LEAM pour déterminer les paramètres mécaniques des matériaux étudiés.

Le travail consiste à mesurer les signaux temporels des réflexions incidentes et réfléchies pour le calcul du module du coefficient de réflexion $|R(\theta)|$ des alliages ternaires du Cuivre-

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

Aluminium-Béryllium (CuAlBe = CAB) posés sur substrat en incidence normale, dans une cuve ultrasonique. Afin d'optimiser et d'augmenter la précision de mesure des paramètres mécaniques des matériaux: module de Young (E), coefficient de Poisson (ν) et la densité (ρ) par problème inverse, on doit respecter les conditions suivantes

1- Remplir d'eau la cuve ultrasonique jusqu'à ce que l'on puisse considérer la partie supérieure transducteur-eau comme un milieu semi infini.

2- Mesurer du temps de vol, et déterminer par analyse spectrale les différentes vitesses qui interagissent dans le matériau (modes de propagations) (figure III.1).

- La surface du plateau du goniomètre porte échantillon doit être perpendiculaire à la normale du capteur ultrasonique.
- Les surfaces de l'échantillon/substrat doivent être parallèles après un polissage miroir et normale au plan du capteur ultrasonique.
- Choisir la taille du CAB (échantillon) pour que les conditions aux limites soient respectées.
- Les échantillons du CAB sont découpés à l'aide d'une tronçonneuse micrométrique (Tronçonneuse métallographique **BAINCUT HSS PLUS**) de haute précision à haute vitesse avec une capacité de coupe de 60 mm et une vitesse variable jusqu'à 5000 tr/min), puis poli pour éliminer les effets de bords.

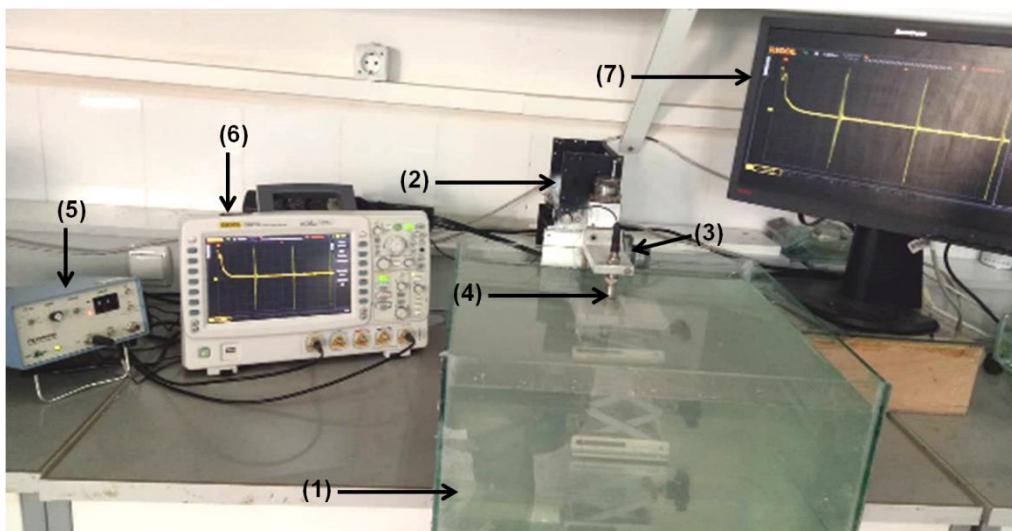


Figure III. 1: Dispositif expérimental pour la mesure du coefficient de réflexion $R(\theta)$ expérimental.

- Une Cuve d'eau ultrasonique (50 cm x 45 cm x 25 cm) (1).

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

- Une platine mécanique de déplacement micrométrique (x, y et z) (2)
- Une platine qui sert comme support pour le capteur acoustique (transducteur) (3)
- Un capteur ultrasonique (transducteur) de 20 ou 50 MHz (V358/50/0.25 163920 Parametrics) (4).
- Un Générateur ultrasonique HF 75 MHz (Olympus 5073PR Pulsar/Receiver) (5).
- Un Oscilloscope numérique Rigole DS6401, 4 canaux, taux de capture de forme d'onde max 190, 000wfms, durée de l'enregistrement 140 Mpts (6).
- Un microordinateur muni d'une interface d'acquisition et de traitement des signaux (7).

III.3. Propagation de l'onde acoustique dans un solide

Le modèle théorique développé par LAZRI et All dans notre laboratoire [1] est modifié et optimisé pour qu'il soit valable pour n'importe quel type de structure (film mince, multicouches, massif, ... etc. en utilisant la théorie de l'élasticité (loi de Hooke) [4].

Dans un premier temps, on a considéré que le milieu est infini c'est-à-dire que le substrat a une épaisseur infinie pour éliminer les effets de bord pour déterminer coefficient de réflexion $R(\theta)$ du substrat, Les solutions des équations d'onde de l'onde plane harmonique en termes de potentiel sont données par l'équation 3:

$$\begin{cases}
 P_{f_1}(x, z, s) = \left(e^{k_{k_f} \cos(\theta)z} + R^{IM} e^{-k_{k_f}(\cos\theta)z} \right) e^{kfx} p_i & z \in \Omega_f & (\text{équa } 3a) \\
 \Psi^{s_1}(x, z, s) = \left(A_{11} \cosh(kz_{11}z) + A_{12} \sinh(kz_{11}z) \right) e^{kfx} & z \in \Omega_f (\Omega_0) & (\text{équa } 3b) \\
 \Psi^{s_2}(x, z, s) = \left(\Phi_{21} e^{kz_{12}(z+L)} \right) e^{kfx} & z \in \Omega_2 & \\
 \Phi^{s_2}(x, z, s) = \left(\Psi_{21} e^{kz_{32}(z+L)} \right) e^{kfx} & z \in \Omega_2 & (\text{équa } 3c) \\
 \Phi^{s_1}(x, z, s) = \left(B_{11} \cosh(kz_{s_1}z) + B_{12} \sinh(kz_{s_1}z) \right) e^{kfx} & z \in \Omega_2 &
 \end{cases} \quad (3)$$

Où on définit:

Équa.3a: Potentiel de l'onde acoustique de pression dans le liquide.

Équa.3b: Potentiel de l'onde élastique dans l'alliage

Équa.3c: Potentiel de l'onde de compression

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

Lorsque l'incidence du rayon acoustique dans le liquide de couplage (Ω_0) s'écarte de la position normale, on rencontre un premier angle critique θ_L correspondant à l'angle longitudinal. Entre l'incidence normale et le premier angle critique θ_L , l'onde longitudinale dans le liquide est transmise dans l'objet (Ω_1) sous la forme d'une onde longitudinale et d'une onde transversale avec (Ω_2) onde dans le substrat. La proportion de l'énergie longitudinale étant plus grande que celle de l'énergie transversale (figure III.2).

Lorsque l'angle d'incidence continue à augmenter à partir de θ_L , on atteint un deuxième angle critique θ_T correspondant à l'angle critique transversal. Dans le secteur compris entre θ_L et θ_T , il n'est transmis dans le matériau étudié que des ondes transversales. Pour des incidences supérieures à θ_T , aucun mode ne se propage dans le solide.

Comme nous l'avons déjà signalé, on cherche ici à déterminer les paramètres mécaniques des alliages à mémoire de forme par différentes techniques de contrôle non destructif.

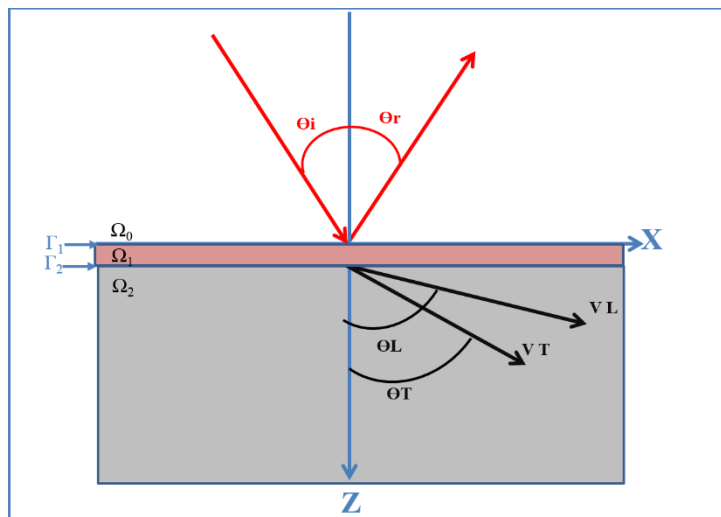


Figure III. 2: Configuration géométrique des trajets des différentes ondes sur le matériau (CuAlBe) en mode réflexion.

Où : Ω_0 fluide, Ω_1 CuAlBe, Ω_2 substrat, Γ_1 et Γ_2 représentent la limite entre le fluide et le CuAlBe et la limite entre le CuAlBe et le substrat respectivement.

Notre travail dans ce qui suit est d'optimiser le modèle développé par LAZRI et All qui se base sur le système d'équation dans le domaine fréquentiel (3) et qui n'est valable que pour

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

l'étude des films de très faible épaisseur, et le rendre applicable pour n'importe quelle structures (page 3 [2]).

Dans notre cas, on considère que le matériau à étudier (CAB) est posé directement sur le substrat épais pour le calcul du coefficient de réflexion de l'alliage en modifiant l'équation (3) comme suit (équation 4).

$$\left\{ \begin{array}{l} P_{f_1}(x, z; s) = \left(e^{k_{kf} \cos(\theta)z} + R^{IM} e^{-k_{kf}(\cos\theta)z} \right) e^{kfx} p_i \quad z \in \Omega_f \\ \Psi^{s_1}(x, z) = (A_{11} \cosh(kzs_1z) + A_{12} \sinh(kzs_1z)) \quad xx \quad z \in \Omega_1 \\ \varphi^{s_1}(x, z) = (B_{11} \cosh(kzs_1z) + B_{12} \sinh(kzs_1z)) \quad xx \quad z \in \Omega_1 \\ \Psi^{s_2}(x, z) = (\Phi_{21} e^{kz_{12} \cdot (z+L)}) \quad xx \quad z \in \Omega_1 \\ \varphi^{s_2}(x, z) = (\Psi_{21} e^{kz_{32} \cdot (z+L)}) \quad xx \quad z \in \Omega_1 \end{array} \right. \quad (4)$$

Les solutions des équations d'onde de l'onde plane harmonique en termes de potentiel pour chaque domaine sont données par l'équation 5 (voir programme annexe 1, **.exe**):

$$\left\{ \begin{array}{l} P_{f_1}(x, z) = \left(e^{k_{kf} \cdot z} + R \cdot e^{-k_{kf} \cdot z} \right) \cdot xx \cdot p_i \quad z \in \Omega_0 \\ \Psi^{s_1}(x, z) = \left(\Phi_{11} e^{k_{z_{11}} \cdot z} + \Phi_{11} e^{-k_{z_{11}} \cdot z} \right) \cdot xx \quad z \in \Omega_1 \\ \varphi^{s_1}(x, y) = \left(\Psi_{11} e^{k_{z_{31}} \cdot z} + \Psi_{11} e^{-k_{z_{31}} \cdot z} \right) \cdot xx \quad z \in \Omega_1 \\ \Psi^{s_2}(x, z) = \left(\Phi_{21} e^{k_{z_{12}} \cdot (z+L)} \right) \cdot xx \quad z \in \Omega_2 \\ \varphi^{s_2}(x, z) = \left(\Psi_{21} e^{k_{z_{32}} \cdot (z+L)} \right) \cdot xx \quad z \in \Omega_2 \end{array} \right. \quad (5)$$

$$\text{Avec : } \begin{cases} z = -L \\ xx = e^{-fx} \end{cases}$$

s : indice du milieu solide, f : indice du milieu fluide, R^{IM} : coefficient de réflexion, Avec: A_{ij} , B_{ij} : Amplitude des ondes de compression du potentiel longitudinale et transversales.

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

$$\text{Où : } \begin{cases} A_{11} = \Phi_{11} + \Phi_{12} \\ A_{12} = \Phi_{11} - \Phi_{12} \\ B_{11} = \Psi_{11} + \Psi_{12} \\ B_{12} = \Psi_{11} - \Psi_{12} \end{cases} \quad (6)$$

R : Onde réfléchie.

Ψ_{s1}: Onde longitudinale dans le matériau.

φ_{s1}: Onde transversale dans le matériau.

Ψ_{s2}: Onde longitudinale dans le substrat.

φ_{s2}: Onde transverse dans le substrat.

K_{z11} : nombre d'onde de l'onde longitudinale dans le matériau.

K_{z31} : Nombre d'onde de l'onde transversale dans le matériau.

K_{z21} : Nombre d'onde de l'onde longitudinale dans le substrat.

Selon la loi de Snell-Descartes (équation 7):

$$k_0 \cdot \sin(\theta) = k_1 \cdot \sin(\theta_1) = k_3 \cdot \sin(\theta_i) \quad (7)$$

$$\text{Avec } \gamma = k_0 \cdot \sin(\theta)$$

Les nombres d'ondes complexes sont donnés par l'équation (8)

$$\begin{cases} k_f = i\gamma_f \quad (i = \sqrt{-1}) \\ \gamma_f = k_f \cdot \sin(\theta) \end{cases} \quad (8)$$

Et les nombres d'ondes complexes de cisaillement et de compression sont donnés par (équation 9):

$$\begin{cases} k_{z_{11}} = i\sqrt{(k_{11}^2 - \gamma_f^2)} \\ k_{z_{12}} = i\sqrt{(k_{12}^2 - \gamma_f^2)} \\ k_{z_{31}} = i\sqrt{(k_{31}^2 - \gamma_f^2)} \\ k_{z_{32}} = i\sqrt{(k_{32}^2 - \gamma_f^2)} \end{cases} \quad (9)$$

où

$$\begin{cases} k_{11} = \omega \sqrt{\frac{\rho_1}{M_1}} \\ k_{31} = \omega \sqrt{\rho_1 / \mu_1} \\ k_{12} = \omega \sqrt{\frac{\rho_2}{M_2}} \\ k_{32} = \omega \sqrt{\rho_2 / \mu_2} \end{cases} \quad (10)$$

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

Où

μ : Module de cisaillement du matériau, ρ : Densité du matériau, M : Module d'onde de compressibilité et ω : Fréquence angulaire.

III.4. Les conditions aux limites

Les conditions aux limites à l'interface Γ_1 sont donc:

- la continuité de la vitesse,
- la contrainte normale (σ_{zz}) est égale à la pression de l'onde incidente
- et la contrainte transversale (σ_{xz}) est égale à zéro.

Ce qui nous permet d'écrire :

$$\begin{cases} v_z^f(x, 0, s) = v_z^{s1}(x, 0, s) \\ \sigma_{zz}^{s1}(x, 0, s) = p_f(x, 0, s) \\ \sigma_{xz}^{s1}(x, 0, s) = 0. \end{cases} \quad (11)$$

Où les exposants (s) et (f) représentent respectivement le solide et le fluide.

Les conditions aux limites à l'interface Γ_2 sont: la continuité de la vitesse, la contrainte normale (σ_{zz}) et la contrainte transversale (σ_{xz}) sont égales à zéro.

$$\begin{cases} v_z^{s2}(x, -L, s) = v_z^{s2}(x, -L, s) \\ \sigma_{zz}^{s1}(x, -L, s) = \sigma_{zz}^{s2}(x, -L, s) \end{cases} \quad (12)$$

$$\sigma_{xz}^{s1}(x, -L, s) = \sigma_{xz}^{s2}(x, -L, s) = 0 \quad (13)$$

À partir des équations (5-13), on détermine l'équation matricielle (14) et puis on résous le système.

$$[A]^* \begin{bmatrix} A_{11} \\ A_{12} \\ A_{21} \\ A_{22} \\ \Phi_{21} \\ \Psi_{21} \\ R^{IM} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos(\theta)p_i \\ -c_f \rho_f \\ 0 \\ -p_i \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{bmatrix} \quad (14)$$

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

La matrice $[A]$ est donnée dans l'annexe 2.

L'équation matricielle est une équation linéaire de la forme:

$$A * x = B$$

Le coefficient de réflexion a été extrait de la solution de cette équation en constituant le modèle d'interaction (IM).

Le module du coefficient de réflexion $|R(\theta)|$ est calculé à partir du modèle que nous avons développé et optimisé dans notre laboratoire (LEAM) sous **Matlab (Version 2018)**.

III.5. Mesure de coefficient de réflexion

Le rapport entre le champ de l'onde acoustique réfléchi et le champ incident de la même onde est connu sous le nom de coefficient de réflexion. Le signal qui apparaît sur l'oscilloscope est appelé champ réfléchi. Pour déterminer le champ incident, il est nécessaire d'utiliser un milieu massif situé à la même distance (distance entre le capteur ultrasonique et la surface réfléchissante) que celui du dispositif (échantillon + milieu semi-infini). Cela permet aux deux signaux (incident et réfléchi) de suivre le même parcours. Pour cela, il suffit de renverser le dispositif échantillon/substrat (figure III. 3) [5].

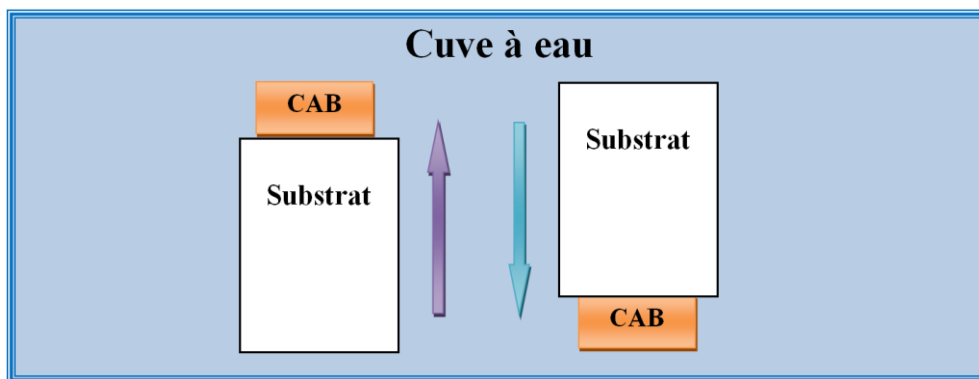


Figure III. 3: Configuration utilisée pour la mesurer le champ incident de l'onde acoustique.

Il est important que le rapport entre la surface et l'épaisseur des échantillons et le substrat doivent être bien défini de manière à éliminer les interférences entre les ondes réfléchies sur le bas et les bords du substrat avec les réflexions multiples réfléchies par le matériau (modes longitudinaux et modes de cisaillements).

Plus le substrat est épais, plus l'interférence avec les ondes réfléchies du matériau sont importantes. Le choix des conditions du demi-espace supposée semi-infinie du substrat. La fenêtre temporelle de l'oscilloscope étant limitée, la base de temps a été réglée de telle sorte de

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

supprimer l'interférence des ondes des différents milieux. Les trois premiers modes représentés par les trois premiers pics dans le spectre du coefficient de réflexion suffisent pour obtenir les paramètres mécaniques du matériau (figure III.4).

III.6. Résolution par problème inverse et détermination de la fonction coût pour la reconstruction des paramètres mécaniques du CAB

La résolution par problème inverse nous a permis de déterminer les trois paramètres mécaniques (module de Young (E), coefficient de Poisson (ν) et la densité (ρ)) avec une très haute précision à partir du coefficient de réflexion mesuré du CuAlBe posé sur un substrat placé dans une cuve à onde ultrasonique. Le modèle d'interaction viscoélastique (IM) est développé. En outre une fonction d'erreur dite fonction coût [6] exprimant la distance entre les données du coefficient de réflexion du modèle d'interaction et du modèle expérimental est calculée pour chaque ensemble de valeurs d'essai des paramètres (E, ν, ρ).

❖ Fonction coût

La fonction coût est une fonction objective (équation 15) exprimant la différence entre les données expérimentales du coefficient de réflexion et celle du modèle d'interaction (IM) est calculée pour chaque ensemble de valeurs des paramètres (E, ν, ρ) [7, 8].

$$\mathfrak{J}(E, \nu, \rho) = \sum_{N=1}^{N_s} \left(|R^{IM}(\omega_n, E, \nu, \rho)| - |R_{IR}^{exp}(\omega_n)| \right)^2 \quad (15)$$

Où :

R_{IR}^{exp} : Le coefficient de réflexion mesuré pour le CuAlBe.

R^{IM} : Le coefficient de réflexion calculé.

N_s : Nombre d'échantillons.

Les trois paramètres mécanique (E, ν et ρ) du CuAlBe sont déterminés en minimisant la fonction coût $\mathfrak{J}(E, \nu, \rho)$ de l'équation 15. Le minimum de la fonction coût est obtenu en faisant varier les paramètres du modèle à divers intervalles pas trop large [5].

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

III.7. Détermination des paramètres mécaniques E , ν , ρ pour la configuration CAB/Substrat et Substrat/CAB

Comme indiqué auparavant, l'échantillon du CAB est placé sur un substrat épais ou le signal réfléchi est mesuré. Le même principe est utilisé pour caractériser la structure : substrat/CuAlBe. La figure III.4 montre les ondes réfléchies provenant du CuAlBe et l'onde incidente provenant de la face du substrat.

Dans cette étude, on a effectué des mesures ultrasonique en utilisant deux types capteurs à hautes fréquences (20 et 50 MHz) et des substrats différents (verre, laiton, acier, ... etc.) sur 03 alliages ternaires à mémoires de forme de type CAB4; CAB18 et CAB24 ayant des compositions différentes

La figure (III. 4) présente deux signaux temporels de réflexion, le premier est celui de l'interface eau/CAB, le second de l'Acier/CAB d'Acier. La différence de temps est dû à une légère différence de distance entre le transducteur et l'échantillon.

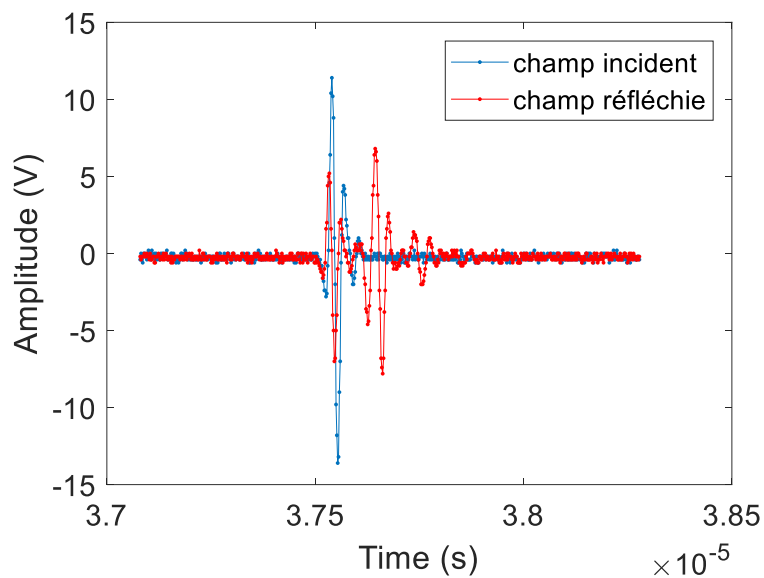


Figure III. 4: Coefficient de réflexion pour un substrat en verre, couplant eau, fréquence 50MHz.

Le traitement des signaux temporels de réflexion par transformée de Fourier rapide (FFT) et le module de $|R(\theta)|$ (figure III.5) nous permet de tracer le spectre de fréquence (figure III.6) et de calculer les paramètres mécaniques (E , ν , et ρ) de chaque alliage considéré (figure III.7-9).

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

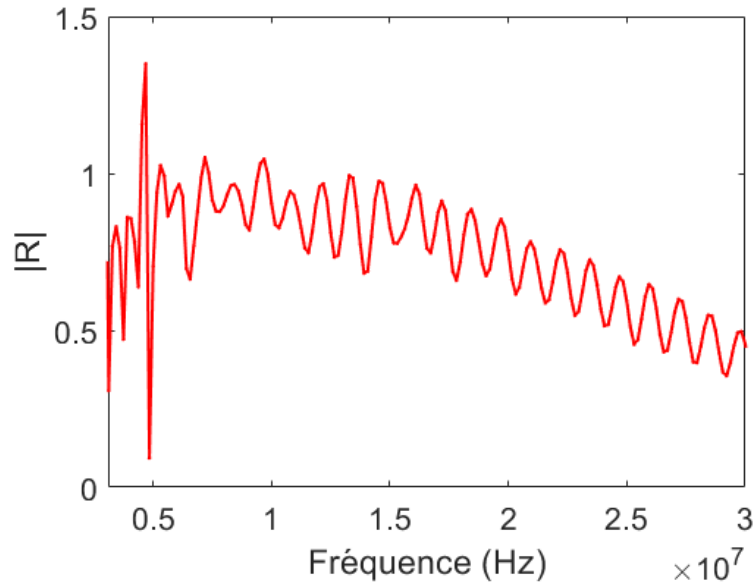


Figure III. 5: Signal temporel du champ incident et réfléchi en mode réflexion couplant eau, fréquence 50 MHz.

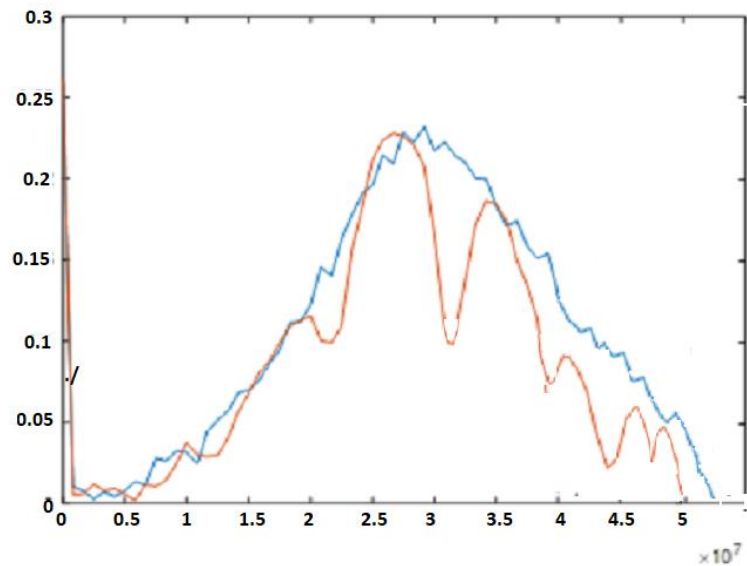


Figure III. 6: Spectre de fréquences des signaux temporel de l'échantillon CAB24 en mode réflexion couplant eau, fréquence 50MHz.

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

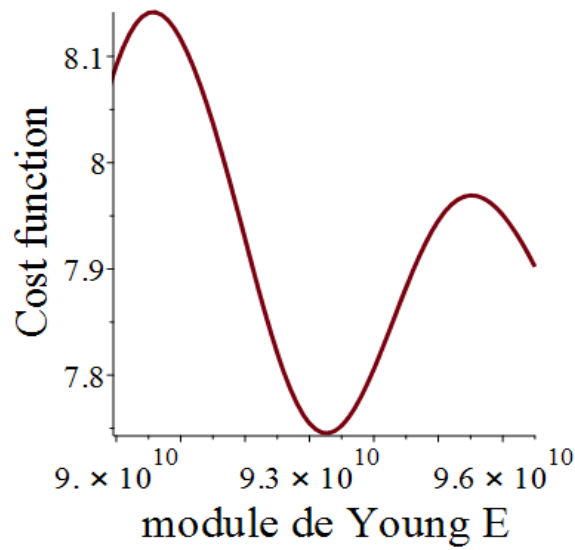


Figure III. 7: Module de Young obtenu par fonction coût du CAB24 en mode réflexion.

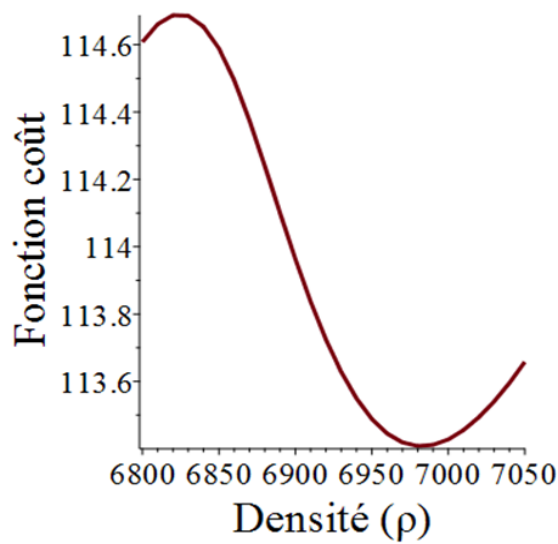


Figure III. 8: Mesure de la densité par la fonction coût en mode réflexion.

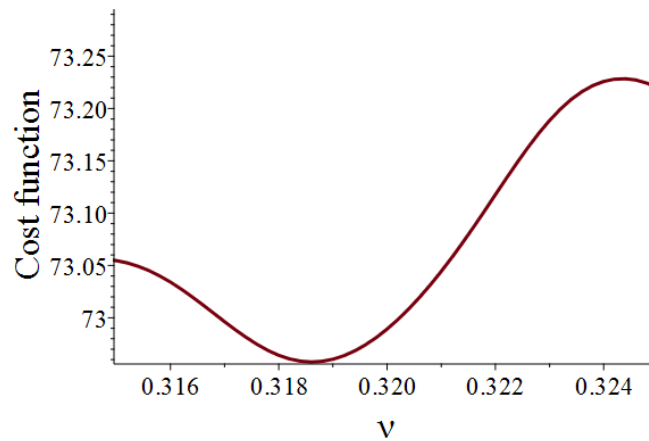


Figure III. 9: Coefficient de poisson du CAB24 obtenu par la fonction coût en mode réflexion.

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

Les résultats de mesure des paramètres mécaniques E , ν , ρ des CAB obtenus après calcul de la fonction coût par problème inverse sont regroupés dans le tableau III.1.

Alliage	Epaisseur (mm)	Fréquence (MHz)	E (GPa)	ρ (Kg/m ³)	ν	G calculé (GPa)
CAB24	2	20	93.25	7178.543	0.319	35.348
		50	93.23	7052.861	0.318	35.368
CAB4	2	20	131.80	7070.573	0.362	48.385
		50	127.90	7267.512	0.331	48.046
CAB18	4	20	113.70	7099.133	0.350	42.111
		50	113.80	7100.229	0.342	42.399

Tableau III. 1: Les paramètres mécaniques des alliages du CuAlBe obtenus par problème inverse.

Le module de cisaillement G est calculé à partir des modules de Young et le coefficient de poisson mesuré à l'aide de la relation suivante:

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1 \quad (16)$$

III.8 Pouvoir réflecteur $R(\theta)$ et signature acoustique $V(z)$ du CAB

A partir des résultats obtenus par problème inverse, on trace le pouvoir réflecteur $R(\theta)$ qui nous donne le changement de phase et d'amplitude, c'est-à-dire les ongles critiques (θ_T , θ_L et θ_R) à partir duquel on détermine les vitesses (V_L , V_T et V_R) qui interagissent dans le matériau selon la relation de Snell-Descarte (figure III.10) [7] et la signature acoustique $V(z)$ (équation.17), le traitement par FFT du $V(z)$ nous permet de calculer la vitesse de Rayleigh selon le modèle de Shepard et Wilson simplifié. Les résultats de mesure et de calcul sont regroupés sur la figure III.10 et le tableau III.2.

$$V(z) = \int_0^{\theta_{\max}} P^2(\theta)R(\theta)\exp(2jk_0 \cos \theta) \sin \theta \cos \theta d\theta \quad (17)$$

Où: θ_{\max} : ouverture maximale de la lentille

$P^2(\theta)$: Fonction pupille, c'est une fonction qui dépend uniquement de la géométrie et de la nature de la lentille.

$R(\theta)$: Fonction de réflexion, caractérise le matériau étudié

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

k_0 : Vecteur d'onde dans le liquide de couplage

$\exp(2jzk_0)$: exprime le déphasage entre les ondes planes qui effectuent un trajet aller et retour dans le liquide de couplage.

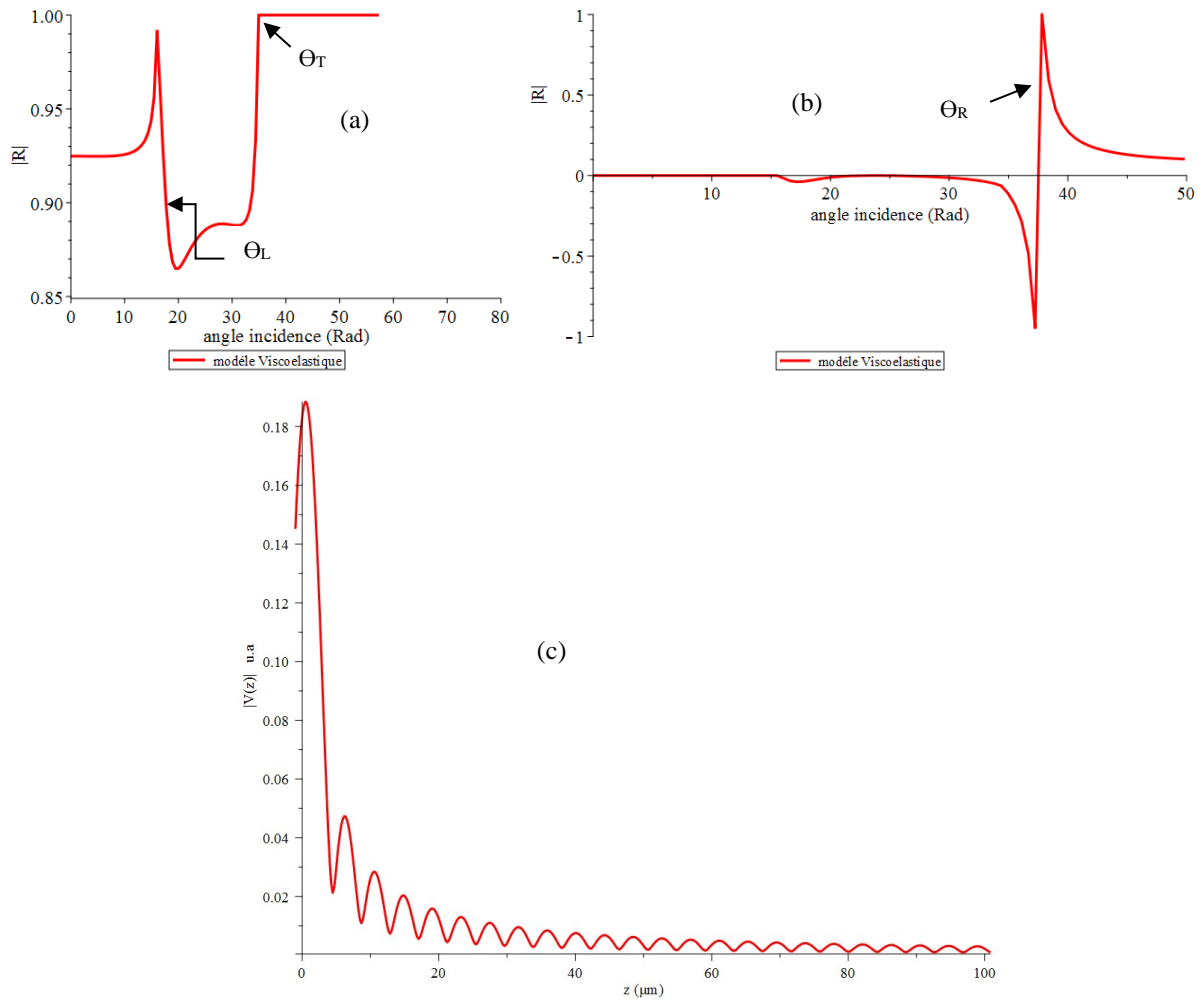


Figure III. 10: Pouvoir réflecteur $R(\theta)$: a) Phase, b) Amplitudes et c) Signature acoustique de l'échantillon CuAlBe (CAB24).

**CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES
MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE**

Alliage	Fréquence (MHz)	Angles critiques (degrés)			Vitesses obtenues (m/s)		
		θ_L (°)	θ_T (°)	θ_R (°)	V_L ($m s^{-1}$)	V_T ($m s^{-1}$)	V_R ($m s^{-1}$)
CAB24	20	18.268	41.142	44.614	4788.2867	2862.6011	2300.2185
	50	18.848	41.687	45.069	4721.3143	2883.158	2268.0460
CAB4	20	17.074	37.252	40.061	5214.8621	3157.5509	2505.1387
	50	16.631	36.144	38.772	5320.6510	3063.2072	2555.9581
CAB18	20	17.296	38.361	41.275	5090.0185	3289.9856	2445.1658
	50	17.663	38.704	41.782	5018.8260	3378.5233	2410.9660

Tableau III. 2: Angles critiques des courbes de la phase et d'amplitude et les vitesses obtenues.

Analyse de l'amplitude et de la phase

Les figures III.10a et III.10b donnent le coefficient de réflexion $R(\theta)$ du CuAlBe déterminé à partir de la mesure des paramètres mécaniques (E , ρ et ν) pour le CAB24.

La figure III.10c donne la signature acoustique $V(z)$ pour le CAB24 obtenue à partir de $R(\theta)$. Traitée par la Transformée de Fourier Rapide (FFT).

a) Analyse de l'amplitude (figure III.10a)

L'amplitude du coefficient de réflexion $R(\theta)$ varie de 0 à 1 et présente deux angles critiques correspondant aux angles θ_L (angle longitudinal) et θ_T (angle transverse). Au-delà de l'angle critique transversal θ_T , l'onde est totalement réfléchié tel que $R(\theta)=1$.

** Pour $\theta < \theta_L$, on a $\theta_L = \arcsin \frac{V_{Liq}}{V_L}$

L'onde longitudinale qui se propage dans le fluide engendre par réfraction une onde longitudinale et une onde transversale dans le matériau (figure III.10a). Le rendement de cette transmission est faible. Lorsque l'angle d'incidence θ tend à égaler la valeur de θ_L , on observe alors une onde longitudinale rasante se propageant à la surface.

** Pour $\theta_L < \theta < \theta_T$ on a $\theta_T = \arcsin \frac{V_{Liq}}{V_T}$

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

Il n'existe qu'une onde transversale qui se propage dans le matériau. Et lorsque l'angle d'incidence $\theta < \theta_r$, une onde transversale rasante se propage alors à la surface.

** Pour $\theta > \theta_r$

Le coefficient de réflexion $R(\theta)$ vaut l'unité, ce qui signifie qu'aucune onde volumique ne se propage dans le solide.

b) Analyse de la phase (figure 10b)

La phase du même pouvoir réflecteur, présente également deux variations correspondant l'une à θ_L , l'autre à un angle supérieur à θ_T correspondant à θ_R (angle de Rayleigh). Ainsi, nous pouvons remarquer que l'angle critique longitudinal est voisin de $18,27^\circ$ et celui de Rayleigh voisin de $44,61$.

D'autre part, cette phase présente une très faible variation au passage de θ_L et elle ne permet pas de détecter le mode transverse. Les ondes longitudinale et transversale n'ont pas de changement de polarité significatif.

$$**\text{Pour } \theta = \theta_r = \arcsin \frac{V_{Liq}}{V_R}$$

L'onde longitudinale incidente donne naissance à une onde de surface de vitesse V_R . La génération de cette onde de Rayleigh se traduit par un brusque changement de phase. La polarité de l'onde réfléchie est inversée.

c) Les oscillations de $V(z)$ résultent de l'interférence entre deux ondes

Une onde de volume émise et réfléchie suivant la normale de la face avant du capteur et une onde de surface (onde de Rayleigh) générée à partir d'un angle θ_r (angle de Rayleigh) et réémise dans le liquide. D'après la relation 17 de Shepard et Wilson [2], la signature acoustique est fonction du pouvoir réflecteur du matériau massif ou de l'ensemble formé du matériau considéré et du substrat.

III.8. Conclusion

Les résultats obtenus par problème inverse et comparé à ceux de la littérature, nous montrent que nos résultats obtenus à partir des paramètres mécaniques ($E, \nu, \text{ et } \rho$) sont plus précis que ceux obtenus par la méthode dite directe.

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

Où on considère dans la méthode directe que la densité, la vitesse longitudinale, la vitesse transverse et les atténuations sont prises de la littérature pour les liquides de couplage et les matériaux considérés (système massif ou multicouches), et par la suite on calcule les paramètres mécaniques.

Alors que dans le cas de la méthode par problème dit mal posé ou par problème inverse, les paramètres mécaniques sont calculés directement à partir du coefficient de réflexion mesurer, puis on détermine les vitesses qui interagissent dans le matériau à partir de la phase et de l'amplitude.

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

Annexe 1

Calcul de $R(\theta)$, E , ρ et ν expérimentale

```

Fichier Édition (E) Affichage (V) Insertion Format Tableau Dessin Graphique Outils Fenêtre (W) Aide (H)
Palettes Cahier de travail
Favoris
▼ MapleCloud (Ouvert)
Rechercher
Populaire | Nouveau | Favoris
Pas de résultats
ropulsé par Google
► Expressions
► Calcul - une variable
▼
Start.mw X nu_cab18_verre_4mm_50mhz.mw X nu_cab24_verre_2mm_50mhz.mw X
Texte Math Dessin Graphique Animation Masquer
C 2D Input Times New Roman 14 B I U
ψs1 := (x, z) → (A11·cosh(κz11·z) + A12·sinh(κz11·z))·xx:
φs1 := (x, z) → (B11·cosh(κz31·z) + B12·sinh(κz31·z))·xx:
ψs2 := (x, z) → (Φ12·eκz12·(z+L))·xx:
φs2 := (x, z) → (Ψ12·eκz32·(z+L))·xx:
tmp := diff(ψs1(x, z), x) - diff(φs1(x, z), z):
ux1 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := diff(ψs1(x, z), z) + diff(φs1(x, z), x):
uz1 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := s·diff(ψs1(x, z), x) - s·diff(φs1(x, z), z):
vsx1 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := s·diff(ψs1(x, z), z) + s·diff(φs1(x, z), x):
vsz1 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := factor(λ1·(diff(ux1(x, z), x) + diff(uz1(x, z), z)) + 2·μ1·diff(uz1(x, z), z)):
Gzz1 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := μ1·(diff(ux1(x, z), z) + diff(uz1(x, z), x)):
Gxz1 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := diff(ψs2(x, z), x) - diff(φs2(x, z), z):
ux2 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := diff(ψs2(x, z), z) + diff(φs2(x, z), x):
uz2 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := s·diff(ψs2(x, z), x) - s·diff(φs2(x, z), z):
vsx2 := unapply(tmp, [x, z]):
tmp := s·diff(ψs2(x, z), z) + s·diff(φs2(x, z), x):

```

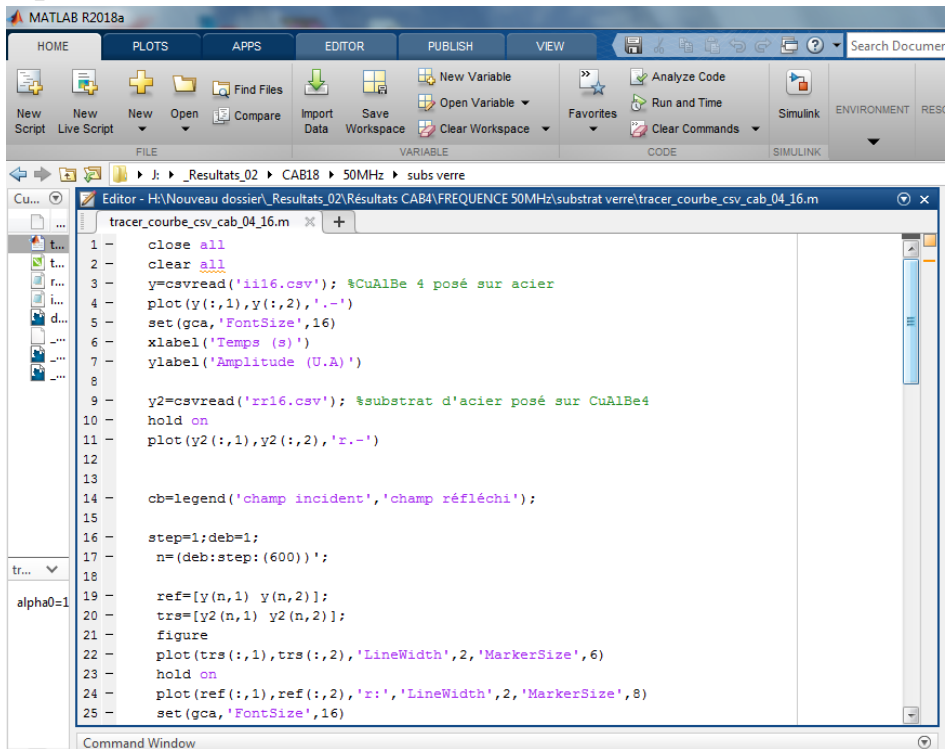
```

Rechercher
Populaire | Nouveau | Favoris
Pas de résultats
ropulsé par Google
► Expressions
► Calcul - une variable
▼
κf := evalf(I·ω/c·cos(thetai)):
eqn1 := sort(convert(collect(simplify(
evalf(vsz1(x, 0))
xx
), {A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, xx}), trig), [A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, ],
ascending) = evalf(vf1z(x, 0)/xx):
eqn2 := sort(collect(simplify(
vsz1(x, z1)
xx
), {A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, xx}), [A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12], ascending) = vsz2(x, z1)/xx:
eqn3 := sort(collect(simplify(
vsx1(x, z1)
xx
), {A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, xx}), [A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12], ascending) = vsx2(x, z1)/xx:
eqn4 := sort(collect(simplify(
Gzz1(x, 0)
xx
), {A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, xx}), [A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12], ascending) = -pfl(x, 0)/xx:
eqn5 := sort(collect(simplify(
Gzz1(x, z1)
xx
), {A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, xx}), [A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12], ascending) = Gzz2(x, z1)/xx:
eqn6 := sort(collect(simplify(
Gxz1(x, 0)
xx
), {A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, xx}), [A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12], ascending) = 0:
eqn7 := sort(collect(simplify(
Gxz1(x, z1)
xx
), {A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, xx}), [A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12], ascending)
= collect(simplify(expand(
Gxz2(x, z1)
xx
)), {Φp11, Φ11, Ψ11, Ψp11, Φ12, Ψ12, xx}):
sys := [eqn1, eqn2, eqn3, eqn4, eqn5, eqn6, eqn7]:
var := [A11, A12, B11, B12, Φ12, Ψ12, R]: AA, CC := GenerateMatrix(sys, var):

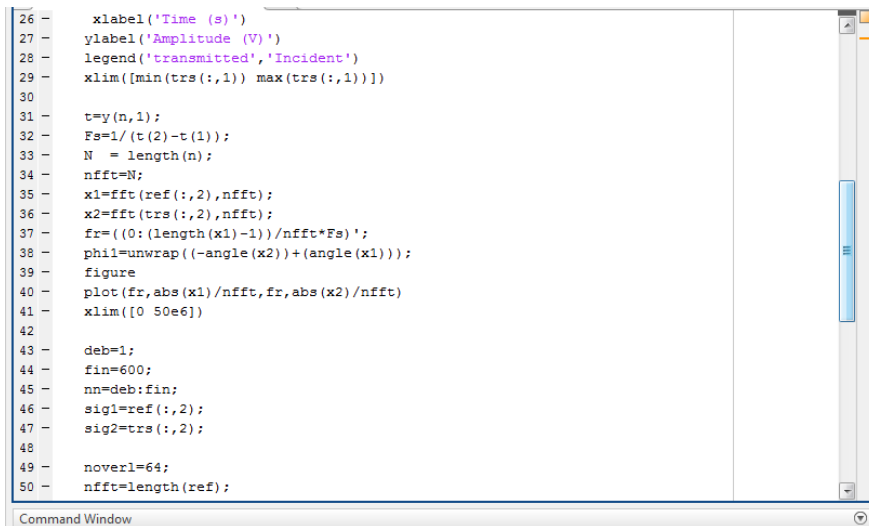
```

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

Calcul du spectre et sa FFT



```
1 - close all
2 - clear all
3 - y=csvread('ii16.csv'); %CuAlBe 4 posé sur acier
4 - plot(y(:,1),y(:,2),'r.-')
5 - set(gca,'FontSize',16)
6 - xlabel('Temps (s)')
7 - ylabel('Amplitude (U.A)')
8
9 - y2=csvread('rr16.csv'); %substrat d'acier posé sur CuAlBe4
10 - hold on
11 - plot(y2(:,1),y2(:,2),'r.-')
12
13
14 - cb=legend('champ incident','champ réfléchi');
15
16 - step=1;deb=1;
17 - n=(deb:step:(600))';
18
19 - ref=[y(n,1) y(n,2)];
20 - trs=[y2(n,1) y2(n,2)];
21 - figure
22 - plot(trs(:,1),trs(:,2),'LineWidth',2,'MarkerSize',6)
23 - hold on
24 - plot(ref(:,1),ref(:,2),'r','LineWidth',2,'MarkerSize',8)
25 - set(gca,'FontSize',16)
```



```
26 - xlabel('Time (s)')
27 - ylabel('Amplitude (V)')
28 - legend('transmitted','Incident')
29 - xlim([min(trs(:,1)) max(trs(:,1))])
30
31 - t=y(n,1);
32 - Fs=1/(t(2)-t(1));
33 - N = length(n);
34 - nfft=N;
35 - x1=fft(ref(:,2),nfft);
36 - x2=fft(trs(:,2),nfft);
37 - fr=(0:(length(x1)-1))/nfft*Fs';
38 - phi1=unwrap((-angle(x2))+angle(x1));
39 - figure
40 - plot(fr,abs(x1)/nfft,fr,abs(x2)/nfft)
41 - xlim([0 50e6])
42
43 - deb=1;
44 - fin=600;
45 - nn=deb:fin;
46 - sig1=ref(:,2);
47 - sig2=trs(:,2);
48
49 - noverl=64;
50 - nfft=length(ref);
```

CHAPITRE III : IDENTIFICATION DES PARAMETRES MECANIQUES DES AMF PAR PROBLEME INVERSE

```

51 -
52 - nwin=600;
53 -
54 - w = window(@gausswin,nwin,1.2);
55 - [h1,fr]=tfestimate(sig1,sig2,nwin,[],nfft,Fs);
56 - figure
57 - plot(fr,abs(h1),'r.-','LineWidth',1.5,'MarkerSize',6)
58 - set(gca,'FontSize',16)
59 -
60 - xlabel('Fréquence (Hz)')
61 - ylabel('|R|')
62 - xlim([0 20e6])
63 - ylim([0 1])
64 -
65 - qph=1486*unwrap(angle(h1))./(2*pi*fr*1.0e-3);
66 - vphase=1486./(1-qph);
67 - figure
68 - plot(fr,vphase,'r.-','LineWidth',1.5,'MarkerSize',6)
69 - set(gca,'FontSize',16)
70 -
71 - xlabel('Fréquence (Hz)')
72 -
73 - donne=[fr abs(h1) vphase];
74 - save tracer_courbe_csv_cab04_16.dat donne -ascii
75 -

```

Command Window

Annexe 2

$$\begin{bmatrix}
 0 & skz_{11} & sk_f & 0 & 0 & 0 & \frac{\cos \theta_{p_1}}{c_f p_f} \\
 -s \sinh(kz_{11}L)kz_{11} & s \cosh(kz_{11}L)kz_{11} & s \cosh(kz_{31}L)k_f & -s \sinh(kz_{31}L)k_f & -skz_{12} & -sk_f & 0 \\
 -s \cosh(kz_{11}L)kz_f & -s \sinh(kz_{11}L)kz_f & s \sinh(kz_{31}L)kz_{31} & -skz_{31} \cosh(kz_{31}L) & -sk_f & -skz_{32} & 0 \\
 \varepsilon_1 & 0 & 0 & 2kz_{31}\mu_1 k_f & 0 & 0 & p_i \\
 \varepsilon_1 \cosh(kz_{11}L) & -\varepsilon_1 \sinh(kz_{11}L) & -2kz_{32}\mu_1 k_f \sinh(kz_{32}L)k_f & 2\mu_1 k_f kz_{31} \cosh(kz_{32}L)k_f & -\varepsilon_2 & -2\mu_2 k_f kz_{32} & 0 \\
 0 & 2\mu_1 k_f kz_{11} & \mu_1 (k_f^2 - kz_{31}^2) & 0 & 0 & 0 & 0 \\
 -2\mu_1 \sinh(kz_{11}L)k_f kz_{11} & 2\mu_1 \cosh(kz_{11}L)k_f kz_{11} & -\mu_1 \cosh(kz_{31}L)(k_f^2 - kz_{31}^2) & \mu_1 (k_f^2 - kz_{31}^2) \sinh(kz_{31}L) & 2\mu_2 (k_f kz_{12}^2) & \mu_2 (-k_f^2 + kz_{32}^2) & 0
 \end{bmatrix}
 * [X] = [B]$$

**CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON
DESTRUCTIF (CND)**

CHAPITRE IV
ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON
DESTRUCTIF (CND)

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter le modèle acoustique développé en collaboration avec le laboratoire de mécanique et d'acoustique (LMA-CNRS-Marseille, France) pour la caractérisation des alliages à mémoire de forme posés sur différents substrats.

Le but est de déterminer expérimentalement le module de Young (E) des échantillons en utilisant des ondes ultrasonores à haute fréquence via la spectroscopie de vibration ultrasonore. La modélisation tridimensionnelle par analyse modale par éléments finis 3D (Smith, ABAQUS/Standard, Version 6.9) [1] a permis de déterminer le module de Young en définissant au préalable une géométrie exacte de nos échantillons en alliage AMF.

IV.2. Méthodes des mesures par Ultrasons

Pour se faire, nous avons monté un dispositif expérimental qui nous sert à acquérir les signaux incidents et réfléchies qui permettent de:

- Calculer le coefficient de réflexion $R(\theta)$
- Mesurer le temps de vol (TOF)
- Déterminer par analyse spectrale les différentes vitesses des modes de propagations qui interagissent dans le matériau.

Les différents paramètres mécaniques (E , ν et ρ) des alliages sont déterminés à partir du coefficient de réflexions mesurés et le coefficient de réflexion calculé selon le modèle théorique développé.

Une sonde ultrasonore de 50 MHz (modèle V358/50/0,25 Olympus Parmetrics Waltham USA) est connectée à un générateur d'impulsions (modèle 5073PR Olympus Parmetrics Waltham USA) en mode immersion est placée en incidence normale sans contact avec l'échantillon. Aucun substrat n'a été utilisé mais l'échantillon AMF est posé sur une tige verticale dont la section transversale est plus petite que celle de la surface de l'échantillon (figure IV.2). De telle manière que l'épaisseur des échantillons soit considérée comme négligeable par rapport aux dimensions de la surface (longueur et largeur ou diamètre)

Cependant, l'épaisseur des échantillons est souvent très petite (généralement entre 2,0 et 4,0 mm) ce qui influe fortement sur les paramètres mécaniques (E , ν et ρ), on a surmonté cet handicap en utilisant le logiciel Abaqus. La figure IV.1 ci-dessous montre les formes des échantillons utilisés dans ce travail.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

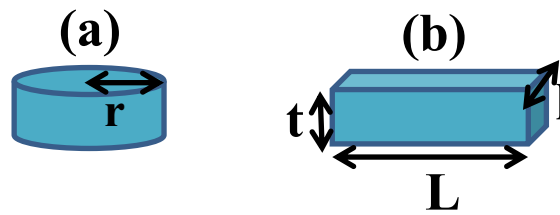


Figure IV. 1: Les formes des échantillons étudiés: (a): .circulaire (sous forme d'une pastille) avec un rayon r, (b): parallélépipédique ayant une longueur L, largeur l et épaisseur t.

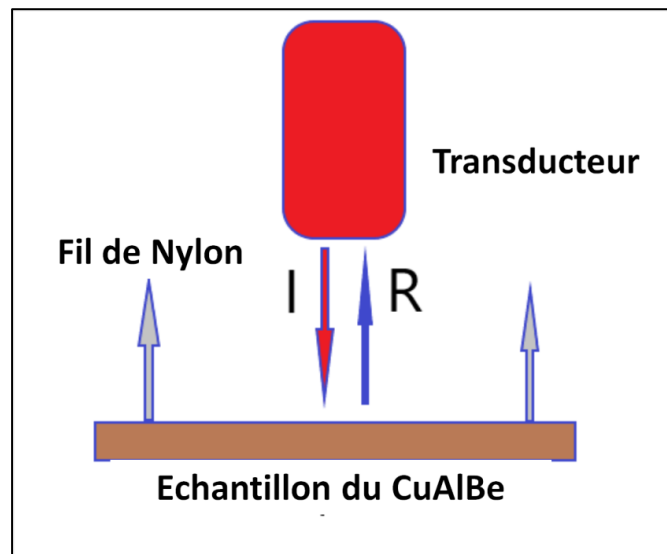


Figure IV. 2: Schéma synoptique du capteur et des trajets acoustiques en mode réflexion.

Les signaux réfléchis sont numérisés sans moyennage à l'aide d'un oscilloscope digitale Agilent DS1104B-LXI 100 MHz-2GSa/s, par la suite les temps de vol sont déterminés à partir des pics réfléchis temporels et également à l'aide du scalogramme obtenu après traitement avec un analyseur sous Matlab Works 2018 comme le montre la figure IV.3.

La vitesse (v) est liée au temps de vol (TOF) par la relation suivante:

$$v = \frac{2 * L}{TOF} = \sqrt{\frac{M}{\rho}} \quad (1)$$

Où :

L : Epaisseur de l'échantillon

ρ : Densité

ν : Coefficient de Poisson

M : Module de compressibilité M et est lié à E par la relation (2).

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

$$M = \frac{E(1-\nu)}{(1-2\nu)(1+\nu)} \quad (2)$$

La vitesse de l'onde est trouvée à partir des valeurs mesurées de l'épaisseur de l'échantillon et du temps de vol que l'onde met pour aller et venir dans la couche d'échantillon. Les masses volumiques ρ sont calculées à partir du poids de l'échantillon mesuré à l'aide d'une balance électronique Metler-Tolido à 10^{-4} et le volume à partir de ses dimensions et de sa géométrie.

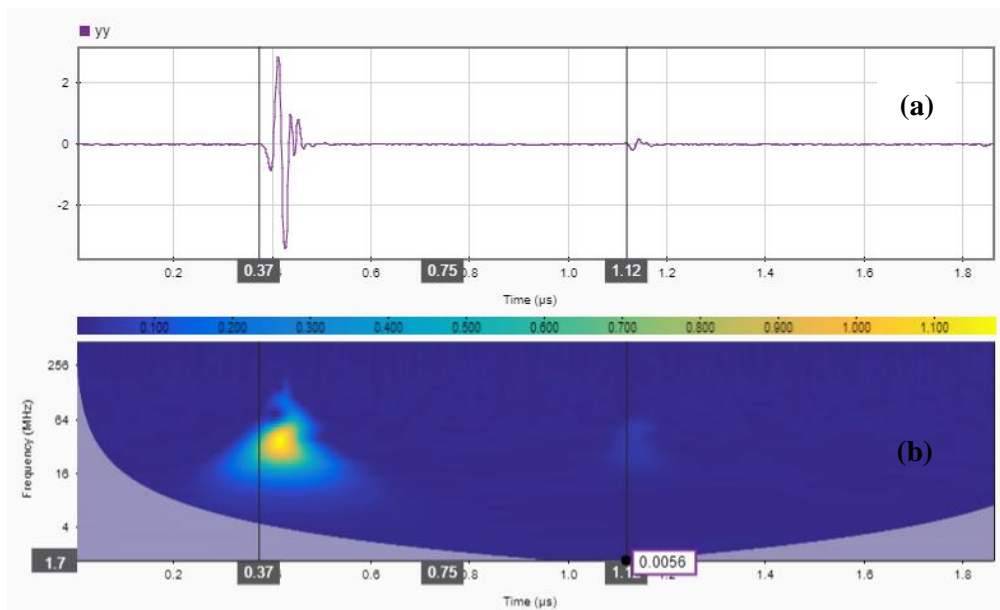


Figure IV. 3: (a) Signal temporel obtenue sur le CAB 4 « épaisseur 2mm». (b) Scalogramme obtenu après traitement avec analyseur sous Matlab.

Les curseurs indiquent la première réflexion sur la surface de l'échantillon (début) et le second indique la réflexion sur la surface arrière (arrêt) de l'échantillon. Le temps de vol est de $0,77 \mu s$.

Les valeurs récupérées du TOF, des vitesses d'ondes et du module de compressibilité M pour les différents échantillons AMF homogénéisés de CuAlBe sont présentées dans le tableau IV.1 et IV.2.

Alliage	Epaisseur (mm)	Densité (Kg/m ³)	TOF (μs)	V (m/s)	$M_{us}=\rho_s V_2$ (GPa)
CAB4	2	7200	0.75	5333	204.80
CAB4	3	7200	1.15	5217	196.00
CAB24	4	7264	1.68	4762	163.30
CAB24	2	7068	0.88	4545	144.63
CAB18	4	7094	1.58	5063	182.00

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

Tableau IV. 1: Le TOF, les vitesses des ondes ultrasonores (V_L), les modules d'onde (M_{us}), le module de Young et le coefficient de Poisson obtenus par ultrasons, des échantillons homogénéisés du CuAlBe (15 minutes de chauffage à 750 °C).

Alliage	Epaisseur (mm)	Densité (Kg/m ³)	TOF (µs)	Vitesses (m/s)	M (GPa)
CAB4	2	7200	0.73	5480	216
CAB24	2	7075	0.78	5128	186
CAB18	4	7094	1.58	5038	180

Tableau IV. 2: Le TOF, les vitesses des ondes longitudinales (V_L) et le module de compressibilité M pour les échantillons homogénéisés suivi d'un traitement thermique de recuit durant 30' à 500 °C.

IV.3. Spectroscopie vibratoire

Dans cette partie de notre travail, nous avons utilisés la méthode dite de vibration ultrasonique résonante (RUV) pour déterminer le module de Young des alliages ternaires CuAlBe [2]. Cette technique nous a permis d'identifier les phases formées dans la série d'alliages ternaires étudiés, de comprendre leurs microstructures de solidification, c'est-à-dire leurs distributions de phase, leurs compositions et leurs morphologies, ainsi que la détermination de leurs propriétés mécaniques ainsi que l'effet de la microstructure sur leurs élasticités c'est-à-dire ici le module de Young.

IV.3.1. Configuration avec disques piézoélectriques en mode transmission

Deux disques piézoélectriques minces de titanate zirconite de plomb (PZT) de même diamètre et de même fréquence fonctionnant en mode de transmission (figure IV. 4). Le premier transducteur est utilisé comme excitateur (émetteur d'onde) et le second est disposé symétriquement par rapport au premier comme récepteur des vibrations spectrales.

L'échantillon ayant subi un polissage miroir est pris en sandwich entre les deux transducteurs PZT est représentés sur la figure IV. 4a.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

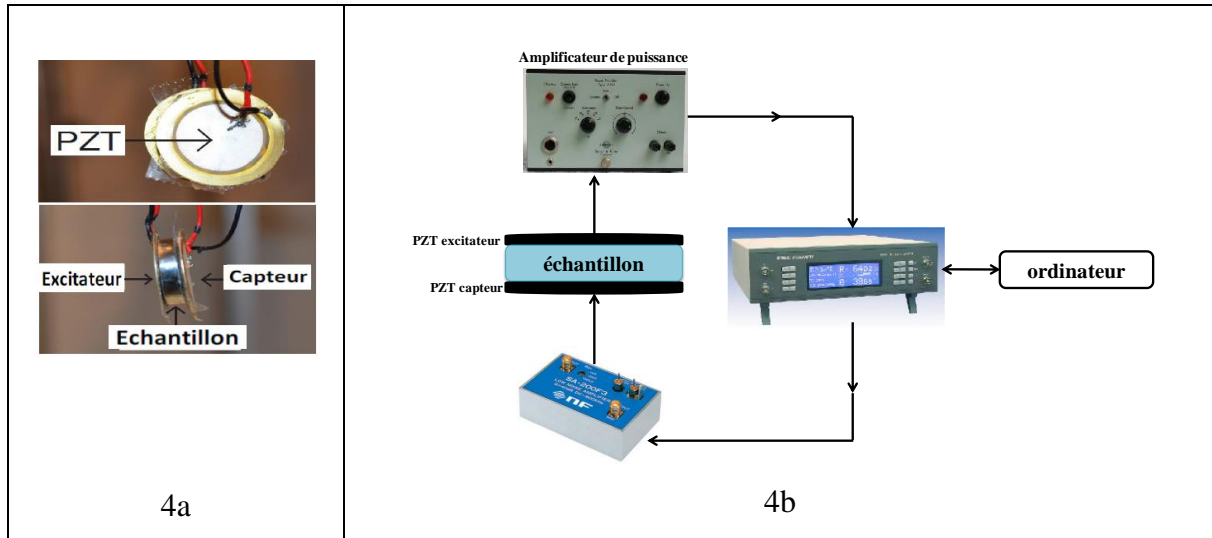


Figure IV. 4: Dispositif expérimental utilisé pour la mesure des spectroscopies vibratoires.
Où:

- Un amplificateur de verrouillage (Signal Recovery 7265 DSP, Oak Ridge, TN, USA) est utilisé pour entraîner l'excitateur par pas de fréquence discrète.
- Un ruban adhésif double face mince est utilisé pour assurer un bon contact entre les deux surfaces planes de l'échantillon et les PZT.
- Les disques PZT et l'échantillon sont collés par la suite suspendus pour assurer des vibrations sans contrainte (figure IV.4a).

Le ruban adhésif est découpé avec une grande précision en fonction de la taille des disques PZT, afin de limiter l'impact de l'amortissement sur les mesures qui pourrait être introduit par le ruban. Une excitation harmonique continue est générée par l'amplificateur (1), en réalisant un balayage fréquentiel entre 0 – 250 kHz par pas de 200 Hz. La réponse est captée par le deuxième disque piézoélectrique connecté à un amplificateur (2) à faible bruit.

La rotation de l'échantillon et des piézos dans plusieurs directions ainsi que l'amplitude (0.1 u.a jusqu'à 0.4 u.a) sont effectuées pour obtenir les fréquences de résonance de chaque échantillon du CuAlBe.

Cette étude nous a permis de vérifier que les échantillons sont bien isotrope et que les résultats obtenus sont similaires à ceux obtenus par ultrasons.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

IV.3.2. Identification et classification des modes de vibration dans le spectre de réponse

Un argument simple est utilisé pour résoudre le problème de l'identification des modes de vibration correspondant aux pics de vibrations spectrales observés. Les propriétés élastiques d'un alliage dépendent de la structure cristallographique, qui dépend de la composition chimique de l'alliage.

Les valeurs propres de l'un des composants de l'échantillon composé de monocristaux sont calculées. Celles-ci ont fourni une orientation où les trois (quatre) premiers modes seraient situés dans le spectre de vibration. Les modules élastiques ainsi calculés des paramètres mécaniques tels que la densité (ρ) et le coefficient de Poisson (ν) des échantillons monocristallins qui composent l'alliage CuAlBe issus du calcul AB Initio. Les résultats obtenus sont en bon accord avec ceux de la littérature; par conséquent, des calculs par théorie fonctionnelle de la densité (DFT) sont effectués pour confirmer et valider nos mesures.

Les paramètres mécaniques sont ensuite injectés dans le modèle éléments finis 3D pour calculer les fréquences propres et tracer les formes/déformations des modes détectés.

L'identification des modes calculés théoriquement sont également en bon accord avec les résultats obtenus expérimentalement.

Une analyse dynamique en régime permanent en solution directe élastodynamique en éléments finis 3D est utilisée pour calculer la réponse linéaire dynamique en régime permanent du disque soumis à une excitation harmonique [3]. L'excitation est appliquée au centre du disque pour exciter uniquement les modes longitudinaux comme confirmé dans la réponse calculée. Dans un deuxième temps, une excitation est appliquée sur le bord du disque pour exciter tous les modes. Cela a permis d'identifier les types de modes (cisaillement ou longitudinal) obtenus dans le spectre des vibrations.

IV.3.3. Modes de vibration

Pour calculer le module de Young des alliages sous forme de disque, il est important d'identifier les modes de vibration auxquels correspondraient la première et la deuxième fréquence de résonance pour chaque échantillon (figure. IV.5).

La figure IV.5a représente la réponse spectrale brute du CAB4 obtenu par spectroscopie vibratoire basse fréquence, l'analyse de cette dernière par tranche sous Matlab-19 software nous permet de déterminer quatre (4) fréquences de résonance entre 0 et $1,4 \cdot 10^4$ Hz, On observe aussi sur la figure IV.5b qu'il n'y a aucun changement dans la valeur des fréquences de

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

résonance lorsque on varie la valeur de l'offset de la tension appliquée aux bornes des plaques piézoélectriques (*résultats complémentaires voir annexe 1*).

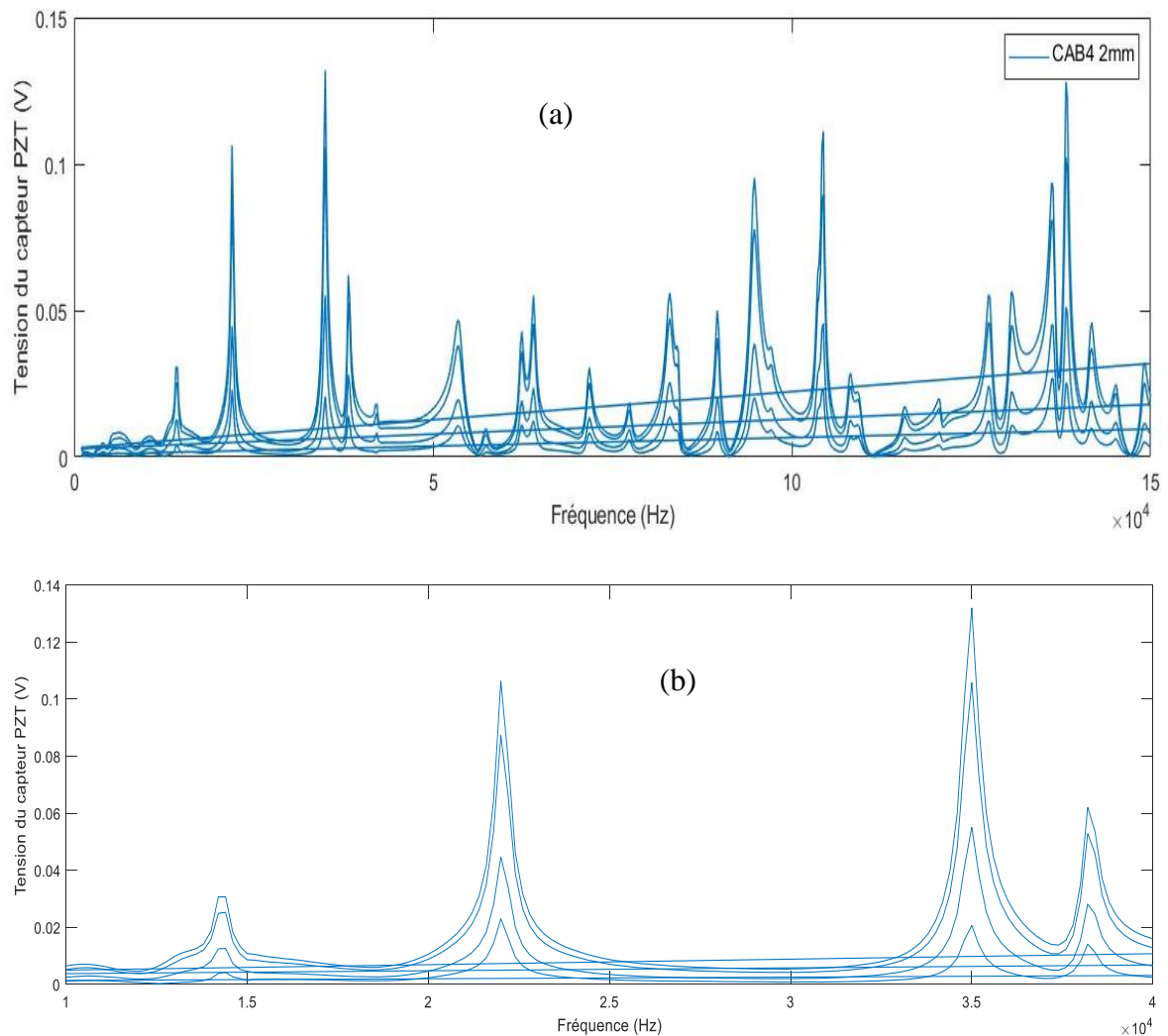


Figure IV. 5: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB4, 2 mm d'épaisseur.

On voit aussi sur les figures IV.6, IV.7, et IV.8 traitées que l'épaisseur, la géométrie et la stœchiométrie entre les différents échantillons jouent un rôle important sur l'effet mémoire des alliages étudiés.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

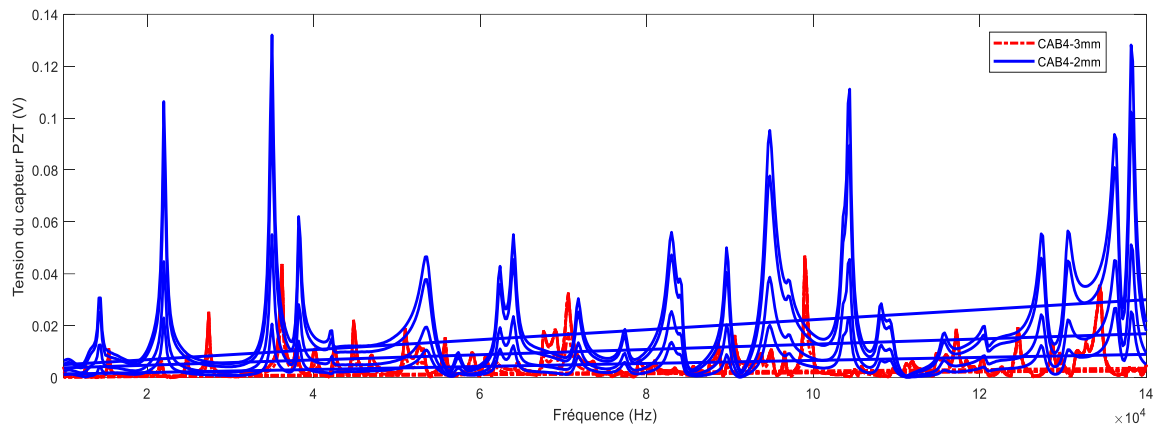


Figure IV. 6: Réponse expérimentale de spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB4-2 mm et CAB 4-3 mm.

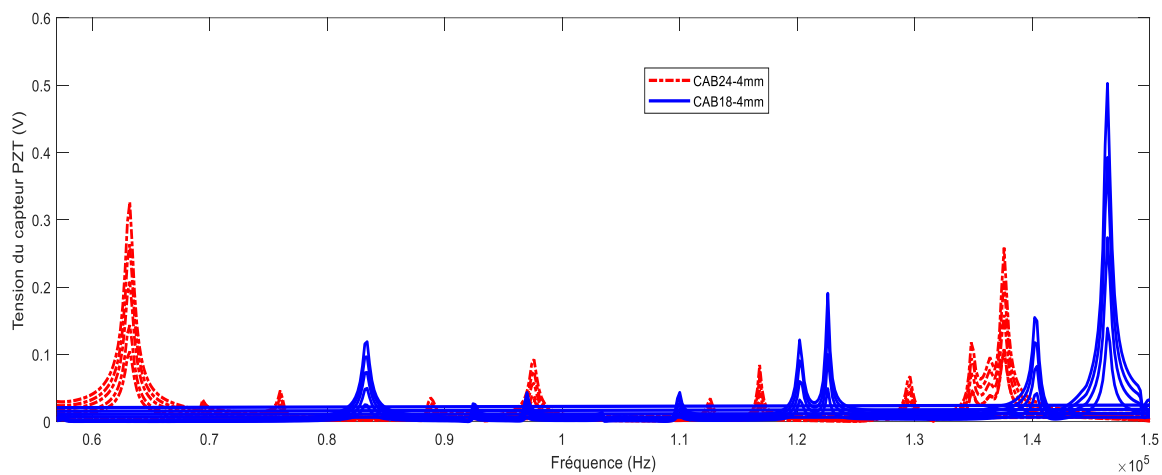


Figure IV. 7: Réponse expérimentale de spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB18-4 mm et CAB 24-4 mm.

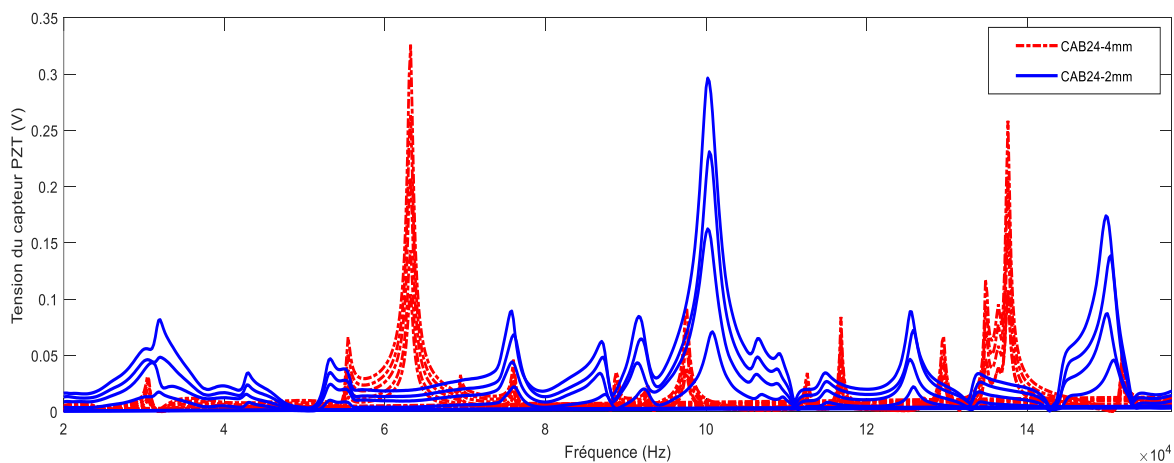


Figure IV. 8: Réponse expérimentale de spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB24-2 mm et CAB 24-4 mm.

Les résultats de calcul des fréquences de résonance des éléments monocristallins et des modules de Young trouvés dans la littérature sont donnés dans le tableau. IV.3.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

Ces résultats ont guidé notre choix des premières et deuxièmes familles des modes de résonance à partir de la réponse vibratoire spectrale des échantillons. Les modes 1 sont identiques aux modes 2.

Alliages	Epaisseur (mm)	TOF (μ s)	V (m/s)	Exp (KHz)			ν_{vib}	M_{vib} (GPa)
				F_1^{exp}	F_3^{exp}	F_4^{exp}		
Cab4 H	2	0.75	5333	22.0	35.0	53.0	0.27	199
CAB4H+500	3	1.15	5217	67.6	99.0	134.4	0.27	212.0
CAB18H	4	1.68	4762	83.4	122.6	146.4	0.365	188.0
CAB24H	2	0.88	4545	32.0	53.3	75.6	0.365	155.0
CAB24H+500	4	1.55	5161	63.2	97.6	116.8	0.42	181.0

Tableau IV. 3: Fréquences de résonance des alliages calculées à l'aide de la spectroscopie vibratoire, $(f_1^{\text{exp}}, f_3^{\text{exp}}, f_4^{\text{exp}})$, ν_{vib} et M_{vib} sont le module de compressibilité et le coefficient ν de Poisson récupéré en utilisant les fréquences de résonance.

VI.3.4. Modèles de vibration pour les échantillons du CAB de différentes géométries - 3D FEM

- **L'élément fini tridimensionnel pour résoudre le problème des valeurs propres également pour récupérer le module de Young et le coefficient de Poisson**

Les échantillons sont sollicités mécaniquement et vibrent en réponse à l'excitation.

Le phénomène est décrit par les équations classiques de l'élastodynamique des milieux élastiques continus. Les calculs au moyen du code FEM 3D (Abaqus et Matlab Works 2018) pour une variété de formes et de tailles d'échantillons, impliquent de résoudre le problème des valeurs propres pour calculer les modes de vibration. Dans le processus d'inversion, un sous-ensemble des fréquences naturelles, résultant d'un calcul impliquant des valeurs d'essai des modules élastiques de l'échantillon, est comparé aux fréquences de résonance mesurées [2-5].

La première étape de l'inversion consistait à obtenir la densité des échantillons à partir de mesures de leur volume géométrique et de leur poids sur une balance électronique Tolidon de précision 10^{-4} . Le module de Young et le coefficient de Poisson sont récupérés à l'aide de données constituées des fréquences de résonance observées expérimentalement des échantillons vibrant dans des conditions aux limites libres et du modèle FEM 3D élastique pour résoudre le problème des valeurs propres.

La figure IV.9 ci-dessous montre les formes de mode reconstruites à l'aide du module de Young récupéré et du coefficient de Poisson pour le CAB4, modes 1 jusqu'au mode 8. Ceci

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

a été réalisé en utilisant les données de spectroscopie de vibration 3D et FEM (*résultats complémentaires voir annexe 2*).

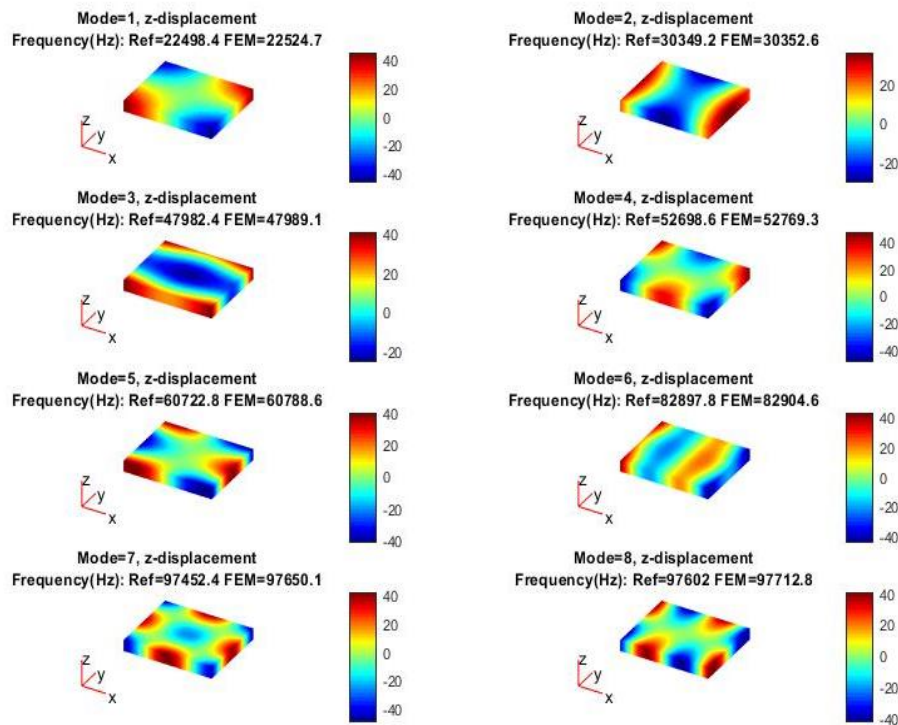


Figure IV. 9: Les formes de mode reconstruites en utilisant les données de la spectroscopie de vibration 3D et FEM pour le CAB4.

Le tableau IV 4 ci-dessous représente les fréquences de résonance des alliages calculé par la méthode des éléments finis 3D.

Alliages	Epaisseur (mm)	Densité (Kg/m ³)	TOF (μs)	V (m/s)	FEM (KHz)			E _s (GPa)
					F ₁ ^{fem}	F ₃ ^{fem}	F ₄ ^{fem}	
Cab4 H	2	7200	0.75	5333	22.54	47.98	52.77	161.0
CAB4H + 500	3	7200	1.15	5217	65.75	110.62	134.27	170
CAB18H	4	7264	1.68	4762	84.18	137.33	161.40	112
CAB24H	2	7068	0.88	4545	31.54	52.31	67.74	90
CAB24H+500	4	7094	1.55	5161	63.90	105.70	123.95	71.0

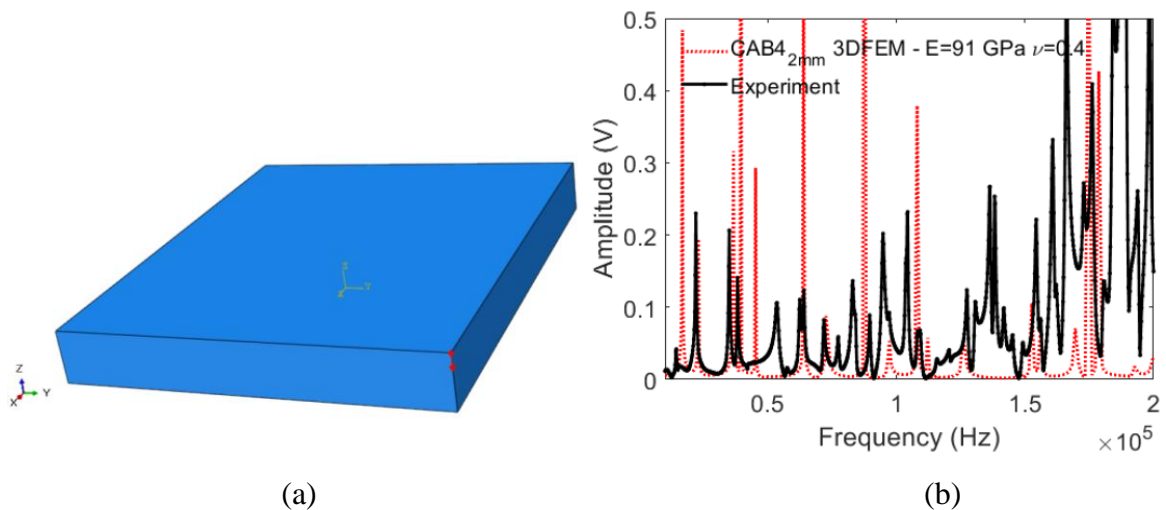
Tableau IV. 4: Propriétés mécaniques calculées, fréquences de résonance des alliages calculées à l'aide de la méthode des éléments finis 3D ($f_1^{fem}, f_3^{fem}, f_4^{fem}$), E_s est le modules de Young récupérés en utilisant les fréquences de résonance.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

IV.4. Etude comparatives des résultats des paramètres élastiques obtenus par les 3 techniques

IV.4.1. Utilisation des données de spectroscopie de vibration ultrasonore pour vérifier les paramètres récupérés

Le module de Young calculé est récupéré à l'aide de l'analyse MEB-EDS et le diagramme de phase (valeurs dans le tableau II.6) est utilisé pour calculer la réponse en fréquence vibrationnelle des échantillons d'alliage SMA [2] à l'aide d'une analyse de réponse dynamique en régime permanent FEM 3D. Les réponses sont représentées sur la Figure IV.10. Les pics coïncident pour les modes inférieurs et aussi pour certains modes très élevés. Certains pics dans les données expérimentales sont absents dans les spectres calculés, cela peut être dû à la direction de l'excitation et au point où les mesures sont effectuées sur l'échantillon. Le bon accord montre que la méthode des mélanges avec la méthode de la règle de Levier appliquée au diagramme de phase est précise. Les écarts peuvent provenir de l'identification précise des pourcentages en poids atomique sur le diagramme. Le réglage de l'efficacité peut être effectué afin de mieux faire coïncider les pics de résonance. Dans le cas de CAB4, la valeur calculée était de 98 **GPa**, mais l'ajustement de cette valeur à 91 **GPa** a amélioré la coïncidence des pics de résonance expérimentaux et théoriques.



CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

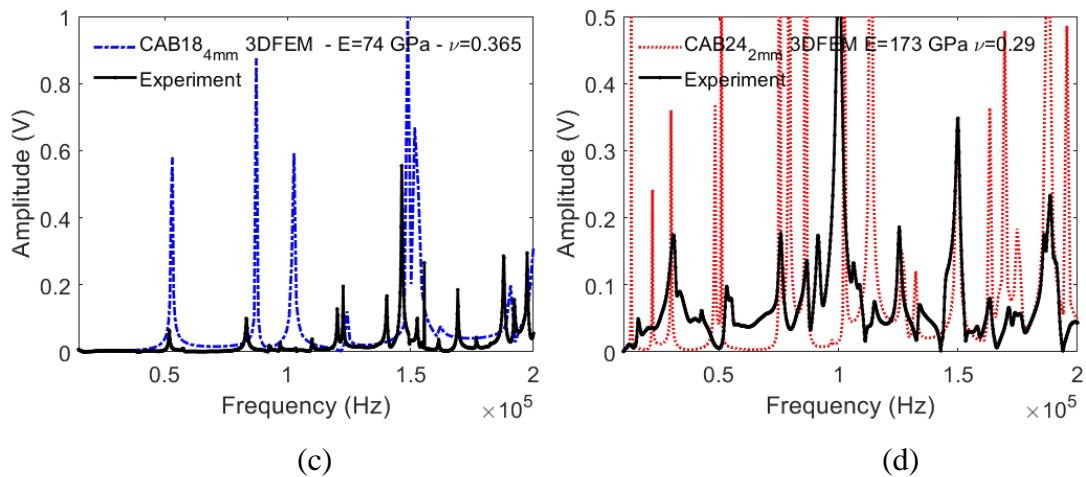


Figure IV. 10: Comparaison entre la réponse expérimentale de spectroscopie vibrationnelle en régime permanent et la réponse calculée FEM 3D des alliages AMF, où la force est appliquée au coin et sur les bords pour les échantillons circulaires.

(a) Géométrie de CAB4, (b) Spectre de vibrations pour le CAB4, (c) CAB18, (d) CAB24.

IV.4.2. Mesures ultrasoniques du Temps de Vol dans des Couches des échantillons immergées dans l'eau

Les temps de vol des signaux reçus sont obtenus à la fois à partir des pics réfléchis temporels et du scalogramme, comme le montre la Figure IV.3 (§ IV.2). En utilisant l'épaisseur mesurée de l'échantillon et la différence de temps entre l'onde réfléchie spéculairement et l'onde qui se déplace d'avant en arrière et se répète à la surface arrière de l'échantillon, nous avons calculé la vitesse de l'onde dans la couche d'échantillon [6].

Les données expérimentales présentées dans les tableaux (IV.1 (§ IV.2)) et (IV.2 (§ IV.2)) fournissent des informations précieuses sur les variations du module de compressibilité M en fonction de la température dans les échantillons homogénéisés du CuAlBe. L'augmentation du module M après traitement thermique peut être attribuée à la présence de phases spécifiques, à savoir γ_1 et ϵ_2 , dans les mélanges. Ces phases ont des propriétés mécaniques distinctes, influant sur la rigidité globale du matériau.

En ce qui concerne le module d'onde M , une analyse complète des données ainsi que des variations de température peuvent fournir des informations supplémentaires. La comparaison des valeurs du module d'onde M à différentes températures permet d'étudier la compressibilité du matériau dans des conditions thermiques variables. De plus, l'examen des variations du module d'onde M à travers les différentes phases et compositions, en particulier

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

en présence d'un traitement thermique, peut élucider l'impact des processus thermiques sur les propriétés élastiques du matériau.

D'autres expériences et analyses pourraient impliquer de faire varier systématiquement la température et d'effectuer des mesures détaillées du module d'onde M et du module de Young (E) pour différentes phases et compositions dans le système CuAlBe. Cette approche systématique fournirait une compréhension plus complète du comportement du matériau sous différents traitements thermiques et permettrait d'établir une relation plus claire entre le module de compressibilité, le module de Young et la température.

Les figures II.20, 22 et 24 (§ II.3.2.3) montrent des images au microscope électronique à balayage d'échantillons CAB4, CAB24 et CAB18 soumis à un traitement d'homogénéisation de 15 minutes à 750 °C, suivi d'un traitement de 30 minutes à 500 °C. Après le traitement à 500°C, l'émergence de précipités peut être observée par rapport aux images des figures II.19, 21 et 23 (§ II.3.2.3) (représentant des échantillons ayant subi seulement un traitement d'homogénéisation de 15 minutes à 750°C). L'émergence de ces précipités, observée, est en corrélation avec l'augmentation des vitesses et du module de l'onde (M), comme l'indique une comparaison entre les valeurs des tableaux II.1 (§ II.3.1.2) et tableaux II.2 (§II.3.2.3) Cependant, le CAB18 a présenté des précipités avant et après le traitement à 500°C, indiquant que le traitement d'homogénéisation était insuffisant pour éliminer tous les précipités restants des processus précédents.

IV.4.3. La dépendance spatiale du module de Young

Nous rappelons que les échantillons d'orientation cristallographique (100) sont découpés à froid à l'aide d'une tronçonneuse de haute précision sous forme de disque d'épaisseur variant de 2 à 4 mm et de diamètre 14 mm à partir de lingot élaboré par le technique dite de Bridgman [7, 8]. C'est la direction dans laquelle les mesures sont effectuées.

La dépendance spatiale des courbes de module de Young pour les phases β et γ des AMF est donnée sur la figure IV.11 à l'aide des techniques décrites dans [9, 10]. Ils ont tous deux des structures sous forme treillis cubique. La dépendance du module de Young de la phase β vis-à-vis de la direction spatiale dans le plan (x, y) , également connue sous le nom de E_{100} , cela peut expliquer les valeurs expérimentales inférieures trouvées pour le CAB18 ($\approx 74 \text{ GPa}$) (figure IV.11b). Les valeurs plus faibles à (40 GPa) trouvées dans d'autres études bibliographiques comme celle utilisant la technique d'excitation impulsionnelle non destructive

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

[11] peuvent s'expliquer par cette variation spatiale directionnelle du module de Young comme nous le souligné ici.

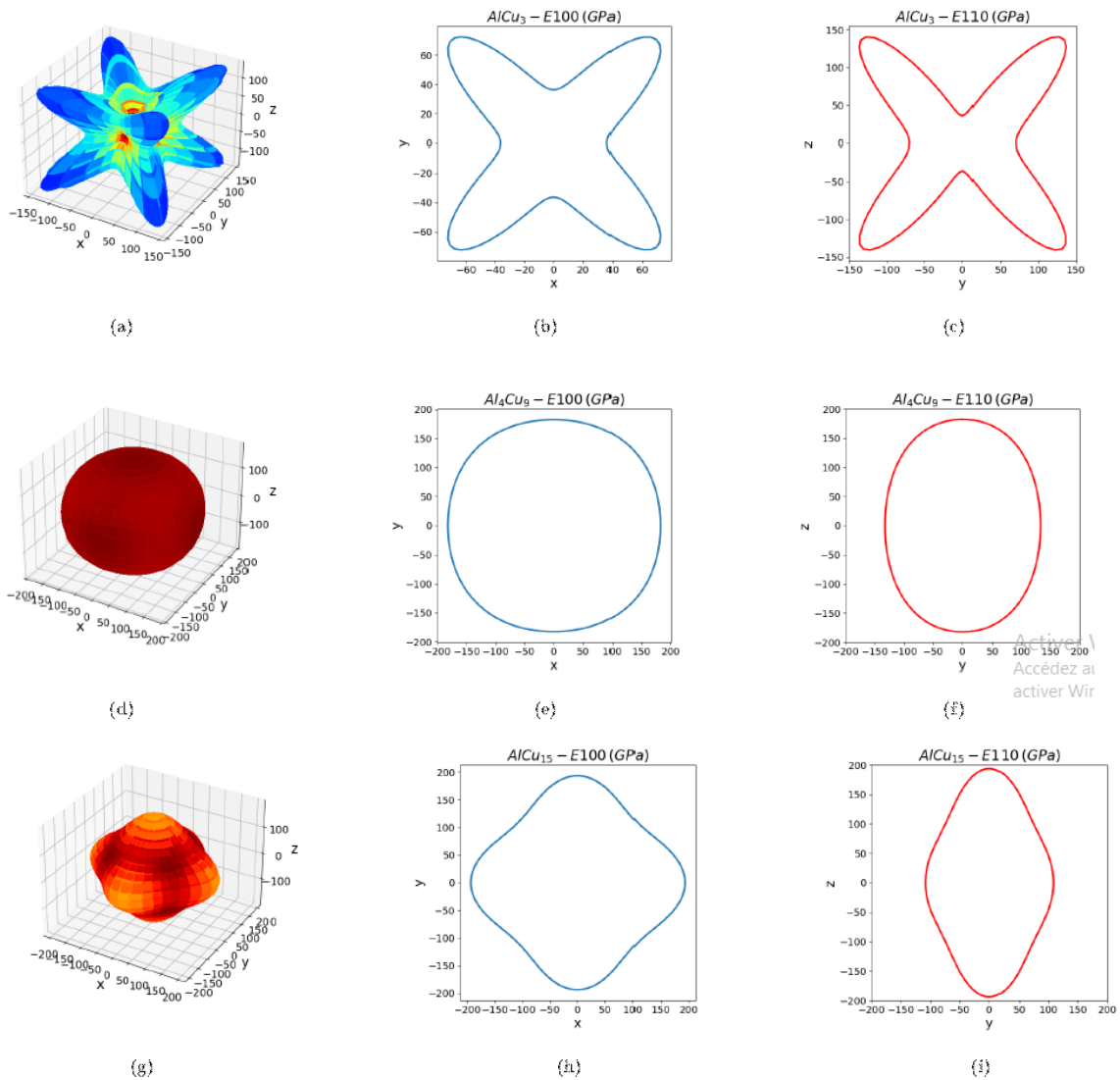


Figure IV. 11: Dépendance spatiale du module de Young (GPa) pour les phases β (a, b, c), γ (d, e, f) et ϵ_2 (g, h, i) des AMF.

IV.4.4. Effet de la présence des phases au joints de grains

L'analyse des données MEB-EDS a révélé que la composition atomique de (Al, Cu) au niveau des joints de grains limites dans le CAB18 était de (35,30 %, 64,70 %) (Figure IV.12). Cette composition correspond à la présence des phases ϵ_2 et γ comme prédit par le diagramme de phases (§ II figure II.35).

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

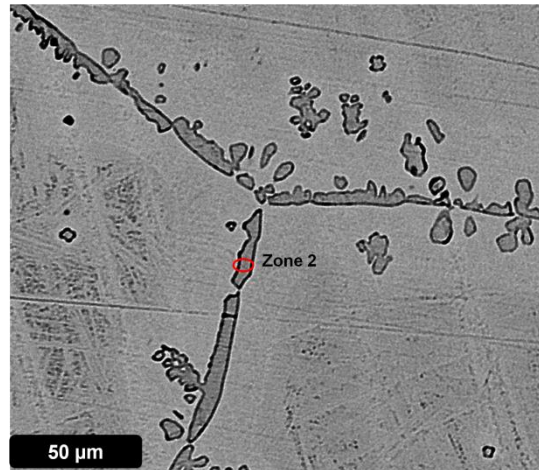


Figure IV. 12 Le CAB18 Homogénéisé, At% (Al, Cu): (35.30, 64.70).

En résumé, l'analyse de la composition des joints de grains dans CAB18 a révélé la présence des phases ϵ_2 et γ . L'étude de Montecinos et al ont mis en évidence l'importance de la taille des grains pour influencer le comportement pseudoélastique des alliages Cu-Al-Be.

Ces résultats soulignent l'importance des caractéristiques des grains dans la détermination de la réponse mécanique et des propriétés des alliages à mémoire de forme, fournissant ainsi des informations précieuses pour d'autres applications de recherche et d'ingénierie.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

IV.5. Conclusion

Concernant le module de compressibilité M , une analyse complète des données ainsi que des variations de température peuvent fournir des informations supplémentaires. La comparaison des valeurs du module M à différentes températures permet d'étudier la compressibilité du matériau dans différentes conditions thermiques. De plus, l'examen des variations du module de compressibilité M selon différentes phases et compositions, notamment en présence d'un traitement thermique, peut élucider l'impact des processus thermiques sur les propriétés élastiques du matériau.

D'autres expériences et analyses pourraient impliquer de faire varier systématiquement la température et d'effectuer des mesures détaillées du module de compressibilité M et du module de Young pour différentes phases et compositions au sein du système Cu-Al-Be. Cette approche systématique fournirait une compréhension plus complète du comportement du matériau sous différents traitements thermiques et permettrait d'établir une relation plus claire entre le module de compressibilité, le module de Young et le traitement thermique effectué.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

Annexe 1

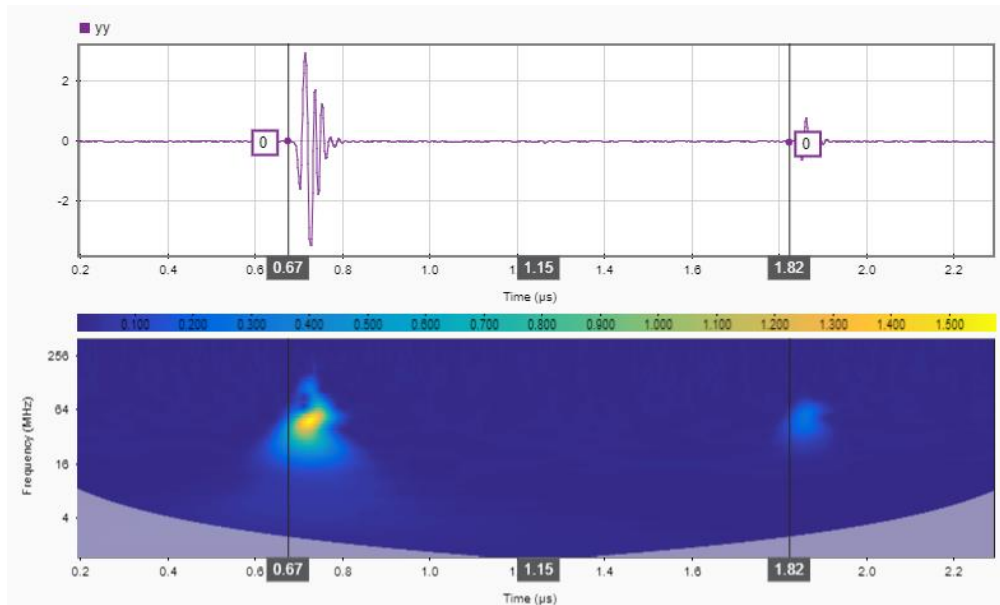


Figure IV. 13: Signal temporelle de l'onde ultrasonore réfléchi par le CAB4 «épaisseur 3 mm».à partir duquel le temps de vol (TOF) est récupéré.

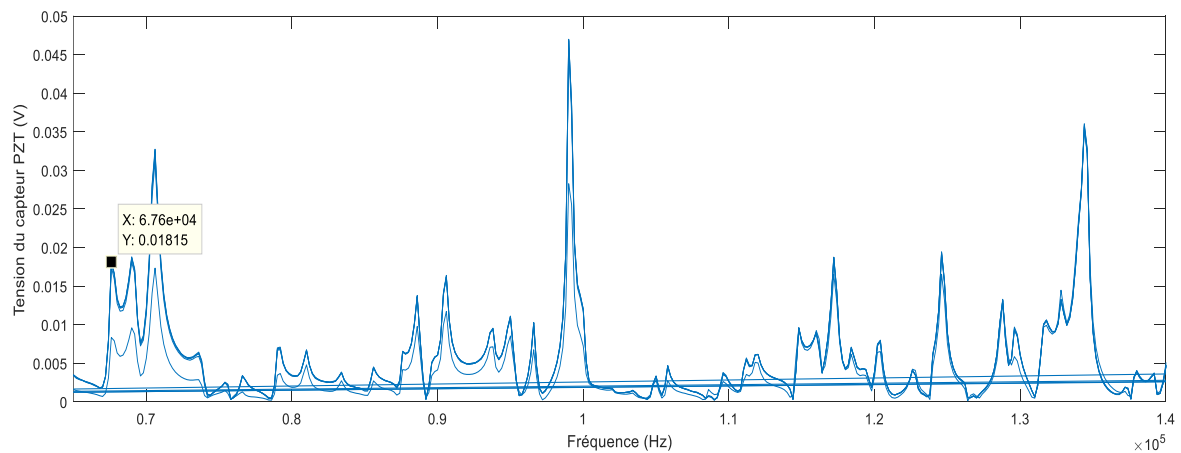


Figure IV. 14: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB4 ayant 3 mm d'épaisseur.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

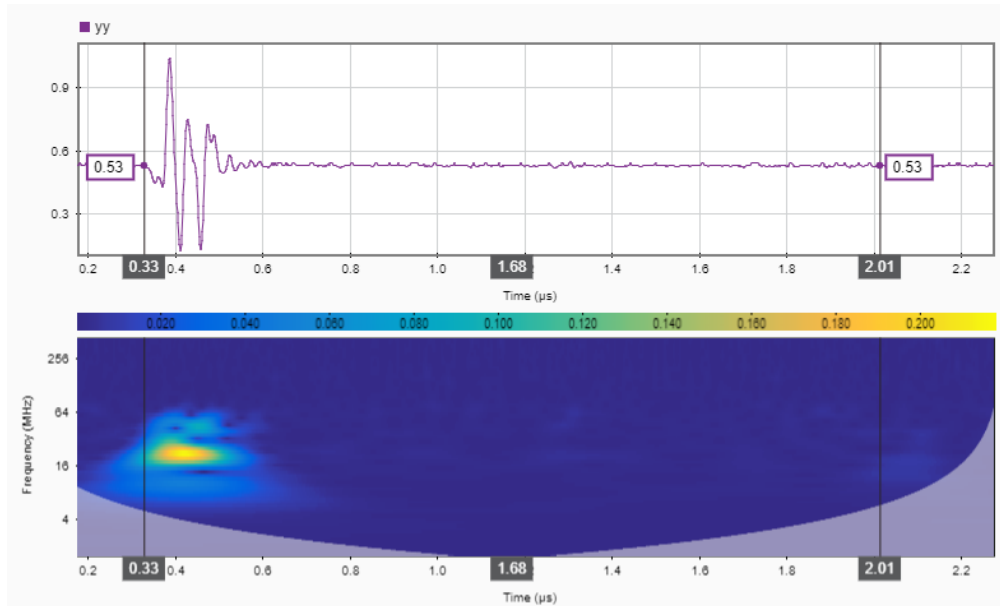


Figure IV. 15: Signal temporelle de l'onde ultrasonore réfléchiée par le CAB24 « épaisseur 4 mm ».

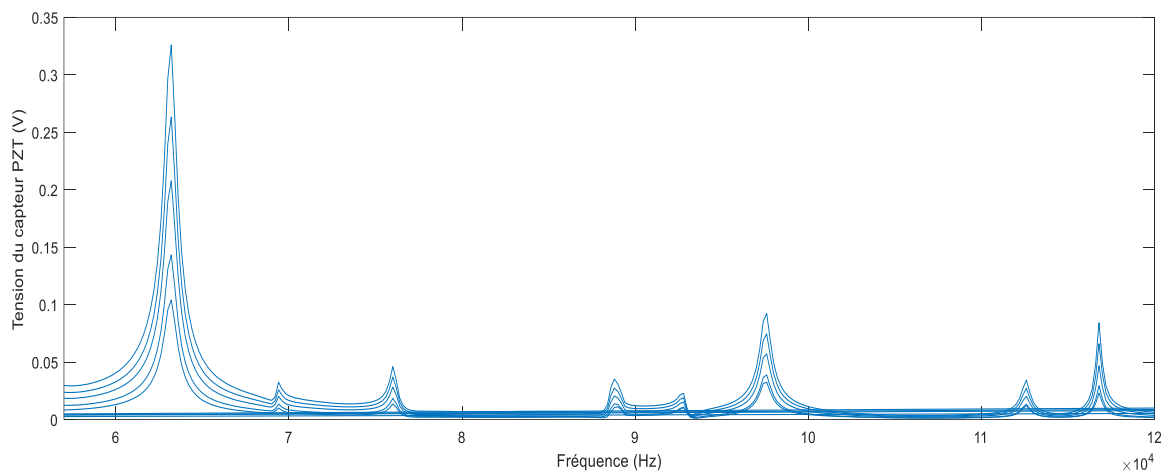


Figure IV. 16: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB24 « 4 mm d'épaisseur ».

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

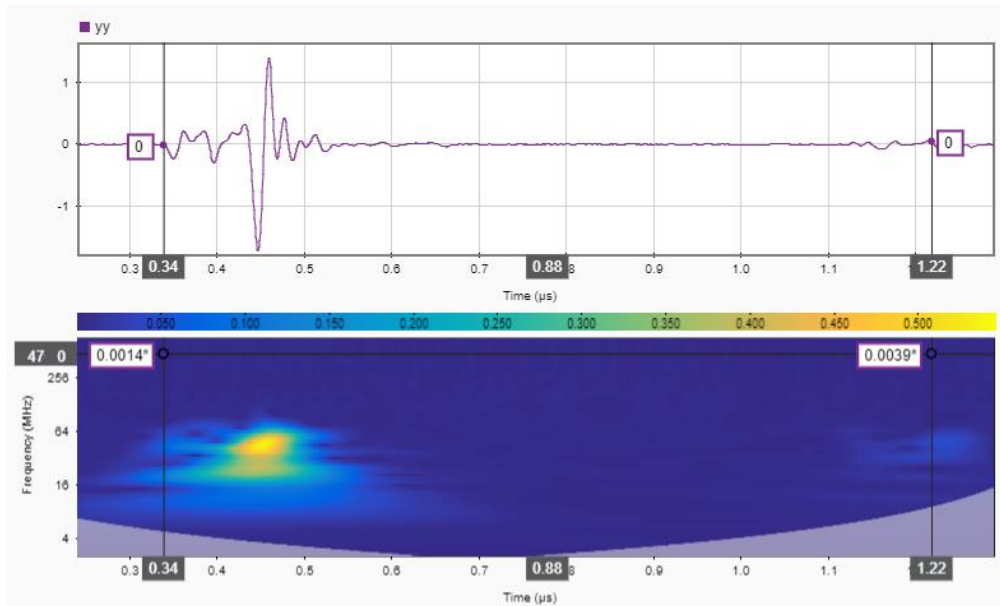


Figure IV. 17: Signal temporelle de l'onde ultrasonore réfléchiée par le CAB24 « épaisseur 2 mm ».

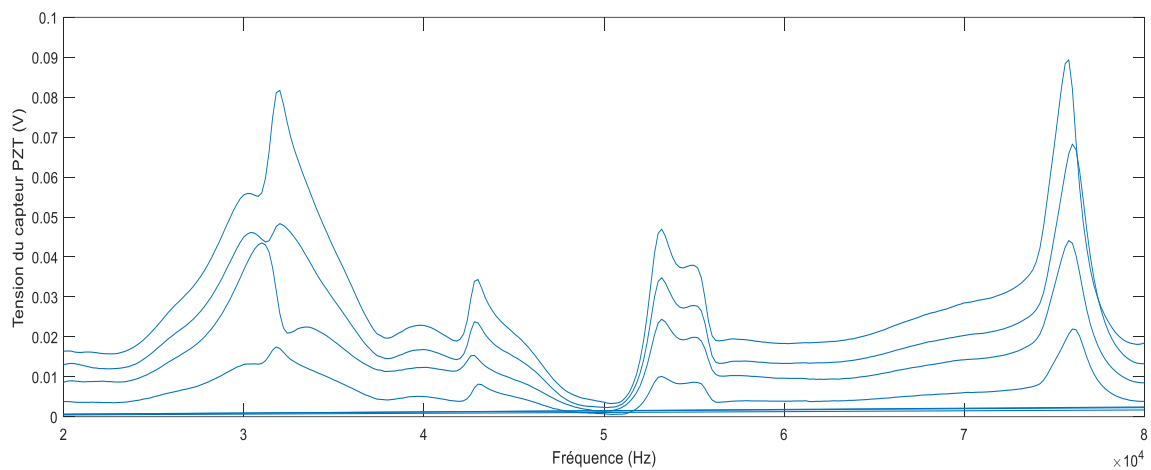


Figure IV. 18: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB24 « 2 mm d'épaisseur ».

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

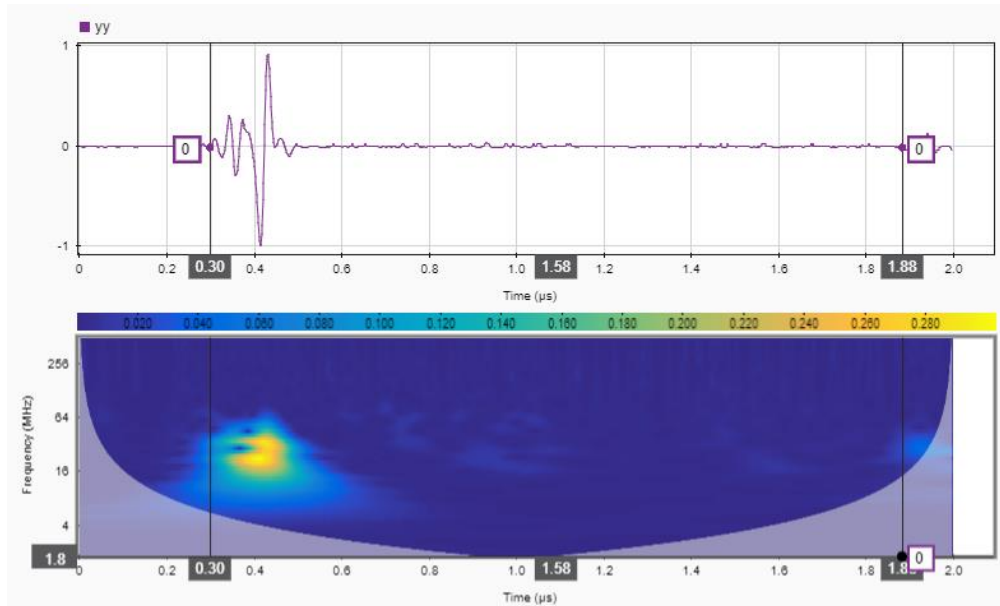


Figure IV. 19: Signal temporelle de l'onde ultrasonore réfléchiée par le CAB18.

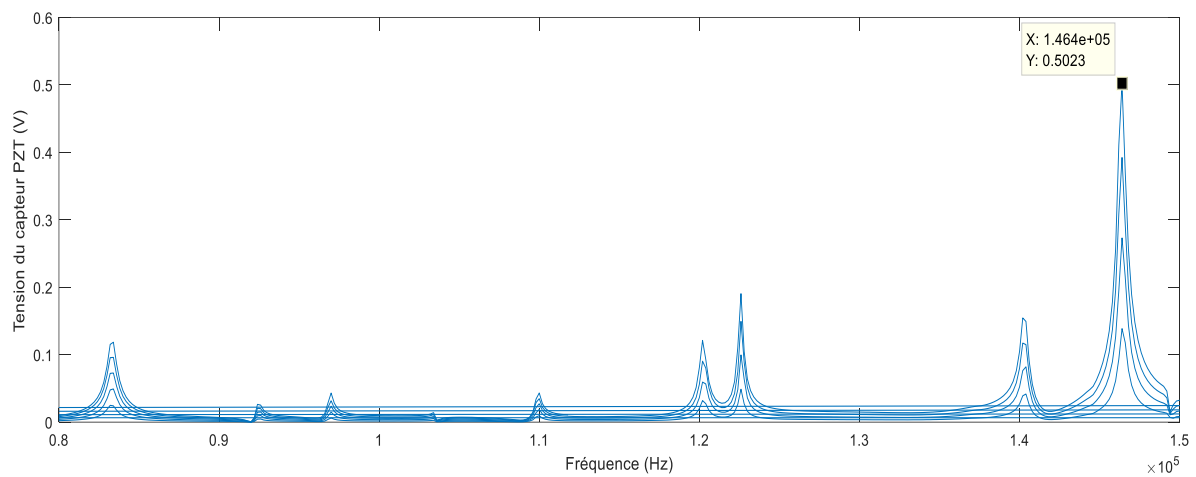


Figure IV. 20: Réponse de la spectroscopie vibratoire de l'alliage CAB18.

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

Annexe 2

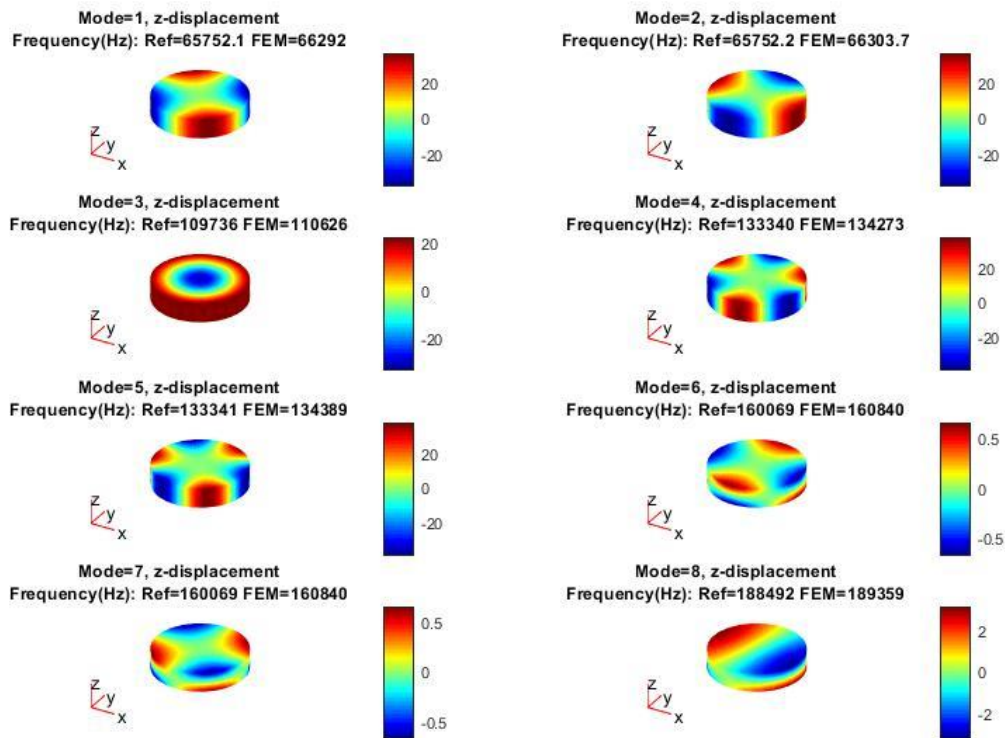


Figure IV. 21: Les formes des modes 3D et FEM pour le CAB4 «épaisseur 3mm».

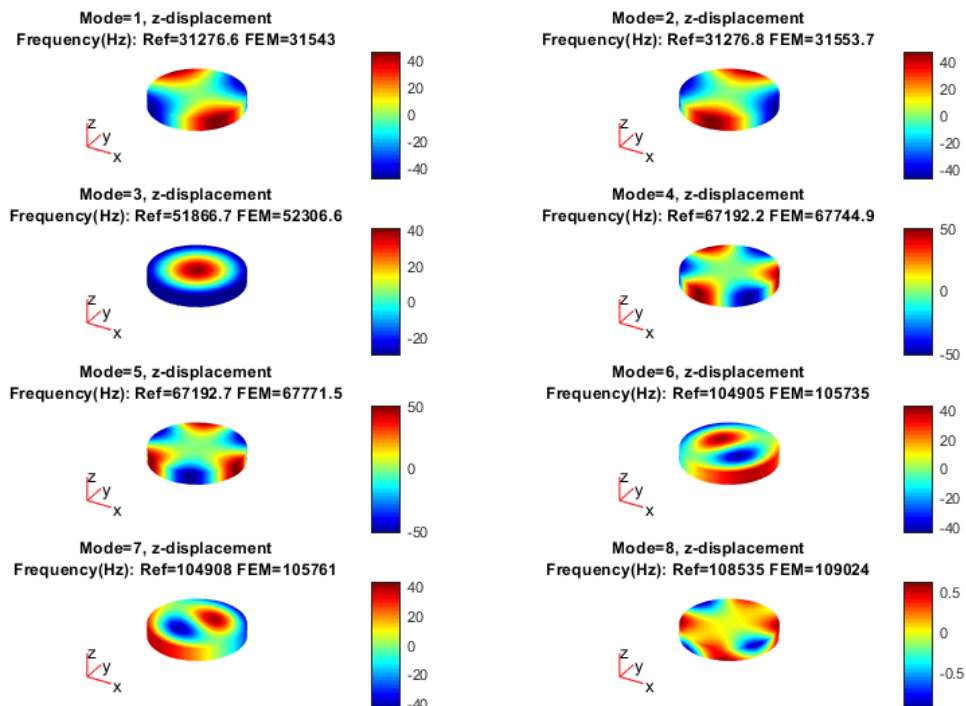


Figure IV. 22: Les formes des modes 3D et FEM pour le CAB24 «épaisseur2mm ».

CHAPITRE IV: ETUDE DES AMF PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF (CND)

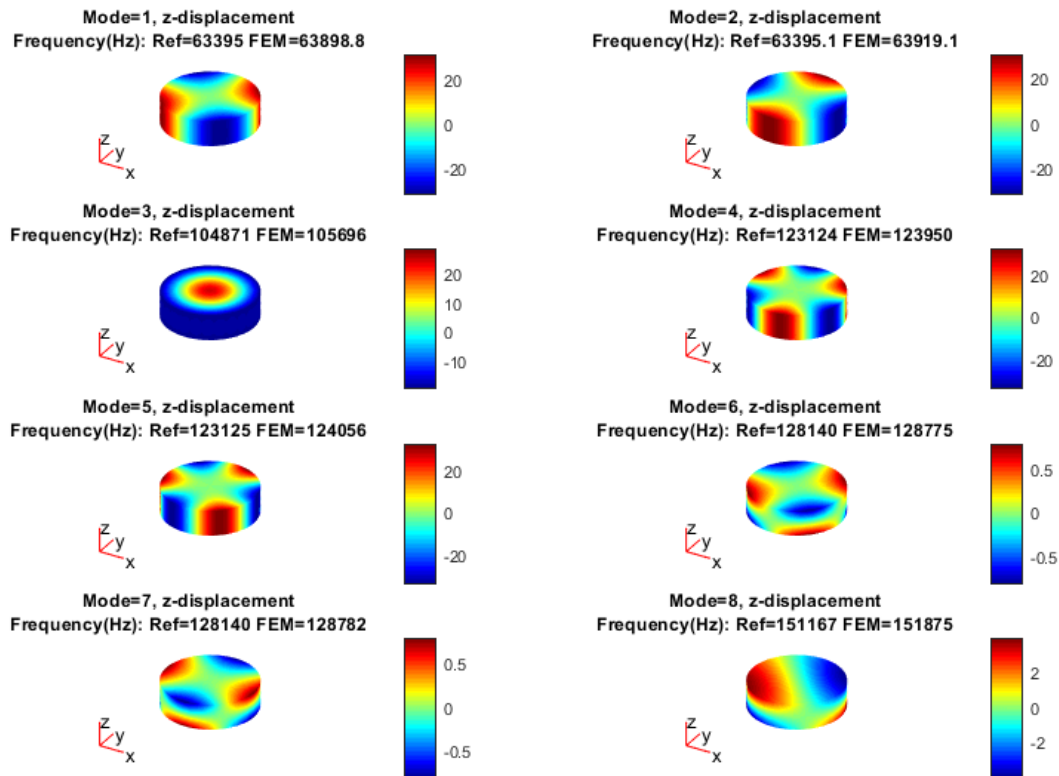


Figure IV. 23: Les formes des modes 3D et FEM pour le CAB24« épaisseur4mm ».

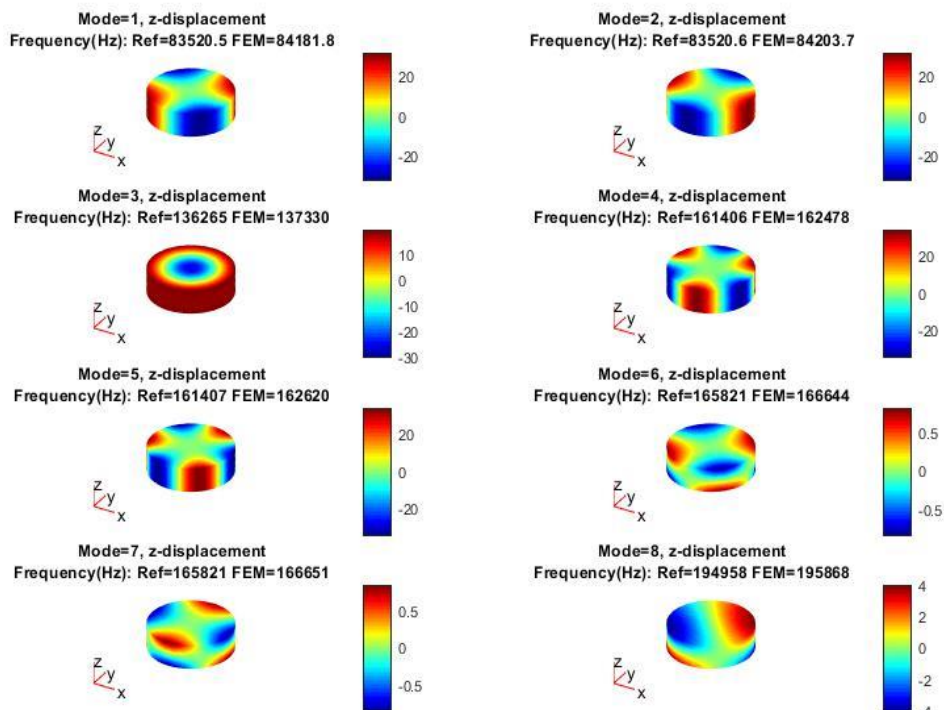


Figure IV. 24 : Les formes des modes 3D et FEM pour le CAB18.

CONCLUSION GENERALE

Dans cette étude on a introduit une nouvelle méthode de calcul pour la détermination du module de Young des AMF. En utilisant :

Les résultats obtenus par DSC, microscopie optique et les diagrammes de phase sont en bon accord avec ceux obtenus par MEB-EDS et par diffraction des rayons X.

Le module de Young calculé à partir de la méthode Ab Initio « DFT » pour chaque phase, a permis de calculer le module de Young effectif (E_{effectif}).

Un dispositif expérimental est mis en place pour la mesure du coefficient de réflexion $R(\theta)$ mesuré A partir de champ incident et réfléchi, puis on a développé un modèle mathématique qui peut calculer le coefficient de réflexion théorique $R(\theta)$ calculé.

Les deux résultats (expérimentale et théorique) sont introduits dans la fonction coût pour le calcul des trois paramètres mécaniques (E, ν et ρ).

Les paramètres mécaniques obtenus concordent bien avec ceux qui sont rapportés dans la littérature pour les alliages de même composition.

En outre caractériser des échantillons des AMF de petite taille peut être difficile en raison de leurs tailles et de leurs formes. Pour surmonter ce défi, les échantillons sont sondés à l'aide d'ondes de volume ultrasoniques à haute fréquence (50 MHz) qui se propagent dans l'épaisseur de la couche. Plus précisément, les mesures des vitesses des ondes sont déterminées en calculant la différence entre le temps de vol entre l'onde réfléchi par l'avant et l'arrière de la couche d'échantillon d'épaisseur (e). En utilisant cette approche, une mesure plus précise de la vitesse des échantillons est obtenue, ce qui a fourni des informations précieuses sur les propriétés du matériau. Cette technique était cruciale pour déterminer les pics calculés des fréquences de résonance dans le spectre de vibration se sont avérés bien concordantes avec ceux obtenus à partir de l'expérience de spectroscopie de vibration ultrasonique, fournissant ainsi une validation de notre travail. Le module de compressibilité est ensuite lié au module de Young effectif, ce qui est confirmé à la fois par les expériences de spectroscopie de vibration mécanique et par l'analyse FEM 3D des échantillons d'alliage AMF. Il est à constater que le coefficient de Poisson prend la valeur ($\nu \approx 0,41$) et n'admet qu'une seule valeur dans les différentes situations considérées. Il était aussi nécessaire d'associer le module de compressibilité M au module de Young effectif, sauf pour l'alliage CAB24, on note après traitement une augmentation des valeurs des vitesses des AMF respectivement les modules de

Young avec la température. Après traitement thermique des échantillons AMF, le module de compressibilité est augmenté, ainsi que la vitesse de l'onde.

Références

Chapitre I

[1] Karine Lavernhe TAILLARD

« Etude du comportement thermomécanique des Alliages à Mémoire de Forme sous sollicitations multiaxiales complexes ». Thèse de doctorat de l'école normale supérieure de Cachan (2006), p7.

[2] Elie Gibeau

«Comparaison entre diverses approches de la modélisation du comportement thermomécanique des AMF». Thèse de doctorat, Université de Franche Compté-France, Chapitre I, page 18 (2011).

[3] Soliman BELKAHLA

« Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoires de forme basses températures type Cu-Al-Be». Thèse de doctorat. INSA Lyon. (1990).

[4] N D Faci

«Etude de la dégradation thermique de l'effet mémoire dans les alliages à mémoire de forme base Cu», Thèse de doctorat en en génie des matériaux et contrôle non destructif, de forme (2023), Université Badji Mokhtar Annaba.

[5] Ibtissem Raheb

«Influence de l'effet des traitements thermiques sur le comportement de la transformation martensitique thermoélastique d'un alliage Ti50 Ni50 ». Mémoire de magister, en Sciences des matériaux, université Badji Mokhtar Annaba (2011), p. 48-52.

[6] L. JORDAN, P. ROCHER

«Les alliages Nickel-Titane (Ni-Ti) », Société Francophone de Biomateriaux Dentaires (2009), p8.

[7] Salim BAIDI

«Etude thermodynamique d'alliages binaires à mémoire de forme». Faculté des Sciences, Département de Physique, Magister en Physique, Option : Physique des matériaux métalliques et semi- conducteurs (2009), p46, 48, 57.

[8] BENOIT V. De

«Elaboration d'un modèle numérique à la prédiction du comportement de structures minces en alliages à mémoire de forme ». Thèse de doctorat, Université Franche Conté, 2003.

[9] Mohamed Lakhdhar SAHLI

«Modélisation et contrôle de santé des matériaux composites hybrides à propriétés adaptables: Matériaux intelligents, sous l'effets des efforts extérieurs ». Université Mentouri Constantine, faculté des sciences de l'ingénieur, département de génie mécanique (2009), p70, 71, 72, 73.

[10] MEDDOUR Belkacem

«Modélisation et simulation du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme». Université Hadj Lakhdar de Batna, sciences des matériaux (2016), p10.

[11] Bahria MECHERI

«Etude du vieillissement d'un alliage à mémoire de forme de type CuZnAl», Université Badji Mokhtar Annaba, faculté des sciences, département de physique (2011).

Chapitre II

[1] Soliman BELKAHLA

« Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoires de forme basses températures type Cu-Al-Be ». Thèse de doctorat. INSA Lyon. (1990).

[2] L. Contardo

«Etude des Traitements d'Education, de la Stabilité et de l'Origine de l'Effet Mémoire de Forme Double Sens dans un alliage Cu-Zn-Al». Thèse de doctorat: Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. 1988, 118p.

[3] Marie-Pierre BARON

« Etude du comportement des interfaces austénite/martensite et martensite/martensite de deux alliages a effet mémoire de forme : Le CuZnAl et le CuAlBe ». Thèse de doctorat. Ecole doctorale Matériaux de Lyon. (1998).

[4] F. Moreau

«Etude par diffraction X des effets du cyclage pseudoélastique de l'alliage à mémoire de forme CuAlBe». Thèse de Doctorat: Université de Metz. 1998, 165p.

[5] D. Rios-Jara

« Etude des dislocations de l'alliage Cu-Zn-Al en phase β - liaison avec les transformations martensitiques thermoélastique ». Thèse de Doctorat: Institut national des Sciences Appliquées de Lyon. 1984, 248p.

[6] Pierre-Baptiste de Carvalho, Romain André, Julien Makhoul
«Les matériaux intelligents: Les Alliages à Mémoire de Forme », Lycée Henri Poincaré, Nancy (2014/2015), p11.

[7] Jacky Ruste
«Microscopie Electronique à Balayage principe et équipement», Technique de l'ingénieur, 2017.

[8] F. Brisset, M. Repoux, J. Ruste, F. Grillon et F. Robaut
«Microscopie Electronique à Balayage et microanalyses», EDP sciences, ISBN 878-275598-0082-7, 2008.

[9] J.-O. Andersson, T. Helander, L. Höglund, P. Shi, B. Sundman
«Thermo-calc & dictra, computational tools for materials science, Calphad-computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry» 26 (2002) 273_312.

[10] K. Momma, F. Izumi, «Vesta: a three-dimensional visualization system for electronic and structural analysis», J. Appl. Crystallogr. 41 (2008) 653_658.

[11] P. Giannozzi, O. Andreussi, T. Brumme and All,
«Advanced capabilities for materials modeling with quantum ESPRESSO», Journal of Physics: Condensed Matter 29 (46) (2017) 465901.
URL <https://doi.org/10.1088/1361-648x/aa8f79>

[12] N. O. Ongwen, E. Ogam, H. O. Otunga
«AB initio study of elastic properties of orthorhombic cadmium stannate as a substrate for the manufacture of mems devices», Materials Today Communications 26 (2021) 101822.
URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352492820328336>

[13] R. Hill
«Elastic properties of reinforced solids: Some theoretical principles», Journal of the Mechanics and Physics of Solids 11 (5) (1963) 357_372.
URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/002250966390036X>

- [14] P. Ravindran, L. Fast, P. A. Korzhavyi, B. Johansson, J. Wills, O. Eriksson
«Density functional theory for calculation of elastic properties of orthorhombic crystals: Application to titanium», *Journal of Applied Physics* 84 (9) (1998) 4891_4904.
URL <https://doi.org/10.1063/1.368733>
- [15] J.-M. Zhang, Y. Zhang, K.-W. Xu, V. Ji
«Young's modulus surface and Poisson's ratio curve for cubic metals», *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 68 (4) (2007) 503_510.
URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022369707000133>
- [16] S. Kumar, J. Jung
«Mechanical and electronic properties of Ag₃Sn intermetallic compound in lead free solders using AB initio atomistic calculation», *Materials Science and Engineering: B* 178 (1) (2013) 10_21.
URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921510712004849>
- [17] R. Hill,
«The elastic behavior of a crystalline aggregate», *Proceedings of the Physical Society. Section A* 65 (5) (1952) 349_354.
URL <https://doi.org/10.1088/0370-1298/65/5/307>
- [18] M. de Jong, W. Chen, T. Angsten, A. Jain, R. Notestine, A. Gamst, M. Sluiter, C. K. Ande, S. vander Zwaag, J. J. Plata, C. Toher, S. Curtarolo, G. Ceder, K. A. Persson, M. Asta
«Charting the complete elastic properties of inorganic crystalline compound», *Scientific Data* 2 (1) (2015) 150009.
URL <https://doi.org/10.1038/sdata.2015.9>
- [19] K. Persson
«Materials data on AlCu₃ (SG: 225) by materials project», an optional note (1 2015).
URL <https://materialsproject.org/docs/calculations>
- [20] O. Zobac
«Experimental description of the Al-Cu binary phase diagram», *Metallurgical and Materials Transactions A* 50 (2019) 3805_3815.

Belkhiri KAOUACHE

«Analyse multi échelles de la transformation martensitique Induite par contrainte dans les alliages à mémoire de forme». Corrélation contraintes-microstructure, l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2006

Chapitre III

[1] H. Lazri, E. Ogam, Boudour. A, Z. E. A Fellah, N. Sayoud and Y. Boumaiza

«Probing flexible thermoplastic thin films on a substrate using ultrasonic waves to retrieve mechanical moduli and density: Inverse problem», 16th Anglo-French Physical Acoustics Conference (AFPAC) IOP Publishing IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series 1017 (2018) 012004, <http://doi.org/10.1088/1742-6596/1017/1/012004>

[2] C. J. R Shepard, T. Wilson

«Effect of high angles of convergence on $V(z)$ on the scanning acoustic microscopy», Appl. Phys. Letters, n° 38, pp. 858-859, (1981).

[3] R. J. M. da Fonseca, L. Ferdj-Allah, G. Despaux, A. Boudour, L. Robert, J. Attal

«New look on scanning acoustic microscopy and recent applications to materials science», Advanced Materials, Vol. 5, n° 7/8, pp. 508-519, (1993),

<https://doi.org/10.1002/adma.19930050703>

[4] H. Lazri, E. Ogam, A. Boudour, Z.E.A. Fellah, Andrew O. Oduor, Paul Baki,

«Identification of the mechanical moduli of flexible thermoplastic thin film using reflected ultrasonic waves: Inverse problem», Original research article [Ultrasonics Volume 81](https://doi.org/10.1016/j.ultras.2017.05.011), November 2017, Pages 10-22, <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2017.05.011>

[5] H. Lazri

« Modélisation et caractérisation des polymères (film anti brise) par différentes techniques et par problème inverse ». Thèse de doctorat, Université Badji mokhtar Annaba, 2019.

[6] Erick Ogam, Z. E. A Fellah, Paul Baki

«The inverse problem of acoustic wave scattering by an air-saturated poroelastic cylinder», Laboratoire de Mécanique et d'Acoustique UPR7051 CNRS, 31 chemin Joseph Aiguier,13402

Marseille cedex 20, France et Kenya Polytechnic University College, P.O. Box 52428-00200, Nairobi, Kenya

[7] A. Boudour

« Etude par micro acoustique des différents modes de propagation dans les structures monocouches et multicouches », thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar annaba, 2000.

[8] Ben Mansour. M, Ogam. E, Fellah. Z. E. A, Soukaina Cherif. A, Jelidi A, Ben Jabrallah. S
2016 J. Acoust. Soc. Am. 139 2551–2560

<http://scitation.aip.org/content/asa/journal/jasa/139/5/10.1121/1.4948573>

Chapitre IV

- [1] Hibbitt, Karlsson, Sorensen: Pawtucket
«ABAQUS Theory Manual», v6.14 ed., RI, USA, 2014.
- [2] D. Chanbi, E. Ogam, S. E. Amara, Z. E. Fellah
«Synthesis and mechanical characterization of binary and ternary intermetallic alloys based on Fe-Ti-Al by resonant ultrasound vibrational methods», *Materials* 11 (5) (2018) 746.
- [3] Goodlet, B.; Torbet, C.; Biedermann, E.; Jauriqui, L.; Aldrin, J.; Pollock, T.
«Forward models for extending the mechanical damage evaluation capability of resonant ultrasound spectroscopy». *Ultrasonics* **2017**, 77, 183–196, doi:10.1016/j.ultras.2017.02.002.
[CrossRef] [PubMed]
- [4] E. Ogam, A. Wirgin, S. Schneider, Z. Fellah, Y. Xu
«Recovery of elastic parameters of cellular materials by inversion of vibrational data», *J. Sound Vibr.* 313 (3-5) (2008) 525_543.
- [5] W. J. Boettinger, U. R. Kattner, K.-W. Moon, J. H. Perepezko,
«Chapter five – DTA and heat flux DSC measurements of alloy melting and freezing», in: J.-C. Zhao (Ed.), *Methods for Phase Diagram Determination*, Elsevier Science Ltd, Oxford, 2007, pp. 151_221.
URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780080446295500057>
- [6] H. Lazri, E. Ogam, A. Boudour, Z.E.A. Fellah, Andrew O. Oduor, Paul Baki
«Identification of the mechanical moduli of flexible thermoplastic thin film using reflected ultrasonic waves: Inverse problem», Original research article [Ultrasonics Volume 81](#), November 2017, Pages 10-22, <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2017.05.011>
- [7] X. He, L. Li, X. He, C. Xie, Multi-physical _eld simulation of cracking during crystal growth by 101ridgman method, *Materials* 16 (8).
URL <https://www.mdpi.com/1996-1944/16/8/3260>

[8] P. Ravindran, L. Fast, P. A. Korzhavyi, B. Johansson, J. Wills, O. Eriksson, Density functional theory for calculation of elastic properties of orthorhombic crystals: Application to TiSi_2 , *Journal of Applied Physics* 84 (9) (1998) 4891_4904.

URL <https://doi.org/10.1063/1.368733>

[9] J.-M. Zhang, Y. Zhang, K.-W. Xu, V. Ji, Young's modulus surface and poisson's ratio curve for cubic metals, *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 68 (4) (2007) 503_510.

URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022369707000133>

[10] S. Kumar, J. Jung, Mechanical and electronic properties of Ag_3Sn intermetallic compound in lead free solders using ab initio atomistic calculation, *Materials Science and Engineering: B* 178 (1) (2013) 10_21.

URL <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921510712004849>

[11] S. Montecinos, S. Tognana, W. Salgueiro, Determination of the young's modulus in CuAlBe shape memory alloys with different microstructures by impulse excitation technique, *Materials Science and Engineering: A* 676 (2016) 121 _ 127.

URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509316310267>