

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR
BADJI MOKHTAR UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة –

Faculté des Sciences
Département de Physique

Année 2004

MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

en

Sciences des matériaux

**Etude de l'effet du cyclage thermique sur les propriétés
thermomécaniques d'un alliage à mémoire de forme, cas de
l'alliage ternaire CuZnAl.**

Option: Supraconducteur et Diélectrique

par

Ismahane KEBBACHE

Directeur du mémoire: Soliman BELKAHLA Professeur Université d'Annaba

Devant le Jury:

Président:	El-Hadi ATOUI	M. C	Université d'Annaba
Examineurs:	Mohamed Yacine DEBILI	M. C	Université d'Annaba
	Amar BOUDOUR	C.C (D.E)	Université d'Annaba
Membre invité:	Mostepha BENCHIHEUB	M.A. (C. C.)	Université d'Annaba

Dédicace

Je dédie ce travail

A:

Mes chers parents

Ma chère grande mère Fatma.

Mon frère Lazhar.

Mes sœurs: Houria, Fatima et Rachida.

Mon grand père Belkacem et ma grande famille.

Toutes mes amies.

Tous ceux qui m'aiment et qui m'estiment.

Remerciements

Ce travail a été réalisé au niveau de Département de Physique, Université d'Annaba.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur Soliman Belkahla qui est à l'origine de ce sujet de mémoire, pour sa disponibilité.

Je remercie ardemment les membres du Jury d'avoir accepté d'examiner ce mémoire de Magister:

- *Monsieur E. ATOUI qui a accepté d'être le président de la jury*
- *Monsieur M. Y. DEBILI qui a accepté d'examiner mon mémoire de magister*
- *Monsieur A. BOUDOUR qui a accepté d'examiner mon mémoire de magister*
- *Monsieur M. Benchiheub qui m'a donné l'honneur de travailler avec lui.*

Je tiens à remercier sincèrement les membres de l'équipe des AMF et toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à l'avancée de cette étude et pour leurs encouragements. Je tiens à distinguer plus particulièrement Monsieur Mostepha Benchiheub pour la grande part qu'il a pris dans ce travail, pour sa grande disponibilité et son aide précieuse surtout pour les discussions des résultats. Ainsi que Melle Saïda Chouf pour son aide sur le plan expérimental, ses conseils, sa grande disponibilité et ses encouragements (je souhaite sa réussite pour le Doctorat).

Je tiens à remercier Messieurs A. Boudour et Y. Boumaiza, pour leur aide et leurs conseils.

Mes remerciements et mes reconnaissances s'adressent aussi:

- *Laboratoire de l'état solide, Université Mentouri, spécialement Monsieur Hamana ainsi que Monsieur Boughouas Hamlaoui du département de mécanique.*
- *Laboratoire GEMPPM de l'INSA de Lyon en la personne de Messieurs Guénin et Morin.*
- *Laboratoire cristallographique du département de métallurgie spécialement Monsieur Goumeidane Fayçal.*
- *Monsieur le chef du département d'électronique: Monsieur Mesadek.*

Mes remerciements s'adressent enfin à toutes mes amies spécialement Radia, Fadila et Nassira, ... et mes collègues spécialement de ma promotion (Rabab, Wafa, Ouanassa, Wisseme. Ali, Amor) pour leurs soutien et encouragements et à tous ceux qui m'aiment et qui m'estiment.

RESUME

Les alliages à mémoire de forme (AMF) présentent une transformation martensitique thermoélastique, qui est à l'origine de l'effet mémoire de forme ainsi que d'autres propriétés remarquables telle que l'effet superélastique. La superélasticité est un comportement élastique non linéaire dans le domaine haute température, où le matériau récupère sa forme initiale après le retrait de la contrainte appliquée.

Dans notre travail, nous avons étudié l'influence du cyclage thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme CuZnAl à l'aide d'un dispositif de flexion à quatre points spécifique aux AMF. Une partie de nos échantillons a été testée en effet superélastique et la seconde partie en effet pseudoélastique. Préalablement, des mesures de résistivité électrique ont été réalisées, afin de déterminer les points caractéristiques de la transformation directe et inverse. Des cycles contrainte-déformation ont été effectués, en déformation imposée et à différentes températures, soit en superélasticité, soit en pseudoélasticité. Nous avons également suivi l'évolution de la contrainte d'une part en fonction de la variation de la température et d'autre part en fonction du nombre de cycles thermiques ou thermomécaniques pour un état initial prédéformé. L'influence du taux de déformation sur la contrainte maximale a été également mise en valeur.

Pour une déformation maximale imposée, l'ensemble des résultats obtenus montre que la contrainte maximale augmente avec l'augmentation de la température d'essai ainsi qu'avec le nombre de cycles mécaniques N . Les résultats obtenus nous ont permis également de vérifier la loi de Clausius-Clapeyron. Par ailleurs, pour un état prédéformé, nous avons pu mettre en relief que la contrainte maximale lors du chauffage, augmente avec le taux de déformation imposée et décroît avec le nombre de cycles thermiques N .

ABSTRACT

Shape memory alloys (SMA) present a reversible martensitic transformation. This transformation is the origin of one way shape memory effect and other remarkable properties like: superelastic effect. At high temperature, this property is non-linear elastic behaviour when the alloys after unloading of the stress recovered immediately their original shape.

In this investigation, we have been studied by four points bending test the alloy Cu-Zn-Al polycrystalline, the influence of cyclic thermomechanical properties. For this reason, a part of this alloys has been tested on the superelastic effect and the second part on the pseudoelastic effect. Furthermore, the electrical resistivity measurement (ER) has been used for determining the direct and reverse transformation temperatures. Cyclic stress-strain has been performed at imposed maximum strain, at different temperatures, so a superelastic effect and pseudoelastic effect. We have followed this evolution (the variation of stress) by the variation of the temperature tested and with the number of thermal or thermomechanical cycles after predeformed state. The influence of yield strain on the maximal stress has been equally exercised.

For maximal imposed strain, together the result obtained, shows that the maximal stress increase with increasing the test temperature as well as with the number of mechanical cycles. The result obtained confirms the extension of Clausius-Clapeyron law. Then, we can prove for a strained state on heating, the maximal stress increase with increasing the imposed yield strain and decrease with the number of thermal cycles.

TABLE DE MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE –I	2
GENERALITES SUR LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE	2
I-1 INTRODUCTION	2
I-1 DEFINITION	3
I-3 CARACTERISTQUES MACROSCOPIQUES	5
I-4 CARACTERISTIQUES MICROSCOPIQUES	7
I-5 RELATION ENTRE LES CARACTERISTIQUES MACROSCOPIQUE ET MICROSCOPIQUE	8
I-6 POINTS DE TRANSFORMATION	10
I-6-1 Hystérésis de la transformation	11
I-6-2 Etalement de la transformation	11
I-7 THERMODYNAMIQUE DE LA TRANSFORMATIONS MARTENSITIQUE	13
I-7-1 détermination de T_0	15
I-8 CLASSIFICATION DES TRANSFORMATION MARTENSITIQUES	15
I-8-1 Transformation par burst	16
I-8-2 Transformation martensitique thermoélastique	16
I-9 ASPECTS CINETIQUES	18
I-9-1 Germination	18
I-9-2 croissance	18
REFERENCE	19
CHAPITRE-II	24
PROPRIETES THERMOMECAINIQUES DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME ET LEUR APPLICATION	24
II-1 INTRODUCTION	24
II-2 PROPRIETES THERMOMECAINIQUES	25
II-2-1 Effet mémoire de forme simple sens	25

II-2-2 Effet caoutchoutique	26
II-2-3 Effet superélastique	27
II-2-3-1 Effet superélastique dans les monocristaux	30
II-2-3-2 Effet superélastique dans les polycristaux	30
II-2-4 Effet mémoire double sens	23
II-3 APPLICATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME	33
REFERENCE	36
CHAPITRE –III	39

ALLIAGE ETUDE CU-ZN-AL ET LES THECNQUES

EXPERIMENTALES 39

III-1 INTRODUCTION	39
III-2 ALLIAGES BASE Ti-Ni	39
III-3 ALLIAGES BASE FER	40
III-4 ALLIAGES BASE CUIVRE	41
III-4-1 Cu-Zn	41
III-4-2 Cu-Al-Ni	42
III-4-3 Cu-Al-Be	42
III-4-4 Cu-Zn-Al	43
III-4-4-1 Diagramme d'équilibre	43
III-4-4-2 Aspect cristallographique	43
III-4-4-3 Influence du degré d'ordre sur les points caractéristiques	47
III-4-4-4 Influence de la concentration sur l'effet mémoire de forme	47
III-4-4-5 Influence de la concentration sur les points de transformation	47
martensitique	47
III-5 PHENOMENES DE VIELLISSEMENT ET DE STABILISATION	49
III-5-1 Phénomène de vieillissement	49
III-5-2 Phénomène de stabilisation de la martensite	51
III-6 QUELQUES PROPRIETES THERMOMECAINIQUES DU CuZnAl	51
III-7 TECHNIQUES EXPERIMENTALES UTILISEES	55
III-7-1 Choix de l'échantillon étudié	55
III-7-2 Préparation des échantillons	55
III-7-2-1 Laminage à froid	56
III-7-2-2 Traitement thermique	57

III-7-3 Procédures expérimentales de caractérisation	58
III-7-3-1 Mesure de résistivité	58
III-7-3-2 Description de dispositif de flexion	59
III-7-3-3 calculs	61
REFERENCE	62
Chapitre –IV–	69
RESULTATS ET DISCUSSIONS	69
IV-1 INTRODUCTION	69
IV-2 CARACTERISATION THERMIQUE	69
IV-2. 1 Points de transformation martensitique	69
IV-3 GENERALITES SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU CuZnAl	73
IV-3.1 Comportement superélastique	74
IV-3.2 Comportement pseudoélastique	75
IV-3.3 Définition de quelques paramètres	76
IV-3.4 Exemples de résultats	77
IV-4 CARACTERISATION MECANIQUE PAR EFFET SUPERELASTIQUE	78
IV-4.1 Procédure de manipulation	78
IV-4.1.1 Les échantillons	78
IV-4.1.2 Domaine de températures des essais	79
IV-4.1.3 Mise en place de l'échantillon	79
IV-4.2 Effet du taux de déformation sur le comportement superélastique	79
IV-4.3 Effet de la température sur le comportement superélastique	82
IV-4.3.1 Analyse des courbes contrainte–déformation à différentes températures	85
a) Effet de la température d'essai sur la contrainte critique	85
b) Effet de la température d'essai sur la contrainte maximale	86
c) Module de Young	86
IV-4.4 Cyclage mécanique isotherme par effet superélastique	87
IV-4.4.1 Cyclage isotherme pour différentes déformations maximales données	87
IV-4.4.2 Analyse des résultats lors du cyclage isotherme à différentes déformation maximales	92

a) Effet des cycles charge–décharge sur la contrainte maximale	92
b) Effet des cycles charge–décharge sur la contrainte critique	93
IV-4.5 Cyclage mécanique isotherme à différentes températures d’essai pour une déformation maximale donnée	94
IV-4.5.1 Analyse des courbes du cyclage isotherme à différentes températures	96
a) Effet de la température d’essai sur la contrainte maximale	96
b) Effet de la température d’essai sur la contrainte critique	97
IV-5 CYCLES THERMOMECHANIQUES CONTRAINTE–TEMPERATURE	98
IV-5.1 Cycles thermomécaniques après un état prédéformé à l’état austénitique	98
IV-5.1.1 cycle contrainte–température à déformation constante	98
IV-6. CARACTERISATION MECANIQUE EN PSEUDOELASTICITE	103
IV-6.1 Procédure de manipulation	103
IV-6.1.1 Les échantillons	103
IV-6.2 Description d’un cycle mécanique par effet pseudoélastique	103
IV-6.3 Cycles σ – ε pour différentes températures d’essai	104
IV-6.4-Cylage mécanique isotherme à déformation maximale constante	108
IV-6.4.1 Analyse des courbes obtenues lors cyclage isotherme	109
a) Evolution de la déformation résiduelle avec le nombre du cycles	109
b) Effet du cyclage mécanique isotherme sur la contrainte maximale	109
IV-6.5 Effet de la déformation maximale sur le comportement pseudoélastique	111
IV-7 CYCLAGE THERMOMECHANIQUE APRES UN ETAT PREDE-FORME A L’ETAT MARTENSITIQUE	114
IV-7.1 Procédure de manipulation lors d’un cycle thermomécanique	115
IV-7.2 Cyclage thermomécanique après un cycle pseudoélastique	115
IV-7.2.1 Description d’un cycle thermique à une déformation imposée	116
IV-7.2.2 Effet de la déformation imposée sur la contrainte de palier	118
IV-7.2.3 Effet du cyclage thermique sur la contrainte de palier	119
IV-7.2.4 Effet du cyclage mécanique sur la contrainte de palier	121
CONCLUSION GENERALE	126

LISTE DES TABLEAUX

Tableau	Titre	Page
I-1	<i>Exemple de quelques matériaux et alliages présentant une transformation martensitique[6, 7, 8].</i>	4
I-2	<i>Relations empiriques donnant la température de transformation M_s de quelques alliages</i>	10
III-1	<i>Comparaison des différentes propriétés des AMF</i>	52–53
IV-1	<i>Caractéristiques des échantillons testés par effet superélastique</i>	78
IV-2	<i>Caractéristiques des échantillons testés par effet pseudoélastique</i>	103
IV-3	<i>Caractéristiques des différents échantillons testés en cycle contrainte–température après une déformation résiduelle</i>	114

LES LISTES DES SYMBOLES

AMF:	Alliage à mémoire de forme
EMF:	Effet mémoire de forme
ΔV :	Changement de volume
X:	Vecteur colonne de la phase mère
Y:	Vecteur correspondant après la transformation
[B]:	Matrice représentant la déformation homogène de Bain
[P ₁]:	Déformation homogène à réseau invariant
[P]:	Déformation hétérogène (dite également déformation additionnelle)
[R]:	Rotation rigide du corps
A:	Austénite
M:	Martensite
R:	Phase intermédiaire prémartensitique
C.F.C:	Cubique face centrée
C.C:	Cubique centré
Q.C:	Quadratique centré
B ₂ :	Structure ordonnée de type (Cs-Cl)
DO ₃ :	Structure ordonnée
G:	Energie de Gibbs (énergie libre)
$\Delta G_{A \rightarrow M}$:	Energie libre de la transition austénite \rightarrow martensite
G _M :	Energie libre de la martensite
G _A :	Energie libre de l'austénite
ΔH :	Enthalpie massique de la transformation
S:	Entropie
A _{S50} :	50% du matériau transformé en austénite
M _{S50} :	50% du matériau transformé en martensite
N:	Nombre de cycles (mécanique ou thermique)
α :	Phase d'équilibre
β :	Phase austénitique

Pg:	Déformation à réseau invariant par glissement	
Pm:	Déformation à réseau invariant par maclage	
T ₀ :	Température d'équilibre du système (austénite/martensite)	(°C)
H _T :	Hystérésis de transformation en température	(°C)
H _σ :	Hystérésis de transformation en contrainte	(MPa)
ΔT:	Etalement de la transformation	(°C)
ρ:	Masse volumique	(Kg/m ³)
ε:	Déformation de transformation	(%)
σ:	Contrainte appliquée	(MPa)
ε _r :	Déformation résiduelle	(%)
ε _{imp} :	Déformation imposée	(%)
ε _{max} :	Déformation maximale imposée	(%)
ε _{trans} :	Déformation de transformation martensitique sous contrainte	(%)
ε _{imp} ^c :	Déformation imposée à la charge	(%)
ε _{imp} ^d :	Déformation imposée à la décharge	(%)
σ _{el} :	Contrainte élastique	(MPa)
σ _c :	Contrainte critique nécessaire pour produire la première aiguille de martensite	(MPa)
Δσ:	Déplacement en contrainte	(MPa)
σ _p :	Contrainte du palier	(MPa)
E:	Module de Young	(GPa)
$\frac{d\sigma}{dT}$:	Pente de la droite σ _c -T	(MPa/°C)
M _s :	Température de début de transformation martensitique	(°C)
M _f :	Température de fin de transformation martensitique	(°C)
A _s :	Température de début de transformation inverse	(°C)
A _f :	Température de fin de transformation inverse	(°C)
T _i :	Température d'essai	(°C)
M _d :	Température de déformation de l'austénite	(°C)
Mσ:	Température de début de transformation sous contrainte	(°C)
I:	Intensité du courant électrique appliqué	(A)
V:	Tension entre les extrémités de l'échantillon	(V)
P:	Force appliquée	(N)

ΔR :	Différence de la résistance électrique entre les phases martensitique et austénitique	(Ω)
Re:	Résistance électrique	(Ω)
$\frac{\Delta R}{R_0}$:	Variation relative de la résistance électrique	(%)
L:	Longueur de l'échantillon	(mm)
d:	Largeur de l'échantillon	(mm)
w:	Epaisseur de l'échantillon	(mm)
y:	Déplacement vertical des mors mobiles	(mm)
l:	Distance entre les mors fixes	(mm)
l':	Distance entre les mors mobiles	(mm)
T _{amb} :	Température ambiante	(°C)
TB ₂ :	Température critique d'ordre correspondante à la structure ordonnée B ₂	(K)
TDO ₃ :	Température critique d'ordre correspondante à la structure ordonnée DO ₃	(K)

LITES DES FIGURES

Figures	Titre	Page
I-1	<i>Description schématique d'un shuffle</i>	4
I-2	<i>Représentation schématique de la formation d'une plaquette de martensite</i>	5
I-3	<i>Représentation de la déformation macroscopique pendant la transformation [9].</i>	6
I-4	Variantes auto-accommodantes [11], (a) à deux dimensions, (b) à trois dimensions	6
I-5	Description schématique des étapes géométriques de la transformation martensitique.	9
I-6	Variation de la résistivité électrique en fonction de la température.	11
I-7	<i>Courbes des puissances dégagée et absorbée en fonction de la température (enthalpie de transformation) pour un cycle de transformation</i>	12
I-8	Influence de la teneur en carbone sur les températures M_s et M_f dans les aciers au carbone	12
I-9	Influence de la teneur en Zn sur la température M_f pour l'alliage Cu-Zn	13
I-10	<i>Variation schématique de l'énergie libre en fonction de la température pour la phase mère (A) et la martensite (M).</i>	14
I-11	<i>Divers catégories de transformations martensitiques illustrées par les variations du taux transformé en fonction de la température</i>	17
I-12	<i>Transformation martensitique suivie par la mesure de la magnétisation M d'un alliage Fe 22,5% at Pt.</i>	17
II-1	<i>Schématization de l'effet mémoire de forme simple sens.</i>	25
II-2	<i>Déformation macroscopique associée à la formation des variantes de martensite</i>	26
II-3	<i>Représentation schématique de l'effet caoutchoutique</i>	27

II-4	<i>Courbe contrainte-déformation schématisant l'effet superélastique.</i>	28
II-5	Evolution de la température de début de transformation martensitique en fonction de la contrainte appliquée.	29
II-6	Courbes superélastiques dans les monocristaux et polycristaux	30
II-7	Cycle représentant l'effet mémoire double sens	31
II-8	Résumé du comportement thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme [9]	32
III-1	Structure ordonnée B ₂ (type CsCl)	41
III-2	<i>Diagramme d'équilibre Cu-Zn.</i>	42
III-3	Coupes de diagrammes ternaires de Cu-Zn-Al pour différents taux d'Al [16].	44
III-4	Structures ordonnées DO ₃ (type Fe ₃ Al) et L ₂₁	44
III-5	Structures 9R et 18R correspondant à des alliages B ₂ et DO ₃ respectivement [17].	46
III-6	Températures critiques d'ordre TB ₂ (a) TDO ₃ (b) calculées pour les alliages ternaires CuZnAl [21].	48
III-7	<i>Diagramme ternaire des alliages Cu-Zn-Al montrant le domaine d'existence de l'effet mémoire [24].</i>	48
III-8	Evolution de la température M _s en fonction du temps de vieillissement pour différentes températures de revenu [15].	50
III-9	Courbes donnant la diminution de l'entropie en fonction du temps de maintien en phase β d'un alliage Cu-Zn-Al avec M _s ~ 333K [28].	50
III-10	Evolution du frottement intérieur en fonction de la température [43].	52
III-11	Représentation schématique des étapes du laminage à froid.	56
III-12	Traitement thermique standard utilisé.	57
III-13	Schéma du dispositif de mesure de la résistance électrique	59
III-14	Représentation schématique du dispositif de flexion à quatre points.	60
III-15	Détail de la partie immergée du dispositif	61
IV-1	Courbe schématique de la mesure de la résistance en fonction de la température.	71
IV-2	Courbe typique de résistance-température caractérisant la transformation martensitique pour la série F.	72

IV-3	Courbe typique de résistance-température caractérisant la transformation martensitique pour la série T.	72
IV-4	<i>Cyclage thermique en résistivité électrique (N = 5) pour un échantillon de la série F.</i>	73
IV-5	Représentation schématique d'un cycle superélastique σ - ε .	75
IV-6	Représentation schématique d'un cycle pseudoélastique σ - ε .	76
IV-7	Courbes σ - ε typiques pour un échantillon de la série T ($\varepsilon_{\max} = 1,1\%$).	77
IV-8	Courbes σ - ε typiques pour un échantillon de la série F.	78
IV-9	Evolution des courbes contrainte-déformation en fonction de la déformation maximale à $T_i = 45^\circ\text{C}$.	80
IV-10	Evolution de la déformation de transformation en fonction de la déformation maximale imposée.	81
IV-11	Evolution de la contrainte maximale en fonction de la déformation maximale imposée.	81
IV-12	Cycles superélastiques $\sigma - \varepsilon$ à différentes températures d'essais pour $\varepsilon_{\max} = 1,4\%$.	83
IV-13	Courbes superélastiques σ - ε à différentes températures d'essai pour $\varepsilon_{\max} = 1,63\%$.	84
IV-14	Diagramme d'état contrainte critique-température.	85
IV-15	Evolution de la contrainte maximale en fonction de la température d'essai.	86
IV-16	Evolution du module de Young E en fonction de la température d'essai.	87
IV-17	Cyclage isotherme en effet superélastique à $T_i = 45^\circ\text{C}$ (0,9%).	88
IV-18	Cyclage isotherme en effet superélastique à $T_i = 45^\circ\text{C}$ (1,1%).	89
IV-19	Cyclage isotherme en effet superélastique à $T_i = 45^\circ\text{C}$ (1,4%).	90
IV-20	Evolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles N	92
IV-21	Evolution de la contrainte critique en fonction du nombre de cycles N.	93
IV-22	Cyclage isotherme en effet superélastique à $T_i = 50^\circ\text{C}$ ($\varepsilon_{\max} = 1,4\%$).	94

IV-23	Cyclage mécanique isotherme en effet superélastiques à $T_i = 55^\circ\text{C}$ ($\varepsilon_{max} = 1,4\%$).	95
IV-24	Effet de la température d'essai sur la contrainte maximale pendant le cyclage mécanique.	96
IV-25	Effet de la température d'essai sur la contrainte critique pendant le cyclage mécanique	97
IV-26	Représentation d'un cycle σ -T (figure b) à partir d'un cycle superélastique figure (a).	99
IV-27	Evolution de la contrainte en fonction de la température après un état prédéformé (0,84%), (a) charge, (b) décharge.	100
IV-28	Evolution de la contrainte en fonction de température après un état prédéformé, (a) et (b) à 40°C , (c) et (d) à 50°C , (e) et (f) à 60°C .	102
IV-29	Cycle pseudoélastique à température ambiante (20°C).	104
IV-30	Courbes contrainte-déformation à différentes températures pour un échantillon de la série T ($\varepsilon_{max} = 1,1\%$).	106
IV-31	Evolution du module de Young E en fonction de la température d'essa.	107
IV-32	Cyclage isotherme par effet pseudoélastique à $\varepsilon_{max} = 1,1\%$	108
IV-33	Evolution de la déformation résiduelle avec le nombre de cycles N	109
IV-34	Evolution de la contrainte maximale en fonction de nombre de cycles N.	110
IV-35	Evolution du déplacement en contrainte en fonction du nombre de cycles N.	110
IV-36	<i>Courbes pseudoélastiques à différentes déformations maximales</i> ($T_i = 20^\circ\text{C}$)	112
IV-37	Effet de la déformation maximale sur la contrainte maximale σ_{max} lors des cycles mécanique à différentes déformation maximale.	113
IV-38	Effet de la déformation maximale sur la déformation résiduelle ε_r lors des cycles mécanique à différentes déformation maximale.	113
IV-40	Schéma représentatif d'un cycle thermomécanique (a) cycle pseudoélastique, (b) cycle contrainte température.	115
IV 41	Un cycle themomécanique après un cycle pseudoélastique ($\varepsilon_r = 0,7\%$).	116
IV-42	Cyclage thermomécanique après un cycle pseudoélastique ($\varepsilon_r = 0,5\%$).	117

<i>IV-43</i>	Cyclage thermomécanique σ - T après un cycle pseudoélastique ($\epsilon_r = 0,85\%$).	<i>117</i>
<i>IV-44</i>	Evolution de la contrainte du palier σ_P avec la déformation imposée ϵ_{imp}	<i>118</i>
<i>IV-45</i>	Cyclage thermomécanique σ - T après un deuxième cycle pseudoélastique.	<i>119</i>

LISTES DES PLANCHES

Planche	Titre	Page
1	<i>Branches de lunettes en AMF</i>	34
2	<i>Instruments endodonties</i>	34
3	<i>Valves de circuits de gaz</i>	35
4	<i>Thermomarqueur qui peut détecter les ruptures sur les chaînes de froid</i>	35

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont des matériaux relativement connus depuis longtemps. Ils sont à l'origine d'un grand nombre d'applications industrielles (biomédical, lunetterie, agriculture, aérospatial,...), du à des propriétés thermomécaniques étonnantes telles que: effet mémoire, effet mémoire double sens, effet caoutchoutique, effet superélastique... Ces alliages doivent ces propriétés remarquables à une transformation de phase bien connue qui est la transformation martensitique.

L'objet de notre travail est d'étudier l'influence du cyclage thermomécanique sur l'effet superélastique de l'alliage Cu-Zn-Al. Cette caractéristique est bien connue des AMF, elle consiste en la production de la martensite sous l'effet d'une contrainte dans le domaine haute température de l'alliage. La flexion à quatre points est le mode de sollicitation choisi pour la caractérisation thermomécanique de notre alliage.

Après une revue des principaux aspects physiques de la transformation martensitique (chapitre I), nous exposons dans le second chapitre les propriétés remarquables des AMF ainsi que quelques applications intéressantes de ces alliages. Le troisième chapitre fera l'objet de la présentation de l'alliage étudié, des méthodes expérimentales utilisées ainsi que des dispositifs spécifiques aux AMF mis au point.

La dernière partie de ce travail sera consacrée à la présentation des résultats obtenus ainsi que de la discussion. Puis nous terminons par une conclusion générale.

CHAPITRE –I–

GENERALITES SUR LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

CHAPITRE –I–

GENERALITES SUR LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

I-1 INTRODUCTION

L'origine des propriétés des alliages à mémoire de forme (AMF) est due à une transformation de phase à l'état solide bien connue qui est la transformation martensitique. Aussi, il est intéressant de donner un aperçu sur cette transformation afin de bien cerner et comprendre le comportement des AMF.

Selon Buerger [1], les transformations de phases à l'état solide peuvent se diviser en deux grandes catégories: les transitions reconstructives et les transitions displacives.

** Les transitions reconstructives: dans cette classe, il y a rupture des liaisons de la phase mère et reconstruction de la nouvelle phase par diffusion des atomes. Le déplacement des atomes se fait sur une grande distance par rapport à la distance inter atomique et se distribuent d'une manière aléatoire dans le solide.

** Les transitions displacives: dans ce cas, le déplacement des atomes se fait d'une façon coordonnée sur une courte distance inférieure à la distance inter-atomique. Il se produit d'une manière coopérative et corrélée pour un très grand nombre d'ions. Ce réarrangement d'atomes se fait sans diffusion. La transition displacive peut donc exister à toute température et se fait très rapidement sans modification ni de la composition chimique ni du degré d'ordre.

I-2 DEFINITION

La transformation martensitique est une transition de phase à l'état solide qui appartient à cette dernière catégorie, c'est à dire la classe des transitions displacives. La transformation martensitique est connue depuis longtemps notamment dans le cas des aciers au carbone qui, trempés depuis la phase haute température, évoluent de l'état cubique à face centrée (C.F.C.) vers une structure quadratique ou cubique centré (C.C.).

Le terme martensite, du nom du métallurgiste allemand Adolf Martens, désignait à l'origine ce type de transformation dans les aciers. A présent, ce terme est généralisé à toutes les transitions que l'on obtient à partir d'une phase haute température (dite austénite) par des mécanismes similaires. Certains alliages métalliques et même certains matériaux non métalliques peuvent présenter une transformation martensitique.

La définition de la transformation martensitique couramment utilisée est la suivante [2]: **«c'est une transformation sans diffusion, du premier ordre, avec déformation homogène du réseau, constituée principalement par un cisaillement»**. Cette définition a été par la suite légèrement modifiée par Christian et al [3] pour donner: **«c'est une transformation de phase sans diffusion atomique, engendrée par nucléation et croissance, caractérisée par une déformation homogène du réseau constituée principalement par un cisaillement»**.

En 1995, Clapp [4] donne une autre définition de la transformation martensitique, plus simple et plus facile à vérifier expérimentalement. Il propose alors la définition suivante: **«une transformation martensitique entraîne un mouvement coopératif d'atomes à travers une interface en produisant un changement de forme et un son»**. Autrement dit, la transformation martensitique peut être détectée par une émission acoustique due au mouvement coopératif des atomes.

- Transformation displacive: le déplacement des atomes pendant la transformation s'effectue de manière corrélée pour un très grand nombre d'atomes sur une très courte distance, inférieure à la distance interatomique. La phase martensitique hérite de l'ensemble des caractères de la phase mère qui dépendent du phénomène de diffusion.

- La transformation martensitique est du 1^{er} ordre, d'où une discontinuité des grandeurs physiques reliées aux dérivées premières du potentiel thermodynamique. On a ainsi une discontinuité de la chaleur spécifique ou du module élastique. Elle implique la coexistence de deux phases séparés par une interface nette.

- La déformation homogène du réseau signifie que le champ de déformation est le même en chaque point du cristal. Cela se traduit en particulier par la transformation d'une droite en une droite et d'un plan en un plan.

La déformation homogène du réseau est principalement due à un cisaillement. Ce dernier peut s'accompagner d'un déplacement relatif des atomes à l'intérieur de la maille. Ces déplacements sont appelés shuffles [5] (figure I-1). Les transformations ne présentant que des shuffles existent, mais bien qu'elles ont un caractère displacif, elles ne sont pas à classer parmi les transformations martensitiques au vu des définitions proposées.

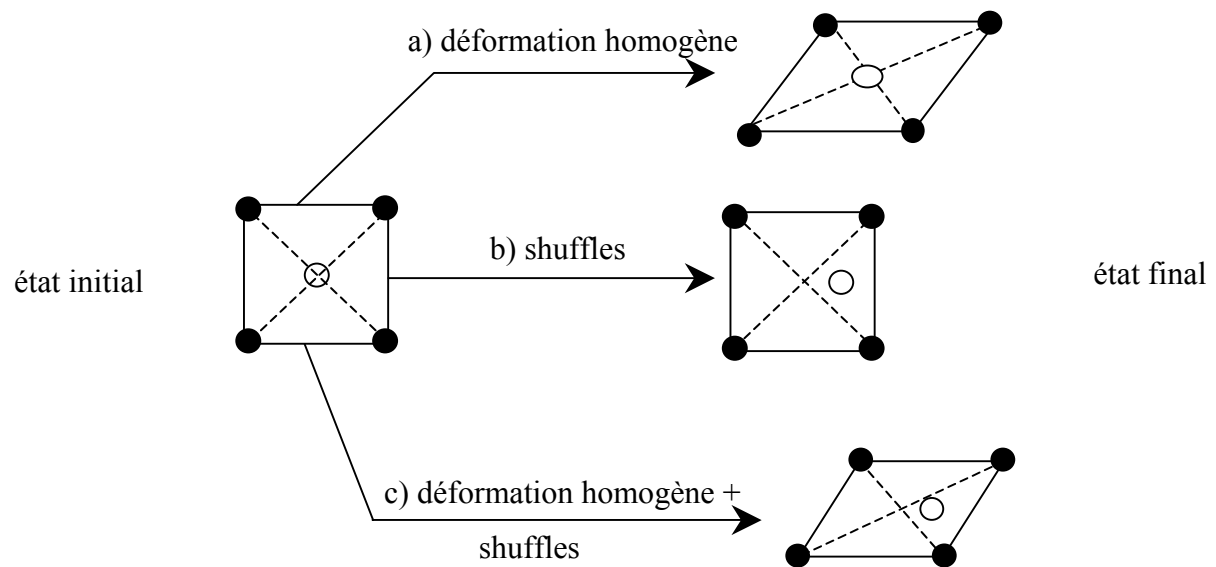


Figure I-1: Description schématique d'un shuffle

Le tableau I-1 ci-dessous donne quelques exemples de matériaux qui présentent une transformation martensitique:

Matériaux	Concentration	Transformation au refroidissement
Fe-Ni	27 – 34% Ni poids	C.F.C → C.C
Au-Cd	47,5 % atomique	C.C → H.C
Cu-Zn-Al	21% Zn et 6% Al	C.C → C.F.C
In-Tl	25–27% atomique	C.F.C → Q.F.C
Fe-Mn-Si	-	CFC → HC
Zr-O ₂	-	Tétragonal → monoclinique

Tableau I-1: Exemple de quelques matériaux et alliages présentant une transformation martensitique [6, 7, 8].

I-3 CARACTERISTIQUES MACROSCOPIQUES

Lors de la transformation martensitique, l'interface entre les deux phases (austénite–martensite) est un plan invariant nommé **plan d'habitat** ou plan d'accolement. A l'échelle du microscope optique, la transformation peut s'opérer par un cisaillement homogène parallèle au plan d'accolement (figure I-2). En fait, il existe un faible changement de volume ΔV , d'où la direction de cisaillement n'est pas exactement parallèle au plan d'habitat. La déformation macroscopique pendant la transformation peut alors se décomposer en deux termes: un cisaillement parallèle au plan d'habitat et une déformation perpendiculaire à ce même plan (figure I-3). La déformation homogène se décompose alors en un cisaillement C_s parallèle au plan d'habitat et une déformation ε_n normale au plan d'habitat. Lors de la transformation, les droites sont changées en droites et les plans en plans; la transformation est affine et peut être représentée par une matrice P_1 telle que:

$$Y = P_1 X \quad (1)$$

Où: X: vecteur colonne de la phase mère
 Y: vecteur correspondant après la transformation de la martensite.
 P_1 : représente la déformation affine (linéaire) au plan invariant

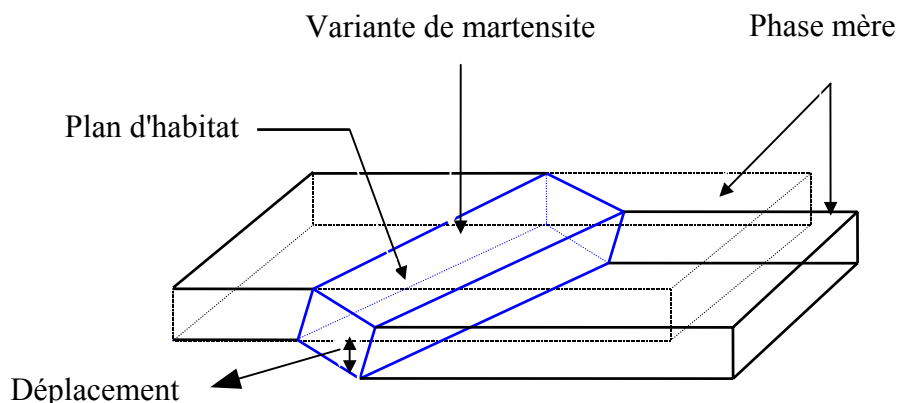


Figure I-2: Représentation schématique de la formation d'une plaquette de martensite

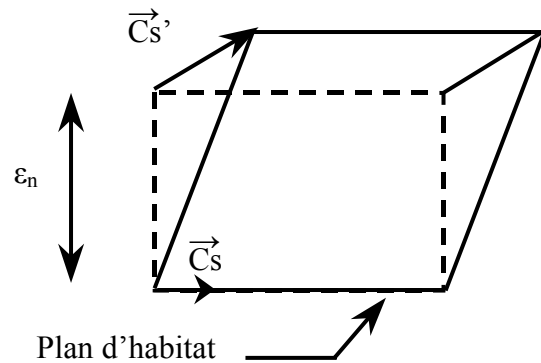


Figure I-3: Représentation de la déformation macroscopique pendant la transformation [9].

Pour un cristal donné, il existe plusieurs possibilités d'orientation des variantes de martensite (plan d'habitat et déformation). En général, un monocristal d'austénite, donne plusieurs variantes de martensite dites *auto-accommodantes* qui engendrent une transformation sans déformation macroscopique significative [10, 11, 12]. A titre d'exemple, dans un monocristal cubique, il existe 24 variantes de martensite possibles (figure I-4). Equiprobables, les variantes se forment de façon à accommoder leurs déformations respectives.

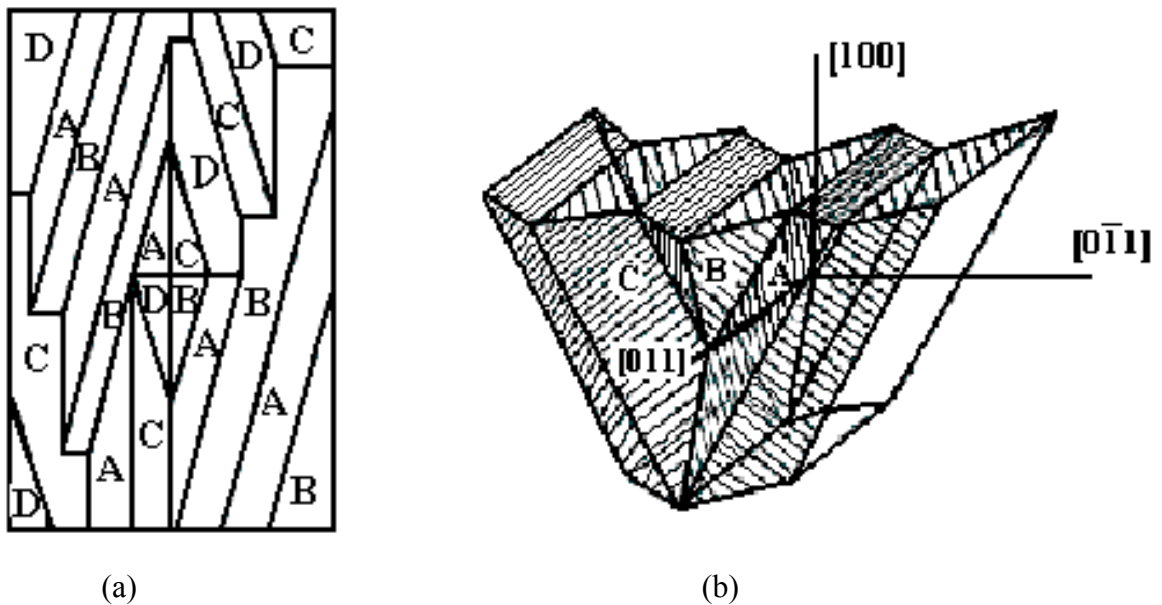


Figure I-4: Variantes *auto-accommodantes* [11].

(a): à deux dimensions.

(b): à trois dimensions.

I-4 CARACTERISTIQUES MICROSCOPIQUES

On peut déterminer, par diffraction des rayons X ou des électrons par exemple, les déplacements atomiques et relier ainsi une maille cristallographique de la phase mère à une maille de même multiplicité de la martensite. Ces deux mailles ont une forme différente car il y a une déformation homogène du réseau différente de celle que l'on observe à l'état macroscopique. En fait, il existe des déformations additionnelles au réseau invariant. Ces déformations additionnelles, dues essentiellement à un glissement ou à des micro-maclages, se traduisent par une rotation rigide du réseau qui ne modifie pas la structure de la martensite et intervient pour assurer la compatibilité de l'interface. La déformation homogène du réseau est représentée par une matrice [B], qui peut être déterminée par une infinité de solutions. Cependant, cette matrice [B] qui décrit la déformation homogène, ne tient pas compte des shuffles. Dans le cas des alliages à base de fer, la matrice [B] représente la distorsion de Bain.

On note aussi des relations d'orientations cristallographiques entre la phase mère et la martensite. De façon très générale et simplifiée, ces relations d'orientation vérifient les règles suivantes [3]:

- Un plan dense de l'austénite est parallèle à un plan dense de la martensite.
- Une direction dense de la phase mère, contenue dans le plan dense précédent, est parallèle à une direction dense de la martensite.

Par exemple dans le cas des alliages binaires à base de fer on a les relations suivantes:

❖ Relations de Kurdjumov–Sachs (**K–S**) pour les alliages Fe-C [3, 13].



❖ Relations de Nishiyama–Wassermann (**N–W**) pour les alliages Fe-Ni [14].



I-5 RELATIONS ENTRE LES CARACTERISTIQUES MACROSCOPQUES ET MICROSCOPIQUES

En général, la déformation homogène du réseau, représentée par la matrice [B], est différente de celle décrite par la déformation microscopique représentée par la matrice [P₁]. Il faut donc ajouter, en plus de [B], une déformation supplémentaire à réseau invariant qui est constituée soit par un maclage soit par un glissement. Cette nouvelle déformation est représentée par la matrice [P]. Le passage de [B] vers la matrice [P₁] peut nécessiter une rotation de corps rigide représentée par la matrice [R]. On obtient alors la relation suivante:

$$[P_1]=[R] [P] [B] \quad (2)$$

La déformation macroscopique de la transformation martensitique est schématisée sur la figure I-5. Il est à noter que ces étapes ne sont pas forcément physiquement dans cet ordre.

La légende de la figure I-5:

B: déformation homogène du réseau

Pg: déformation à réseau invariant par glissement

Pm: déformation à réseau invariant par maclage

R: rotation du corps rigide.

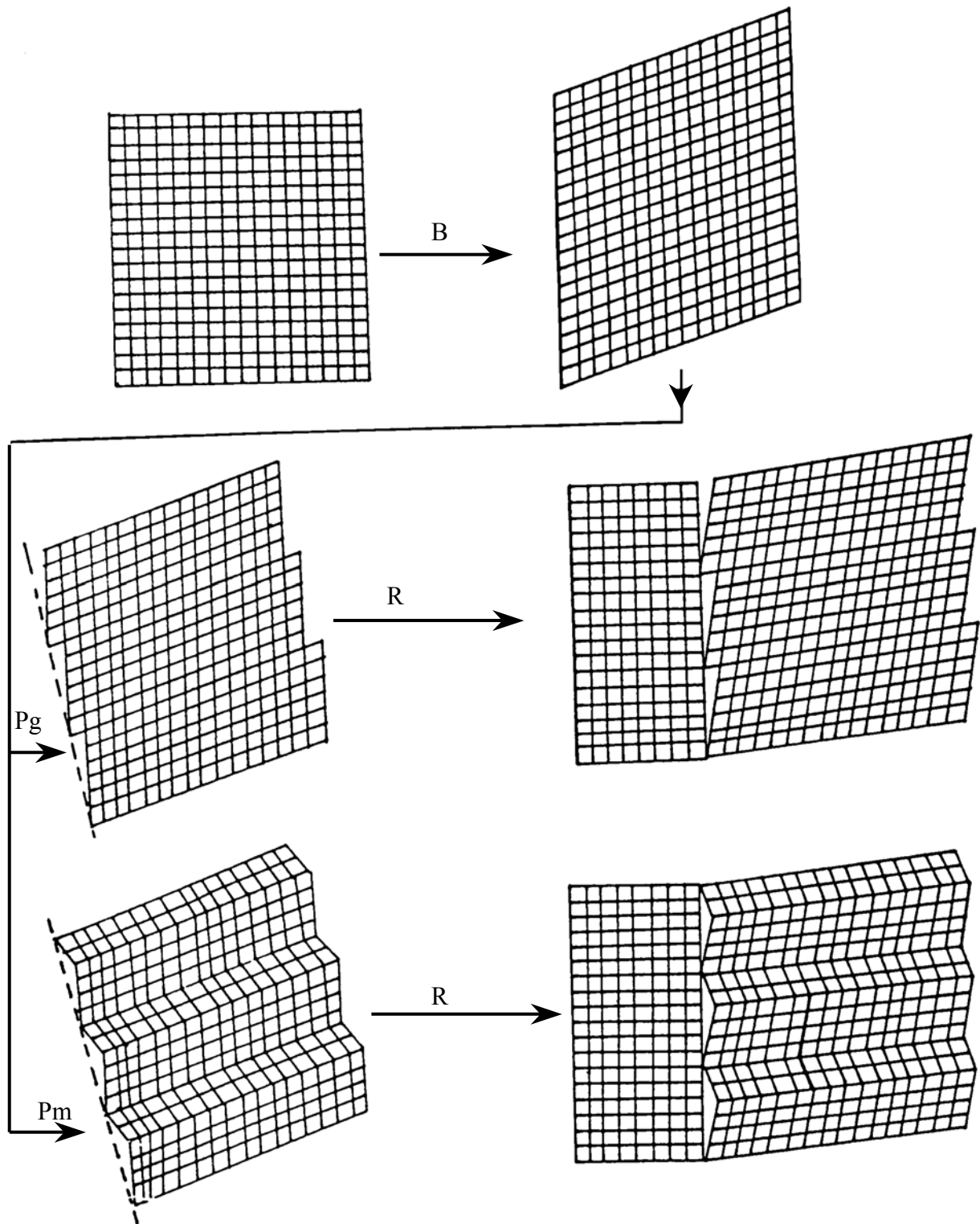


Figure I-5: Description schématique des étapes géométriques de la transformation martensitique.

I-6 POINTS DE TRANSFORMATION

La transformation martensitique peut être induite par un simple abaissement de la température de la phase mère comme on peut la provoquer par l'application d'une contrainte dans un certain domaine de température. Toutes les transformations martensitiques ont des températures caractéristiques qui définissent le début et la fin de la transformation. Ces températures sont en générales indépendantes des vitesses de refroidissement et de chauffage.

La transformation au refroidissement débutera à une température appelée M_s (martensite start) et s'achèvera à la température M_f (martensite finish).

Au chauffage, la transformation inverse commence à une température A_s (austénite start) et se termine à la température A_f (austénite finish)

Les températures caractéristiques de la transformation martensitique directe et inverse peuvent être déterminées en analysant tout phénomène physique sensible à un changement de structure comme la dilatométrie, l'analyse thermique, la thermogravimétrie, la résistivité électrique (RE), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), ... Ces températures de la transformation martensitique sont très sensibles à différents facteurs tels que le passé thermomécanique, la taille des grains [15], les teneurs en éléments constituant l'alliage [16]. Le tableau I-2 donne quelques exemples de relations empiriques pour différents systèmes. Les figures I-6 et I-7 représentent respectivement la variation de la résistivité en fonction de la température ainsi que celle de l'enthalpie de transformation [17]. Les figures I-8 et I-9 montrent les variations de M_s et M_f pour le Fe-C et Cu-Zn [18].

Alliages	Relations empiriques déterminant M_s	Référence
Aciers	$561-474(\%C)-33(\%Mn)-17(\%Cr)-17(\%Ni)-21(\%Mo)$	[19]
Cu-Zn-Al	$2758-66,91(1,33\%Al+\%Zn)$	[20]
Cu-Zn-Al-Ni	$2020-134(\%Al)-45(\%Ni)$	[20]
Cu-Al-Mn	$1710-127,4(\%Al)-43,6(\%Mn)$	[21]
Cu-Al-Be	$1245-71(\%Al)-893(\%Be)$	[22]

Tableau I-2: Relations empiriques donnant la température de transformation M_s de quelques alliages.

I-6.1 Hystérésis de la transformation

L'hystérésis de la transformation (H_T) est définie généralement par la différence entre les températures de transformation lors du chauffage et du refroidissement, pour un taux de transformation égal à 50% (figure I-6). Principalement, l'hystérésis de la transformation est due à l'énergie dissipée par friction. Elle est définie par les relations suivantes:

$$H_T = A_{S50} - M_{F50}$$

$$H_T = A_{F50} - M_{S50}$$

I-6.2 Etalement de la transformation

L'étalement de la transformation (ΔT) est défini comme étant la différence entre la température de début et de fin de transformation (figure I-6):

$$\Delta T = M_S - M_F$$

$$\Delta T = A_S - A_F$$

L'énergie élastique emmagasinée semble être responsable de l'étalement en température.

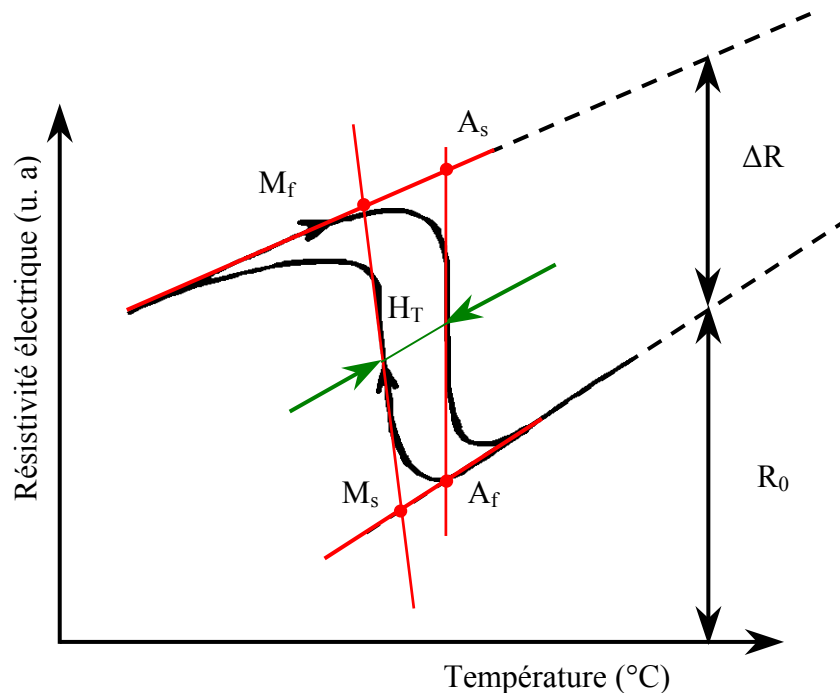


Figure I-6: Variation de la résistivité électrique en fonction de la température.

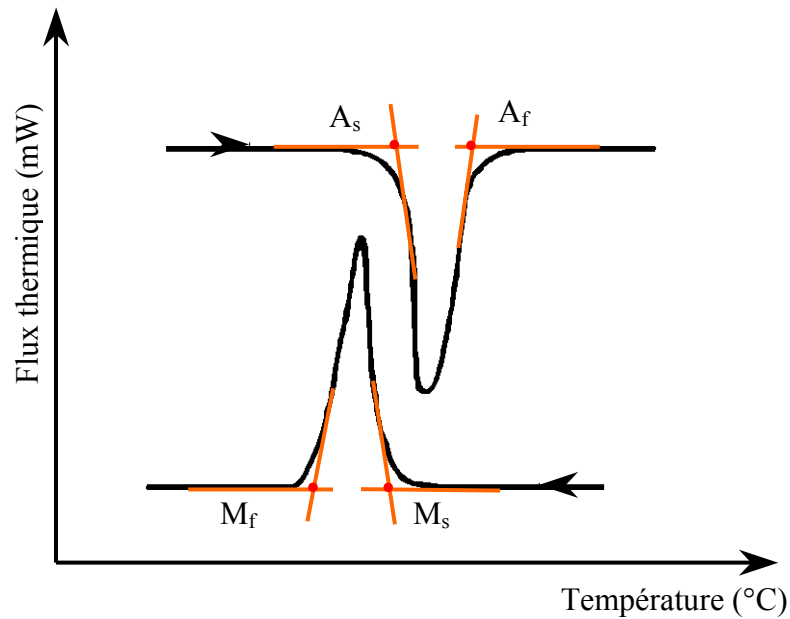


Figure I-7: Courbes des puissances dégagée et absorbée en fonction de la température (enthalpie de transformation) pour un cycle de transformation [17].

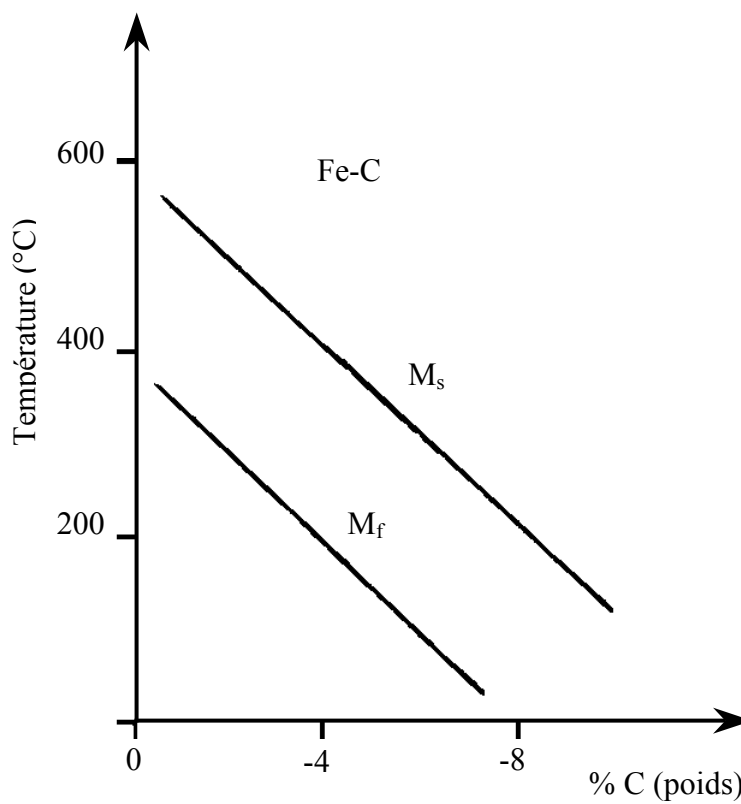


Figure I-8: Influence de la teneur en carbone sur les températures M_s et M_f dans les aciers au carbone [18].

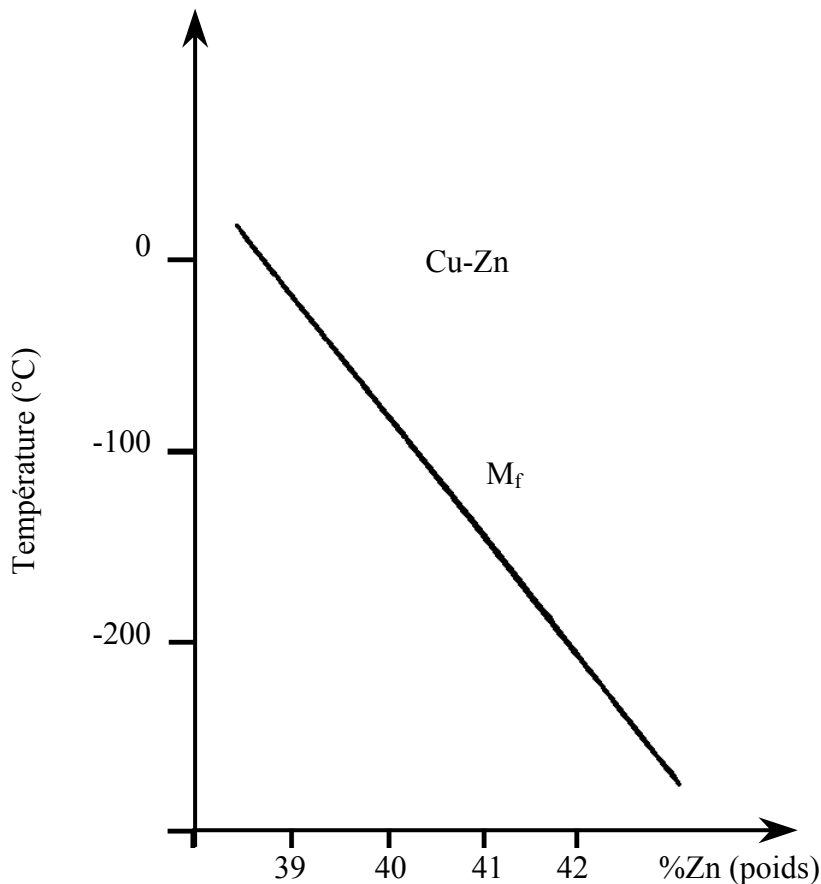


Figure I-9: Influence de la teneur en Zn sur la température M_f pour l'alliage Cu-Zn [18].

I-7 THERMODYNAMIQUE DE LA TRANSITION MARTENSITIQUE

La transformation martensitique est une transformation sans diffusion. Pendant la transition martensitique, il n'y a pas de changement de composition entre les deux phases. Cette absence de diffusion dans la solution solide ordonnée permet, du point de vue équilibre thermodynamique, de considérer la solution solide comme un système à un seul composant. La phase en équilibre est celle dont l'énergie libre est la plus basse et la température d'équilibre entre les deux phases est notée T_0 . On peut donc représenter schématiquement la variation d'énergie libre de la phase produite (martensitique) et de la phase mère (austénite) comme indiquée sur la figure I-10. Théoriquement, les deux phases sont totalement indépendantes et la transformation martensitique peut débuter à la température d'équilibre T_0 . Mais en réalité la transformation, s'effectuant par un processus de germination/croissance

d'une nouvelle phase et présentant une interface, ne débutera qu'à une température M_s inférieure à la température d'équilibre T_0 .

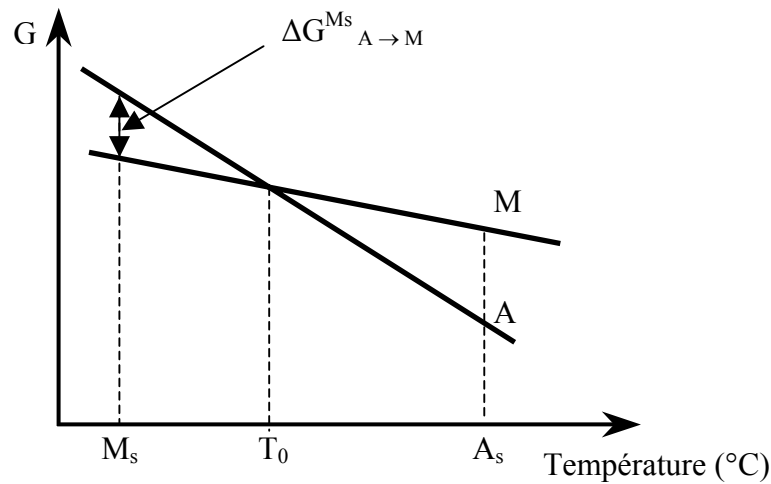


Figure I-10: Variation schématique de l'énergie libre en fonction de la température pour la phase mère (A) et la martensite (M).

En l'absence de contributions d'énergie de déformation et celle de surface, l'énergie libre (force motrice) peut s'exprimer par l'expression suivante:

$$\Delta G_{A \rightarrow M} = G_M - G_A \quad (3)$$

Cette quantité est positive quand l'austénite est la phase la plus stable et négative dans le cas opposé. La transformation austénite–martensite ne peut se produire que pour $\Delta G_{A \rightarrow M}$ négative. Cette transformation débutera à une température M_s inférieure à la température T_0 ($M_s < T_0$) pour laquelle la même quantité $\Delta G_{A \rightarrow M}$ est nulle. Il faut en effet une énergie disponible suffisante pour compenser la formation d'une interface et d'une déformation élastique voire plastique de la phase mère et éventuellement de la phase produite (martensite).

I-7.1 Détermination de T_0

A l'équilibre thermodynamique entre l'austénite et la martensite, il existe une température d'équilibre T_0 telle que $\Delta G_{a \rightarrow M} = 0$. Kaufman et Cohen [23] ont proposé une première évaluation de la température donnée par la relation suivante:

$$T_0 = \frac{1}{2} (M_s + A_s)$$

Cette détermination est basée sur les suppositions grossières que l'énergie libre et les énergies non chimiques (énergie inter-faciale et de déformation) sont les mêmes pour la transformation directe et inverse. Mais cette relation ne peut s'appliquer pour les transformations à faible hystérésis très étalée. En effet, lorsque le point A_s est inférieur à celui de début de transformation M_s , alors la température d'équilibre T_0 serait au dessous de la température M_s (figure I-11).

Pour les alliages qui présentent des transformations à faible hystérésis très étalées, Tong et Waymann [24] proposent la relation suivante:

$$T_0 = \frac{1}{2} (M_s + A_f)$$

I-8 CLASSIFICATION DES TRANSFORMATIONS MARTENSITIQUES

L'étude des positions relatives des points de transformations M_s , M_f , A_s , A_f et de l'hystérésis thermique H_T permet de distinguer deux grandes classes de transformation martensitique: la première est la transformation martensitique par «burst» et la seconde classe est la transformation martensitique thermoélastique (figures I-11 et I-12).

I-8.1 Transformation par burst

Dans ce type de transformation, la nucléation est un phénomène thermiquement activé, plus difficile que la croissance. Cette dernière s'effectue par un processus d'avalanches «burst», à une vitesse proche de celle du son [25], conduisant à des microstructures sévèrement déformées et largement irréversibles. Chaque volume élémentaire de martensite croît très vite à travers le grain d'austénite jusqu'à ce qu'il soit arrêté par un gros obstacle: joint de grain, gros précipité ou une autre plaquette de martensite déjà formée. La transformation inverse ne peut alors se produire que par la germination de la phase mère au

sein des plaquettes de martensite. Celle-ci ne retrouve pas généralement son orientation initiale [26]. On observe ce genre de transformation dans les alliages à fortes hystérésis qui présentent alors une déformation plastique importante de la phase mère ainsi qu'un changement de volume (figures I-11 a et I-12b).

I-8.2 Transformation martensitique thermoélastique

Dans ce type de transformation, la germination est plus facile et la croissance des plaquettes est contrôlée par la variation de la température c'est-à-dire que le mouvement des interfaces phase mère–produit s'effectue par une succession de positions d'équilibres, en fonction des forces motrices. A une température donnée, comprise entre M_s et M_f , l'interface phase mère–produit est immobile et une variation de la température dans un sens ou dans l'autre, entraîne le déplacement de l'interface d'une manière réversible dans un sens ou dans l'autre avec un faible hystérésis en température. La transformation martensitique thermoélastique présente une évolution beaucoup plus régulière et nécessite une faible énergie motrice autrement dit, la température M_s est proche de la température d'équilibre T_0 . On rencontre ce genre de transformation dans les alliages à faible hystérésis (figures I-11 b, c et figure I-12 a).

Les transformations martensitiques thermoélastiques sont anisothermes, c'est-à-dire à chaque température comprise entre M_s et M_f correspond un taux de martensite formé. Ce caractère anisotherme de la transformation n'est pas absolument général. En effet, il existe certains alliages dont la transformation isotherme obéit à un processus thermiquement activé qui limite l'avancement globale de la transformation [27].

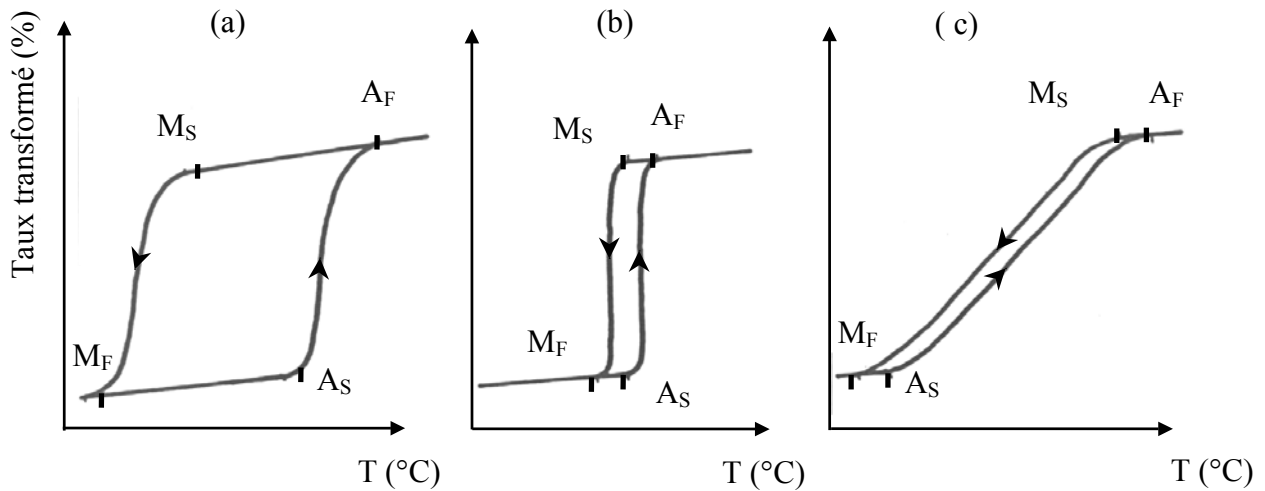


Figure I-11: Divers catégories de transformations martensitiques illustrées par les variations du taux transformé en fonction de la température.

- (a) transformation à forte hystérésis $M_F < M_S < A_S < A_F$ (ex: Fe-Ni 30%)
- (b) transformation à faible hystérésis peu étalée $M_F < M_S < A_S < A_F$ (ex: Au-Cd 47,5%)
- (c) transformation à faible hystérésis très étalée $M_F < A_S < M_S < A_F$ (ex: Fe-Pt)

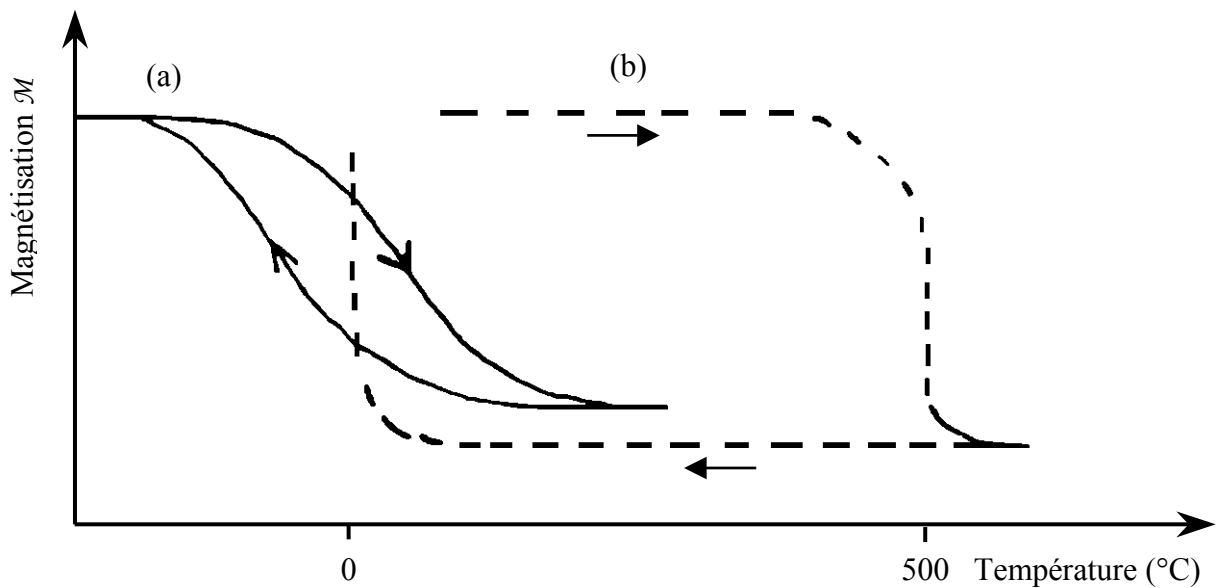


Figure I-12: Transformation martensitique suivie par la mesure de la magnétisation \mathcal{M} d'un alliage Fe 22,5% at Pt. [28].

- (a) Transformation martensitique thermoélastique à faible hystérésis pour un alliage ordonné.
- - - (b) Transformation martensitique non thermoélastique (irréversible) à forte hystérésis pour un alliage désordonné.

I-9 ASPECTS CINETIQUES

La cinétique de la transformation martensitique est gouvernée par deux phénomènes physiques différents: la germination et la croissance.

I-9.1 Germination

La germination est un ensemble de phénomènes qui conduisent à l'apparition du premier volume de martensite à partir de la phase mère. Cependant, la germination n'est pas encore bien connue et fait l'objet de plusieurs théories [29]. La théorie classique de la germination qui consiste à étudier la variation de l'énergie libre, due à la formation d'un petit volume de martensite en fonction de ses dimensions, s'est avérée inapplicable. D'autres théories traitant ce phénomène comme la théorie de Olson et Cohen [30], la théorie de Clapp [31] et celle de G. Guénin [2] furent alors avancées pour décrire ce processus.

I-9.2 Croissance

La croissance de la martensite est le processus de développement et de propagation de la martensite à partir du premier germe. Elle peut s'effectuer très rapidement (de l'ordre de grandeur de la vitesse du son) [25] et elle est indépendante de la vitesse de refroidissement. Cela indique que l'énergie d'activation du phénomène de croissance est pratiquement nulle et que la cinétique est essentiellement contrôlée par le processus de germination.

REFERENCE**[1] M. J. Buerger**

“Crystallographic aspect of phase transformation”

In Phase transformation in solids, J. Wiley New York, pp. 183–211, (1951).

[2] G. Guénin

“Contribution à l’étude de la nucléation des transformations martensitiques thermoélastiques cas de l’alliage ternaire Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 155 p., (1979).

[3] J. V. Christian, G. B. Olson, M. Morin

“Classification of displacive transformation: What is a martensitic transformation?”

In ICOMAT’95, (Lausanne, Suisse), Journal de Physique IV, supplément au journal de Physique III, Vol. 5, pp. 3–10, (1995).

[4] P. C. Clapp

“How would we recognize a martensitic transformation if it bumped into us on a dark and austynight ?”

In ICOMAT’95, (Lausanne, Suisse), Journal de Physique IV, supplément au journal de Physique III, Vol. 5, pp. 11–19, (1995).

[5] J. Van Humbeeck

“Studie en optimalizatie van de dempingscigenschappen van martensitieke koper-zinc aluminium legeringen”

Thèse: Sci: Leuven (Belgique), 308 p., (1983).

[6] G. Guénin, P. F. Gobin

“Les transformations de phases dans les solides minéraux”

Soc. Française Min. et Crist. 534 p., (1984).

[7] R. C. Gravie, S. K. Chan

“Application of a nonclassical nucleation theory to the monoclinic/tetragonal martensitic transformation of Zirconia”

In Proceedings of the 6th international conference, (Sydney, Australie) Materials Science Forum, Vol. 56–58, pp. 335–336, (1990).

[8] J. Van Humbeeck

“Aspects microstructuraux: relations entre la transformation martensitique et les propriétés thermomécaniques”

Technologie des alliages à mémoire de forme, Comportement mécanique et mise en œuvre, Paris: Hermes, pp. 89–100, (1994).

[9] H. Kribs

“Etude du vieillissement et de la stabilisation d’alliage à mémoire de forme: cas du CuAlMn”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 167 p., (1989).

[10] J. De Vos, L. Delaey, E. Aernoudt

“Theoretical analysis and physical transformation model for self-accommodating group of 9R martensitic variants”

Z. Metallkunde, Vol. 69, n°8, pp. 511–517, (1978).

[11] A. Amengual, F. C. Lovey, V. Torra

“The hysteretic behaviour of a single–interface martensitic transformation in Cu-Zn-Al Shape Memory Alloys”

Scripta Met., Vol. 24, pp. 2241–2246, (1978).

[12] M. Ahlers

“The stabilisation of martensite in Cu-Zn-Al alloys”

In ICOMAT’86, (Nara, Japon), pp. 786–793, (1986).

[13] J. Van Paemel, M. Cottam, L. Delaey

“The relation between displacive disorder, premartensitic instabilities and the martensite formation in β alloys”

Z. Metallkunde, Vol. 66, pp. 453–460, (1975).

[14] **J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade**

“Métallurgie du minerai au matériau”

2^{ème} édition, Dunod, 1177 p., (2002).

[15] **S. Sugimoto, H. Sakamoto, T. Hara, H. Tsuchiya**

“Effect of grain constraint, heat treatment and compositional change on the behaviour of martensitic transformation in alloys with composition near Cu-13Al-4Ni-1Zn (mass%)”

Journal de physique IV, colloque C8, Supplément au Journal de Physique III, Vol. 5, pp. 925–930, (1995).

[16] **P. Charbonnier**

“Influence des traitements thermiques sur la transformation martensitique d’un alliage à mémoire de forme Cu-Zn-Al-Ni. Phénomènes d’oxydation et de mise en ordre”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 156 p., (1992).

[17] **M. Mantel**

“Influence de l’ordre atomique et des défauts ponctuels sur la stabilisation de la phase martensitique dans un alliage à mémoire de forme Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 144 p., (1985).

[18] **G. Guénin, P. F. Gobin**

“Les alliages à mémoire de forme”

Matériaux et techniques, Vol. 10–11, 350 p., (1980).

[19] **Y. Adda, J. M. Dupouy, M. Balzer**

“Eléments de métallurgie physique”

Tome 4, Ed. INSTN-CEA, Paris, 398 p., (1990).

[20] **L. Contardo**

“Etude des traitements d’éducation, de la stabilité et de l’origine de l’effet mémoire de forme double sens dans un alliage Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 118 p., (1988).

[21] **C. Lopez Del Castillo, B. G. Mellor, M. L. Blazquez, G. Gomez**

“The influence of composition and grain size on the martensitic transformation temperature of Cu-Al-Mn shape memory alloys”

Scripta Metall, Vol. 21, pp. 1711–1716, (1987).

[22] **S. Belkahla**

“Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoire de forme basse température type Cu-Al-Be”.

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 132 p., (1990).

[23] **L. Kaufman, M. Cohen**

“The martensitic transformation in the iron nickel system”

Transf. Soc. Min. AIME, Vol. 206, pp. 1393–1401, (1956).

[24] **H. C. Tong, C. M. Wayman**

“Characteristic temperatures and other properties of thermoelastic martensitic”

Acta Metallurgica, Vol. 22, pp. 887–896, (1974).

[25] **M. Robin**

“Etude de la transformation martensitique en avalanche d’un alliage de fer à 32% nickel et de l’émission électrique associée”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 249 p., (1981).

[26] **J. Van Humbeeck**

“La transformation martensitique dans les alliages à mémoire de forme”.

Coordonnateurs: E. Patoor, M. Berveiller. Paris, Hermes, pp. 63–86, (1994).

[27] **M. Benchiheb**

“Contribution à l’étude du vieillissement sous contrainte d’un alliage ternaire à mémoire de forme Cu-Zn-Al”

Thèse de Magister, Université d’Annaba (Algérie), 107 p., (1993).

[28] **L. P. Kubin**

“Les alliages à mémoire de forme”

Ecole d’hiver de métallurgie physique sur l’ordre et le désordre dans les matériaux, Aussois, 17 p., (1984).

[29] **K. Kadau, P. Entel, T. C. Germann, P. S. Lomdahl, B. L. Holian**

“Large-scale molecular-dynamics study of the nucleation process of martensite in Fe–Ni alloys”

In ESOMAT’2000, Journal de Physique IV, Vo.11, pp. 17–22, (2001)

[30] **G. B. Olson, M. Cohen**

“A general mechanism of martensitic nucleation: Part. II. F.C.C → B.C.C and other martensitic transformations”

Met. Transf., Vol. 74, pp. 1905–1914, (1976).

[31] **P. C. Clapp**

“A localized soft mode theory for martensitic transformations”

Phys. Stat. Sol. (b), Vol. 57, pp. 333–341, (1976).

CHAPITRE –II–

PROPRIETES THERMOMECHANIQUES DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME ET LEURS APPLICATIONS

CHAPITRE –II–

PROPRIETES THERMOMECHANIQUES DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME ET LEURS APPLICATIONS

II-1 INTRODUCTION

Les alliages à mémoire de forme sont des matériaux bien connus depuis environ une cinquantaine d'années, font partie d'une nouvelle catégorie de matériaux dite «matériaux intelligents». Ils présentent des propriétés thermomécaniques spécifiques, différentes de celles des alliages ordinaires, qui sont directement liées à la transformation martensitique thermoélastique. Parmi ces différentes propriétés on peut citer: l'effet mémoire de forme, l'effet mémoire double sens, l'effet caoutchoutique, l'effet superélastique, l'amortissement, etc...

L'effet mémoire de forme se manifeste par la récupération de la forme initiale, d'un état prédéformé, par un simple chauffage. Ce phénomène a été découvert en 1932 par des américains sur les alliages or-cadmium (Au-Cd) [1]. Cependant, Il a fallu attendre plusieurs années (1962) pour la découverte de ce phénomène sur un autre alliage le Nitinol (Ti-Ni) [2]. Actuellement, les alliages Ti-Ni sont parmi les AMF les plus prometteurs du point de vue applications industrielles: aéronautique, robotique, biomédical, ... La contribution de la recherche a permis dans les années 80, la découverte de nouveaux alliages moins onéreux à base de cuivre qui présentent aussi l'effet mémoire de forme. Toutefois, leur utilisation est moins performante en particulier dans le domaine biomédical.

II-2 PROPRIETES THERMOMECHANIQUES

II-2.1 Effet mémoire de forme simple sens

L'effet mémoire de forme (figure II-1) est certainement la propriété thermomécanique la plus importante des alliages à mémoire de forme et qui est à l'origine de leur dénomination. Lorsqu'un échantillon à l'état martensitique ($T < M_f$), est déformé de plusieurs pourcents sous l'effet d'une contrainte, il peut reprendre sa forme initiale après le retrait de la contrainte par un simple chauffage au dessus de A_f : c'est l'effet mémoire de forme (Shape Memory Effect: SME).

Le retrait de la contrainte dans l'état martensitique, ne permet pas à toutes les variantes de retrouver leur orientation d'origine et une déformation permanente subsiste. Un chauffage est alors nécessaire pour que les variantes de martensite se résorbent totalement. L'effet mémoire est observé pour des matériaux polycristalins, comme pour des monocristaux, mais avec une amplitude plus faible.

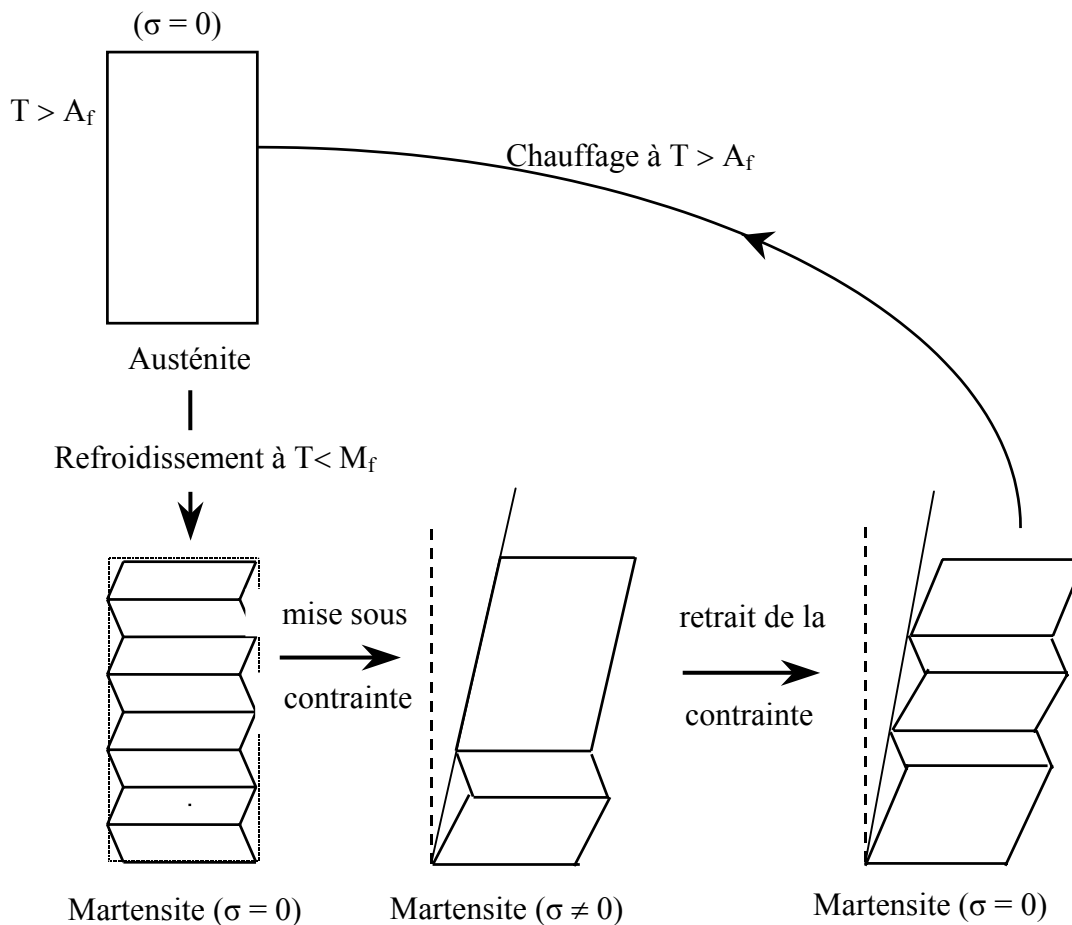


Figure II-1: Schématisation de l'effet mémoire de forme simple sens.

II-2.2 Effet caoutchoutique

L'effet caoutchoutique est obtenu lors d'une sollicitation isotherme à une température inférieure à M_f , c'est à dire en phase martensitique. L'application de la contrainte à un échantillon à une température $T < M_f$ engendre une réorientation préférentielle de certaines variantes suivant la direction de la contrainte appliquée et crée une déformation macroscopique.

Si on supprime la contrainte, une partie de la déformation est récupérée par un retour partiel des variantes de martensite, il subsiste alors une déformation permanente (figure II-2), c'est l'effet pseudoélastique. Dans cet état prédéformé, lorsque l'échantillon subit un nouveau cycle de contrainte déformation $0 \rightarrow \sigma \rightarrow 0$, on décrit alors un fuseau (figure II-3), dont la pente est beaucoup plus faible que celle correspondant à un retour élastique pur, c'est l'effet caoutchoutique.

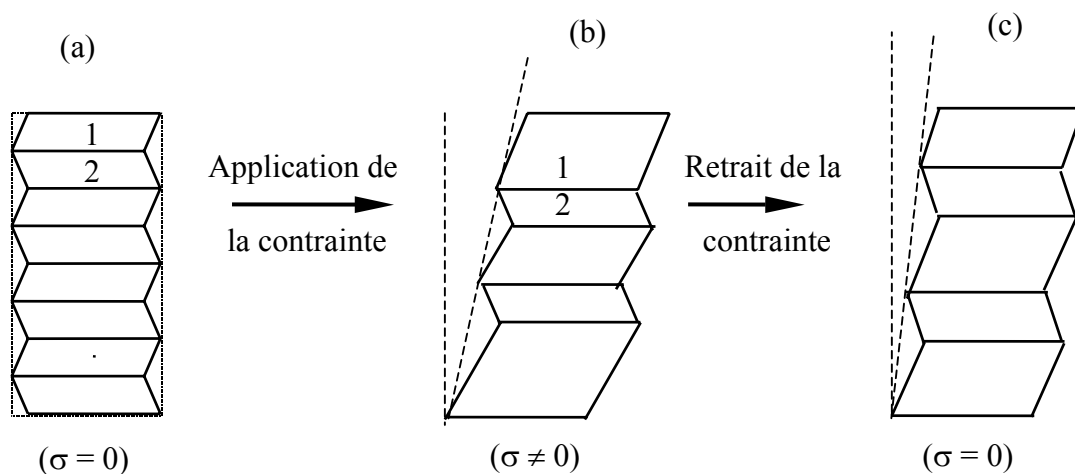


Figure II-2: Déformation macroscopique associée à la formation des variantes de martensite

- (a): Avant application de la contrainte: les variantes sont équiprobables
- (b): Application de la contrainte de cisaillement σ : croissance préférentielle de la variante de type 1 par rapport à la variante de type 2.
- (c): Retrait de la contrainte: une déformation permanente subsiste.

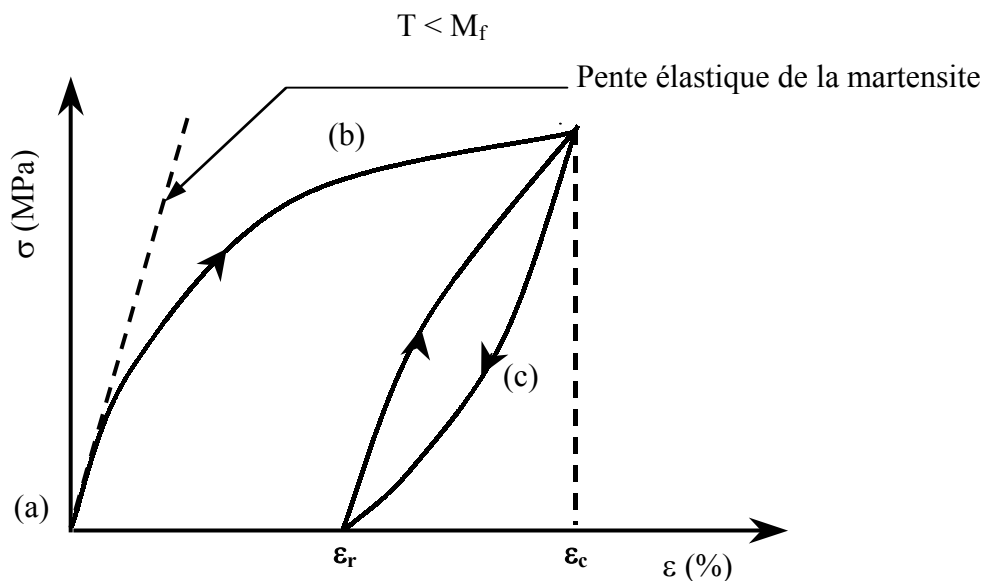


Figure II-3: Représentation schématique de l'effet caoutchoutique.

- (a) : état martensitique ($\sigma = 0$).
- (b) : application de la contrainte.
- (c) : retrait de la contrainte.

II-2.3 Effet superélastique

La transformation martensitique directe se produit par un abaissement de la température à partir de M_s , comme elle peut être induite par l'application d'une contrainte à une température M_σ supérieure à M_s .

Le fait d'appliquer une contrainte progressive et suffisamment élevée à une température $T > A_f$, provoque l'apparition d'une déformation importante dans le sens de la contrainte appliquée, due à l'orientation préférentielle des variantes de martensite qui sont induites mécaniquement.

En l'absence de contrainte, la martensite est instable et lorsqu'on effectue la décharge, l'échantillon va récupérer sa forme initiale avec une hystérésis en contrainte (figure II-4). Si la température d'essai T_i est trop élevée par rapport à A_f , il y a risque de concurrence entre la transformation martensitique et la déformation plastique de l'austénite. Au dessus de cette température limite, notée M_d , on ne peut plus induire de la martensite, mais on provoque la déformation plastique de l'austénite (figure II-5).

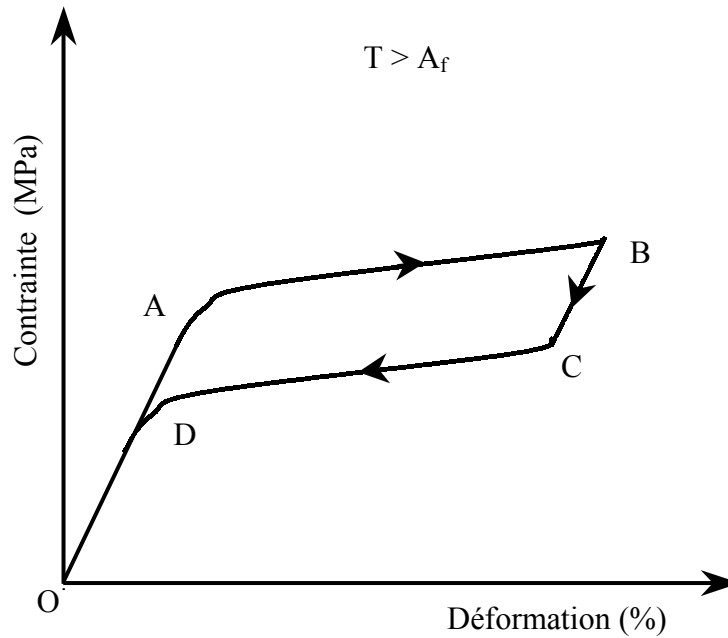


Figure II-4: Courbe contrainte-déformation schématisant l'effet superélastique.

- OA: déformation élastique de l'austénite.
- AB: déformation due à la martensite induite par la contrainte appliquée.
- BC, CD: réversion de la martensite en austénite.
- DO: réversion de la déformation élastique de l'austénite.

L'étude thermodynamique de la transformation martensitique induite mécaniquement par une contrainte uniaxiale sur un monocristal décrit l'effet superélastique par une relation simple liant la température d'essai à la contrainte appliquée. La variation linéaire de $\sigma_{M \rightarrow A}$ en fonction de la température est définie par une pente $d\sigma/dT$ (figure II-5) qui conduit à une extension de la loi de Clausius Clapeyron:

$$\frac{d\sigma}{dM_s(\sigma)} = \frac{\rho\Delta H}{\varepsilon M_s(\sigma)}$$

Où:

- ΔH : enthalpie massique de la transformation martensite–austénite.
- ρ : masse volumique.
- ε : déformation de transformation correspondant à la transformation complète.
- σ : contrainte uniaxiale appliquée.
- $M_s(\sigma)$: température de début de transformation.

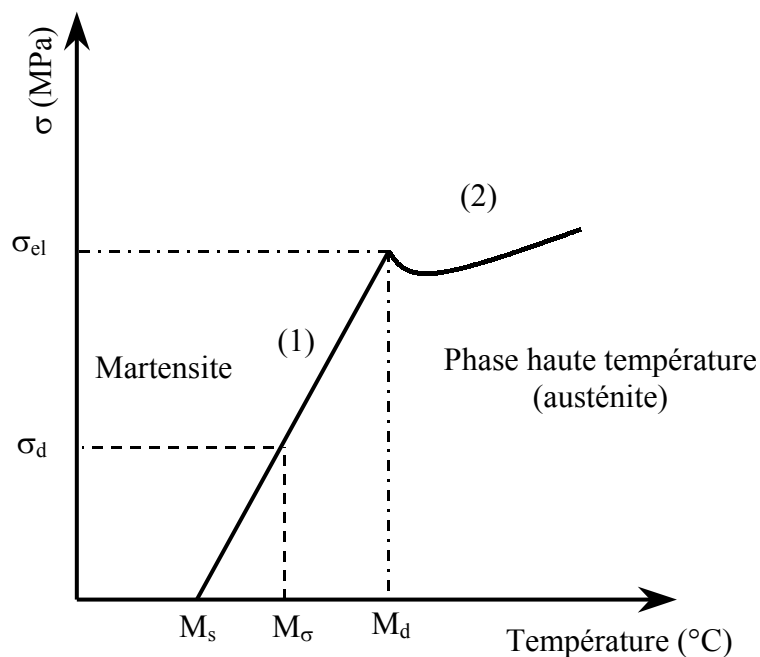


Figure II-5: Evolution de la température de début de transformation martensitique en fonction de la contrainte appliquée.

(1) $\sigma < \sigma_{el}$: entre M_d et M_s on a formation de la martensite sous contrainte appliquée.

Dans ce cas, la martensite conduit à une déformation importante dans le sens de la contrainte.

(2) $\sigma > \sigma_{el}$: pour $T > M_d$, la limite élastique de l'austénite est dépassée. Il n'y a plus formation de la martensite mais on provoque la déformation plastique de l'austénite.

II-2.3.1 Effet superélastique dans les monocristaux

Dans ce cas, on observe lors d'un cycle σ - ε un plateau horizontal parce qu'il y a une seule variante de martensite orientée qui est favorisée par l'application de la contrainte (figure II-6).

II-2.3.2 Effet superélastique dans les polycristaux

Dans ce cas, l'application de la contrainte va favoriser le développement de plusieurs variantes et ceci pour les différents grains qui constituent le cristal. A cause des frottements et des problèmes d'accommodation aux joints de grains, la pente de l'allure σ - ε ne sera pas nulle et la croissance des ces variantes de martensite se fait dans tout le matériau (figure II-6). A titre d'exemple, dans le cas des monocristaux de CuZnAl on peut atteindre une déformation de 10% alors qu'elle n'est que de 3% seulement dans les polycristaux [3].

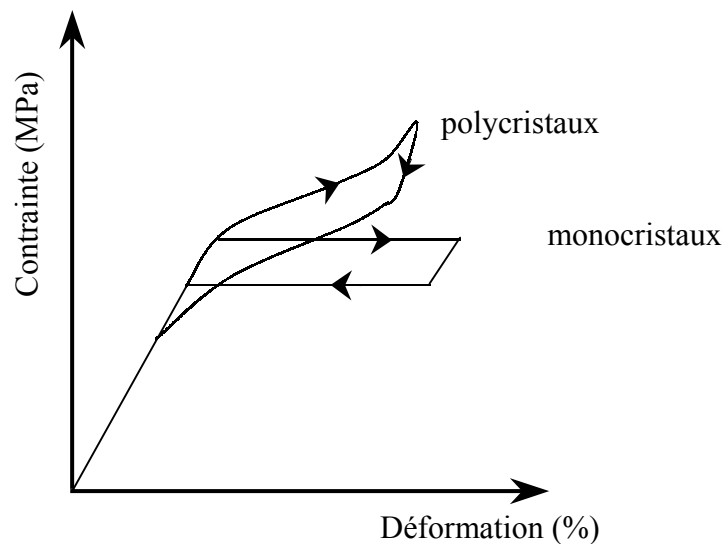


Figure II-6: Courbes superélastiques dans les monocristaux et polycristaux

II-2.4 Effet mémoire double sens

L'effet mémoire double sens est le passage réversible d'une forme haute température à une forme basse température lors d'un cyclage thermique en l'absence de toute action mécanique. Ce phénomène est obtenu grâce à différents traitements thermomécaniques appelés «*éducation*» [4 à 8]. Il peut être produit, soit par un vieillissement isotherme, soit par un cyclage mécanique ou thermique sous contrainte. L'éducation crée des défauts au sein du matériau qui permettent de changer la forme macroscopique par un simple balayage thermique. L'effet mémoire double sens est illustré schématiquement sur la figure II-7.

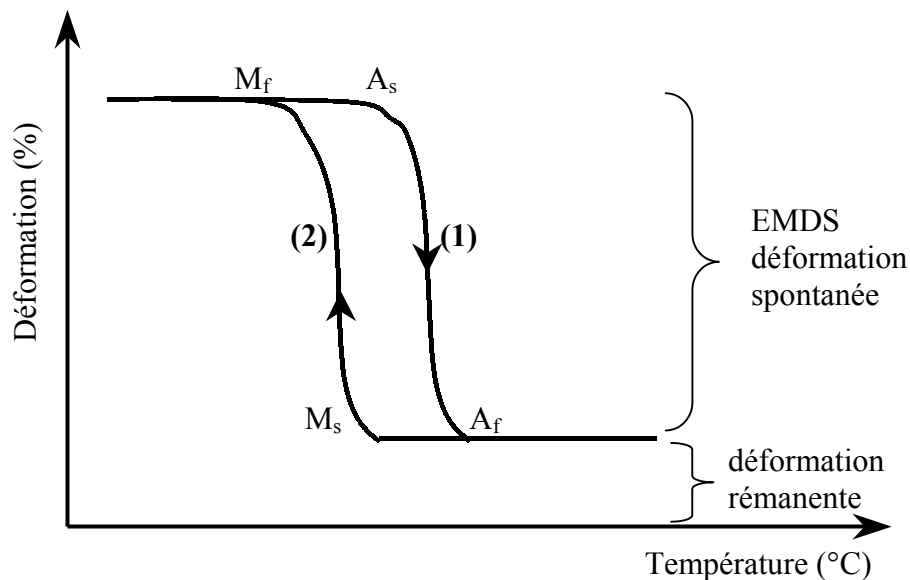


Figure II-7: Cycle représentant l'effet mémoire double sens

- (1) effet mémoire direct
- (2) effet mémoire inverse

La figure II-8 résume l'ensemble des phénomènes thermomécaniques pouvant se produire dans les alliages à mémoire de forme.

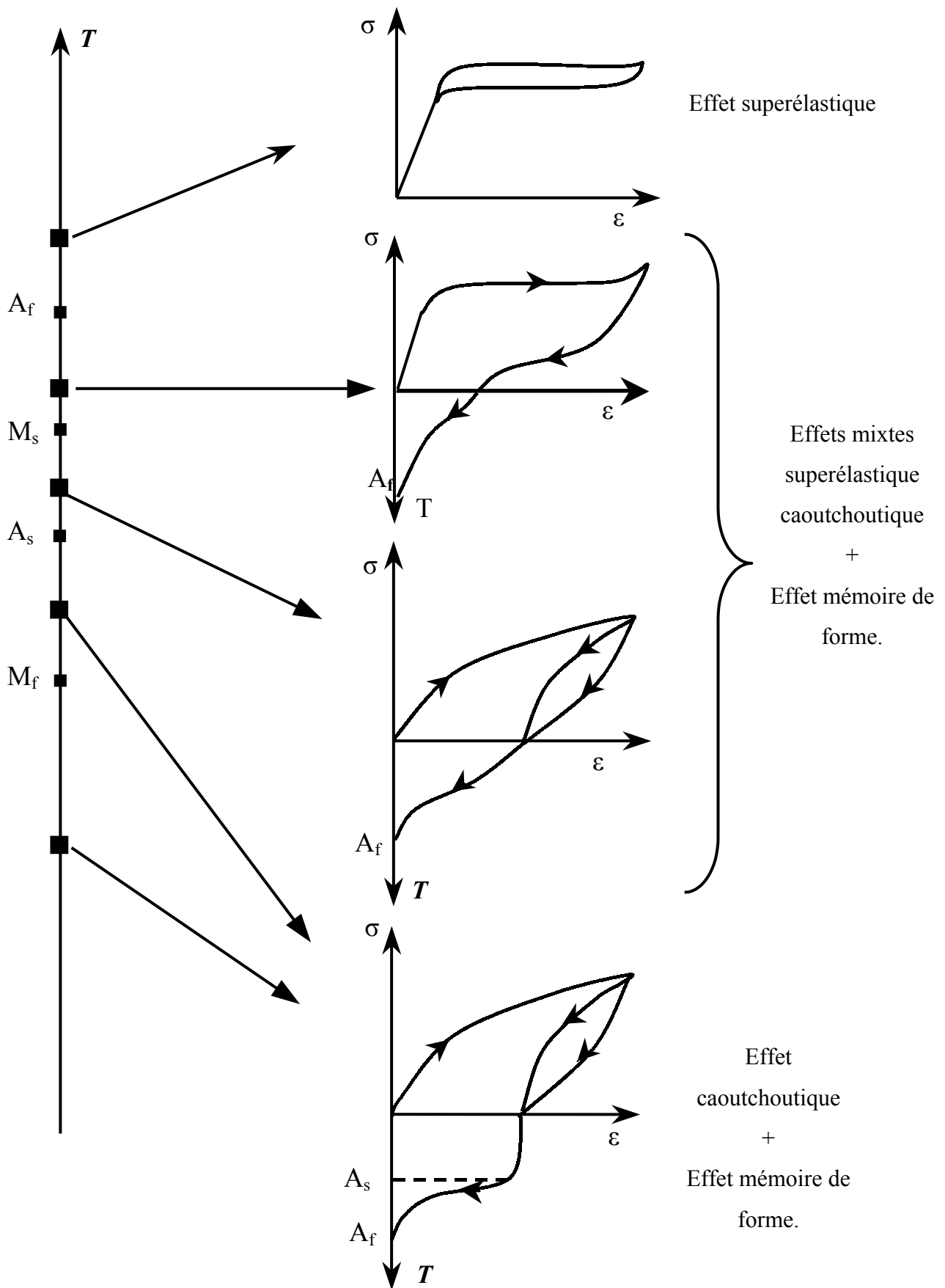


Figure II-8: Résumé du comportement thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme [9]

II-3 APPLICATIONS DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

Les différents types d'alliages à mémoire de forme, base cuivre, base TiNi, ..., présentent un grand intérêt dans divers domaines. Leurs applications sont généralement basées sur leurs caractéristiques spécifiques qui découlent de leur propriétés:

- ✓ effet mémoire de forme simple sens
- ✓ effet mémoire de forme double sens
- ✓ superélasticité
- ✓ amortissement

Domaine biomédical: dans ce domaine les applications sont multiples [10]. On peut citer quelques applications intéressantes.

- Lunetterie: la planche 1 montre une application de la superélasticité qui concerne les branches de lunettes [11, 12]. Les branches des lunettes récupèrent leur forme initiale (1) après une déformation macroscopique importante (2 et 3).
- Orthodontie: la planche 2 présente des instruments endodonties et également des fils dentaires qui sont utilisés sous forme de dispositifs de correction dentaire [13].
- Chirurgie: une application spectaculaire concerne la fabrication de filtres sanguins pour piéger des caillots sanguins dans les vaisseaux pour les empêcher d'arriver au cœur ou au cerveau [14]. A la température du corps humain, le dispositif introduit dans les veines, se réchauffe, se déploie et prend sa forme définitive en forme de poire.

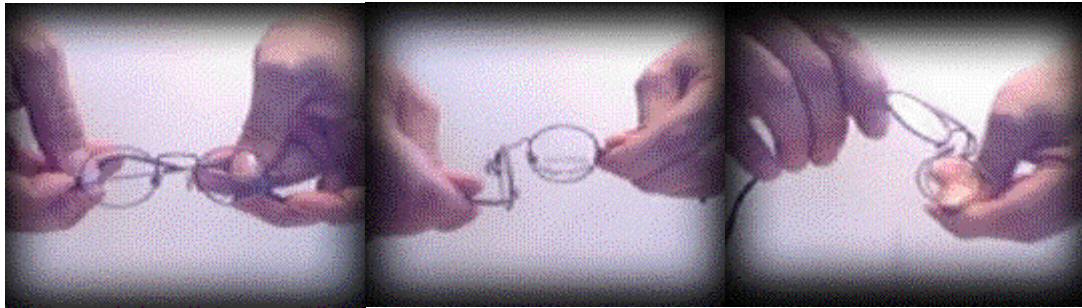
Domaine spatial:

- Déploiement d'antennes de satellites qui prennent leur forme déployée sous l'effet de la température interstellaire [12, 15, 16].

Autres domaines:

- Les planches 3 et 4 montrent d'autres applications des AMF telles que:
 - Détecteurs pour l'ouverture et la fermeture automatique des circuits hydrauliques.
 - Détecteurs de fumée.
 - Détecteurs de rupture dans les chaînes de froid.

- Robotique: ils sont utilisés comme des muscles sous forme de fils.
- De plus, les AMF peuvent être utilisés comme des dispositifs de connexion, en biologie, en agroalimentaire (ouverture et fermeture automatique des portes et fenêtres des serres) [17, 18], ...



(1)

(2)

(3)

Planche 1: Branches de lunettes en AMF.

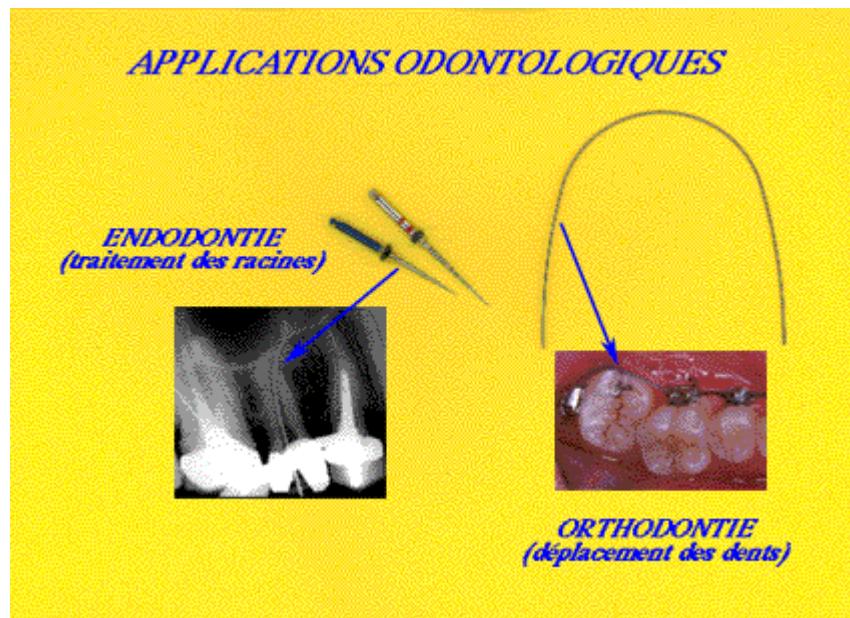


Planche 2: Instruments endodonties

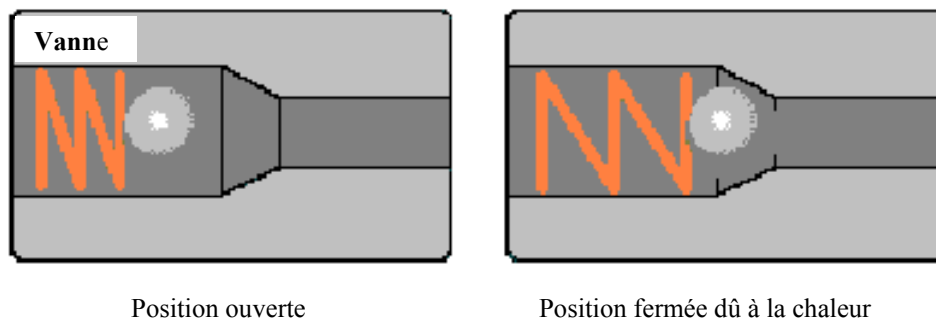
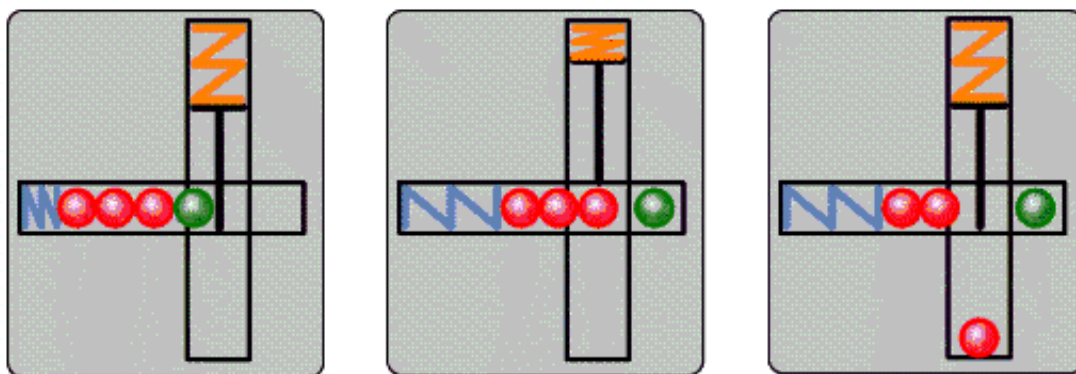


Planche 3: *Valves de circuits de gaz*



Etape 1: Thermomarqueur en position initiale.

Etape2: la bille verte indique que le thermomarqueur est armé (dû au froid)

Etape 3: la bille rouge indique une rupture de la chaîne du froid: le ressort s'est déclenché suite à l'augmentation de la température.

Planche 4: *Thermomarqueur.*

REFERENCE

[1] **X. Ren, K. Otsuka**

“Origin of rubber-like behaviour in metal alloys”

Nature, Vol. 389, pp. 579–562, (1997)

[2] **F. Augereau, G. Despaux, V. Gigot, S. Leclercq**

“An ultrasonic prospecting of shape memory alloy behaviour under thermal charges”

Journal of materials Science, Vol. 33, pp. 4079–4084, (1998).

[3] **A. Hautcoeur, A. Eberhardt, E. Patoor, M. Berveiller**

“Thermomechanical behaviour of monocristalline CuAlBe shape memory alloys and determination of the metastable phase diagram”

In ESOMAT’94, Journal de Physique IV, supplément au Journal III, Vol. 1995, pp. 459–464, (1995).

[4] **L. Contardo**

“Etude des traitements d’éducation, de la stabilité et de l’origine de l’effet mémoire de forme double sens dans un alliage Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 118p., (1988).

[5] **T. W. Duering, J. Albertch, G. H. Gessinger**

“A shape memory alloy for high temperature application”

Journal of Metals, Vol. 34, pp. 93–113, (1982).

[6] **R. Rapacioli, V. Torra, E. Cesari**

“Two way memory due to stabilized martensite”

Scripta. Metall., Vol. 22, pp. 261–264, (1988).

[7] **G. Guénin**

“The way memory in relation to the nucleation and growth of martensite”

In Proceedings of the European Conference on Martensitic Transformation in Science and Technology, (Bochum, Allemagne), pp. 39–52, (1989).

[8] **H. F. Zuniga**

“Stabilité thermique de la phase β et de l’effet mémoire double sens d’un alliage à mémoire de forme du type CuAlBe”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 150 p., (1993).

[9] **M. Benchiheb**

“Contribution à l’étude du vieillissement sous contrainte d’un alliage ternaire à mémoire de forme Cu-Zn-Al”

Thèse de Magister, Université d’Annaba (Algérie), 107p., (1993).

[10] **E. P. Ryklina, I. Yu, Khmenevskaya, T. V. Morozava, S. D. Prokoshkin**

“Biomedical engineering in designing and application of nitinol stents with the shape memory effect”

In Third International Conference on Intelligent Materials, (Lyon, France), pp. 991–993, (1996).

[11] **L. Federzoni**

“Etude d’un acier inoxydable à mémoire de forme”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 210p. (1993).

[12] **E. Patoor, M. Berveiller**

“Les alliages à mémoire de forme”

Technologies de pointe, Paris: Hermes, 64 p., (1990).

[13] **F. J. Gil, J. A. Planell**

“Shape memory alloys for medical applications”

Proc. Instn. Mech. Engrs., Vol. 212, Part H, pp. 473–488, (1998).

[14] **M. L. Salhi**

“Les matériaux intelligents et leur applications dans l’industrie moderne”

Mémoire de Magister, Université de Constantine (Algérie), 128p., (2003).

[15] **K. N. Melton**

“Ti-Ni based shape memory alloys”

Engineering aspects of shape memory alloys. London: Butterworth–Heinemann, pp. 234–243, (1990).

[16] **J. D. Chute**

“Eyeglass frames and SMA the challenge and the product”

Engineering aspect of shape Memory Alloys. London: Butterworth–Heinemann, pp.420–425, (1990).

[17] **A. Cragg, G. Lund, E. Salomonowitz, F. Castaneda, W. Castaneda-Zuniga, K. Amplatz**

“Non surgical placement of material endoprotheses: A new technique using Nitinol wire Radiology”

AIR, Vol. 145, pp. 351–355, (1982).

[18] **A. Cragg, G. Lund, E. Salomonowitz, F. Castaneda, W. Castaneda-Zuniga, K. Amplatz**

“A new percutaneous vena cava filter”

AIR, Vol. 141, pp. 601–604, (1983).

CHAPITRE –III–

ALLIAGE ETUDIE Cu-Zn-Al ET LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES

CHAPITRE –III–

ALLIAGE ETUDIE Cu-Zn-Al ET LES TECHNIQUES EXPERIMENTALES

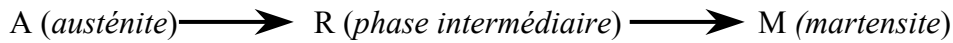
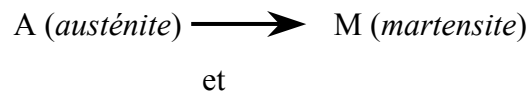
III-1 INTRODUCTION

Le premier alliage présentant un effet mémoire de forme (AMF) a été identifié dans les années 30 dans le système Au-Cd [1]. Aujourd'hui, de nombreux systèmes appartenant à différentes familles (base Fer, base Ti-Ni et base Cu) ont été développés pour répondre à la demande des partenaires industriels. Ce sont les alliages intermétalliques qui présentent les applications les plus intéressantes tels que: Cu-Al, Au-Cd, Cu-Zn, Cu-Al-Mn, Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni, CuAlBe, etc... Actuellement, les alliages les plus couramment utilisés dans l'industrie sont les alliages type Ti-Ni et Cu-Zn-Al et dans une moindre mesure les alliages à base de fer (Fe-Mn-Si).

III-2 ALLIAGES BASE Ti-Ni

Proche de la composition équiatomique, les alliages Ti-Ni présentent une transformation thermoélastique. A haute température, la phase β est stable et présente une structure ordonnée B_2 de type Cs-Cl.

La température de début de transformation inverse A_s est de l'ordre de 60 à 70°C. Elle dépend de la composition ainsi que du traitement thermomécanique. La température de début de transformation martensitique peut varier entre -200 et +100°C et décroît rapidement avec l'augmentation de la composition en Ni. D'un autre côté, le système Ti-Ni présente une transformation martensitique qui peut s'effectuer selon deux chemins différents:



La phase R est une phase intermédiaire qui apparaît au refroidissement sous certaines conditions telles que:

- addition d'un troisième élément [2]: fer, cuivre, aluminium, ... etc.
- écrouissage à froid suivi d'un recuit à des températures inférieures à la température de recristallisation (650°C) [3, 4, 5].
- cyclage thermique [4, 6].

L'ajout de quelques éléments peut modifier les propriétés mécaniques ainsi que la température de transformation. Par exemple, l'adjonction de cuivre à des proportions supérieures ou égales à 10% stabilise M_s [7]. Les alliages Ti-Ni ont de bonnes propriétés mécaniques et physiques telles que: faible conductivité thermique, bonne résistance à la corrosion, comportement en fatigue nettement supérieur aux autres AMF, ...

III-3 ALLIAGES BASE FER

Dans les aciers, contrairement aux alliages à base de cuivre ou Ti-Ni, la transformation martensitique existe mais elle n'a pas en général un caractère thermoélastique (hystérésis de l'ordre de 100 à 200°C). Dans les alliages base fer, on peut rencontrer trois types de transformations martensitiques [8]:

- Cubique faces centrées (C.F.C) dans les systèmes: **Fe-Pt, Fe-Pd**.
- Cubique centrée ou tétragonale centrée (*notée martensite α*) dans les systèmes: **Fe-Ni-Co-Ti, Fe-Ni-C, Fe-Ni-Nb**.
- Hexagonale compacte (HC) (*notée martensite ϵ*) dans les systèmes: **Fe-Mn-Si, Fe-Mn-Co, Fe-Cr-Ni-Mn-Si** [9].

Parmi tous ces systèmes à base de fer, seuls les alliages **Fe-Pt, Fe-Pd, Fe-Mn-Si, Fe-Ni-Co-Ti** présentent une transformation martensitique thermoélastique avec une forte hystérésis et un étalement en température très important. Ces alliages peuvent présenter un intérêt pour l'industrie dans le domaine des dispositifs de connexion [9].

III-4 ALLIAGES BASE CUIVRE

Les AMF à base cuivre sont nombreux et présentent généralement une hystérésis moindre comparée aux alliages Ti-Ni. Nous allons donner un aperçu des systèmes les plus importants parmi ces alliages.

III-4.1 Cu-Zn

L'alliage **Cu-Zn**, de composition équiatomique, est de structure β (C.C) qui s'ordonne en dessus de 700–750K pour donner la structure B_2 de type (Cs-Cl) (figure III-1) [10]. La transformation martensitique ne se produisant qu'à partir de la phase β (c.c) qui n'est stable qu'à haute température, il est nécessaire de tremper les échantillons pour garder cette phase à l'ambiante. Cette phase β (C.C) présente une transformation martensitique pour des concentrations en zinc situées entre 38 et 50% atomique. C'est une phase très fragile, dure et se décompose en un mélange ($\alpha + \beta$) entre 1123 et 873K selon la composition de l'alliage. Le domaine d'existence de cette phase est illustré sur la figure III-2.

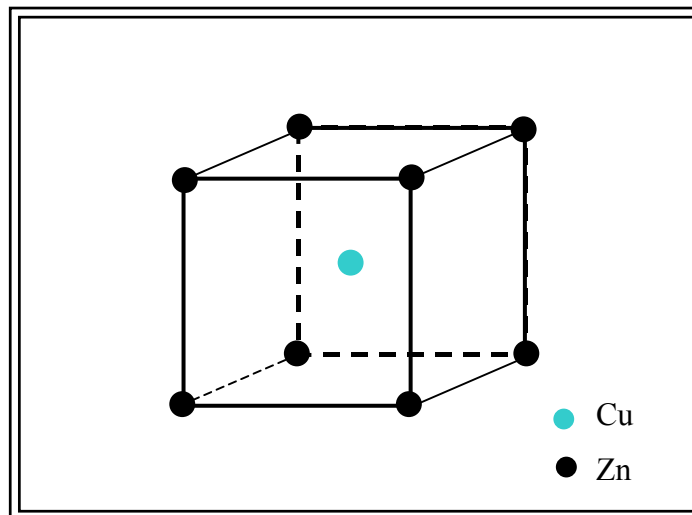


Figure III-1: Structure ordonnée B_2 (type CsCl)

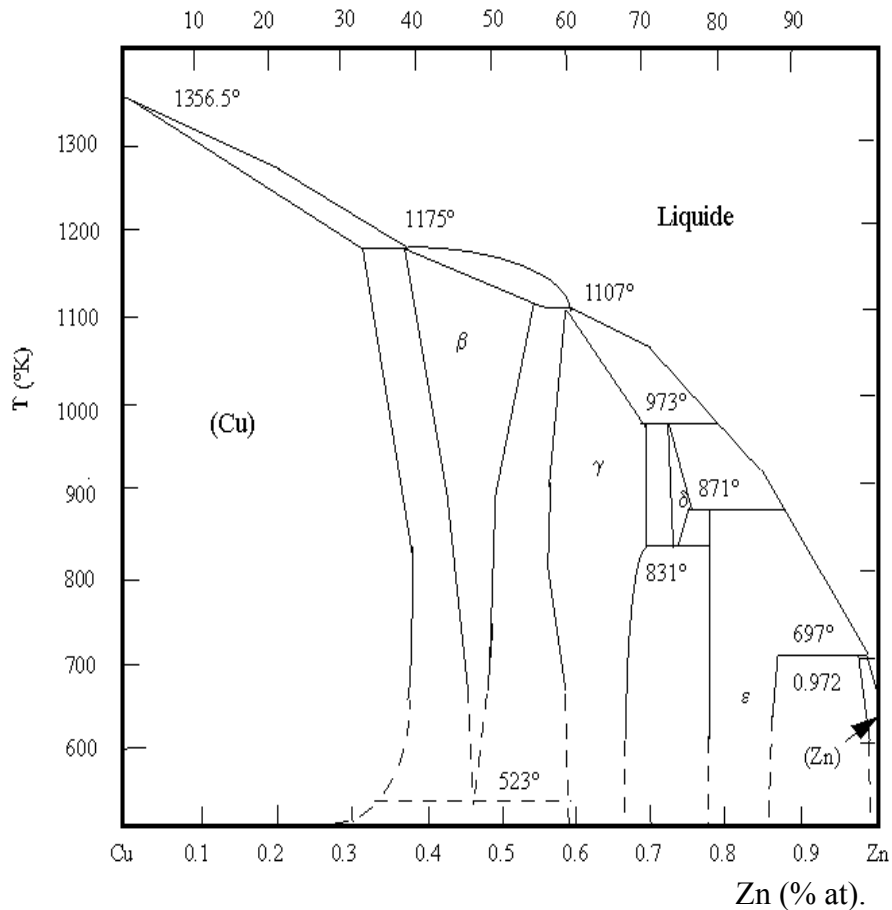


Figure III-2: Diagramme d'équilibre Cu-Zn.

III-4.2 Cu-Al-Ni

On peut considérer ce système comme un dérivé de l'alliage binaire Cu-Al [11, 12]. L'alliage Cu-Al-Ni présente une phase β , stable à haute température, qui est susceptible de se transformer, par trempe, en martensite. Cet alliage est d'une part peu sensible aux phénomènes de stabilisation et de vieillissement et d'autre part possède d'excellentes propriétés pour un large domaine de températures (50°C à 180°C). L'addition de nickel au système binaire modifie très peu la température de transformation [13, 14]. Cependant, il est difficile à mettre en forme à froid.

III-4.3 Cu-Al-Be

Cet alliage peut être également considéré comme un dérivé de l'alliage binaire Cu-Al. Belkahla a fait une étude sur l'alliage ternaire Cu-Al-Be, proche de la composition eutectoïde [11, 15]. Il a montré que cet alliage présentait une grande stabilité thermique. L'adjonction du

béryllium en faible quantité a des effets sur les points de transformation martensitique et sur le diagramme d'équilibre. Selon la composition, cet alliage peut présenter des températures de transformation variant entre -200 et $+60^{\circ}\text{C}$. Le palier eutectoïde est abaissé en température par rapport à celui de l'alliage binaire Cu-Al mais la température de mise en solution β reste la même [11, 15].

III-4.4 Cu-Zn-Al

Cet alliage faisant l'objet de notre travail, aussi nous nous étalerons un peu plus sur sa présentation. La difficulté d'obtenir des alliages possédant un effet mémoire de forme (EMF) dans la famille des binaires Cu-Zn a conduit à développer ce type d'alliage. Il s'obtient par l'addition de l'aluminium en faible quantité dans le système binaire Cu-Zn. Cet ajout permet d'une part d'avoir la transformation martensitique sur une gamme de température beaucoup plus large et d'autre part de pouvoir choisir la température de transformation M_s , tout en conservant des conditions métallurgiques intéressantes (élaboration, usinabilité, trempe). Un inconvénient majeur de ce type d'alliage est leur sensibilité au vieillissement (maintien prolongé à une température donnée). L'adjonction de Ni dans le système ternaire Cu-Zn-Al permet d'améliorer la trempabilité et la tenue au vieillissement [14].

III-4.4.1 Diagramme d'équilibre

Dans ces alliages ternaires, l'austénite (phase β) est de structure cubique centrée (C.C), métastable à basse température comme le montre la figure III-3 [16]. Cette figure présente le domaine d'existence de la phase β en fonction de la concentration d'ajout d'aluminium dans le laiton (Cu-Zn). La phase β peut présenter trois transitions d'ordre différentes en fonction de la température: type B_2 , type DO_3 et type de Heusler $L2_1$ qui correspondent au placement préférentiel de certains atomes sur certains nœuds du réseau (figures III-1 et III-4). La différence entre les deux types d'ordres DO_3 et $L2_1$ se situe essentiellement au niveau de la nature des atomes en présence.

A haute température (inférieure à 600°C), en plus de la phase austénitique β , on note la présence des phases α et γ bien mises en évidence sur le diagramme de phase. La phase α est de structure C.F.C très malléable, par contre la phase γ est une phase de structure ordonnée complexe et très fragile.

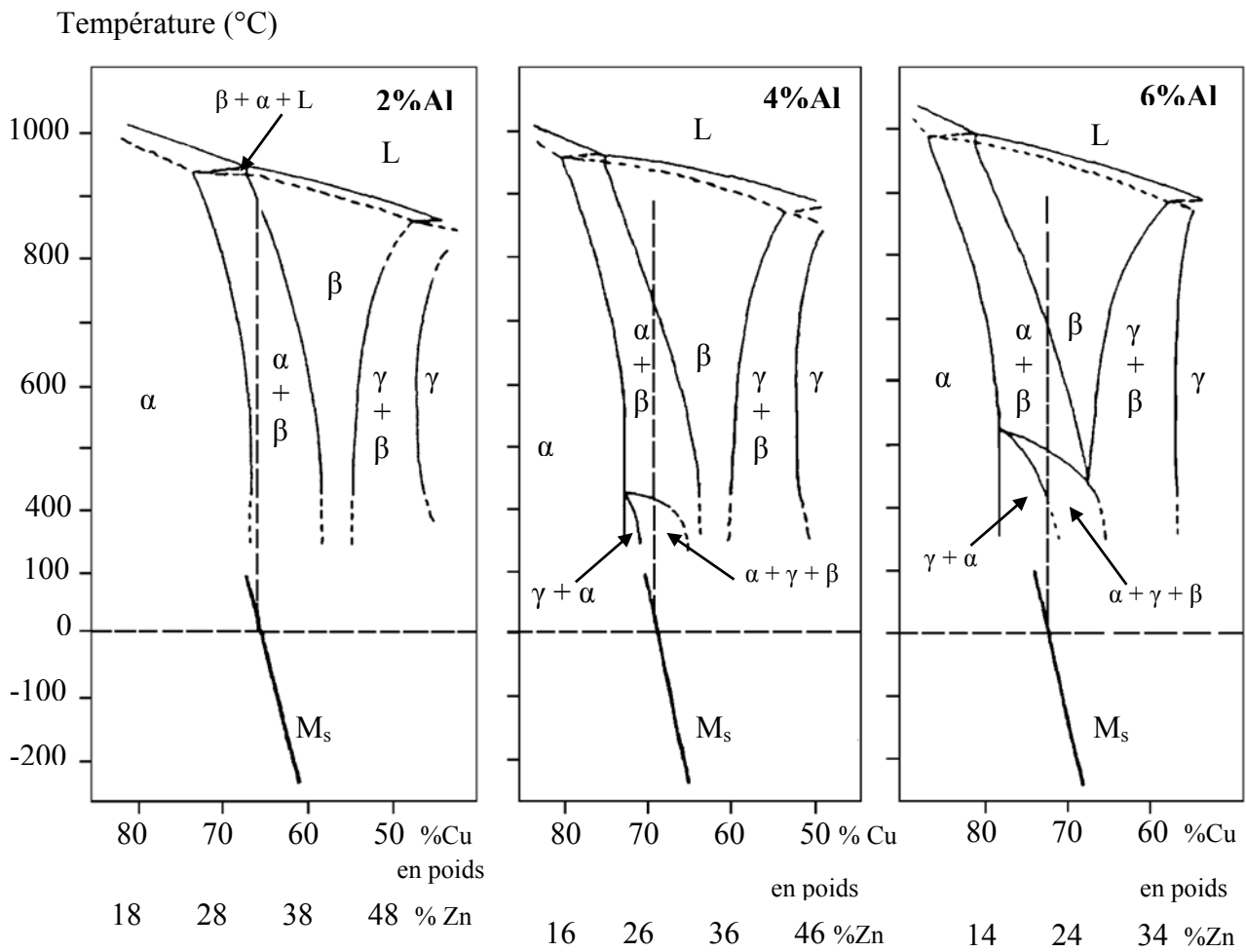


Figure III 3: Coupes de diagrammes ternaires de Cu-Zn-Al pour différents taux d'Al [16].

— Courbes donnant les valeurs de M_s .

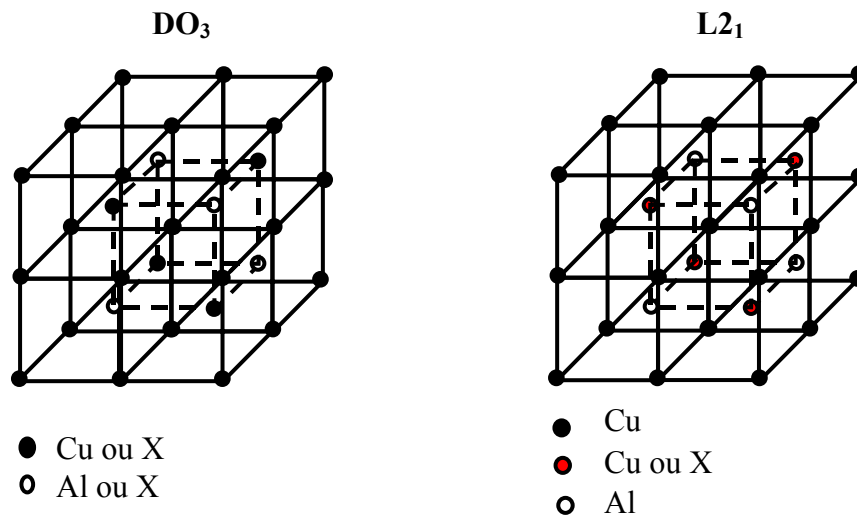


Figure III-4: Structures ordonnées DO₃ (type Fe₃Al) et L₂₁.

III-4.4.2 Aspect cristallographique

Selon la composition et l'état ordonné de la phase mère, la phase martensitique d'un alliage Cu-Zn-Al peut se présenter sous trois formes différentes correspondant à des empilements différents:

- ❖ La martensite α' est de structure cubique à face centrée maclée. Elle est présente dans les alliages contenant peu ou pas d'aluminium.
- ❖ La martensite γ' , se produit pour des alliages riches en aluminium et correspond à un empilement (AB) (hexagonal compact) et possède une microstructure maclée. Cette martensite peut présenter des fautes d'empilement internes.
- ❖ La martensite β' , obtenue pour des alliages dont la teneur en aluminium est intermédiaire, correspond à un empilement ABCBCACAB et selon l'ordre de la phase mère, différents symboles lui sont attribuée (figure III-5).

Phase mère désordonnée β'	}	séquence ABCBCACAB appelée martensite 9R (M9R).
Phase mère B_2		
Phase mère DO_3	}	séquence $AB'CB'CA'CA'BA'BC'$ appelée martensite 18R (M18R).

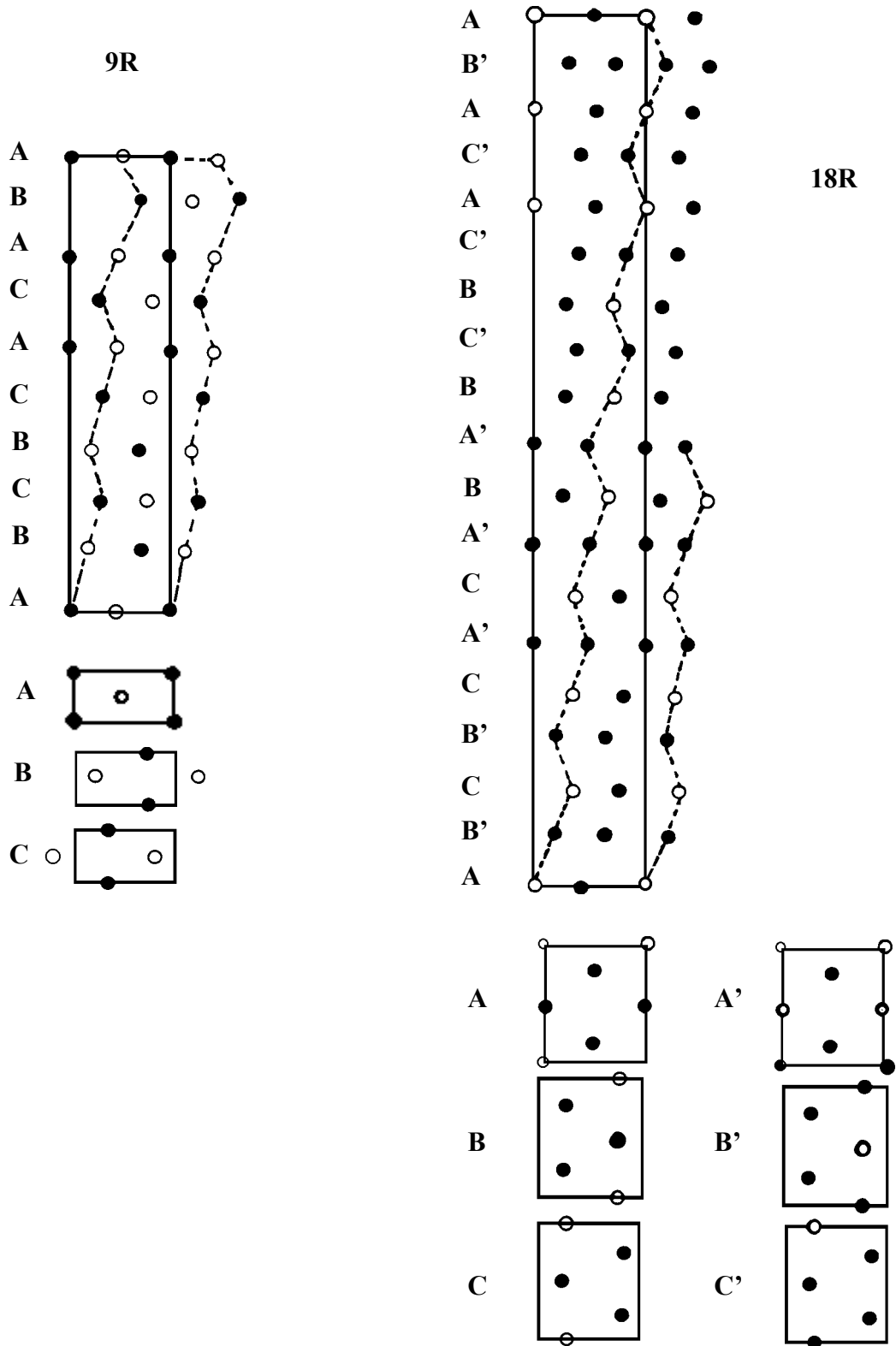


Figure III-5: Structures 9R et 18R correspondant à des alliages B_2 et DO_3 respectivement [17].

III-4.4.3 Influence du degré d'ordre sur les points caractéristiques

Le degré d'ordre, obtenu par différents traitements thermiques, engendre une variation des points caractéristiques de la transformation martensitique [18, 19, 20]. Les résultats des calculs de la température critique de mise en ordre sont représentés sur la figure III-6 [21]. Il semble que l'ordre ne peut être évité même par une trempe violente et la trempe n'a d'effet que sur la taille des domaines d'ordres [22, 23].

III-4.4.4 Influence de la concentration sur l'effet mémoire de forme

Les alliages ternaires Cu-Zn-Al ne présentent pas nécessairement tous l'effet mémoire et la restitution de forme peut ne pas être totale. En effet, leurs propriétés dépendent des traitements thermomécaniques préalables (voir chapitre II) et des concentrations respectives des divers éléments [24] (figure III-7).

III-4.4.5 Influence de la concentration sur les points de transformation martensitique

Les températures de transformation martensitique des alliages à mémoire de forme type Cu-Zn-Al sont difficilement reproductibles et dépendent de plusieurs facteurs, notamment: les traitements thermiques et thermomécaniques appliqués au matériau, la taille des grains et la composition chimique de l'alliage. Dans le cas de ce type d'alliage (Cu-Zn-Al), un écart de 0,5% en masse sur la teneur en Al conduit à un décalage de 80°C sur la température de transformation [24] et une perte de 0,5% de zinc entraîne une diminution de M_s d'une dizaine de degrés.

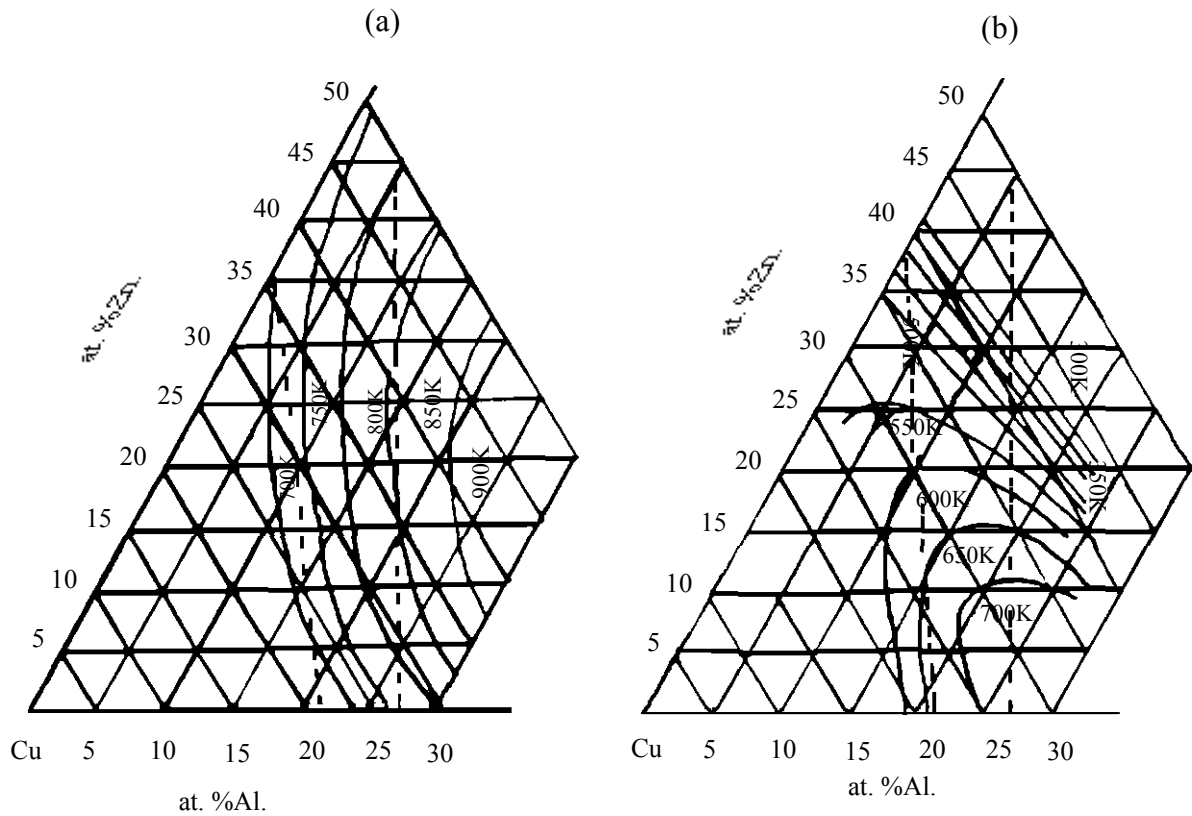


Figure III-6: Températures critiques d'ordre TB_2 (a) et TDO_3 (b) calculées pour les alliages ternaires CuZnAl [21].

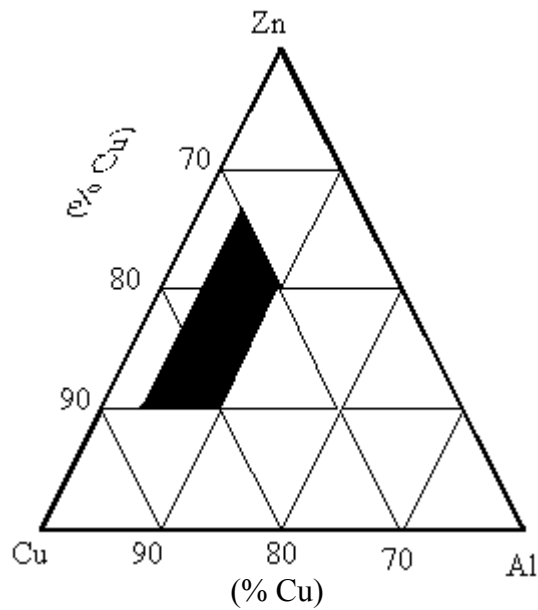


Figure III-7: Diagramme ternaire des alliages Cu-Zn-Al montrant le domaine d'existence de l'effet mémoire [24].

III-5 PHENOMENES DE VIEILLISSEMENT ET DE STABILISATION

III-5.1 Phénomène de vieillissement

Le vieillissement est le maintien isotherme des alliages dans l'état austénitique pendant des temps plus ou moins longs. Un ensemble de phénomènes peuvent apparaître au cours du vieillissement dont:

- un changement de l'état d'ordre d'équilibre.
- un excès de lacunes par rapport à l'équilibre.
- la précipitation des phases d'équilibres.

Rapaciolo et Ahlers [25, 26] ont examiné les effets du vieillissement en phase β en fonction de la température de trempe pour l'alliage Cu-Zn-Al. Ils ont conclu à une modification de l'enthalpie de transformation due à un désordre local de paires d'atomes trempés dans l'état désordonné dans une matrice ordonnée à longue distance.

Différents auteurs [27, 17] ont étudié les cinétiques de précipitation. Notamment Belkahla [15] a étudié la dégradation thermique de l'effet mémoire de forme d'un alliage ternaire Cu-Zn-Al. Il a suivi l'évolution des points de transformation martensitique pour des températures de vieillissement allant de 423 à 523K. Il a montré que les températures de transformation directe et inverse augmentaient en fonction de la température de vieillissement (figure III-8).

Plus tard, D. Segers et al [28, 29] ont étudié l'évolution des lacunes en phase β (figure III-9), en phase martensitique et au cours des cycles de transformation. L'élimination des lacunes, introduites en sursaturation par trempe et mesurées par l'annihilation de positrons est caractérisée par le paramètre S (S: entropie). En martensite, aucune évolution du paramètre S n'a pu être observée. Ces mesures de positrons ont montré également que les cycles thermiques introduisent des défauts qui sont probablement des lacunes et des dislocations.

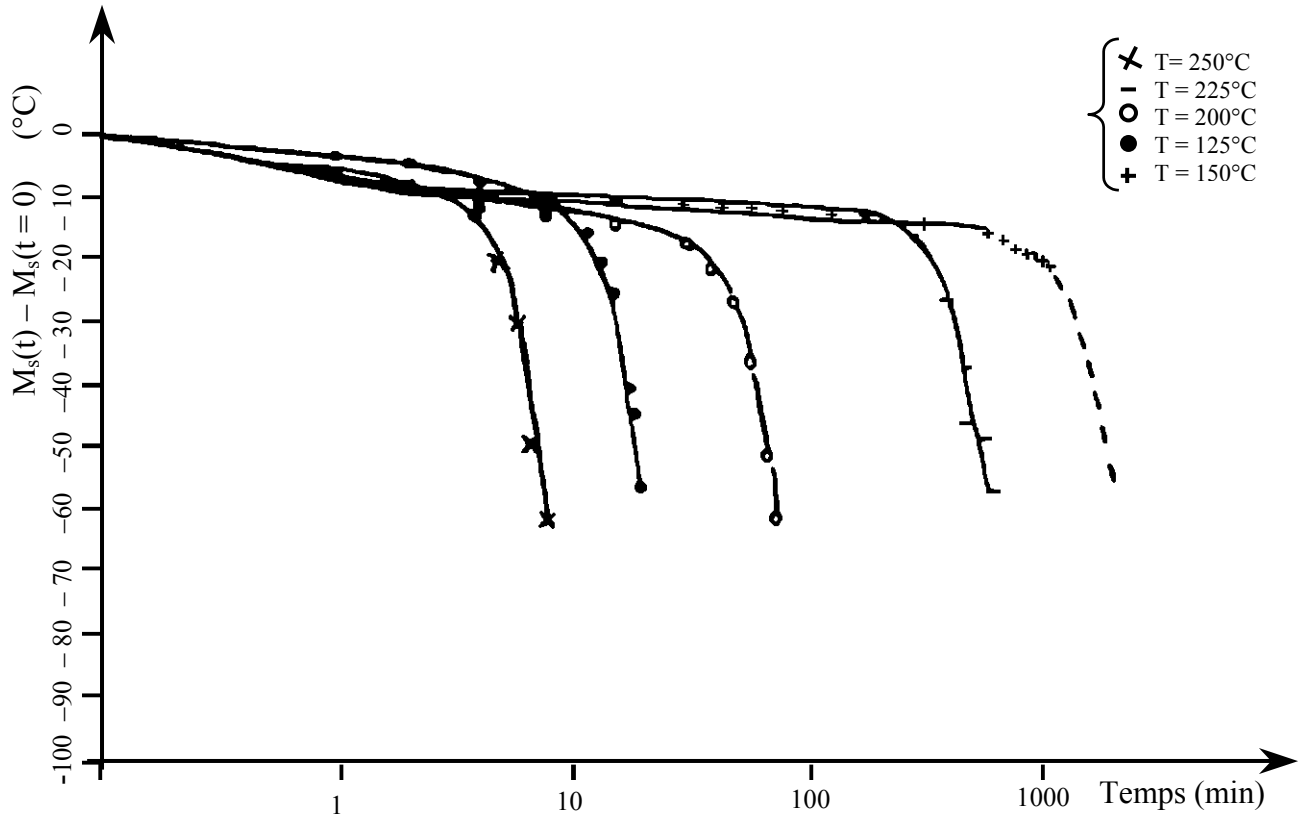


Figure III-8: Evolution de la température M_s en fonction du temps de vieillissement pour différentes températures de revenu [15].

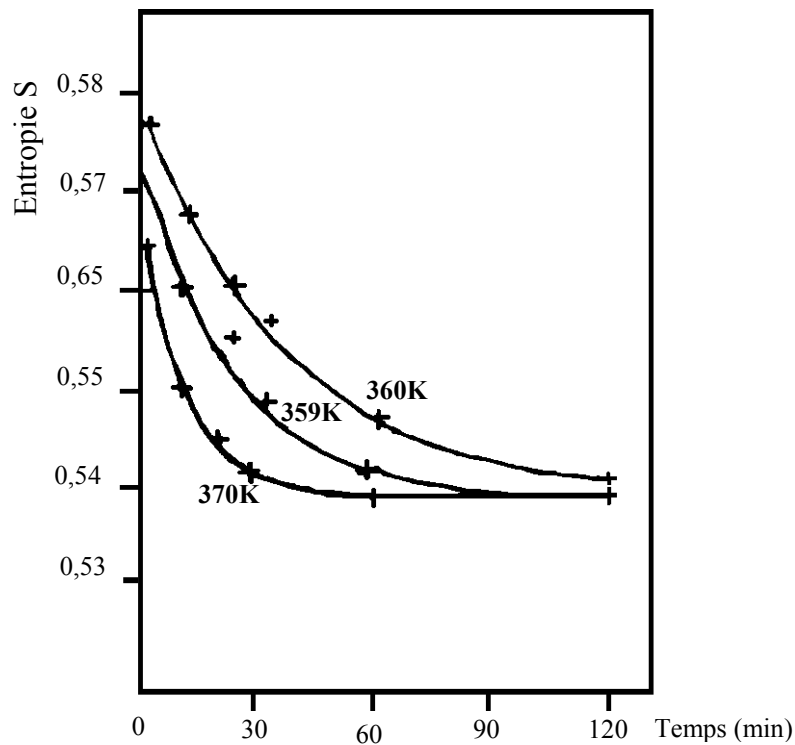


Figure III-9: Courbes donnant la diminution de l'entropie en fonction du temps de maintien en phase β d'un alliage Cu-Zn-Al avec $M_s \sim 333K$ [28].

III-5.2 Phénomène de stabilisation de la martensite

La stabilisation de la martensite désigne tous les phénomènes qui conduisent à des irrégularités au cours de la transformation martensitique inverse. Elle se manifeste essentiellement par l'augmentation des températures de transformations inverses vers les hautes températures et une diminution de la quantité de martensite transformée lors de la transformation inverse et parfois même par l'inhibition plus ou moins complète de la transformation inverse avec une perte de l'effet mémoire de forme.

Ce phénomène a été étudié par plusieurs auteurs par différentes techniques de caractérisation: mesure de résistivité [30 à 35], émission acoustique [32, 36], frottement intérieur [37], annihilation de positrons [28], calorimétrie différentielle [18], microscopie électronique et diffraction X [38 à 41]. Une inhibition de la transformation martensitique pour un alliage Cu-Zn-Al trempé en dessous de M_f a été observée par G. Scarbrook et al [38, 42]. Ce problème peut être évité si après une trempe, on effectue un revenu au dessus de A_f pendant un temps suffisant.

Benchiheb a étudié l'effet du cyclage thermique sous contrainte lors de mesures simultanées de résistivité électrique et de déformation en fonction de la température. Il a conclu que pour de faibles contraintes (30MPa) une bonne réversibilité de la transformation inverse est observée tandis qu'une difficulté de réversion prononcée apparaît pour de plus fortes contraintes (80MPa), avec un décalage des points de transformation inverses vers les hautes températures [31].

III-6 QUELQUES PROPRIETES THERMOMECHANIQUES DU CuZnAl

La transformation martensitique de l'alliage ternaire Cu-Zn-Al a un caractère thermoélastique qui peut lui conférer des propriétés très intéressantes du point de vue applications. On peut citer quelques propriétés communes à d'autres alliages de même type tels que: Ti-Ni, Cu-Al, Cu-Al-Be, ...etc.

- ❖ effet caoutchoutique (voir chapitre II).
- ❖ pseudo élasticité ou superélasticité (voir chapitre II).
- ❖ effet mémoire double sens (voir chapitre II).
- ❖ effet d'amortissement.
- ❖ frottement intérieur.

L'amortissement dans les alliages AMF a été étudié [43] par des mesures de frottement intérieur (figure III-10). D'une manière générale, le frottement est la propriété que possède un solide de dissiper de l'énergie lorsqu'il est soumis à des contraintes cycliques. L'étude du frottement intérieur conduit à une meilleure compréhension de la relation existant entre la microstructure et les propriétés fonctionnelles des AMF.

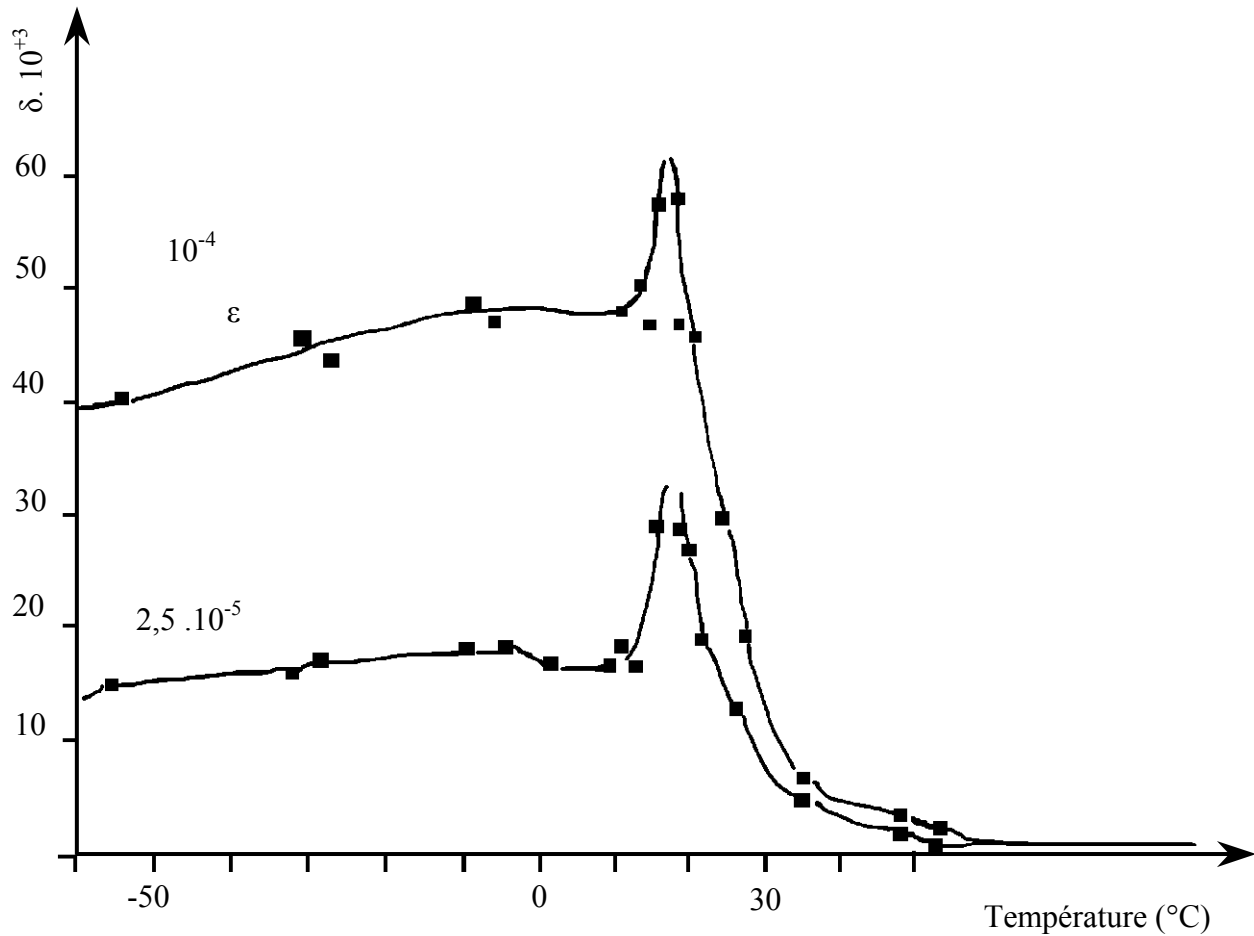


Figure III-10: Evolution du frottement intérieur en fonction de la température [43].

- Pour une température inférieure à 10°C ($< M_s$) on observe un fort amortissement dans la région martensitique.
- Pour une température supérieure à A_f , on observe un frottement intérieur négligeable.
- On observe un frottement important pendant la transformation.

Le tableau III-1 récapitule quelques propriétés spécifiques aux alliages à mémoire de forme couramment utilisés.

PROPRIETES	Cu-Zn-Al	Cu-Al-Ni	Cu-Al-Be	Ti-Ni
Point de fusion (°C)	1020	1050	990	1310
Masse volumique (g cm ⁻³)	7,8 – 8	7,1 – 7,2	7,3	6,4 – 6,5
Résistivité électrique ($\Omega\text{m}\cdot 10^{-6}$)	0,07 – 0,12 A – M	0,1 – 0,14 A – M	0,07 – 0,09 A – M	0,5 – 1,1 A – M
Conductivité thermique à l'ambiante (W/mK)	120	75	75	10 – 18 A – M
Coefficient de dilatation (10^{-6}K^{-1})	17	17	-	6,6 – 10 A – M
Chaleur spécifique (J/Kg)	390	440	-	490
Enthalpie de transformation (J/Kg.K)	7000	9000	7200	2800
Module de Young (GPa)	70 – 100	80 – 100	90	95
Résistance à la traction (MPa)	800 – 900	1000	900 – 1000	800 – 1000
Module d'élasticité en traction de l'austénite (10^4MPa)	7	7	7	9
Module d'élasticité en cisaillement de l'austénite (10^4MPa)	2,5	2,5	2,5	3,5
Allongement à la rupture (%)	15	8 – 10	15	30 – 50
Limite de fatigue en austénite (MPa)	270	360	-	350
Taille de grain (μm)	50 – 30	30 – 300	100 – 500	20 – 100
Température de transformation (°C)	-200 /+100	-150 /+200	-200 /+100	-200 / +100
Hystérésis ($A_s - M_f$) (°C)	+10 – 20	20 – 25	20 – 25	20 – 40
Etalement ($A_s - A_f$) (°C)	10 – 20	20 – 30	15 – 20	30
Résistance à la corrosion	acceptable	bonne	moyenne	excellente
Biocompatibilité	mauvaise	mauvaise	mauvaise	bonne
Température maximale d'utilisation (°C)	150	300	400	400
Nombre de cycles thermiques max.	10000	5000	-	100000

PROPRIETES	Cu-Zn-Al	Cu-Al-Ni	Cu-Al-Be	Ti-Ni
Déformation superélastique max (%)				
- polycristallin	2	2	3	6
- monocristallin	10	10	10	10
Déformation mémoire maximale en traction (%)	4 – 6	4 – 6	4 – 6	8
Déformation maximale (%)				
*effet mémoire simple sens	3 – 5	3 – 6	3 – 5	8
*effet mémoire double sens	2	3	2	5
• nombre de Cycles (N) = 10^2	1	1,2	-	5
• nombre de Cycles (N) = 10^5	0,8	0,8	-	2
• nombre de Cycles (N) = 10^7	0,5	0,5	-	0,5

Tableau III-1: Comparaison des différentes propriétés des AMF [13, 12, 43]

M: martensite

A: Austénite

III-7 TECHNIQUES EXPERIMENTALES UTILISEES

Nous allons présenter dans cette partie les différentes techniques expérimentales utilisées lors de nos essais afin de caractériser nos échantillons. Pour la caractérisation thermomécanique nous avons utilisé une machine de flexion à quatre points et pour la caractérisation thermique nous avons employé la résistivité électrique. Auparavant, nous allons présenter la préparation des échantillons.

III-7.1 Choix de l'échantillon étudié

Pour cette étude, nous avons choisi de travailler avec l'alliage ternaire Cu-Zn-Al à 4% poids d'Al. Il est plus souple d'utilisation en raison de son caractère ductile et malléable ainsi que de son prix de revient attractif comparé par exemple à : Au-Cd, Fe₃Pt, Ti-Ni, ... Il présente d'autre part une plus grande facilité de mise en forme lors de l'élaboration (fils, barreaux, lingot,...). De plus, ses bonnes propriétés mécaniques et physiques (bonne résistance à la corrosion, bonne conductivité électrique et thermique, ...), lui permettent de nombreuses applications industrielles.

III-7.2 Préparation des échantillons

L'alliage ternaire Cu-Zn-Al, est élaboré par l'entreprise française Tréfinmétaux sous deux formes différentes: fil de diamètre 0,6 mm et tôle d'épaisseur 2 mm. L'alliage nous a été offert gracieusement par Messieurs G. Guénin et M. Morin du laboratoire GEMPPM de l'INSA de Lyon.

Les échantillons de la tôle sont découpés en plaquettes de différentes dimensions à l'aide d'une tronçonneuse et les échantillons sous forme de fils CuZnAl sont laminés à froid en plusieurs passes sous forme de ruban, puis découpés en plaquettes. Généralement, dans notre étude nous avons travaillé avec des échantillons d'épaisseur de 1,2 à 1,5 mm (figure III-11).

III-7.2.1 Laminage à froid

Dans un premier temps, l'alliage est porté à 520°C pendant 30 minutes afin de précipiter la phase α et d'obtenir ainsi un mélange biphasé ($\alpha+\beta$); ce qui lui confère une plus grande malléabilité pour un travail aisé à froid. Ensuite, on fait passer l'échantillon entre les deux rouleaux cylindriques d'un laminoir manuel. On ne pourra cependant exécuter que deux ou trois passes avec un taux de réduction inférieur ou égale à 10% entre chaque passe afin d'éviter de fissurer l'échantillon (figure III-11). Juste après laminage, les échantillons sont polis au papier abrasif de différentes grosseurs, pour éliminer les bavures laissées par l'usinage et d'assurer une bonne planéité des surfaces en contact avec les mors du dispositif de flexion.

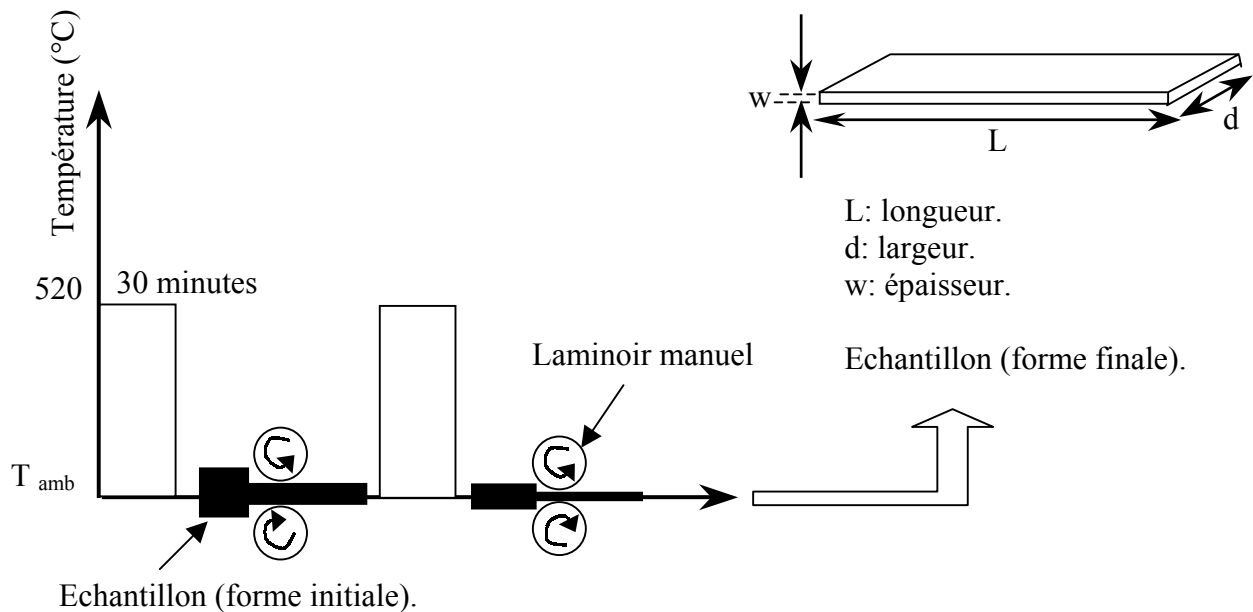


Figure III-11: Représentation schématique des étapes du laminage à froid.

III-7.2.2 Traitement thermique

Deux types différents de traitements thermiques standards peuvent être utilisés pour l'alliage Cu-Zn-Al: le traitement par trempe directe et le traitement par trempe étagée. Pour nos travaux nous avons choisi le traitement thermique standard par trempe directe (figure III-12), qui consiste à:

Homogénéisation à 850°C pendant un temps t (15 minutes pour les échantillons sous forme de fil et 20 minutes pour les échantillons provenant de la tôle) suivie d'une trempe à l'eau (température ambiante) puis d'un revenu d'une demi heure dans l'eau à 100°C.

Nous avons préféré ce traitement qui permet d'obtenir des températures de transformation plus stables suite aux travaux de Contardo [17], de Mantel [32] et de Gonzalez et al [44]. En effet, le revenu effectué après la trempe provoque une remise en ordre et élimine les lacunes de trempe qui se trouvent en sursaturation afin d'éviter les problèmes de la stabilisation de la martensite [17]. Après le traitement thermique, on effectue un second polissage plus fin pour avoir des surfaces de contact lisses et planes avec les mors de dispositif de flexion à quatre points ainsi qu'un bon contact pour les mesures de résistivité électrique.

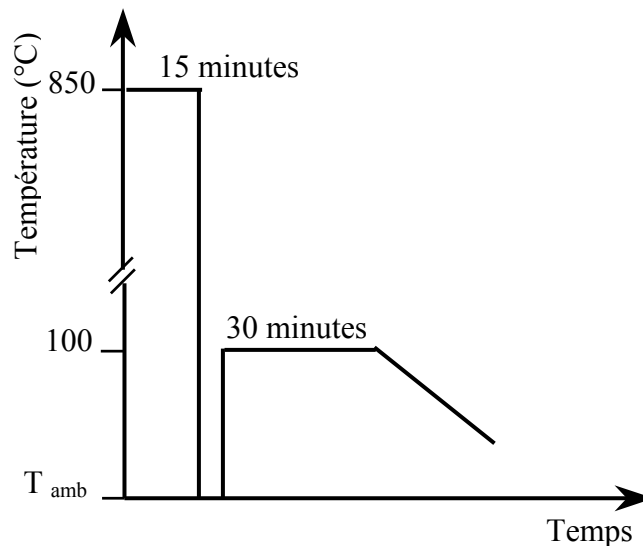


Figure III-12: Traitement thermique standard utilisé.

III-7.3 Procédures expérimentales de caractérisation

III-7.3.1 Mesure de résistivité

Cette technique est très utilisée pour déterminer les températures de transformation lors d'un changement de phase à l'état solide notamment pour les métaux et les alliages. Le principe de cette méthode est basé sur la mesure des variations de résistance électrique de l'échantillon pendant la transformation. En effet, la transformation martensitique n'entraîne que de faibles variations dimensionnelles, donc les variations de la résistance électrique sont dues principalement à des variations de la résistance de l'alliage.

Pour mesurer la variation de résistance électrique, on a utilisé la méthode des quatre points. Le dispositif de mesure mis au point au sein de notre équipe est représenté sur la figure III-13. La cellule de mesure de la résistance électrique est constituée d'une plaque en aluminium (3), isolée électriquement par une feuille de mica (4), sur laquelle ont été fixés des fils de kanthal; deux pour l'arrivée de courant (8) et deux pour la mesure de la tension (7). Le contact électrique se fait par pression mécanique sur l'échantillon (6). Cette cellule est reliée au reste du système grâce à un mécanisme mobile (1) qui permet d'immerger la cellule dans un bain d'huile silicone régulé en température de marque (Haake F3) (5). La précision de mesure de la température du bain est de 0,2°C. L'évolution de la température est suivie grâce à un thermocouple (2) de type K à soudure froide.

En appliquant à l'échantillon un courant électrique continu d'une intensité constante ($I = 1 \text{ A}$) à l'aide d'une alimentation stabilisée en courant (9), on crée une différence de potentiel U aux extrémités de l'échantillon. D'après la loi d'Ohm, la résistance du matériau est donnée par la relation suivante:

$$U = R.I$$

Quand $I = 1 \text{ A}$, la variation du potentiel est identique à la variation de résistance électrique R . La mesure de cette différence de potentiel est enregistrée directement sur une table traçante de type SEFRAM X-Y (10). Un cycle de mesure de la résistivité électrique en fonction de la température est constitué généralement par une montée en température jusqu'à +100°C suivie d'un refroidissement jusqu'à 0°C.

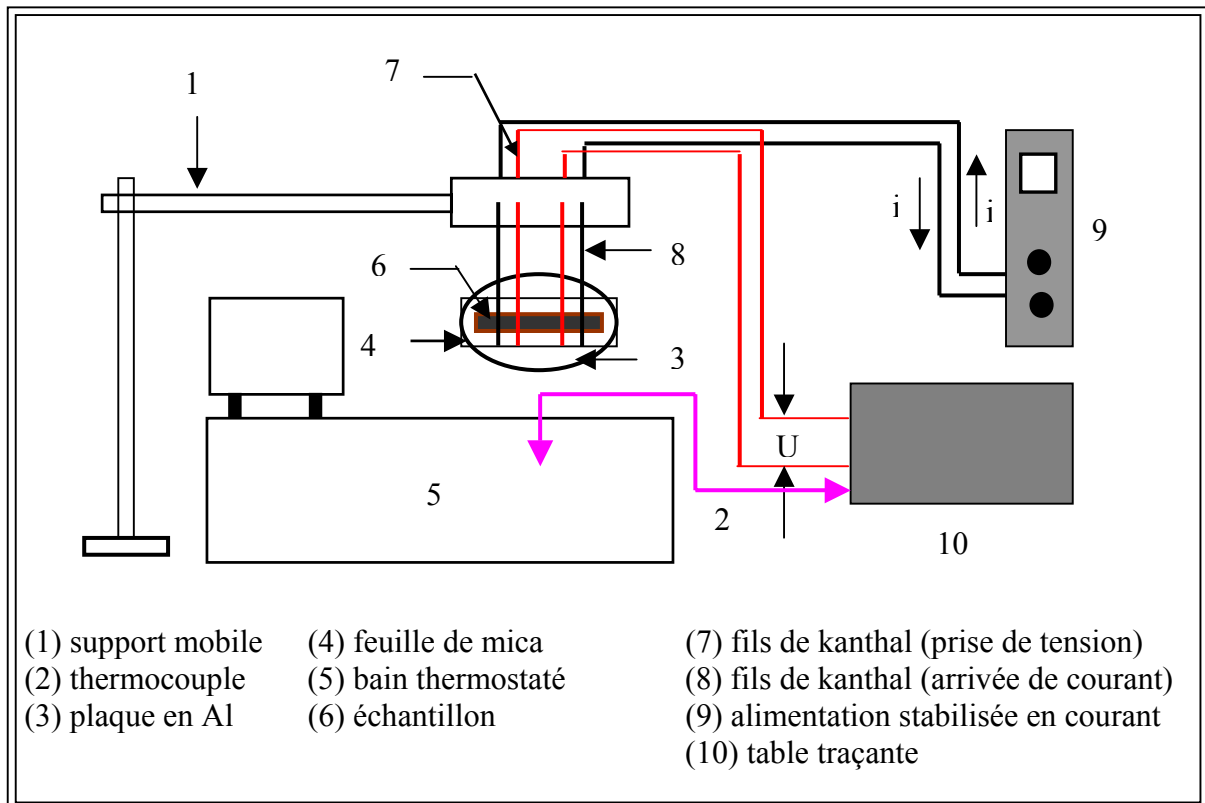


Figure III-13: Schéma du dispositif de mesure de la résistance électrique.

III-7.3.2 Description du dispositif de flexion

Le mode de sollicitation utilisé dans nos essais pour la caractérisation thermomécanique de l'alliage ternaire Cu-Zn-Al est une machine de flexion à quatre points. A cet effet, un appareillage spécifique aux AMF a été mis au point en étroite collaboration avec le laboratoire GEMPPM (INSA, Lyon). Il permet d'appliquer une contrainte homogène au sein de l'échantillon dont les valeurs sont déterminées par des relations simples de résistance des matériaux.

On peut ainsi suivre avec ce montage, pour une température donnée, l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors de la charge et la décharge (application et retrait progressif de la contrainte). On peut également suivre l'évolution de la contrainte en fonction de la température lors d'un cycle thermique (chauffage-refroidissement) pour une déformation imposée.

La figure III-14 représente schématiquement le montage de flexion dont le principe consiste à appliquer manuellement une force sur un échantillon (5) positionné entre les mors (6 et 7), en tournant une molette graduée (1). Cette dernière, liée à une tige filetée (2), permet de transmettre une déflexion qui permet de remonter à la déformation. La valeur de la contrainte correspondante est déterminée à l'aide d'un capteur de déplacement (4) qui repose sur une lame élastique (3).

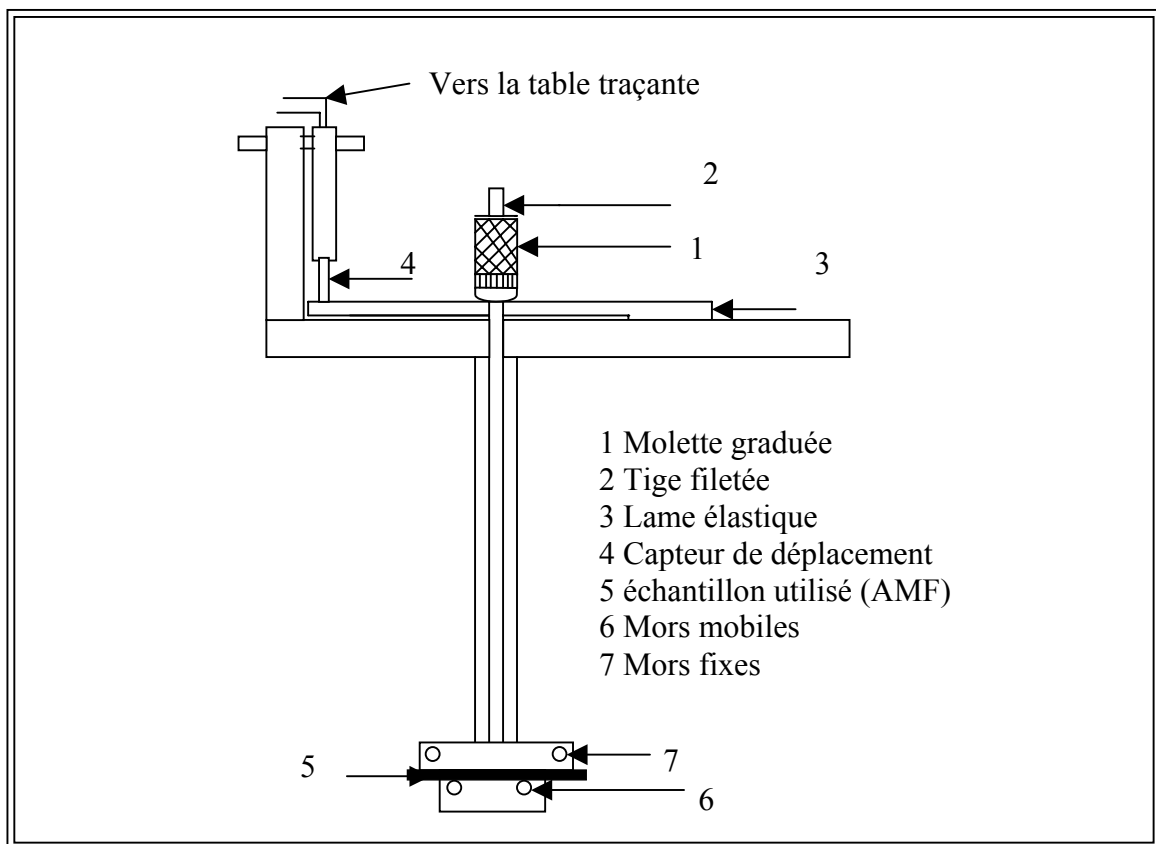


Figure III-14: Représentation schématique du dispositif de flexion à quatre points.

III-7.3.3 Calculs

Nous avons calculé les valeurs de la déformation et de la contrainte à partir des relations spécifiques liées au montage utilisé (figure III-15).

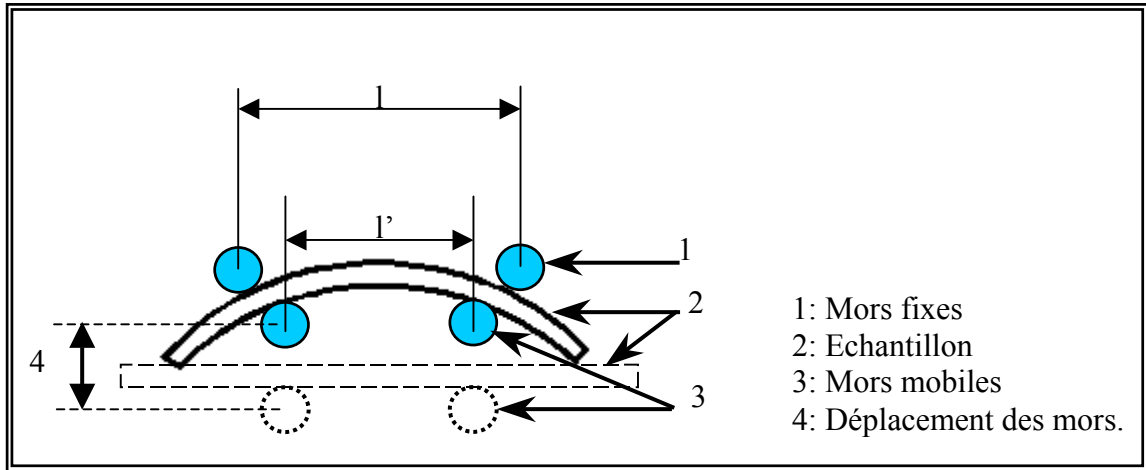


Figure III-15: Détail de la partie immergée du dispositif

La déformation de l'échantillon est déterminée par la relation suivante:

$$\varepsilon = \frac{6 \omega}{(l - l')(l + 2l')} \cdot y$$

La contrainte maximale appliquée à l'échantillon est définie par la formule suivante:

$$\sigma = \frac{2(l - l')}{3 d w} \cdot P$$

avec:

- w: épaisseur de l'échantillon (mm).
- d: largeur de l'échantillon (mm).
- l: distance entre les mors fixes (mm).
- l': distance entre les mors mobiles (mm).
- P: force appliquée (N).
- y: déplacement vertical du mors mobile (mm).

REFERENCE

[1] **E. Patoor, M. Berveiller**

“Les alliages à mémoire de forme”

Technologies de point, Paris: Hermes, 64 p., (1990).

[2] **W. J. Moberly, K. N. Melton**

“NiTiCu shape memory alloys”

T. W. Duering. Engineering aspects of shape memory alloys, London: Butterworth-Heimenann, pp. 46–56, (1990).

[3] **S. Miyazaki, Y. Ohmi, K. Otsuka, Y. Suzuki**

“Characteristics of deformation and transformation pseudoelastique in Ti-Ni alloys”

Journal de physique, Supplément n°12, Colloque C4, Tome 46, pp. 255–260, (1982).

[4] **S. Chouf**

“Effet du cyclage et des traitements thermomécaniques sur les caractéristiques de l’alliage à mémoire de forme Ti-Ni équiatomique”

Thèse de Magistère, Université d’Annaba (Algérie), 109 p., (1997).

[5] **F. Khalfaou, G. Guénin**

“Annealing of cold-worked equiatomic TiNi alloy followed by DSC and TEP methods”

In ESOMAT’2000, (Como, Italie), Journal de Physique IV, Vol. 11, pp. 81–86, (2001)

[6] **S. Chouf, S. Belkahla, F. Khalfaoui, M. Morin, G. Guénin**

“Martensitic transformation of equiatomic TiNi: study of thermal cycling effects by differents techniques”

Revue de Métallurgie–CIT/ Science et Génie de Matériaux, n°2, pp. 159–167, (2004).

[7] **M. J. Bigeon**

“Etude thermomécanique de fils fins d’alliage à mémoire de forme, fatigue de l’effet superélastique de l’effet mémoire de forme, comparaison entre le Ti-Ni et le Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 188 p., (1995).

[8] **L. Federzoni**

“Etude d’un acier inoxydable à mémoire de forme”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 256 p., (1993)

[9] **N. Bergeon**

“Transformation martensitique γ - ε d’un alliage à mémoire de forme Fe-Mn-Si-Cr-Ni microstructure de dixième de millimètre, de nanomètre et corrélation à la mémoire de forme”

Thèse de doctorat, INSA (Lyon), 194 p., (1996).

[10] **L. Buffard**

“Influence des interactions des défauts de l’ordre-désordre et de la transformation martensitique sur l’hystérésis mécanique d’un alliage à mémoire de forme Cu-Zn-Al-Ni”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 349 p., (1991).

[11] **S. Belkahla, H. Flors Zuniga, G. Guénin**

“Elaboration and characterization of new low temperature Shape Memory Alloy Cu-Al-Be”

Materials Science and Engineering A, Vol. A189, pp. 119–124, (1993).

[12] **G. Guénin**

“Alliage à mémoire de forme”

Technique de l’ingénieur, Vol. M530, pp 1–13, (1996).

[13] **G. Guénin**

“Mémoire de forme et alliages cuivreux”

Traitement thermique. GEMPPM, INSA (Lyon), n°234, pp. 21–26, (1990).

[14] **P. Rodriguez**

“Etude de la fatigue thermique et thermomécanique sur les caractéristiques de l’alliage à mémoire de forme haute température type CuAlNi”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 204 p., (1989).

[15] **S. Belkahla**

“Dégénération thermique de l’effet mémoire de forme d’un alliage ternaire: Cu-Zn-Al”

Thèse de Magister, Université d’Annaba (Algérie), 86 p., (1985).

[16] **M. P. Baron**

“Etude du comportement des interfaces austénite/martensite et martensite/martensite de deux alliages à mémoire de forme, le CuZnAl et le CuAlBe”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 189 p., (1998).

[17] **L. Contardo**

“Etude des traitements d’éducation de la stabilité et de l’origine de l’effet mémoire de forme double sens dans un alliage Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 118 p., (1988).

[18] **D. Schofield, A. P. Miodownik**

“Aging effects in copper based Shape Memory Alloys”

Metals Technology, Vol. 10, pp. 167–173, (1980).

[19] **M. Ahlers**

“Martensite and equilibrium phases in Cu-Zn and Cu-Zn-Al alloys”

Progress in Material Science, Vol. 30, pp. 135–186, (1986).

[20] **A. Planes, J. L. Macqueron, R. Rapacioli, G. Guénin**

“Martensitic transformation quenching effects in Cu-Zn-Al Shape Memory Alloys”

Philosophical Magazine A, Vol. 61, n°2, pp. 221–231, (1990).

[21] **S. C. Singh, Y. Murakami, L. Delaey**

“Remarks on ordering in ternary β Cu-Zn-Al alloys”.

Scripta Met., Vol. A2, pp. 435–438, (1978).

[22] **N. F. Kennon, D. F. Dunne, L. Middleton**

“Aging effects in copper based Shape Memory Alloys”

Metal. Trans. A, Vol. 13A, pp. 551–555, (1982).

[23] **P. Charbonnier**

“Influence des traitements thermiques sur la transformation martensitique d’un alliage à mémoire de forme Cu-Zn-Al-Ni. Phénomènes d’oxydation et de mise en ordre”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 156 p., (1992).

[24] **L. P. Kubin**

“Les alliages à mémoire de forme”

Ecole d’hiver de métallurgie physique sur l’ordre et le désordre dans les matériaux, Aussois, 17 p., (1984).

[25] **R. Rapacioli, M. Ahlers**

“The influence of short rang on the martensitic transformation in Cu-Zn and Cu-Zn-Al alloys”

Acta. Metall., Vol. 27, pp. 777–784, (1973).

[26] **R. Rapacioli, M. Ahlers**

“Ordering in ternary β phase Cu-Zn-Al alloy”

Scripta. Metall., Vol. 11, pp. 1147–1150, (1977).

[27] **M. Wamba–Ngoie**

“Etude d’une transformation de phase par analyse thermique différentielle et émission acoustique”

Thèse de Doctorat. Barcelone (Espagne), 151 p., (1981).

[28] **D. Segers, J. Van Humbeeck, L. Deleay**

“Positron annihilation study by defects in the cyclically transformed martensite in a Cu-Zn-Al alloy”

App. Phys. A, Vol. A36, pp. 179–182, (1985).

[29] **J. Van Humbeeck, D. Segers, L. Deleay**

“The stabilization of step quenched Cu-Zn-Al martensite. Part. III”

Scripta. Met., Vol. 19, pp. 477–480, (1985).

[30] **M. Benchiheub**

“Contribution à l’étude du vieillissement sous contrainte d’un alliage ternaire à mémoire de forme Cu-Zn-Al”.

Thèse de Magister, Université d’Annaba (Algérie), 107 p., (1993).

[31] **M. Benchiheub. S. Belkahla. G. Guénin**

“Etude de la stabilisation sous contrainte d’un alliage ternaire à mémoire de forme type Cu-Zn-Al”

Revue de Métallurgie–CIT/ Science et Génie de Matériaux, pp. 1471–1479, (2000).

[32] **M. Mantel**

“Influence de l’ordre et des défauts ponctuels sur la stabilisation de la phase martensitique dans un alliage à mémoire de forme Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 144 p., (1985).

[33] **M. Mantel, R. Rapaciolo, G. Guénin**

“Etude des cinétiques de vieillissement en martensite de l’alliage Cu-Zn-Al. Relation avec la transformation martensitique inverse”

Revue de Métallurgie–CIT/ Science et Génie de Matériaux, pp. 893–898, (1984).

[34] **J. Van Humbeeck, J. Janssen, M. Wamba–Ngoie, L. Delaey**

“The stabilization of step quenched Copper Zinc Aluminium martensite Part I: the reverse transformation temperature”

Scripta. Metal., Vol. 18, pp. 893–898, (1984).

[35] **E. Zelaya, J. L. Pelegrin, M. Ahlers**

“Quenching and aging behaviour of quaternary CuZnAlNi single crystals”

In ESOMAT’2000, Journal de physique IV, Vol. 11, pp. 147–152, (2001).

[36] **H. Sakamoto, K. Otsuka, K. Shimuzu**

“Rubber like behaviour in Cu-Al-Ni Alloy”

Scripta. Metal., Vol. 11, pp. 607–611, (1977).

[37] **M. Haouriki**

“Contribution à l’étude de la phase martensitique de l’alliage Cu-Zn-Al par la méthode de frottement intérieur”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 120 p., (1988).

[38] **G. Scarbrook, J. M. Cook, W. M. Stobbs**

“The stabilisation of martensite in Cu-Zn-Al Shape Memory Alloys”

Metal. Trans. A, Vol. 14A, pp. 1977–1986, (1984).

[39] **L. Deleay, T. Suzuki, J. Van Humbeeck**

“The stabilisation of step quenched Cu-Zn-Al martensite”. Part II: Crystal structure and reordering”

Scripta. Metal., Vol. 18, pp. 899–903, (1984).

[40] **Y. Hashigushi, M. Hguchi, I. Matsiri, T. Nitani, H. Tokunoh, Y. Ikai**

“The crystal structure and the change in long range order of thermoelastic martensite in a Cu-Zn-Al alloy”

ICOMAT’86, (Nara, Japon). The Japan Institute of Metals, pp. 832–837, (1987).

[41] **P. Sittner, P. Lukas, D. Neov, M. R. Daymond, V. Novak, G. M. Swallove**

“Stress induced martensitic transformation in CuZnAlMn polycrystal investigated by two in situ neutron diffraction techniques”

Materials Science and Engineering, Vol. A 324, pp. 225–234, (2002).

[42] **G. Scarsbrook, J. Cook, W. M. Stoobs**

“Ageing effects in Cu-Zn-Al martensite”

ICOMAT’82, (Leuven, Belgique), J. Phys. Colloque. C4, pp. 703–709, (1982).

[43] **M. Morin, G. Guénin, S. Etienne, P. F. Gobin**

“New aspects of internal friction during martensitic transformation of CuZnAl alloy”

Transaction of the Japan Institute of Metals, Vol. 22, n°1, pp. 1–5, (1981).

[44] **C. H. Gonzalez, M. Morin, G. Guénin**

“Behaviour of electrical resistivity in single crystals of CuZnAl and CuAlBe under stress’

In ESOMAT’2000, Journal de Physique IV, Vol. 11, pp. 167–172, (2001).

Chapitre –IV–

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Chapitre –IV–

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV-1 INTRODUCTION

La transformation martensitique thermoélastique confère aux alliages à mémoire de forme des propriétés très remarquables. Chacune de ces propriétés donne une application particulière selon l'utilisation recherchée pour ces alliages. Dans ce travail, nous avons surtout étudié le comportement de l'alliage polycristallin CuZnAl à 4% d'Al à basse et haute température sous l'effet de contraintes. Ces deux comportements ont été déjà présentés dans la partie bibliographie et sont appelés respectivement effet pseudoélastique et superélastique.

Le but de ce travail est d'étudier nos alliages dans des conditions qui se rapprochent des conditions d'utilisations éventuelles et de mieux comprendre leurs comportements thermomécaniques. Cela permettra en particulier, de connaître l'influence du cyclage mécanique 0- σ -0 (charge-décharge) sur la pseudoélasticité et la superélasticité soit à température constante soit à différentes températures.

Nous avons également étudié l'effet du cyclage thermomécanique dans un état prédéformé à haute température (effet superélastique) et à basse température (effet pseudoélastique). Dans tous ces cas cités, le mode de sollicitation choisi étant la flexion à quatre points.

IV-2 CARACTERISATION THERMIQUE

IV-2. 1 Points de transformation martensitique

Comme il a été cité auparavant, la transformation martensitique est la transformation de phase qui est à la base des applications des alliages à mémoire de forme. La transformation qui a lieu au refroidissement est dite «transformation directe». Au chauffage on parlera de «transformation inverse»: c'est le changement de la martensite en austénite.

Il est donc important de déterminer le domaine de température dans lequel a lieu la transformation martensitique pour les différents échantillons. Nous avons choisi de travailler sur deux types d'échantillons: un premier lot d'échantillon noté F (forme initiale fils) qui se transforme à basse température (la température de début de transformation martensitique au refroidissement M_s est en dessous de la température ambiante) et un deuxième lot noté T (forme initiale tôle) qui se transforme à haute température (M_s supérieure à l'ambiante).

La mesure de résistivité à quatre points est une méthode très puissante et fiable pour la détermination des points de transformation [1 à 6]. A cet effet, un dispositif de mesure décrit au chapitre précédent a été développé au sein de notre laboratoire.

Le principe de la méthode, consiste à envoyer un courant constant de 1 A dans l'échantillon et de noter la variation de tension engendrée entre les extrémités de l'échantillon. La cellule de mesure est plongée dans un bain d'huile silicone, régulé en température qui permet un balayage de la température de part et d'autre des points de transformation. Le changement de structure observé lors de la transformation engendre une variation de résistance en fonction de la température qui peut être directement visualisée sur une table traçante.

Une courbe schématique de résistance–température est donnée sur la figure IV-1. les points de transformations sont déterminés par la méthode des tangentes. A cet effet, on trace des tangentes à la courbe, dont l'intersection nous permet de déterminer les températures caractéristiques de début et de fin de transformation.

Les courbes résistance–température obtenues pour les deux types d'échantillons utilisés sont représentées sur les figures IV-2 et IV-3.

On peut noter que, pour l'ensemble des échantillons de la série T, une bonne reproductibilité des courbes de variation de résistance est observée vis à vis des points de transformation et de l'hystérésis de la transformation. Par contre, quelques différences sont observées pour les échantillons de la série F notamment en ce qui concerne l'hystérésis. Ce manque de reproductibilité est probablement dû au passé thermomécanique du lot. En effet,

les échantillons de la série T qui sont des échantillons vierges, de tout traitement thermomécanique préalable, montrent une bonne reproductibilité tandis que les échantillons de la série F ont déjà subi des traitements thermomécaniques concernant une autre étude. Néanmoins, un cyclage thermique permet de montrer que les échantillons de la série F présentent une stabilité des points de transformation. On peut observer cela sur la courbe IV-4 où les courbes de résistance–température sont superposées pendant le cyclage avec les mêmes points de la transformation et la même hystérésis thermique.

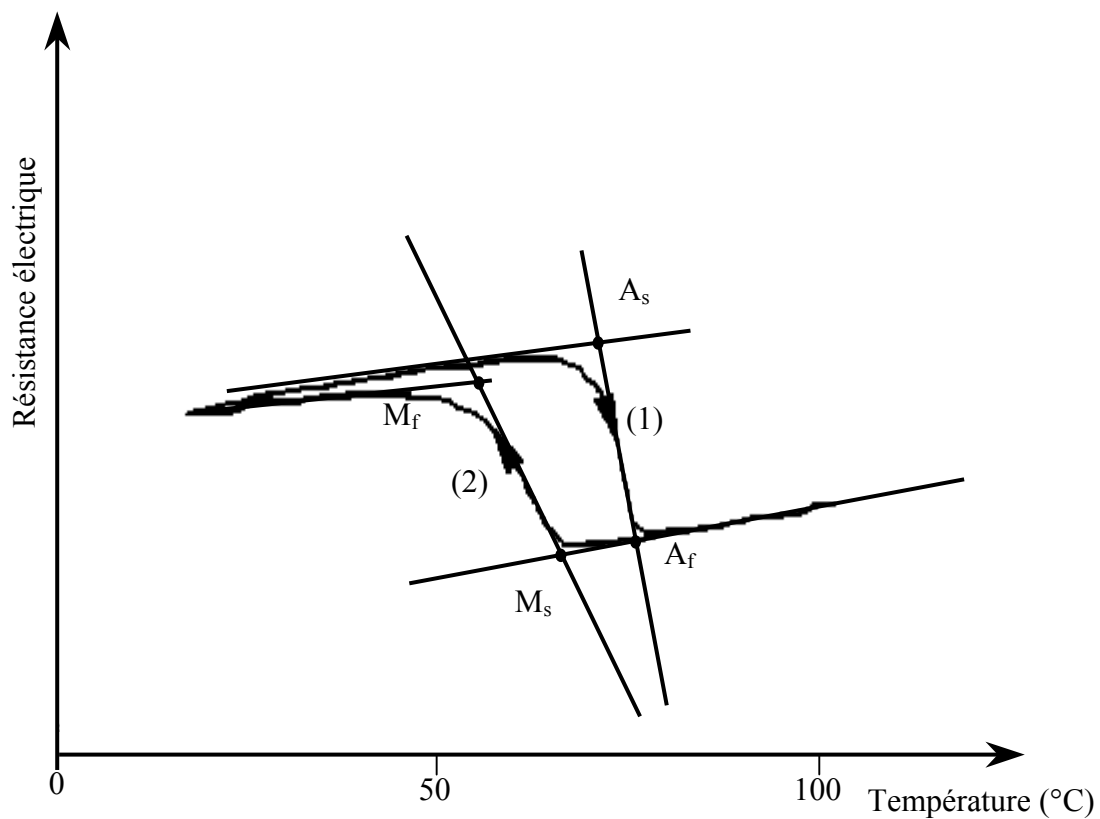


Figure IV-1: Courbe schématique de la mesure de la résistance en fonction de la température.

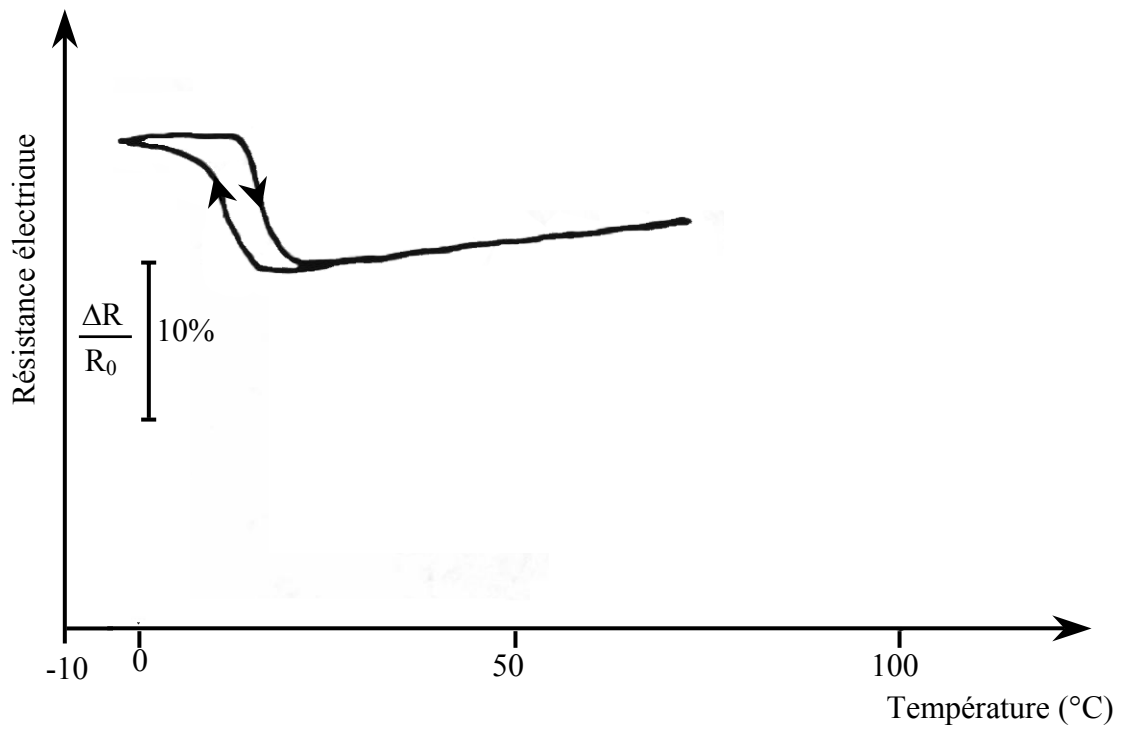


Figure IV-2: Courbe typique de résistance–température caractérisant la transformation martensitique pour la série F.

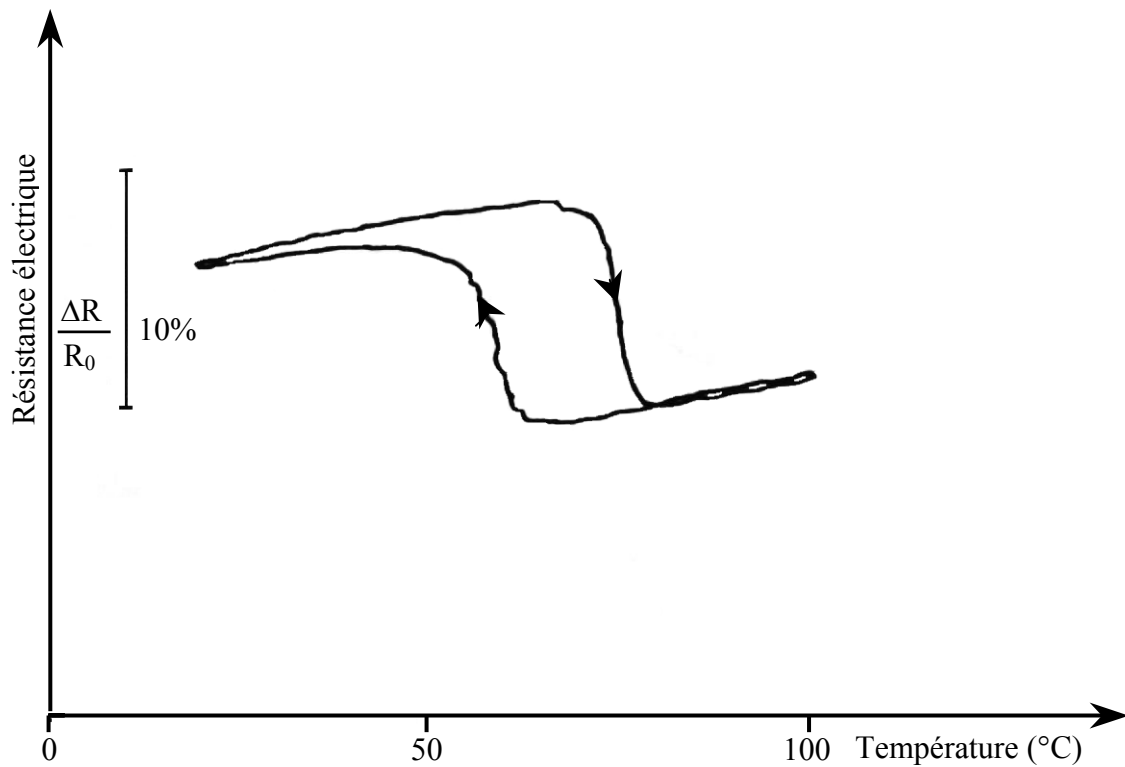


Figure IV-3: Courbe typique de résistance–température caractérisant la transformation martensitique pour la série T.

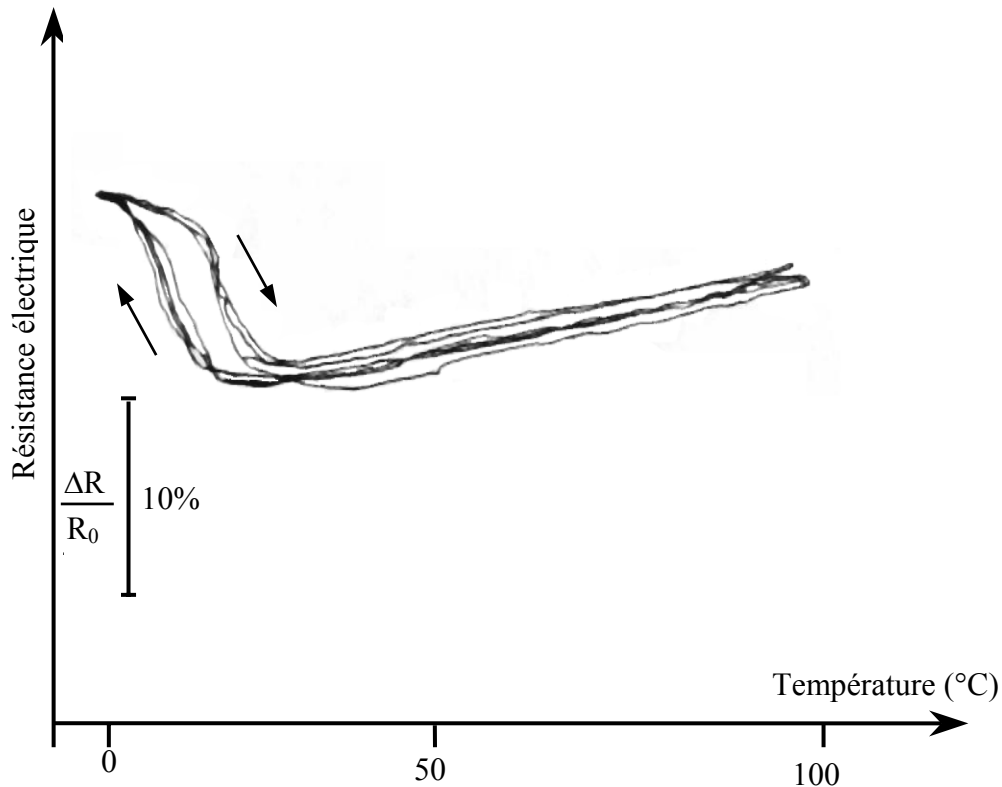


Figure IV-4: Cyclage thermique en résistivité électrique ($N = 5$) pour un échantillon de la série F.

IV-3 GENERALITES SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU CuZnAl

D'une manière générale l'application de la contrainte à haute ou basse température engendre une déformation macroscopique des échantillons. La différence réside essentiellement dans la martensite produite à «basse» température qui est une martensite «thermique» orientée sous l'effet de la contrainte tandis que la martensite produite à «haute» température est une martensite engendrée sous l'effet de la contrainte: l'application de la contrainte joue ici le même rôle que la variation de la température.

IV-3.1 Comportement superélastique

Par définition, l'effet superélastique est l'application d'une contrainte à une température supérieure à A_f (à l'état austénitique). Un cycle de charge–décharge (0- σ -0) effectué sur l'échantillon est nommé cycle superélastique. Nous rappelons ici la procédure expérimentale décrite au chapitre précédent.

L'appareillage utilisé est une machine de flexion à quatre points conçue spécialement pour des échantillons sous forme de rubans. L'application de la contrainte se fait par l'intermédiaire d'une molette graduée. On tournant la molette, une tige rigide transmet la force à l'échantillon qui se déforme. Un capteur de déplacement reposant sur une lame élastique est relié à une table traçante qui permet de relever directement la contrainte. Celle-ci est calculée par des relations simples de résistance des matériaux (voir chapitre III). Ce mécanisme est plongé dans un bain d'huile silicone régulé en température qui permet de travailler à température fixe ou en effectuant un balayage en température (chauffage–refroidissement).

Une courbe schématique d'un cycle de charge–décharge à T_i supérieure à A_f est représentée sur la figure IV-5. L'application de la contrainte à l'état austénitique permet de provoquer en premier la déformation élastique de l'austénite (stade 1-2). A partir d'une valeur critique de la contrainte (σ_c), l'augmentation de la contrainte entraîne et favorise la croissance de certaines variantes de martensite favorablement orientées vis à vis de la contrainte appliquée. La transformation sous contrainte s'accompagne d'une importante déformation de l'échantillon (stade 2-3). Le relâchement de la contrainte conduit à une transformation inverse car les variantes de martensites induites sous contrainte ne sont plus stable. La martensite se retransforme en austénite avec un hystérésis en contrainte. Toutefois, si la déformation atteinte lors de la charge (déformation maximale) est très importante, on observe au retour l'apparition d'une déformation permanente nommée déformation résiduelle. L'allure des courbes σ - ε , représentant l'effet superélastique, obtenues par flexion à quatre points est similaire à celles obtenues en compression, traction ou torsion [7 à 10].

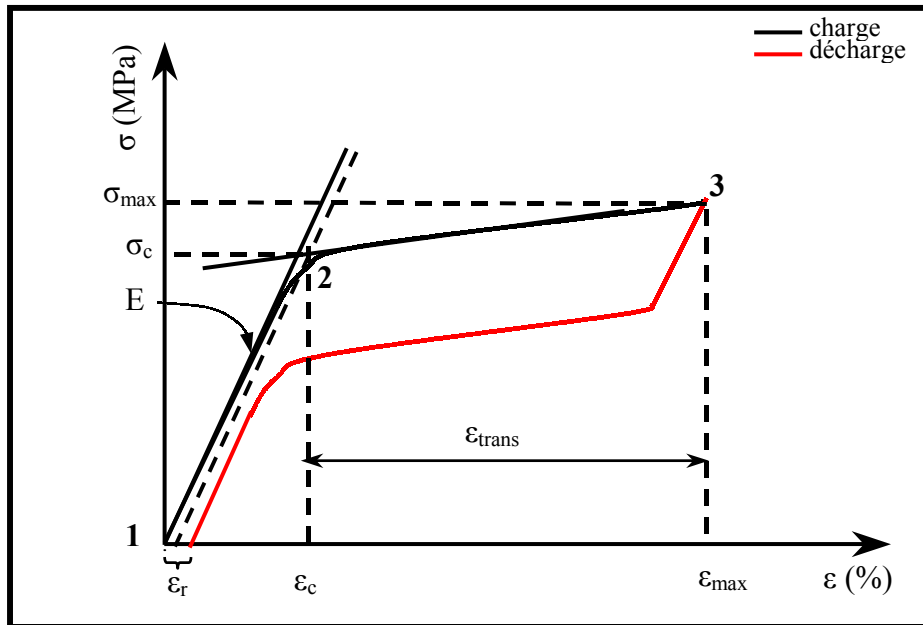


Figure IV-5: Représentation schématique d'un cycle superélastique σ - ε .

IV-3.2 Comportement pseudoélastique

Dans ce cas, l'application de la contrainte se fait à l'état martensitique ($T_i < M_s$). La courbe schématique d'un cycle charge-décharge pseudoélastique est représentée sur la figure IV-6.

L'échantillon est préalablement refroidi à la température de l'essai $T_i < M_f$. Dans cet état, les variantes de martensite sont réparties de manière aléatoire: il n'y a pas de changement de forme observé. L'application de la contrainte à cette température conduit à une réorientation des variantes dans le sens de la contrainte appliquée. Le déplacement des interfaces entre variantes conduit à une déformation macroscopique (stade 1-2). Au retrait de la contrainte la déformation présente une partie réversible par retour en arrière des interfaces et une partie résiduelle due à la stabilisation de la martensite orientée (stade 2-3). Ce retour de la partie réversible est supérieur à un retour purement élastique. Pratiquement, le cycle pseudoélastique observé est similaire à celui obtenu par d'autres modes de sollicitation [11, 12, 13].

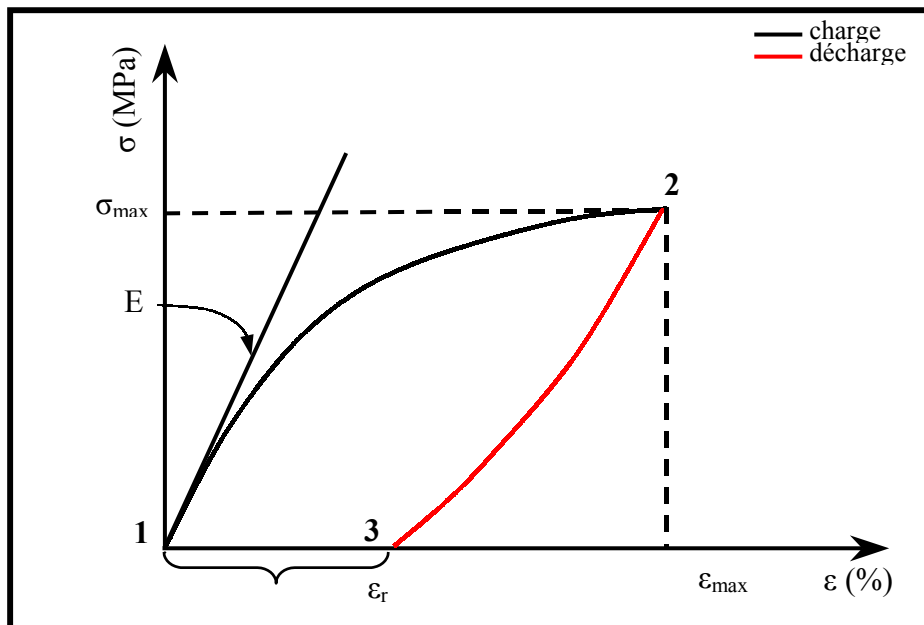


Figure IV-6: Représentation schématique d'un cycle pseudoélastique σ - ϵ .

IV-3.3 Définition de quelques paramètres

Nous donnons ci-dessous les notations utilisées qui peuvent être communes aux deux essais superélastique et pseudoélastique. Nous définirons ainsi:

- **Contrainte maximale (σ_{\max})** est la valeur de la contrainte qui correspond à la déformation maximale imposée lors d'un cycle mécanique contrainte-déformation.
- **Déformation maximale (ϵ_{\max})** est la déformation maximale imposée lors d'un cycle mécanique charge-décharge.
- **Contrainte critique (σ_c)** théoriquement c'est la contrainte à partir de laquelle la martensite est induite. Graphiquement elle correspond au point de changement de pente. Par convention c'est la contrainte obtenue quand la parallèle à la droite de déformation élastique décalée d'une déformation de 0,05% coupe la courbe σ - ϵ . Cette contrainte correspond à l'intersection entre la droite de chargement élastique de l'austénitique et la droite de la transformation austénite-martensite.

- **Déformation résiduelle (ϵ_r)** est la quantité de déformation obtenue après un cycle mécanique contrainte–déformation, autrement dit c'est une déformation non recouvrable.
- **Déformation de transformation (ϵ_{transf})** est liée directement à la transformation martensitique sous contrainte et correspond à la longueur du plateau de transformation. Elle est définie par la relation suivante:

$$\epsilon_{\text{transf}} = \epsilon_{\text{max}} - \epsilon_c$$

ϵ_c est la déformation correspondant à la contrainte critique.

- **Module de Young (E)** est défini par la pente élastique de la droite contrainte–déformation dans le domaine élastique de la phase étudiée.

IV-3.4 Exemples de résultats

Les figures IV-7 et IV-8 représentent respectivement les réponses des échantillons de la série T et F pour deux températures différentes et pour un taux de déformation maximale imposée voisin.

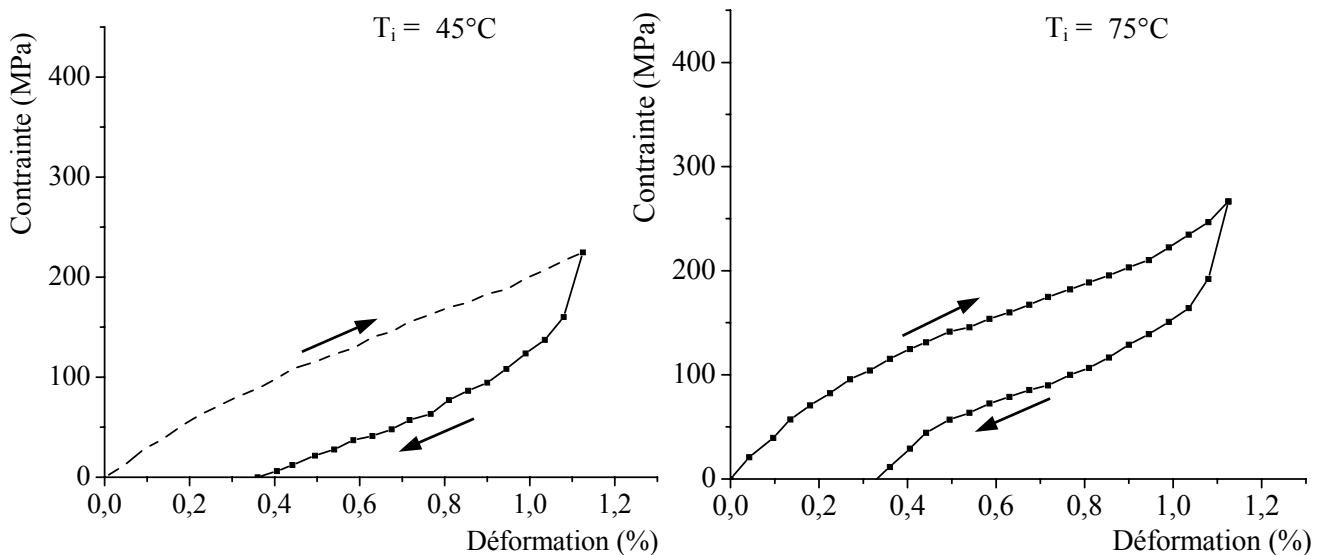


Figure IV-7: Courbes σ - ϵ typiques pour un échantillon de la série T ($\epsilon_{\text{max}} = 1,1\%$).

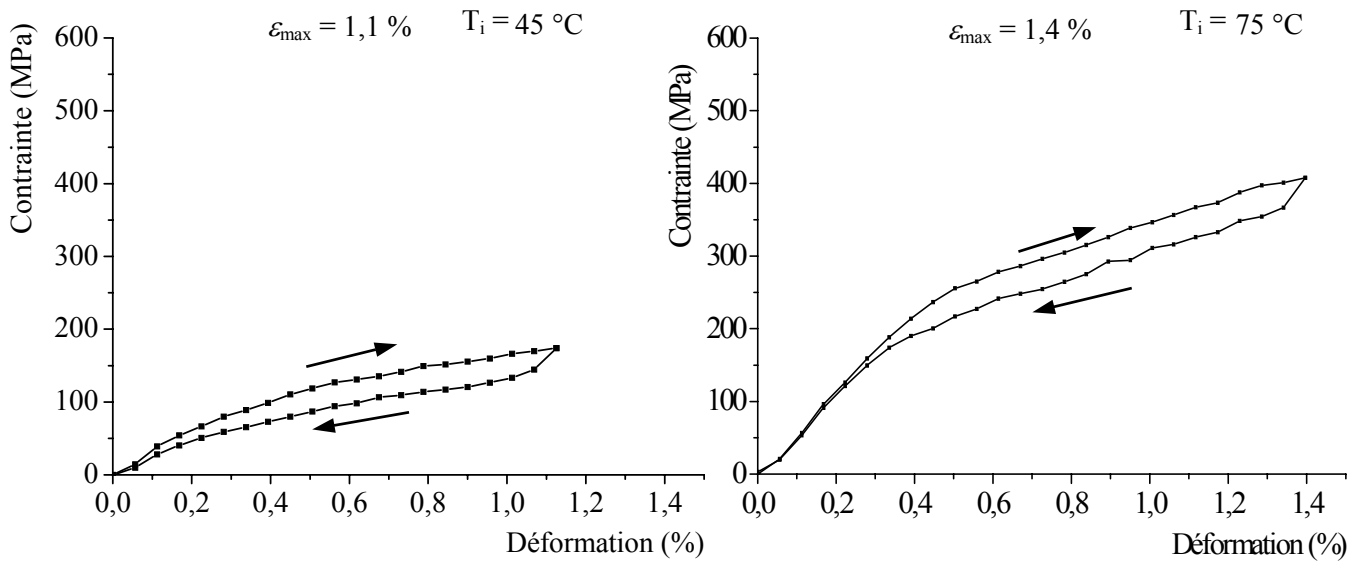


Figure IV-8: Courbes σ - ε typiques pour un échantillon de la série F.

IV-4 CARACTERISATION MECANIQUE PAR EFFET SUPERELASTIQUE

IV-4.1 Procédure de manipulation

IV-4.1.1 Les échantillons

L'effet superélastique est lié à la transformation martensitique induite par l'application de la contrainte à l'état austénitique. Nous avons préféré de travailler avec les échantillons de la série F, car les températures de transformation M_s et A_f sont relativement basses. Les caractéristiques des échantillons utilisés pour l'étude de l'effet superélastique sont reportées dans le tableau IV-1.

Echantillons	w (mm)	d (mm)	M_f (°C)	M_s (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)	H_T (°C)
F1	1,92	4,32	9	16	13	22	6
F2	1,49	4,27	9	16	15	19	5
F3	1,47	5,00	5	17	13	21	5
F4	1,49	4,97	9	15	13	22	5
F5	1,50	5,01	9	16	27	35	20
F6	1,46	5,01	9	12	27	35	20

Tableau IV-1: Caractéristiques des échantillons testés par effet superélastique.

w: épaisseur, d: largeur, H_T : hystérésis en température

IV-4.1.2 Domaine de températures des essais

Un des paramètres qui influe sur la réponse mécanique de l'alliage ternaire CuZnAl est la température d'essai T_i . Selon Besselink [14], l'effet superélastique ne peut être induit que dans un domaine de température compris entre A_f et M_d , telle que $M_d = A_f + 50^\circ\text{C}$ où M_d est la température à laquelle apparaît la déformation plastique de l'austénite. Malarria et al [15], montrent également que la température d'essai joue un rôle très important sur l'évolution du comportement mécanique du matériau lors du cyclage mécanique. En tenant compte de ces résultats et des températures de transformations des échantillons de la série F, nous avons limité notre étude à des températures d'essai comprises entre $+40^\circ\text{C}$ et $+90^\circ\text{C}$.

IV-4.1.3 Mise en place de l'échantillon

L'échantillon coincé entre les mors du dispositif de flexion à quatre points est plongé dans un bain d'huile silicone thermorégulé à la température de l'essai désirée. Le capteur de déplacement est mis à zéro lorsque la contrainte appliquée est nulle. Le capteur est relié à une table traçante sur la quelle est tracée en temps réel la déflexion de l'échantillon lorsqu'on le soumet à une contrainte. Nous pouvons ainsi réaliser un cycle de charge–décharge ($0-\sigma-0$). La contrainte maximale atteinte correspond alors à la valeur maximale de la déformation ε_{\max} imposée.

IV-4.2 Effet du taux de déformation sur le comportement superélastique

Sur la figure IV-9 sont représentées les variations des courbes $\sigma-\varepsilon$ pour différents taux de déformation maximale imposée.

Les variations des différents paramètres que l'on déduira de ces courbes seront comparées à celles données dans la littérature. On s'intéressera particulièrement à la déformation de transformation $\varepsilon_{\text{tran}}$, la contrainte maximale σ_{\max} et la contrainte critique σ_c . Nous pouvons ainsi voir sur la figure IV-10 la variation de la déformation de transformation en fonction de la déformation maximale. La déformation de transformation représente, comme cela a été défini plus haut, la longueur du plateau de transformation. Elle est liée à la quantité de martensite produite sous contrainte. Plus la déformation imposée est importante plus grande est la déformation de l'échantillon. C'est ce qui est bien observé sur la figure IV-

10. Il est clair par ailleurs, que la contrainte maximale est directement liée à la valeur de la déformation maximale: pour imposer des déformations de plus en plus importantes, il faut appliquer des contraintes de plus en plus élevées. Cette augmentation de la contrainte maximale avec la déformation imposée est bien illustre sur la figure IV-11

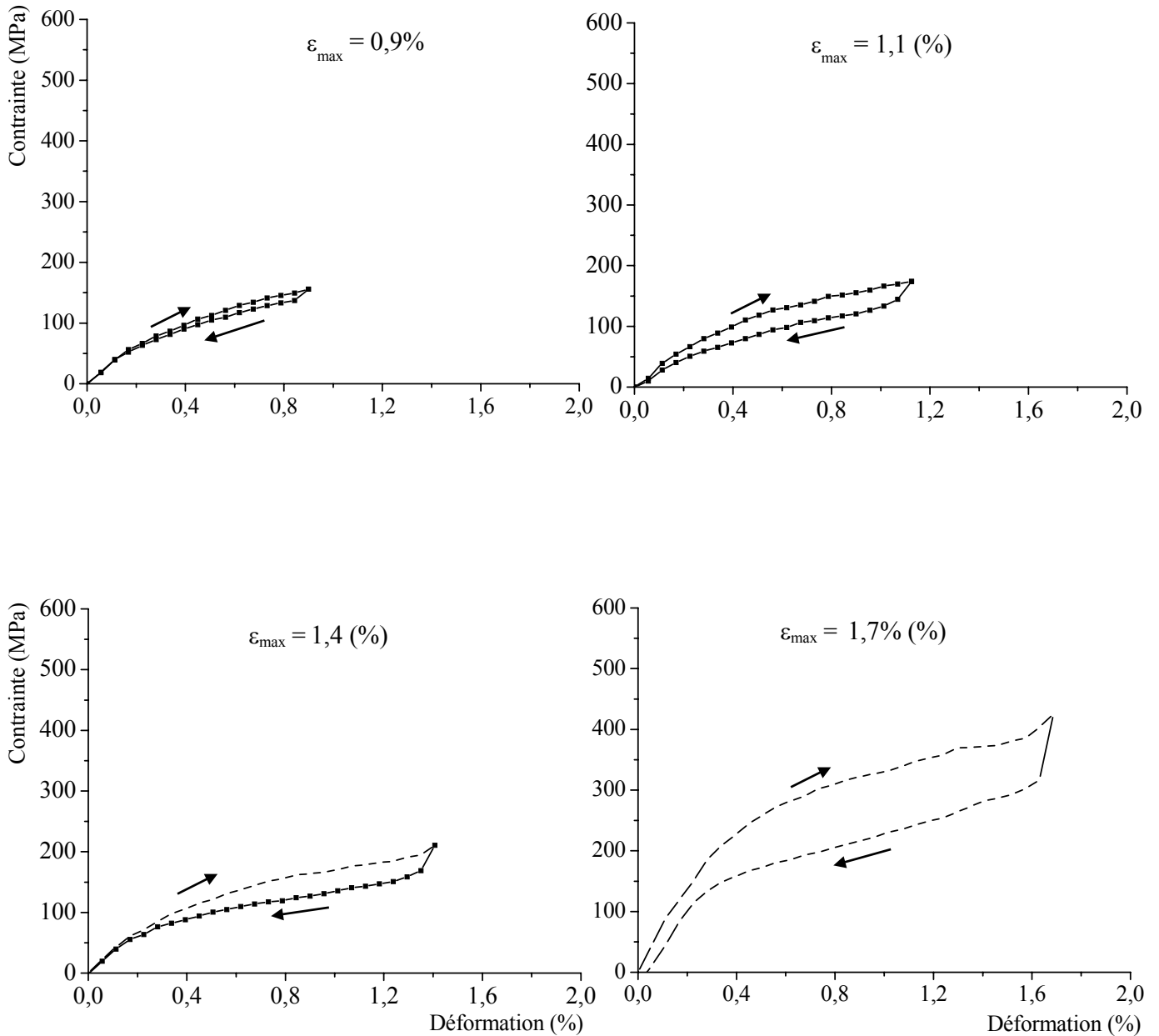


Figure IV-9: Evolution des courbes contrainte-déformation en fonction de la déformation maximale à $T_i = 45^\circ\text{C}$.

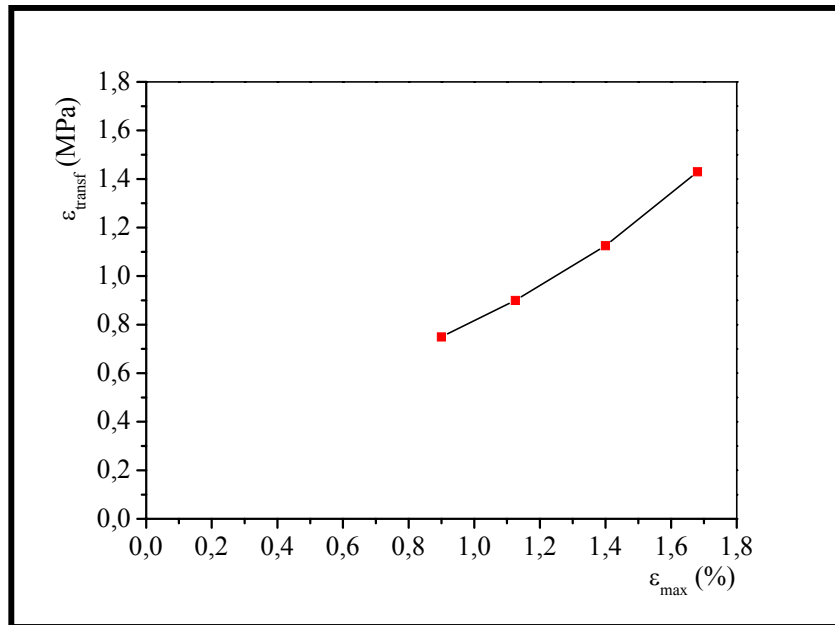


Figure IV-10: Evolution de la déformation de transformation en fonction de la déformation maximale imposée.

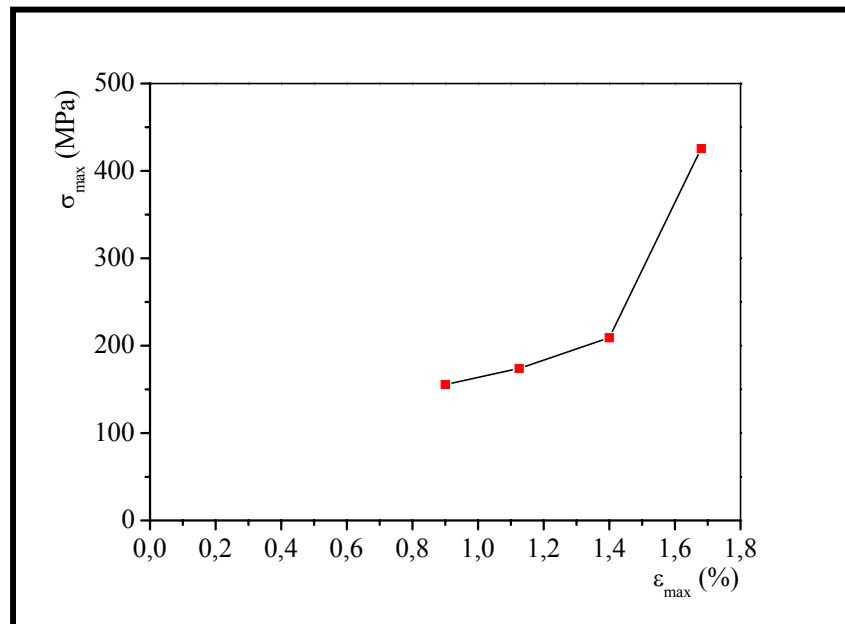


Figure IV-11: Evolution de la contrainte maximale en fonction de la déformation maximale imposée.

IV-4.3 Effet de la température sur le comportement superélastique

Nous allons nous intéresser à l'effet de la température sur le superélastique des échantillons pour une déformation maximale donnée. A cet effet, nous avons effectué deux séries de mesures pour les déformations maximales de 1,4% et 1,63%. Les figures IV-12 et IV-13 représentent respectivement les variations de courbes σ - ε en fonction de la température d'essai pour les déformations 1,4% et 1,63%.

On peut observer sur ces courbes que la déformation élastique de l'austénite caractérisée par la pente à l'origine de la courbe et qui représente le module de Young de l'austénite, est pratiquement constante quel que soit la température d'essai. A partir d'un seuil σ_c , apparaît une déformation de transformation importante dont la pente augmente avec l'augmentation de la température d'essai. Cette déformation est due à la martensite produite sous contrainte (qui est l'équivalent de la martensite produite thermiquement).

La décharge se fait par un retour en arrière des variantes de martensite qui devient instable lors du retrait de la contrainte. Un cycle charge-décharge s'effectue avec un hystérésis en contrainte, néanmoins on observe que le cycle se referme sauf pour les hautes températures où l'on observe l'apparition d'une déformation résiduelle. Cette dernière serait due à la déformation plastique de l'austénite car la température d'essai est proche de la température limite M_d [16, 17, 18].

Cette déformation résiduelle apparaît à une température relativement plus basse quand la déformation maximale imposée est plus importante. Ceci est observé sur les courbes contrainte-déformation à différentes températures pour une déformation maximale $\varepsilon_{\max} = 1,6\%$ (figure IV-13) où l'on observe l'apparition de la déformation résiduelle dès 80 °C alors qu'à 1,4% de ε_{\max} elle n'apparaît que vers 85 °C (figure IV-12).

Les autres paramètres semblent varier de la même manière pour les deux valeurs de la déformation maximale retenues. On remarquera ainsi la croissance de la contrainte critique σ_c nécessaire à l'apparition de la déformation de transformation avec la température d'essai (figure IV-14). La contrainte maximale σ_{\max} augmente également avec l'augmentation de la température d'essai (figure IV-15). L'ensemble de ces résultats concorde bien avec ceux obtenus dans des essais similaires: traction, torsion [7, 18, 19, 20].

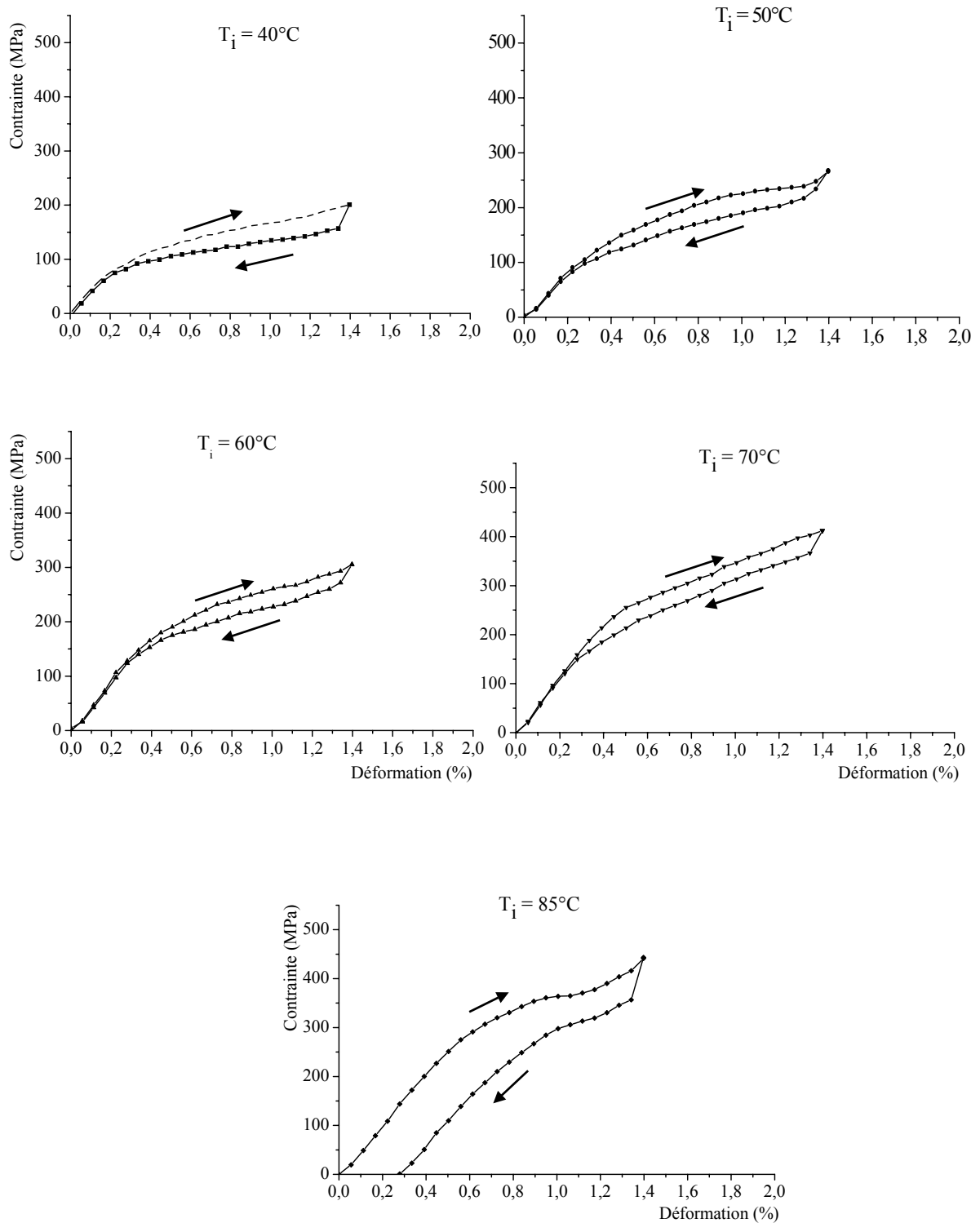


Figure IV-12: Cycles superélastiques $\sigma - \varepsilon$ à différentes températures d'essais pour $\square_{max} = 1,4\%$.

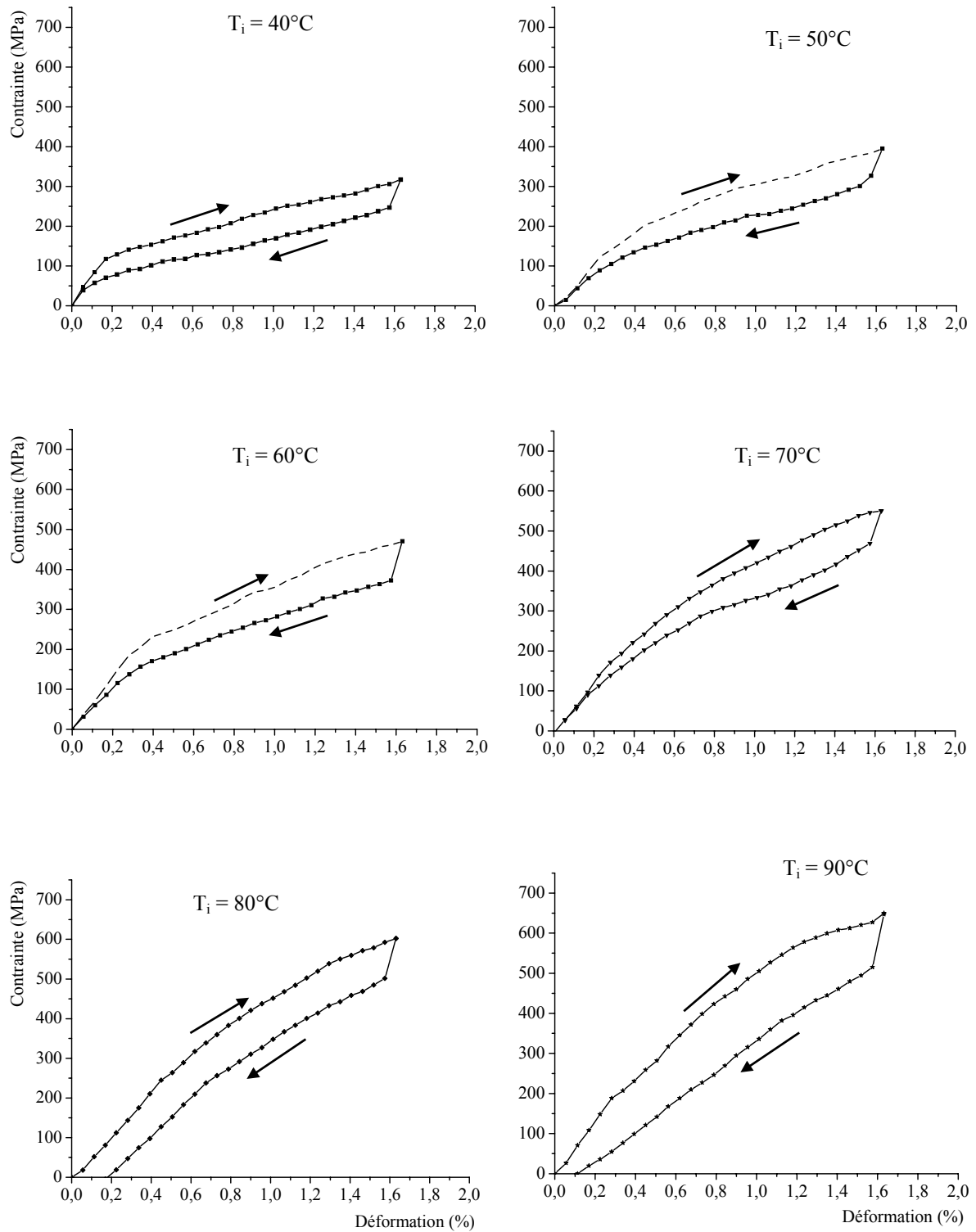


Figure IV-13: Courbes superélastiques $\square-\square$ à différentes températures d'essai pour $\square_{max} = 1,63\%$.

IV-4.3.1 Analyse des courbes contrainte–déformation à différentes températures

a) Effet de la température d’essai sur la contrainte critique

A partir des courbes superélastique σ – ε , obtenues expérimentalement à différentes températures, on a pu déterminer le diagramme d’état σ – T (figure IV-14). Or nous avons vu que la contrainte critique répond à une loi dite loi de Clausius–Clapeyron (chapitre II) et qu’elle augmente linéairement avec la température d’essai jusqu’à une valeur limite M_d à partir de laquelle la contrainte critique commence à décroître [6, 18, 20, 22]. Cette diminution de la contrainte correspond à la déformation plastique de la phase mère.

Dans notre travail, nous avons relevé la contrainte critique σ_c à chaque température d’essai en traçant conventionnellement une droite parallèle à la droite de déformation élastique de l’austénite. L’intersection avec la courbe σ – ε nous donne la valeur de la contrainte critique σ_c . La courbe obtenue est une droite dont la pente est proche de 4 MPa/°C. Ce résultat se rapproche de ceux trouvés dans la littérature pour d’autres modes de sollicitation tel que traction, torsion, ...[6, 11, 9,18, ...].

L’extrapolation de cette droite avec l’axe des abscisses (axe des températures) permet de déduire la température de début de transformation à contrainte nulle qui est dans notre cas de l’ordre de 16 °C. Ce résultat concorde bien avec les valeurs déterminées par les mesures de résistivité électrique à contrainte nulle c’est à dire quand la transformation a lieu thermiquement seulement.

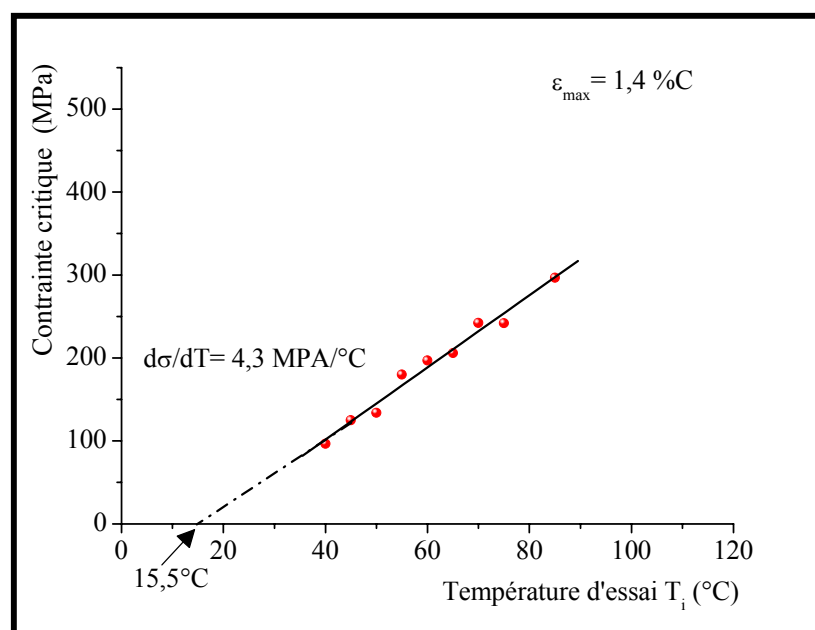


Figure IV-14: Diagramme d’état contrainte critique–température.

b) Effet de la température d'essai sur la contrainte maximale

On peut remarquer à partir des courbes σ - ε obtenues à différentes températures, que la contrainte maximale appliquée au sein de l'échantillon CuZnAl augmente avec la température d'essai (figure IV-15) [16, 18, 20]. Plus la température est haute plus l'austénite est stable c'est pourquoi, pour une déformation maximale imposée donnée, la contrainte appliquée doit être plus importante, pour atteindre la déformation maximale imposée

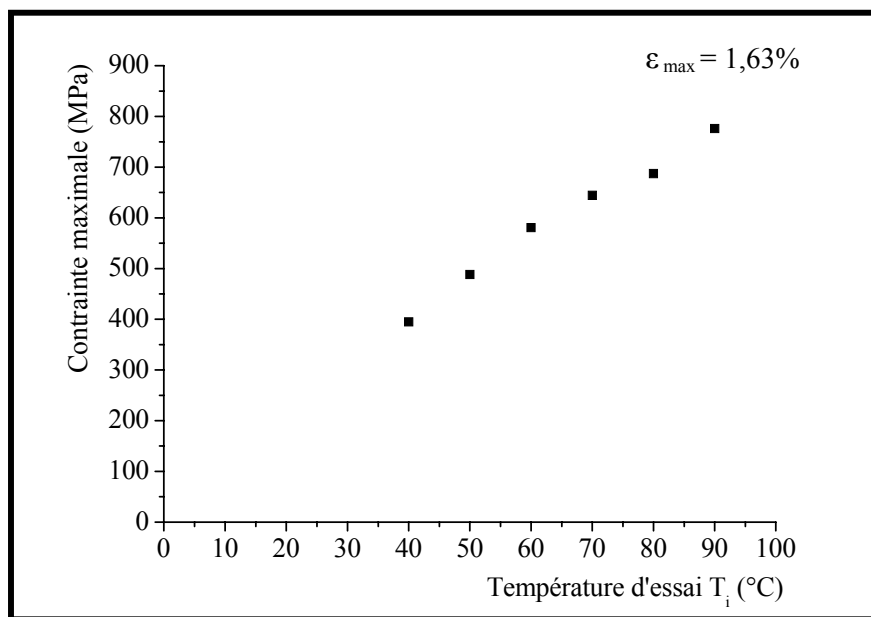


Figure IV-15: Evolution de la contrainte maximale en fonction de la température d'essai.

c) Module de Young

Le module de Young E est la pente réelle des courbes σ - ε dans le domaine élastique de la phase mère, caractérisant l'état structural du matériau sollicité en mode de flexion à quatre points. Il est déterminé à partir des courbes σ - ε dans le domaine élastique de l'austénite. On peut observer sur la figure IV-16, qui représente l'évolution du module de Young en fonction de la température d'essai, que le module de Young est pratiquement constant quelque soit la température d'essai considérée.

Ceci est normal, puisque les températures choisies sont supérieures à A_f et concernent donc le domaine austénitique et par suite le module de Young déduit caractérisé cette phase.

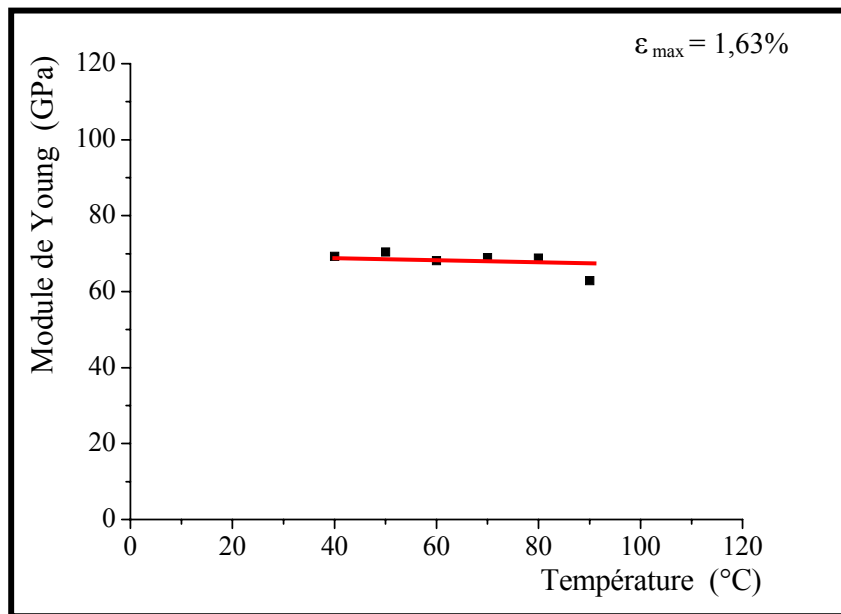


Figure IV-16: Evolution du module de Young E en fonction de la température d'essai.

IV-4.4 Cyclage mécanique isotherme par effet superélastique

La mise en place de l'échantillon s'effectue de la même manière que précédemment. Pendant le cyclage mécanique isotherme, la température d'essai est maintenue constante et elle est supérieure à A_f pour l'ensemble des cycles σ - ϵ .

IV-4.4.1 Cyclage isotherme pour différentes déformations maximales données

Le cyclage mécanique isotherme consiste à effectuer des cycles successifs de charge-décharge à une température et une déformation maximale constantes. Pour étudier l'influence du niveau de la déformation maximale sur les courbes σ - ϵ lors d'un cyclage isotherme, nous avons choisi trois taux de déformation maximale différents 0,9%, 1,1% et 1,4% pour une même température d'essai ($T_i = 45$ °C). Nous effectuons dix cycles successifs de charge-décharge pour chaque taux de déformation. L'allure des courbes σ - ϵ en fonction du nombre de cycles est représentée sur les figures IV-17, IV-18 et IV-19.

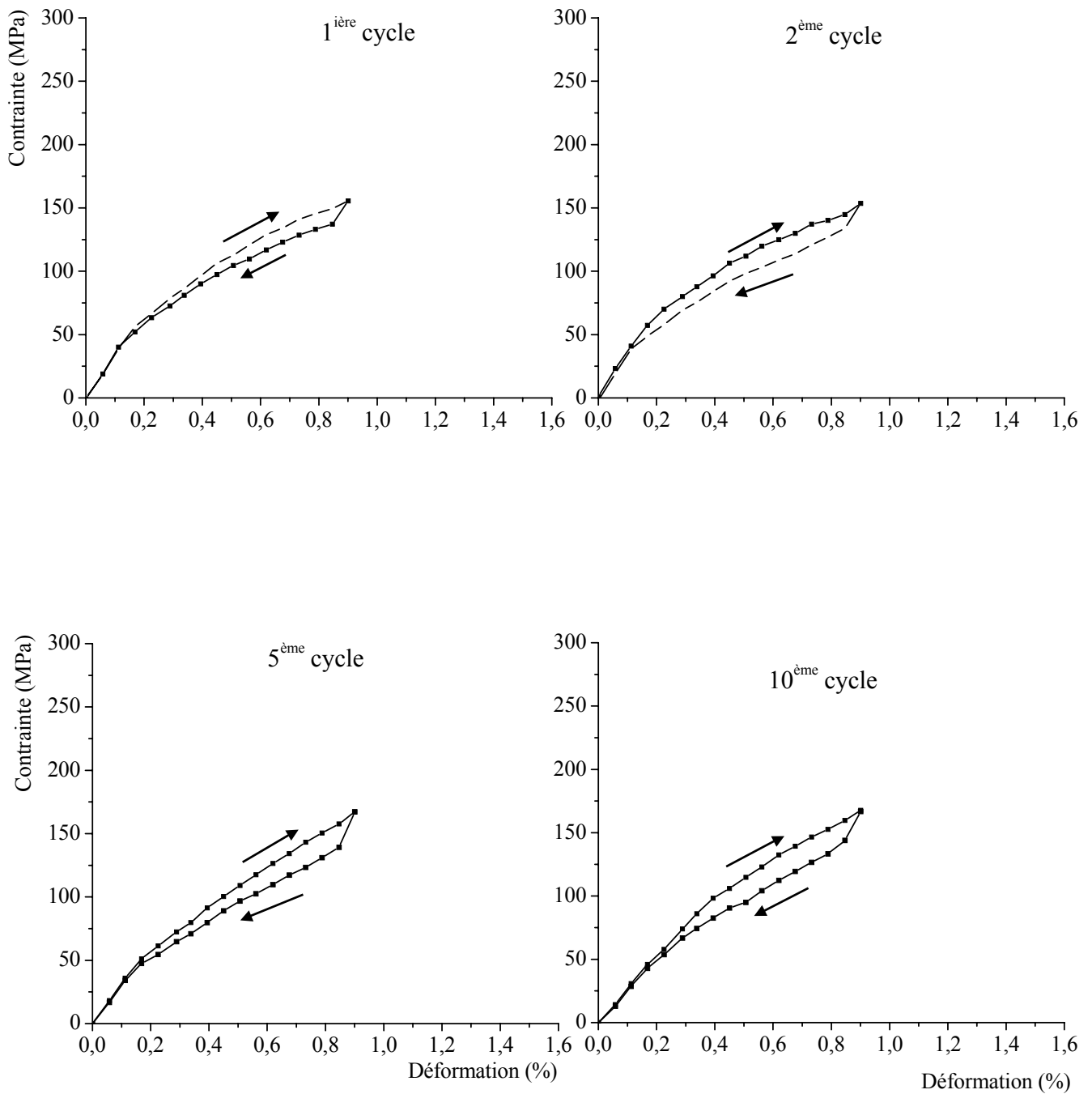


Figure IV-17: Cyclage isotherme en effet superélastique à $T_i = 45^\circ\text{C}$ (0,9%).

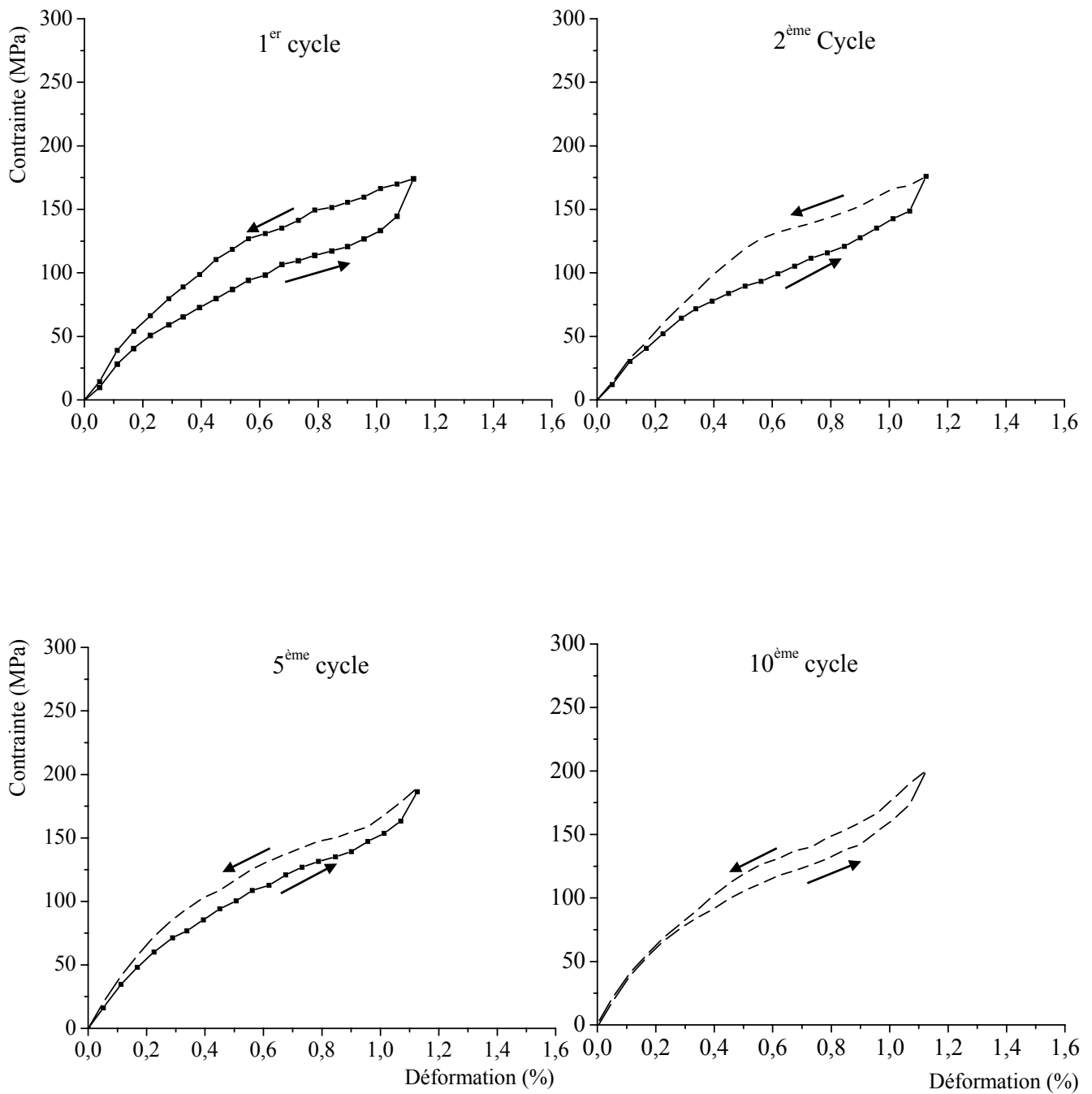


Figure IV-18: Cyclage isotherme en effet superélastique à $T_i = 45^\circ\text{C}$ (1,1%).

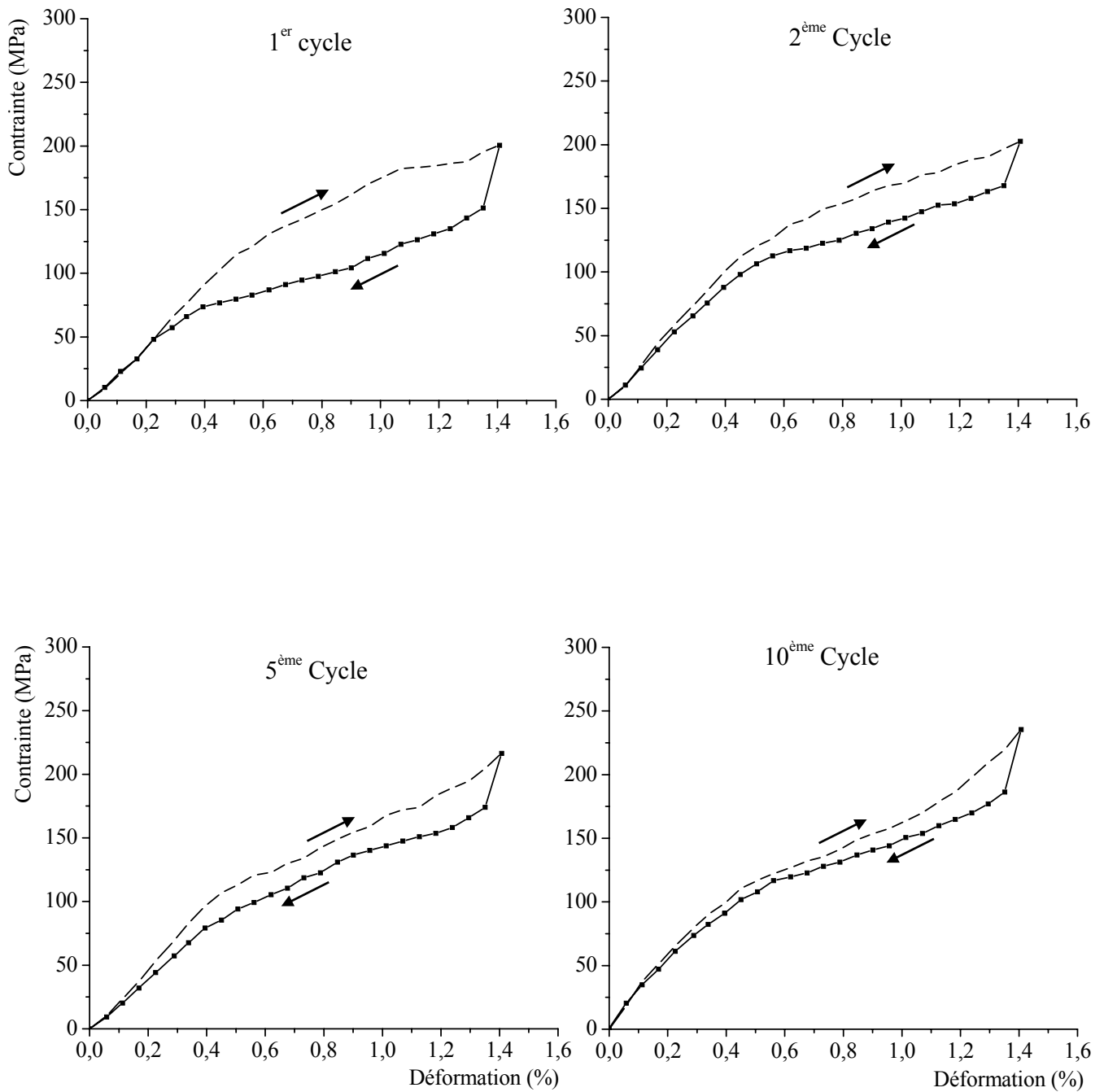


Figure IV-19: Cyclage isotherme en effet superélastique à $T_i = 45^\circ\text{C}$ ($\square_{max} = 1,4\%$).

Les variations de la contrainte maximale et de la contrainte critique déduites des courbes σ - ε sont représentées respectivement sur les courbes IV-20 et IV-21. D'après les courbes obtenues, lors du cyclage isotherme, on peut noter que la contrainte maximale augmente très légèrement avec le nombre de cycles (figure IV-20). Par contre, on observe une nette décroissance de la contrainte critique (figure IV-21). Ces résultats sont similaires à ceux obtenus dans l'étude des alliages à mémoire de forme à base de cuivre [19, 21, 23, 24, 25] et dans des alliages à base de TiNi [19, 26].

On peut également remarquer l'augmentation de la déformation de transformation $\varepsilon_{\text{transf}}$ (représentée par la longueur du palier lors de la charge) avec l'augmentation du taux de déformation maximale. Ceci est normal, car plus la déformation maximale augmente plus la quantité de martensite produite sous contrainte augmente engendrant une déformation macroscopique plus importante de l'échantillon.

On notera aussi que l'hystérésis en contrainte observé à la décharge décroît d'un côté en fonction du nombre de cycles et d'un autre côté avec la diminution du taux de déformation maximale imposée.

En outre, lors du cyclage mécanique isotherme, la pente de la courbe σ - ε dans le domaine élastique de l'austénite, pour les trois taux de déformation, reste pratiquement constante

IV-4.4.2 Analyse des résultats lors du cyclage isotherme à différentes déformations maximales

Les paramètres les plus importants que nous allons discuter lors du cyclage mécanique isotherme sont la contrainte maximale σ_{\max} et la contrainte critique σ_c .

a) Effet des cycles charge–décharge sur la contrainte maximale

La variation de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles est représentée sur la figure IV-20. On peut remarquer sur cette figure que la contrainte maximale σ_{\max} augmente très légèrement avec le nombre de cycles N et également avec la valeur de la déformation maximale imposée.

La croissance de la contrainte maximale avec celle de la déformation maximale est facilement expliquée par le taux de martensite produit. En effet, plus la déformation maximale atteinte est importante plus le taux de martensite produit sera important, il faut donc fournir plus d'effort (donc augmenter la contrainte) à la matrice pour engendrer la martensite et obtenir le taux de déformation désiré.

D'autre part, la légère croissance observée avec le nombre de cycles serait probablement due aux défauts introduits pendant le cyclage qui s'opposent aux déplacements des variantes de martensite. Il faut appliquer une contrainte plus élevée pour vaincre ces obstacles et atteindre le taux de déformation désiré.

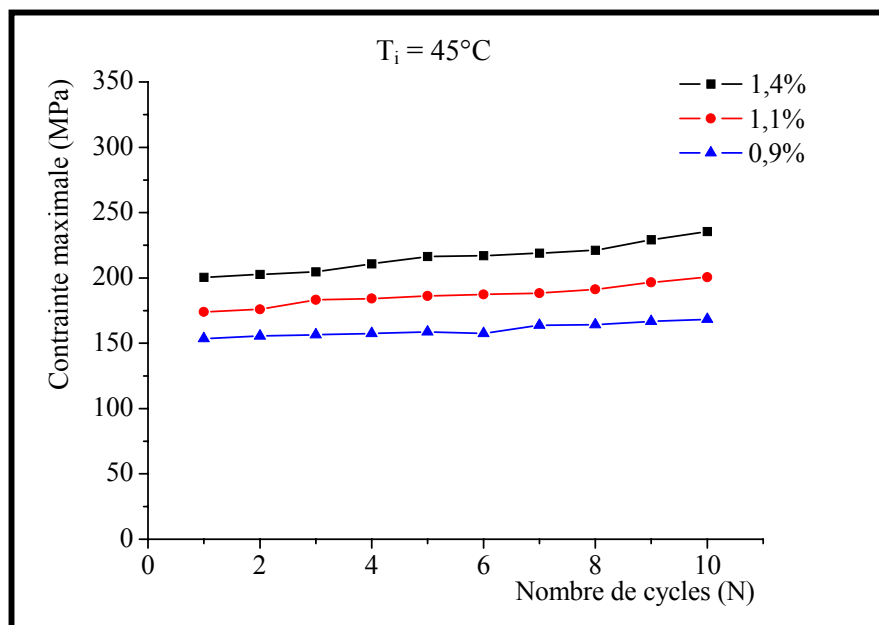


Figure IV-20: Evolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles N .

b) Effet des cycles charge–décharge sur la contrainte critique

Comme on peut le voir sur la figure IV-21, la contrainte critique σ_c diminue quelque soit le taux de déformation maximale. Cette diminution semble tout de même plus accentuée pour les grandes déformations.

La diminution de la contrainte critique avec le nombre de cycles et pour une déformation donnée s'explique aisément si l'on admet que le cyclage mécanique engendre des défauts (en particulier des dislocations). En effet beaucoup de travaux [18, 23, 24, 26] sur le cyclage mécanique et/ou thermique ont montré l'apparition de défauts lors du cyclage.

Les défauts introduits lors du cyclage créent des contraintes qui s'ajoutent à la contrainte externe appliquée et contribuent ainsi à la nucléation et à la croissance des variantes de la martensite. La contrainte critique nécessaire à l'application de la martensite diminuera d'autant plus avec le nombre de cycles car le taux de défauts augmente avec ces derniers.

Il est évident que si la déformation maximale ε_{\max} augmente cela suppose une augmentation du taux de défauts pendant le cyclage. Les contraintes internes sont d'autant plus importantes que la déformation maximale est élevée. La diminution de la contrainte critique (contrainte nécessaire à la formation des premières variantes de martensite) sera donc plus accentuée pour les déformations maximales les plus élevées.

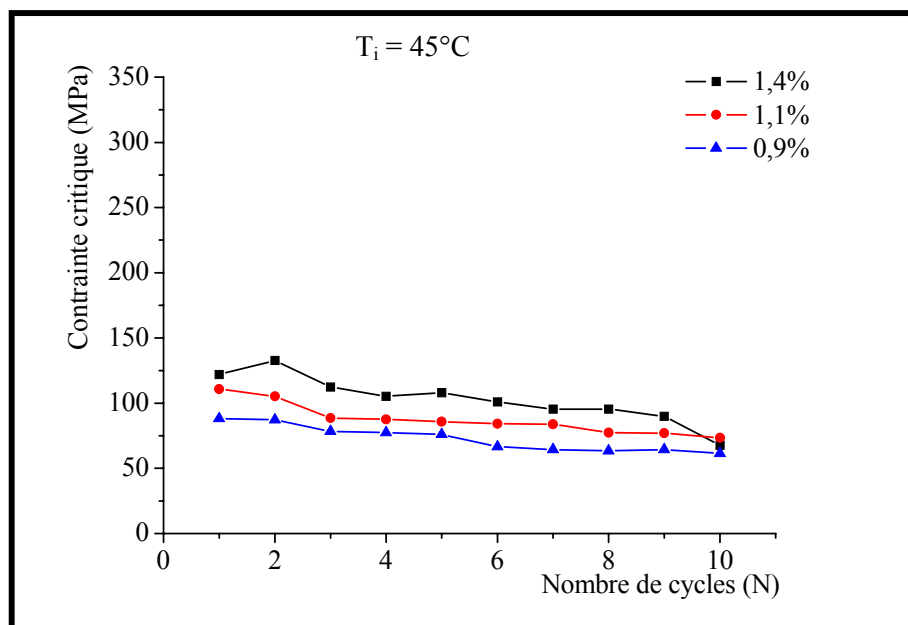


Figure IV-21: Evolution de la contrainte critique en fonction du nombre de cycles N .

IV-4.5 Cyclage mécanique isotherme à différentes températures d'essai pour une déformation maximale donnée

A l'instar de la déformation maximale, la température de l'essai est un paramètre prépondérant quant à la réponse des échantillons lors d'un cyclage mécanique isotherme. Nous avons effectué ainsi plusieurs cycles consécutifs de charge-décharge pour la même déformation maximale mais à différentes températures. Nous avons choisi la déformation maximale $\varepsilon_{\max} = 1,4\%$ et trois températures d'essai $T_i = 45, 50$ et 55 °C.

Les figures IV-18, IV-22 et IV-23 donnent l'allure des courbes σ - ε obtenues lors du cyclage mécanique en fonction du nombre de cycles pour respectivement les températures d'essai 45, 50 et 55 °C.

L'allure des courbes ressemble fort à celles obtenues pour différentes déformations maximales rencontrées au paragraphe précédent. Aussi nous nous sommes intéressés aux variations des deux paramètres les plus importants déjà considérés à savoir la contrainte critique σ_c et la contrainte maximale σ_{\max} .

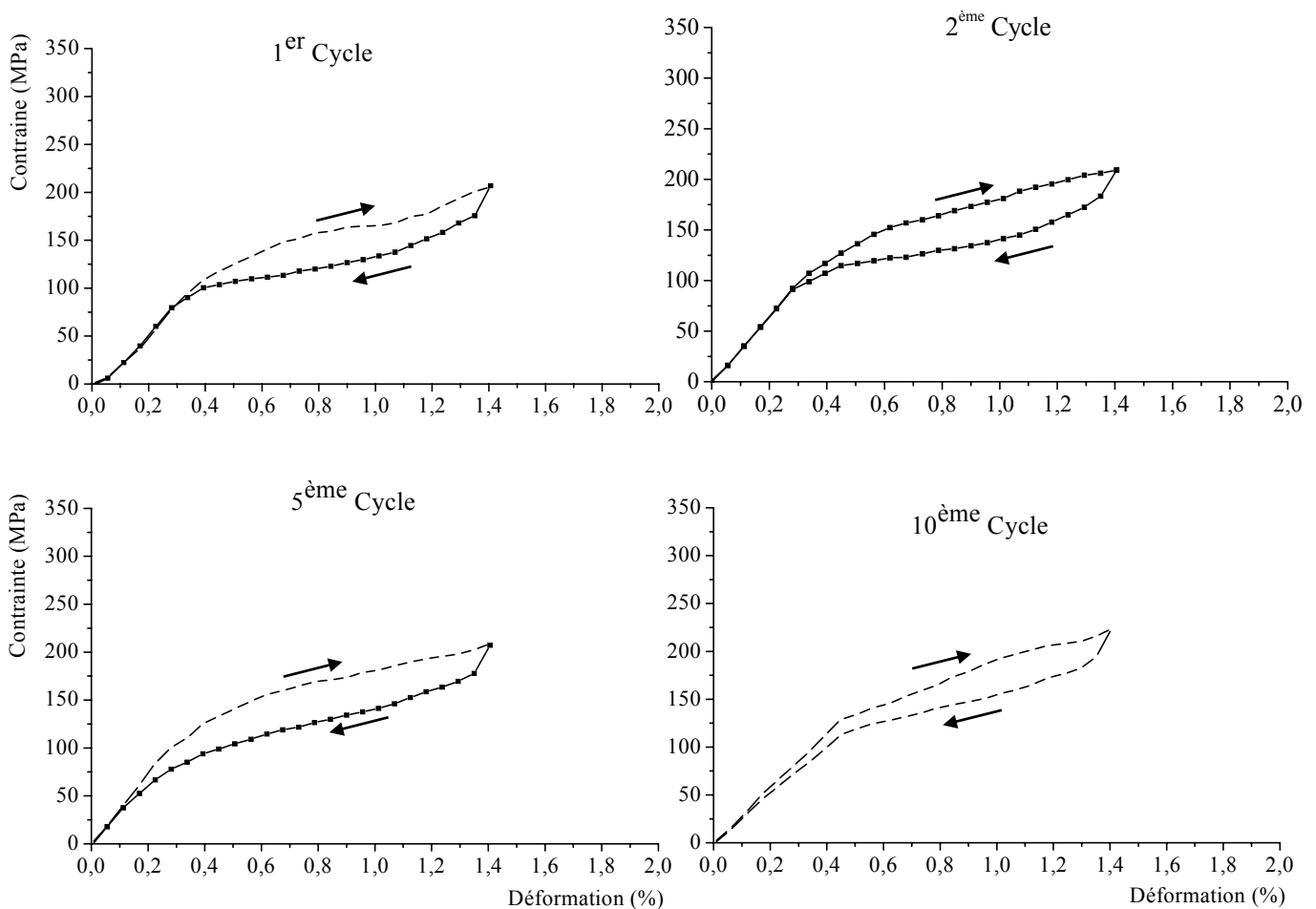


Figure IV 22: Cyclage isotherme en effet superélastique à $T_i = 50^\circ\text{C}$ ($\varepsilon_{\max} = 1,4\%$).

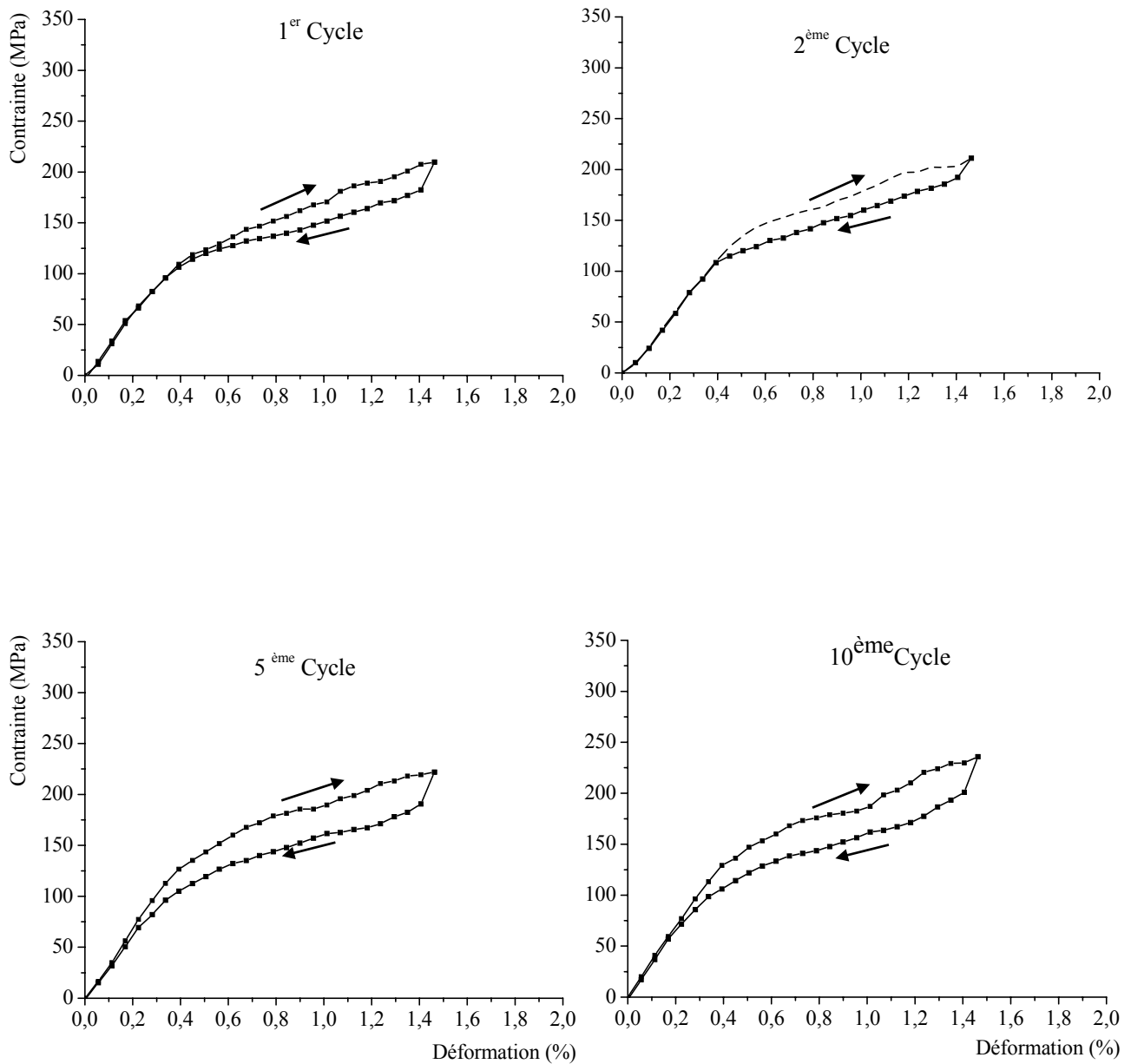


Figure IV 23: Cyclage mécanique isotherme en effet superélastiques à $T_i = 55^\circ\text{C}$ ($\varepsilon_{\max} = 1,4\%$).

IV-4.5.1 Analyse des courbes du cyclage isotherme à différentes températures

a) Effet de la température d'essai sur la contrainte maximale

L'influence de la température d'essai sur les valeurs de la contrainte maximale est illustrée sur la figure IV-24 qui représente l'évolution de la contrainte maximale en fonction du nombre de cycles à différentes températures.

On notera ainsi que la contrainte maximale σ_{\max} augmente légèrement avec le nombre de cycles et ceci pour les trois températures d'essai choisies [16, 17]. D'autre part, le niveau de la contrainte change avec la température: plus la température est élevée plus la contrainte maximale σ_{\max} l'est aussi. En fait, pour une température T_i donnée, la contrainte maximale est liée à la valeur de la contrainte critique car comme on le verra dans ce qui suit la contrainte critique σ_c augmente également avec la température d'essai.

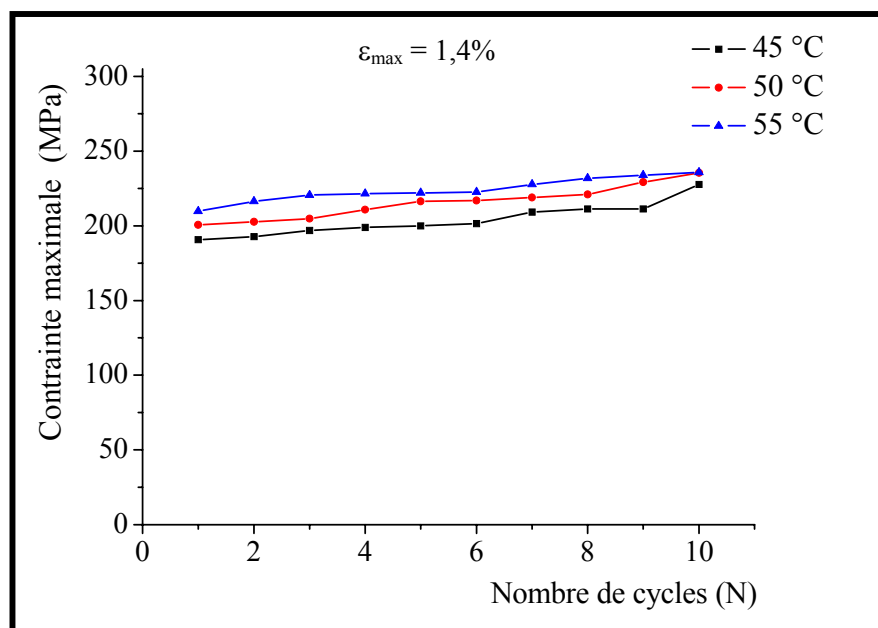


Figure IV-24: Effet de la température d'essai sur la contrainte maximale pendant le cyclage mécanique.

b) Effet de la température d'essai sur la contrainte critique

La courbe de la variation de la contrainte critique en fonction du nombre de cycles pour différentes températures d'essai est représentée sur la figure IV-25. On peut remarquer sur cette figure que la contrainte critique décroît avec le nombre de cycles quelque soit la température d'essai [19, 22]. Cette diminution de la contrainte critique lors du cyclage est principalement due aux défauts introduits par les cycles successifs qui créent un champ de contraintes internes qui vient s'ajouter à la contrainte externe appliquée et favoriser l'apparition des premières variantes de martensite.

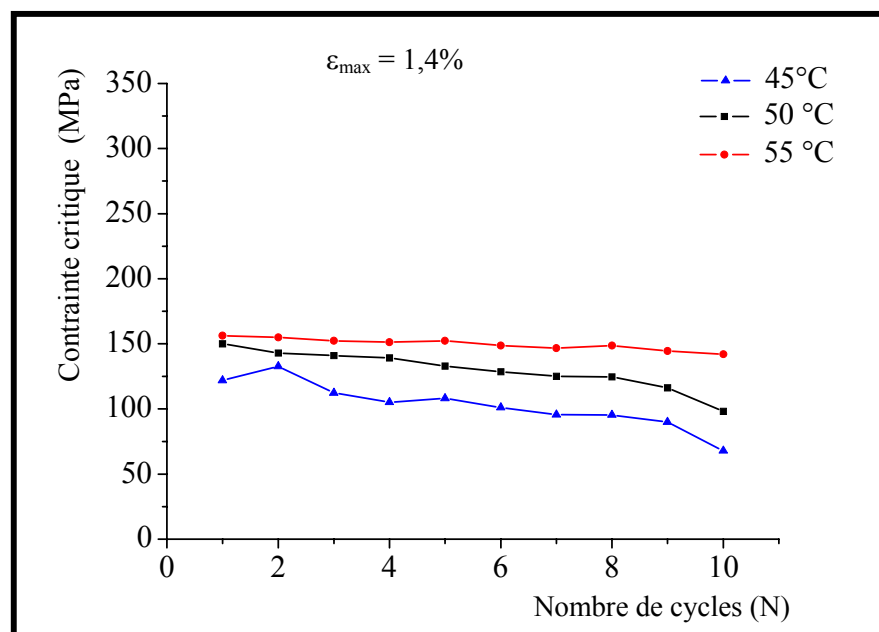


Figure IV-25: Effet de la température d'essai sur la contrainte critique pendant le cyclage mécanique

Conclusion

L'étude du comportement superélastique de l'alliage à mémoire de forme ternaire de type CuZnAl à l'aide du dispositif de flexion quatre points a permis d'obtenir les résultats suivantes:

- La contrainte maximale atteinte lors de la charge augmente légèrement avec le nombre de cycles ainsi que q' avec l'augmentation de la température d'essai.
- Le module de Young associé à l'état austénitique est d'ordre de 70 GPa.

- ▣ La contrainte critique augmente avec la température d'essai, cette croissance a permis de vérifier la loi de Clausius–Clapeyron pour ce mode de sollicitation. Cette même contrainte décroît avec l'augmentation du nombre de cycles.
- ▣ La déformation de transformation est liée directement à la déformation maximale imposée au cours d'un cycle mécanique contrainte–déformation.

IV-5 CYCLES THERMOMECHANIQUES CONTRAINTE–TEMPERATURE

IV-5.1 Cycles thermomécaniques après un état prédéformé à l'état austénitique

L'utilisation d'un alliage à mémoire de forme (AMF) soumis à une déformation constante, dans un environnement où la température est susceptible de varier peut trouver des applications industrielles intéressantes (les contacts électriques de puissance, ...). C'est dans cette optique que nous allons étudier l'évolution de la contrainte avec la température lorsque l'échantillon est soumis à une déformation constante.

IV-5.1.1 Cycle contrainte–température à déformation constante

L'essai consiste à imposer une déformation à l'échantillon à l'état austénitique $T_i = 40\text{ °C}$ puis de suivre l'évolution de la contrainte en fonction de la température lors d'un cycle thermique chauffage–refroidissement (figure IV-26). Il serait intéressant d'étudier l'influence sur la contrainte de mode de déformation imposée. En effet et pour un même taux, la déformation imposée à la montée (c'est à dire à la charge ε_{imp}^c) diffère de celle imposée à la descente (c'est à dire à la décharge ε_{imp}^d) par la valeur de la contrainte atteinte ainsi que par la nature et la quantité de martensite produite.

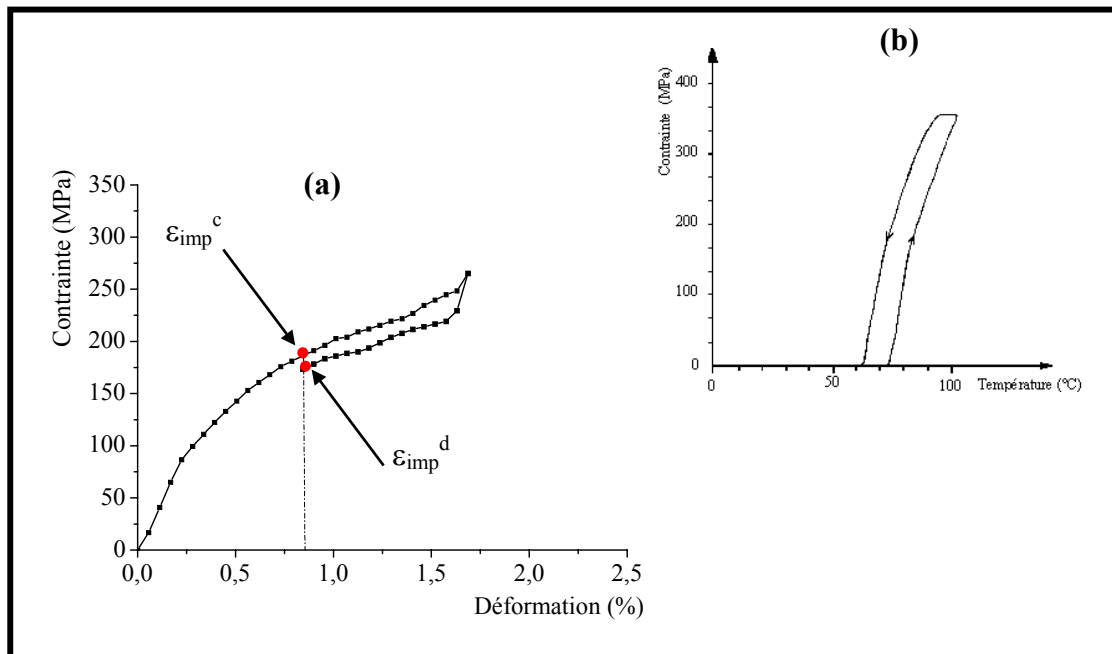


Figure IV-26: Représentation d'un cycle σ - T (figure b) à partir d'un cycle superélastique figure (a).

Nous présentons sur la figure IV-27, l'évolution de la contrainte en fonction de la température pour une déformation imposée à la charge (figure IV-27.a) et à la décharge (figure IV-27.b) de 0,84%. Le cycle superélastique σ - ϵ étant effectué à 40°C. On observe une augmentation de la contrainte jusqu'à atteindre un palier. Cette augmentation est due à la réversion des variantes de martensite en austénite. On remarque que la contrainte atteinte pour la déformation imposée à la charge est très légèrement supérieure à celle atteinte pour la déformation à la décharge.

Le fait de faire varier la température d'essai des cycles superélastiques σ - ϵ n'a apparemment pas d'effet sur les cycles σ - T (voir figure IV-28).

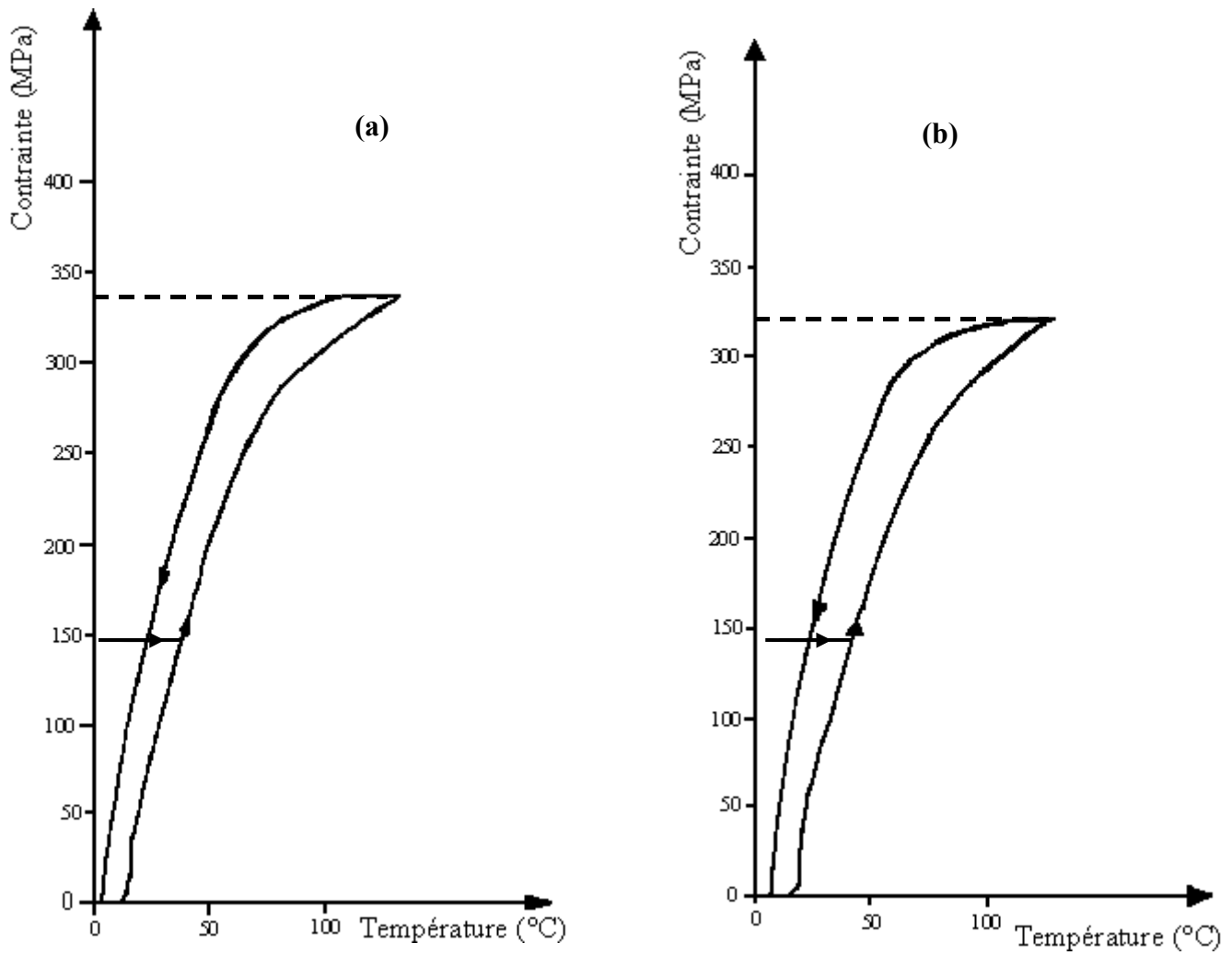
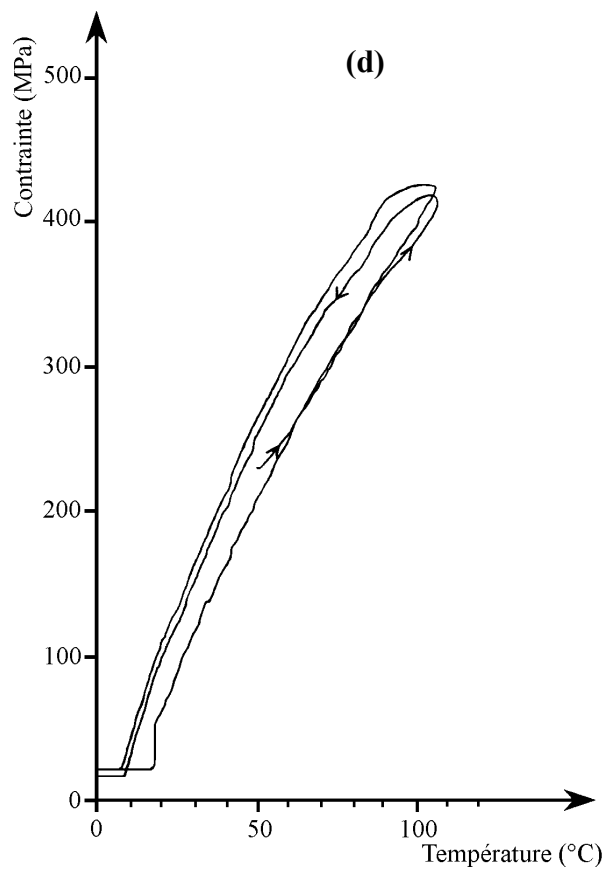
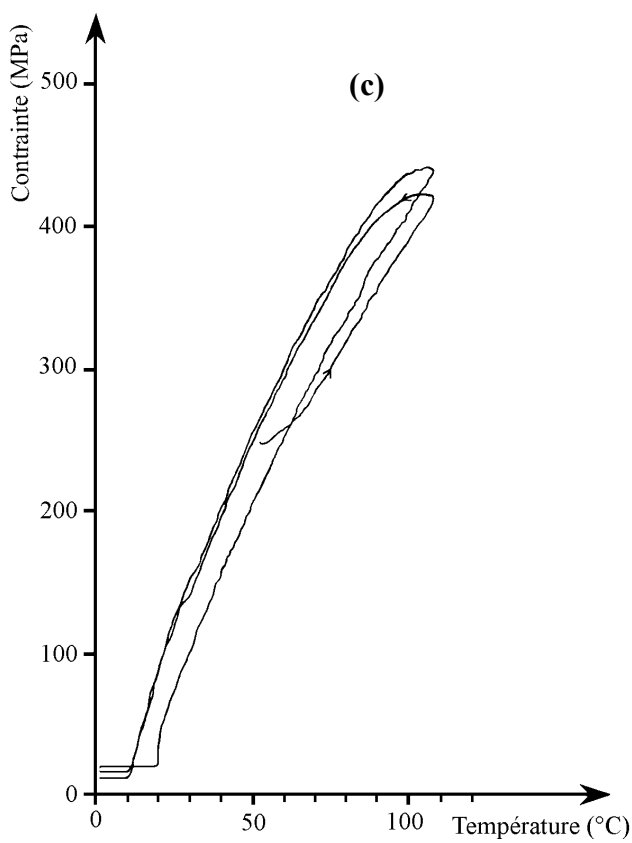
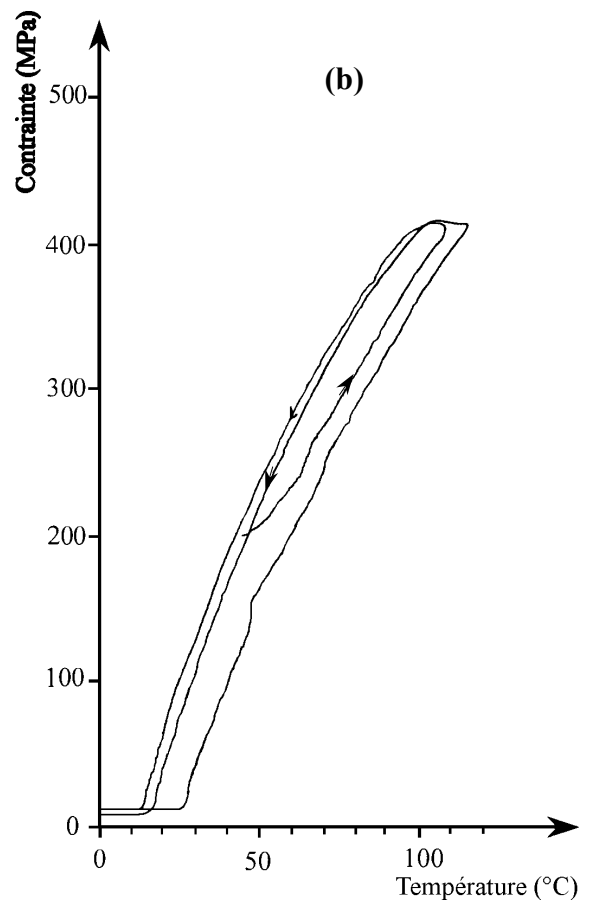
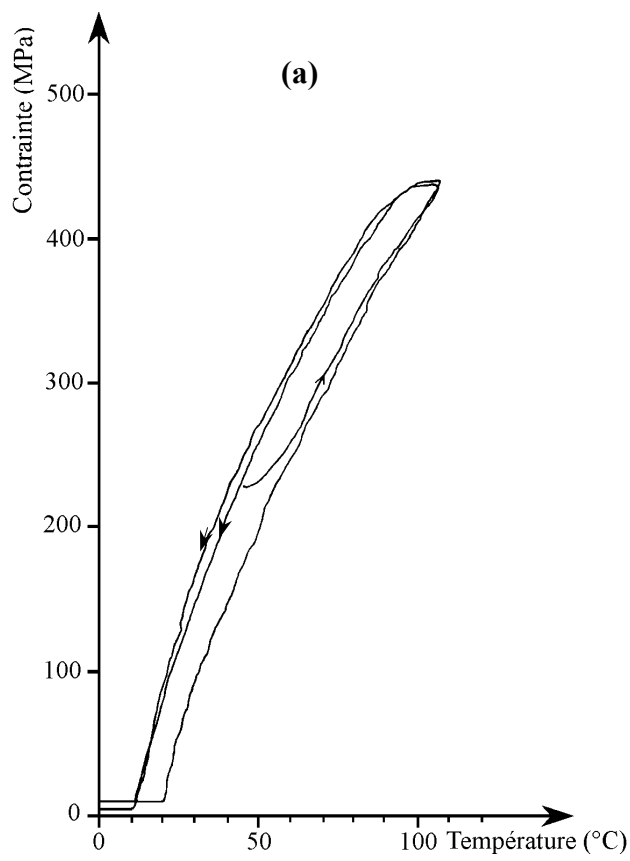


Figure IV-27: Evolution de la contrainte en fonction de la température après un état prédéformé (0,84%).

(a) charge.

(b) décharge.



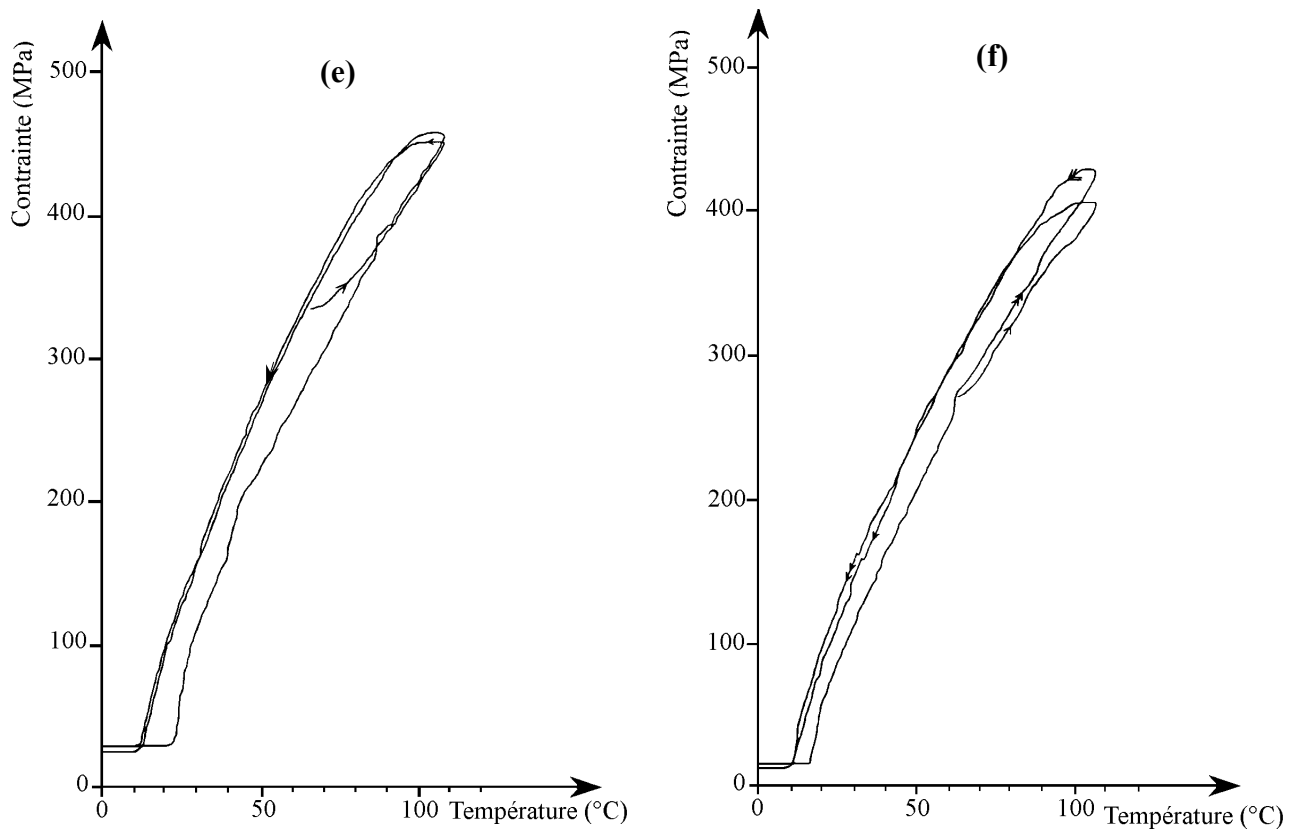


Figure IV-28: Evolution de la contrainte en fonction de température après un état prédéformé.

(a) et (b) à 40°C

(c) et (d) à 50°C,

(e) et (f) à 60°C

IV-6. CARACTERISATION MECANIQUE EN PSEUDOELASTICITE

IV-6.1 Procédure de manipulation

IV-6.1.1 Les échantillons

Pour étudier l'effet pseudoélastique, nous avons utilisé les échantillons du groupe T (tôle), car leurs températures de début de transformation M_s sont relativement élevées. Il sera plus commode de faire les essais à la température ambiante en particulier pour les cycles isothermes. Le tableau IV-2 résume les caractéristiques des différents échantillons utilisés dans cette partie.

Echantillons	W (mm)	d (mm)	M_s (°C)	A_f (°C)	M_f (°C)	A_s (°C)	H_T (°C)
T0	2	3,8	65	75	53	68	13
T3	1,2	3,8	66	81	53	76	18
T4	1,2	4,6	66	81	53	76	13
T7	1,2	3,95	64	77	52	72	15

Tableau IV-2: Caractéristiques des échantillons testés par effet pseudoélastique

IV-6.2 Description d'un cycle mécanique par effet pseudoélastique

Dans ces essais, la mise en place des échantillons sur le dispositif de flexion est analogue à celle de l'étude précédente. Le cycle charge-décharge est effectué à une température inférieure à la température de fin de transformation martensitique M_f . Il est donc nécessaire de porter les échantillons à une température inférieure à M_f ($T_i = 20^\circ\text{C}$), avant de le soumettre à un cycle mécanique charge-décharge (0- σ -0). La température ambiante est justement adéquate pour cette étude, c'est d'ailleurs la raison pour laquelle a été choisi ce type d'échantillons.

L'application de la contrainte à l'état martensitique conduit à une réorientation des variantes de martensite dans le sens de la contrainte appliquée. Lors de la décharge, on observe un retour partiel des variantes de martensite, néanmoins une déformation permanente notée déformation résiduelle ε_r persiste pour $\sigma = 0$. Celle-ci est due à une déformation plastique engendrée par l'accommodation des variantes de martensite (figure IV-29). L'allure

de la courbe σ – ε obtenue est semblable à celle présentée dans la littérature pour des modes de sollicitation différents [4, 8, 11, 12, 13, 26, 27, 28].

Il est très important de comprendre le rôle de cette déformation résiduelle. Cette déformation existe malgré que la contrainte appliquée (externe) soit nulle. Ainsi, si l'on soumet de nouveau l'échantillon à un cycle mécanique on observera une déformation résiduelle qui sera une déformation cumulée en d'autres termes il faut sommer les déformations résiduelles engendrées à chaque nouveau cycle. On montrera par la suite la justification de l'existence de cette déformation et son effet cumulatif.

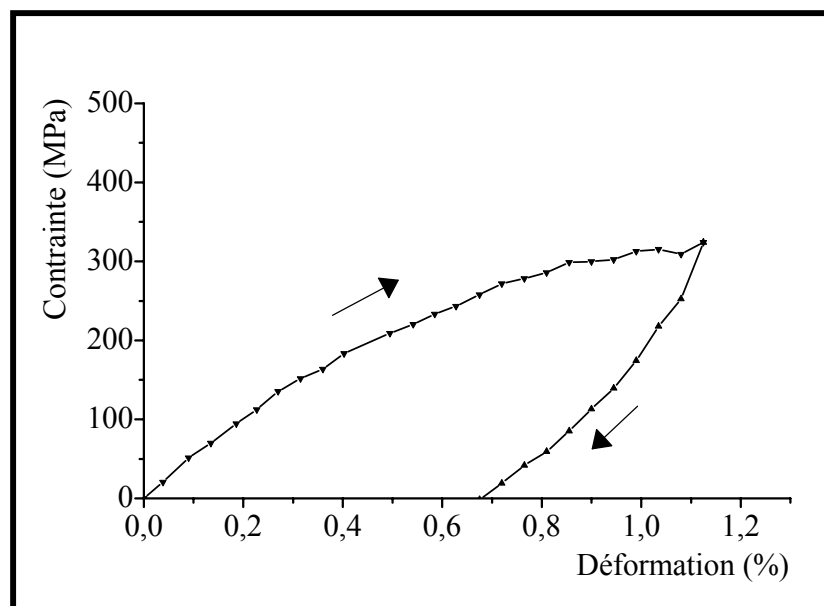
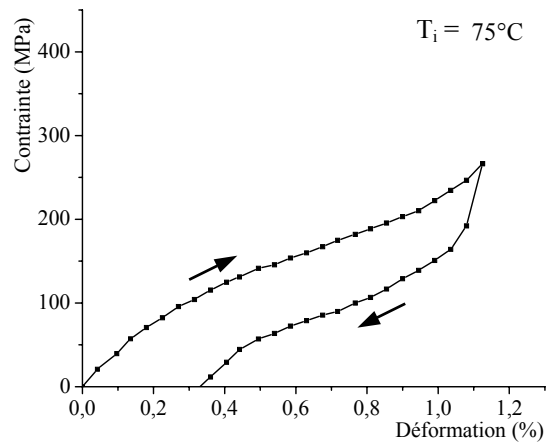
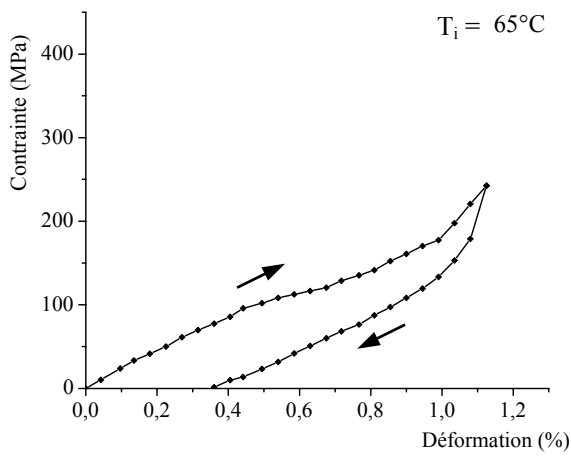
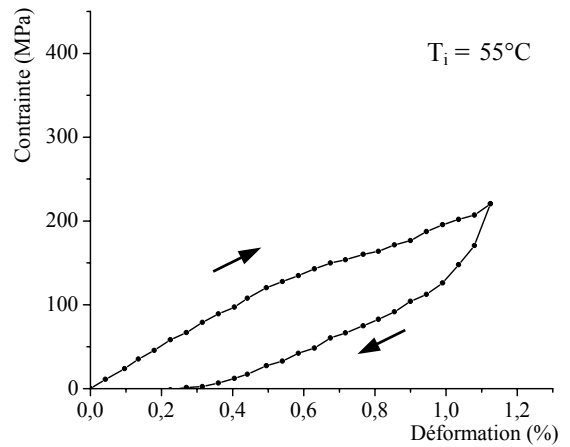
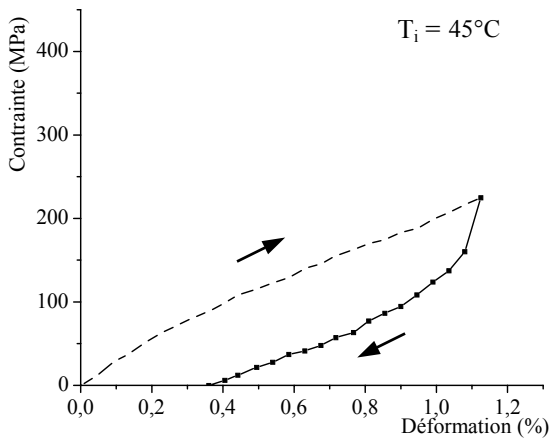
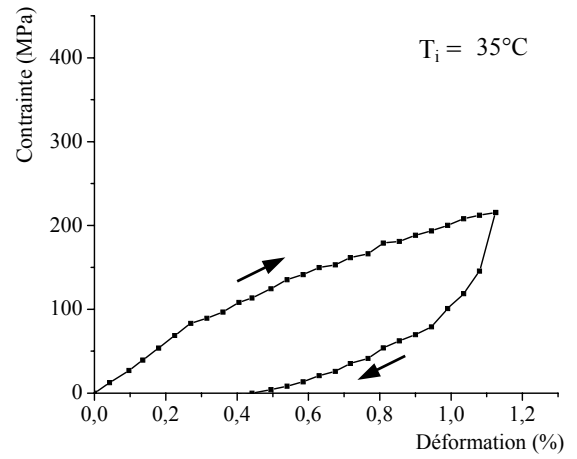
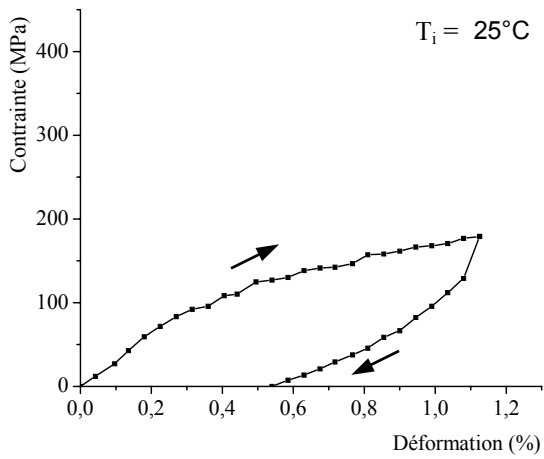


Figure IV-29: Cycle pseudoélastique à température ambiante (20°C).

IV-6.3 Cycles σ – ε pour différentes températures d'essai

La figure IV-30 représente les cycles de contrainte–déformation obtenus à différentes températures d'essai pour une déformation maximale imposée égale à 1,1%. On peut ainsi remarquer que ces courbes σ – ε varient avec la température d'essai. Ces variations sont liées à l'état structural de l'échantillon qui peut être soit martensite, soit austénite, soit mixte (austénite + martensite).



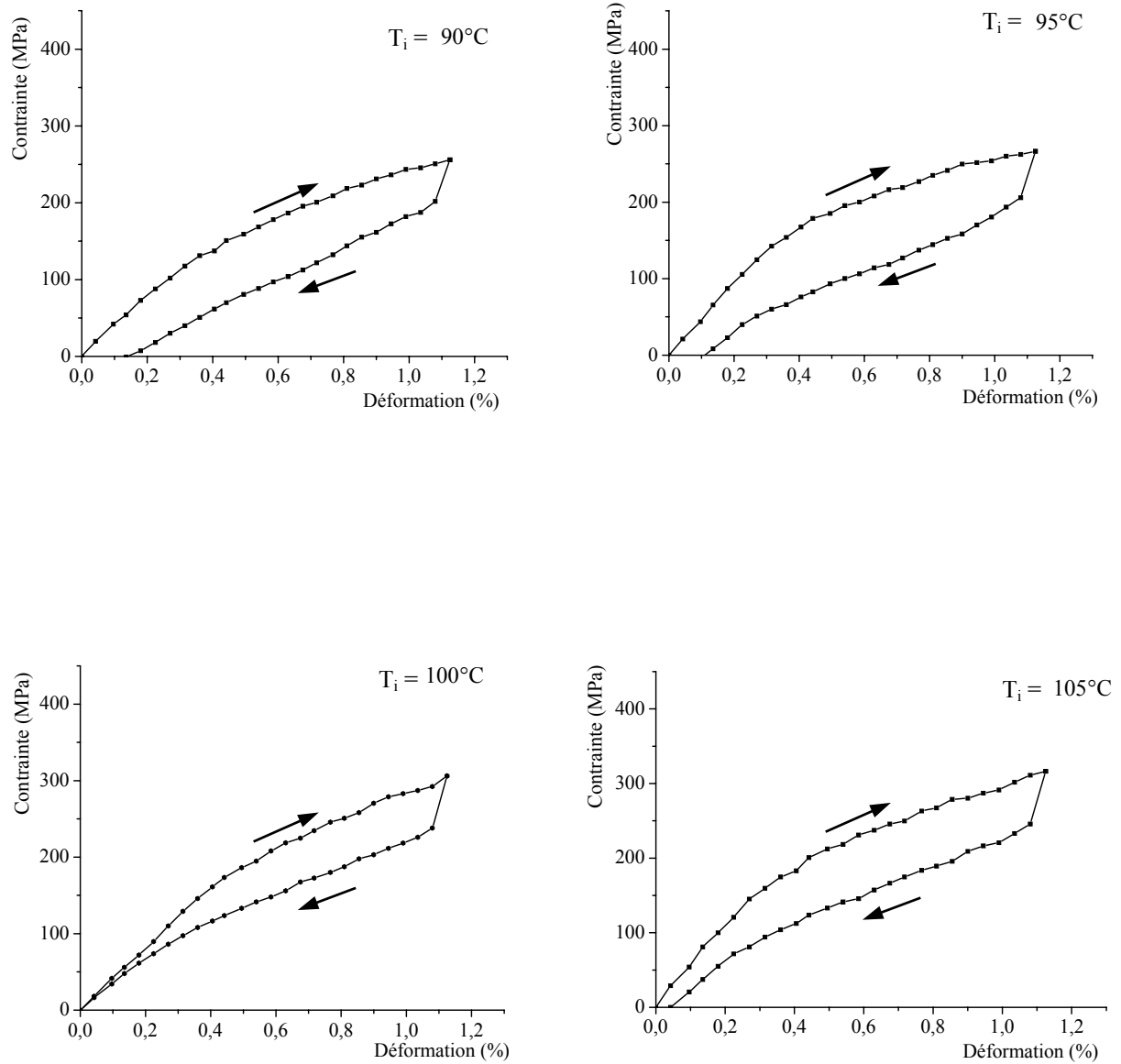


Figure IV-30: Courbes contrainte–déformation à différentes températures pour un échantillon de la série T ($\epsilon_{\max} = 1,1\%$).

On peut en outre déduire pour chaque essai le module de Young (en traçant la tangente à la courbe σ - ε dans sa partie linéaire) et dont l'évolution donnée sur la figure IV-31

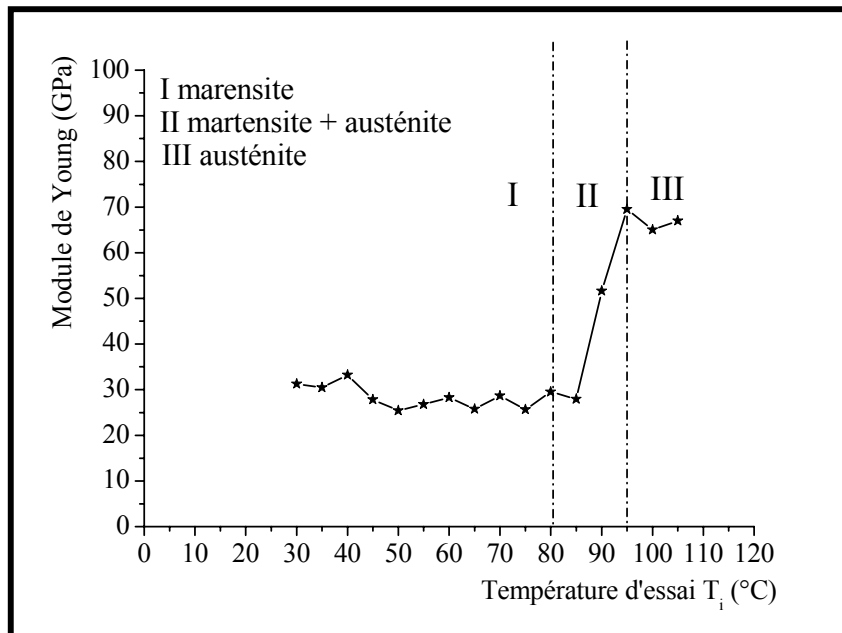


Figure IV-31: Evolution du module de Young E en fonction de la température d'essai

Il apparaît sur cette figure trois domaines distincts. Un premier domaine à basse température où le module, relatif au domaine martensitique, est pratiquement constant et est de l'ordre de 30 GPa. Un domaine intermédiaire, qui correspond à l'état mixte où les deux phases martensite et austénite coexistent et où l'on observe une augmentation rapide du module de Young pour atteindre 70 GPa environ. Puis le troisième domaine (austénitique) où le module de Young ne varie pratiquement plus mais qui reste largement supérieur à celui du premier domaine (martensitique). On retrouve ainsi les mêmes résultats que dans la littérature: le module de la phase martensitique est inférieur à celui de la phase austénitique [21, 29, 30].

IV-6.4 Cyclage mécanique isotherme à déformation maximale constante

Nous avons suivi le comportement mécanique de l'alliage CuZnAl à basse température lors d'un cyclage mécanique isotherme ($T_i = 30\text{ °C}$) pour une déformation maximale ε_{\max} de l'ordre de 1,1%. Les courbes obtenues sont donnés sur la figure IV-32. Chaque cycle cumule la déformation résiduelle des cycles antérieurs.

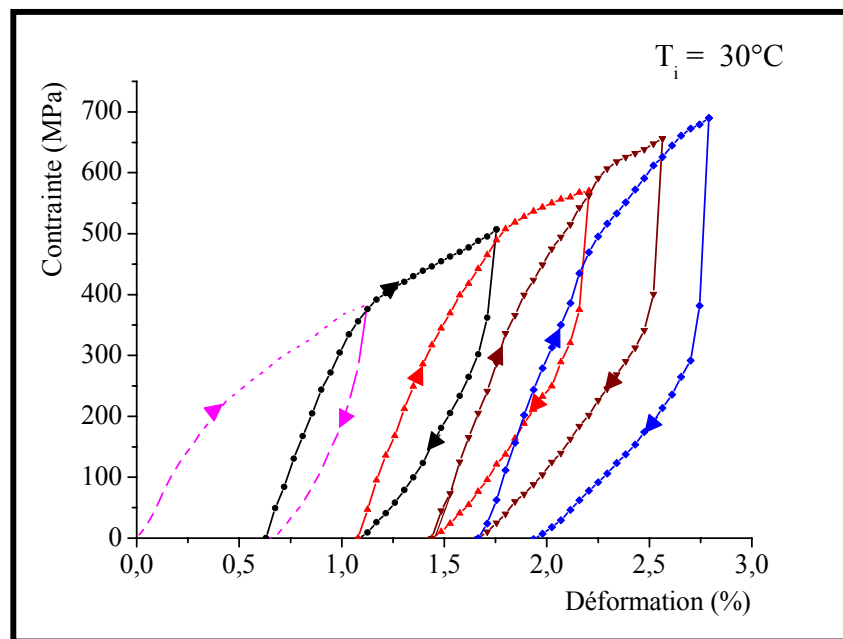


Figure IV-32: Cyclage isotherme par effet pseudoélastique à $\varepsilon_{\max} = 1,1\%$

L'allure des courbes représentées sur la figure ci dessus est similaire à celles obtenues en traction et en compression [24, 25, 27]. Néanmoins, on observe lors des essais en flexion à quatre points que l'ordre de grandeur des contraintes maximales atteintes est supérieur à celles obtenues en traction et en compression. La réponse de l'échantillon diffère d'un mode de sollicitation à un autre.

IV-6.4.1 Analyse des courbes obtenues lors cyclage isotherme

a) Evolution de la déformation résiduelle avec le nombre du cycles

La figure IV-33 donne l'évolution de la déformation résiduelle (en tenant compte de l'effet d'accumulation) en fonction du nombre de cycles N . L'augmentation de la déformation résiduelle après chaque cycle σ - ε est probablement accentuée par le phénomène d'accumulation de défauts créés lors des cycles précédents [17, 27].

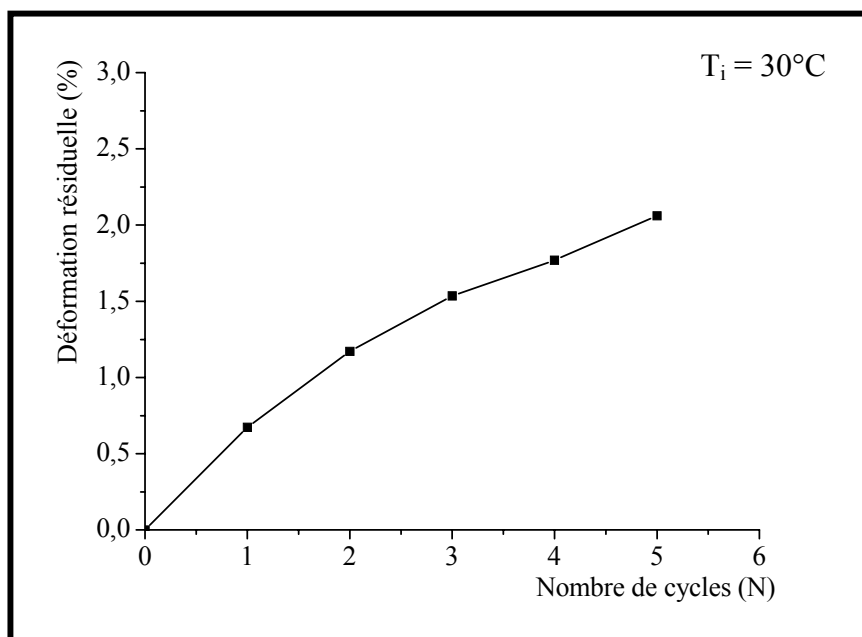


Figure IV-33: Evolution de la déformation résiduelle avec le nombre de cycles N

b) Effet du cyclage mécanique isotherme sur la contrainte maximale

Lors du cyclage mécanique isotherme 0 - σ - 0 , la contrainte maximale augmente avec le nombre de cycles N (figure IV-34). D'un autre côté, la contrainte atteinte lors d'un cycle à la charge, est inférieure à celle du cycle précédent. Il existe un déplacement en contrainte noté $\Delta\sigma$ qu'il faudra fournir pour fermer le faisceau σ - ε lors de ce cycle (figure IV-32) [27]. Ce déplacement en contrainte évolue avec le nombre de cycles N (figure IV-35). Il est du principalement aux défauts introduits de plus en plus lors des cycles successifs ce qui

nécessite des contraintes plus importantes pour vaincre ces obstacles et atteindre la déformation désirée. Il faudra donc un apport supplémentaire d'effort par rapport au cycle précédent pour pouvoir réorienter les variantes lors du cycle considéré.

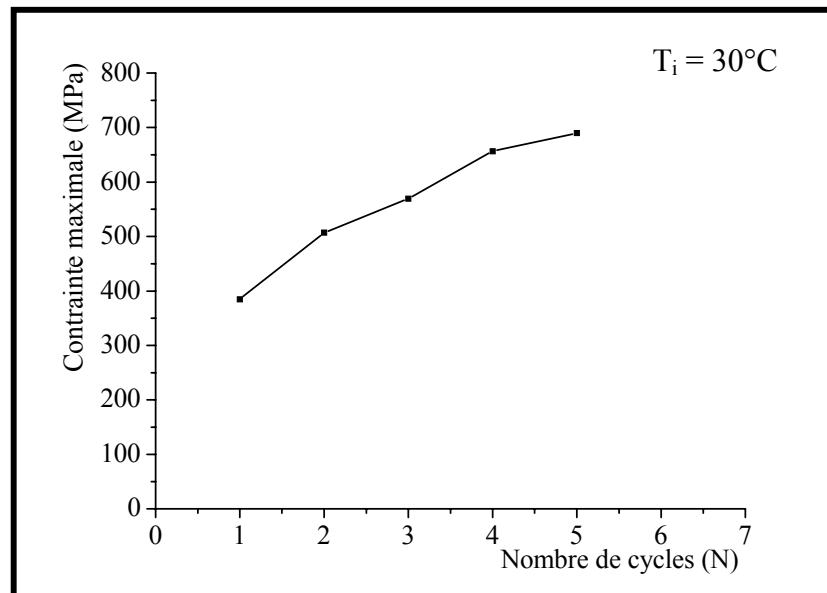


Figure IV-34: Evolution de la contrainte maximale en fonction de nombre de cycles N .

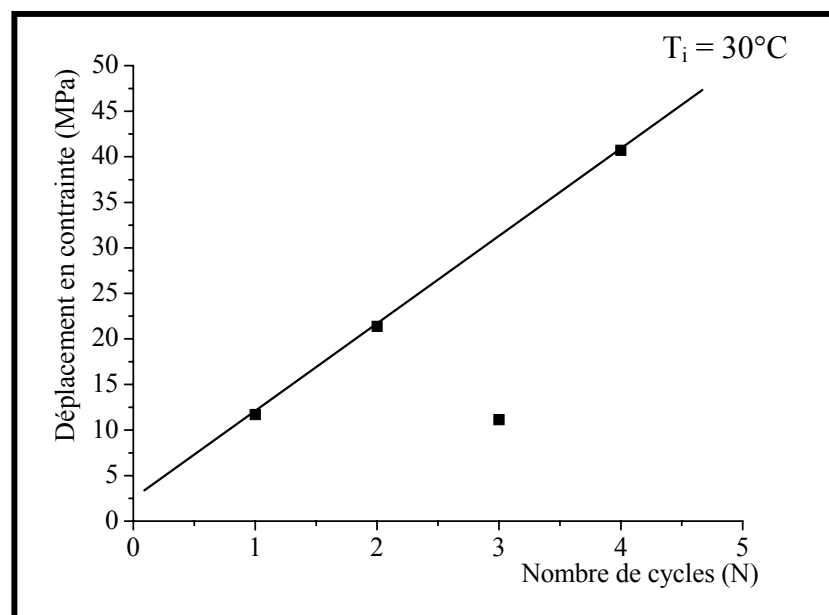


Figure IV-35: Evolution du déplacement en contrainte en fonction du nombre de cycles N .

IV-6.5 Effet de la déformation maximale sur le comportement pseudoélastique

La figure IV-36 montre l'effet d'une déformation maximale croissante à chaque nouveau cycle, sur l'allure des courbes pseudoélastiques. La température d'essai choisie est égale à 20 °C.

Nous observons sur cette figure une augmentation de la contrainte maximale ainsi que celle de la déformation résiduelle (σ_{\max} et ε_r) à chaque fois que la déformation imposée a augmenté. Les figures IV-37 et IV-38 montrent l'influence du taux de déformation maximale imposée sur ces deux paramètres.

Plus on augmente la déformation maximale, plus on oriente de variantes de martensite. Il en résulte une augmentation de la contrainte maximale. De même, plus il y a de martensite orientée sous l'effet de la contrainte, plus il y aura des variantes stabilisées quand la contrainte est relâchée, il en découle donc une augmentation de la déformation résiduelle qui représente la quantité de martensite non révertie.

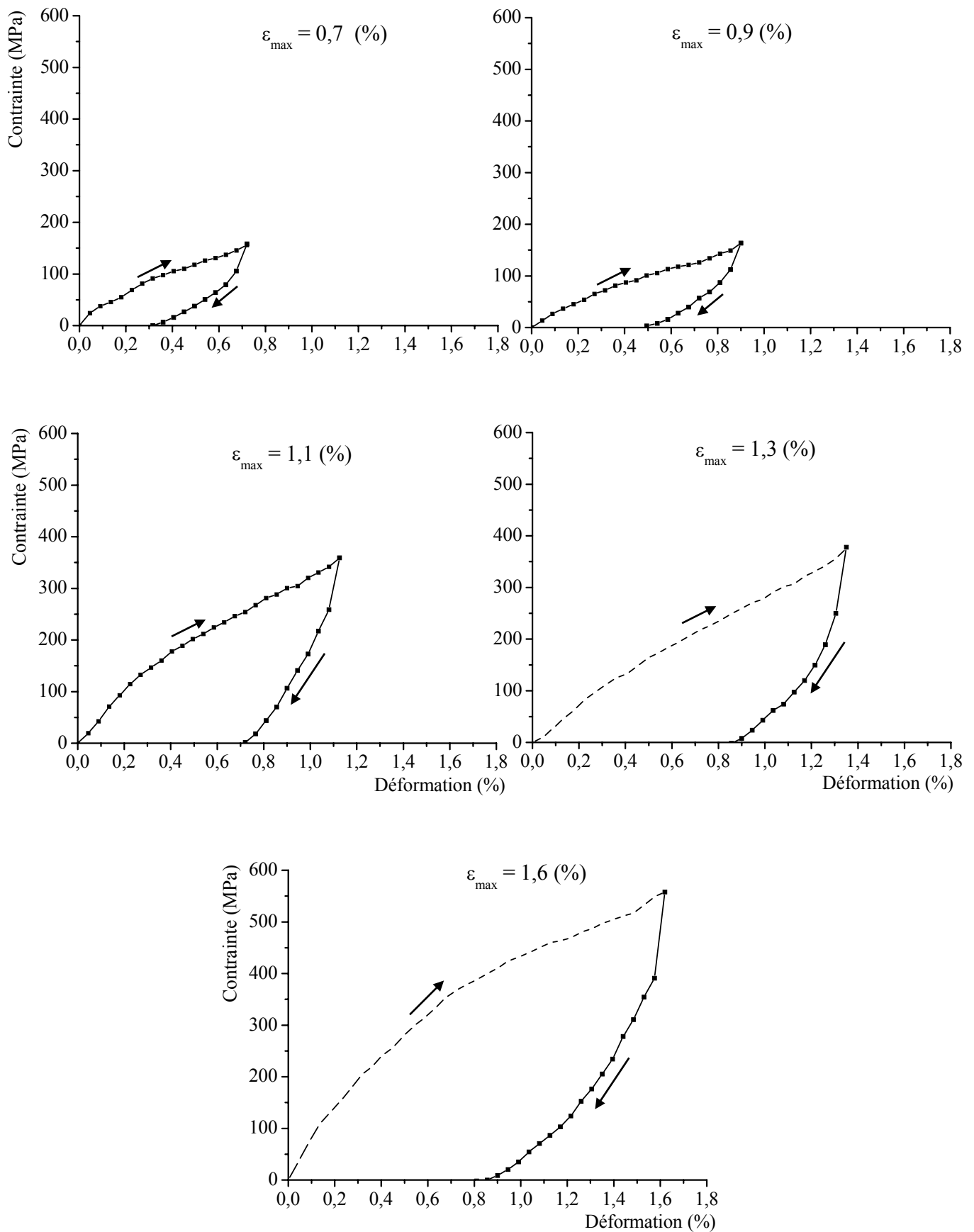


Figure IV-36: Courbes pseudoélastiques à différentes déformations maximales ($T_i = 20 \text{ }^\circ\text{C}$).

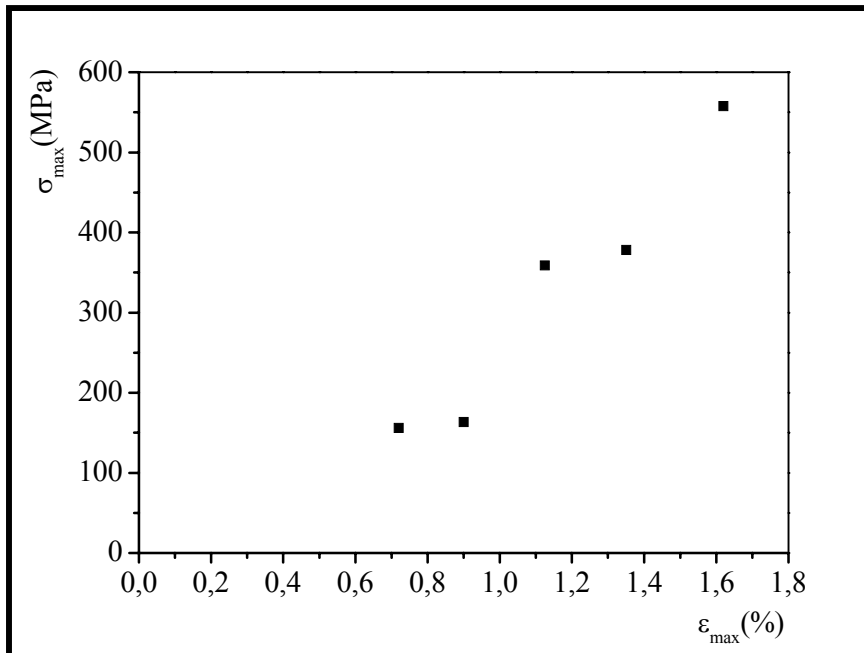


Figure IV-37: Effet de la déformation maximale sur la contrainte maximale σ_{\max} lors des cycles mécanique à différentes déformation maximale.

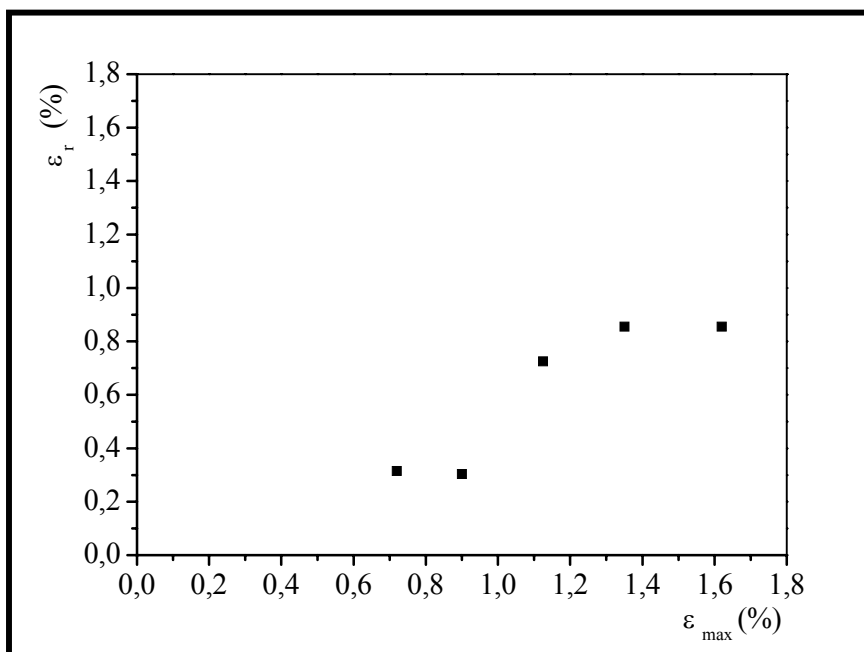


Figure IV-38: Effet de la déformation maximale sur la déformation résiduelle ϵ_r . lors des cycles mécanique à différentes déformation maximale.

Conclusion

L'étude du comportement pseudoélastique de l'alliage à mémoire de forme ternaire de type CuZnAl en flexion a permis de tirer les résultats suivantes:

- La contrainte maximale atteinte lors d'un cycle complet charge–décharge augmente avec la croissance de la de nombre de cycle
- La déformation résiduelle persistante après un cycle pseudoélastique augmente avec l'augmentation de la déformation maximale imposée ainsi qu'avec l'augmentation du nombre de cycles par le phénomène d'accumulation.

IV-7 CYCLAGE THERMOMECHANIQUE APRES UN ETAT PREDEFORME A L'ETAT MARTENSITIQUE

IV-7.1 Procédure de manipulation lors d'un cycle thermomécanique

Les caractéristiques des différents échantillons utilisés dans cette étude sont regroupées dans le tableau suivant:

Echantillons	W (mm)	d (mm)	M _s (°C)	A _f (°C)	M _f (°C)	A _s (°C)	H _T (°C)
T1	1,2	5	66	77	56	70	15
T5	1,2	3,85	66	78	53	71	13
T6	1,2	4,95	65	76	52	71	18
T8	1,2	4,1	64	80	50	69	15

Tableau IV-3: *Caractéristiques des différents échantillons testés en cycle contrainte–température après une déformation résiduelle*

Par état prédéformé, nous entendons par là l'état hérité à la fin d'un cycle mécanique charge–décharge à une température donnée. En effet, comme il a été vu aux paragraphes précédents, un échantillon ayant subi un cycle mécanique possède à la fin du cycle une déformation résiduelle. Cette déformation résiduelle est due à de la martensite bloquée qui ne se résorbe pas quand on relâche la contrainte. Cette martensite «bloquée» se réverterait en austénite si l'on procède à un simple chauffage. Ce phénomène bien connu, est appelé effet mémoire de forme (voir définition au chapitre II). La réversion de la martensite au chauffage en austénite doit donc s'accompagner (puisque l'échantillon est bloqué entre les mors de

flexion après un cycle mécanique) d'un travail effectué par l'échantillon sur les mors. On s'attend donc à une augmentation de la contrainte enregistrée due à ce travail effectué.

Pour montrer ce phénomène et l'étudier avec plus de détails, nous avons donc effectué un cycle mécanique de charge–décharge par effet pseudoélastique (à $T_i = 20\text{ °C} < M_f$). Au retrait de la contrainte l'échantillon est dans un état prédéformé. A partir de cet état, nous faisons subir à l'échantillon un cycle de chauffage–refroidissement. Nous enregistrons alors, sur une table traçante, la variation de la contrainte en fonction de la température. Un schéma représentatif de cette procédure est représenté sur la figure IV-40.

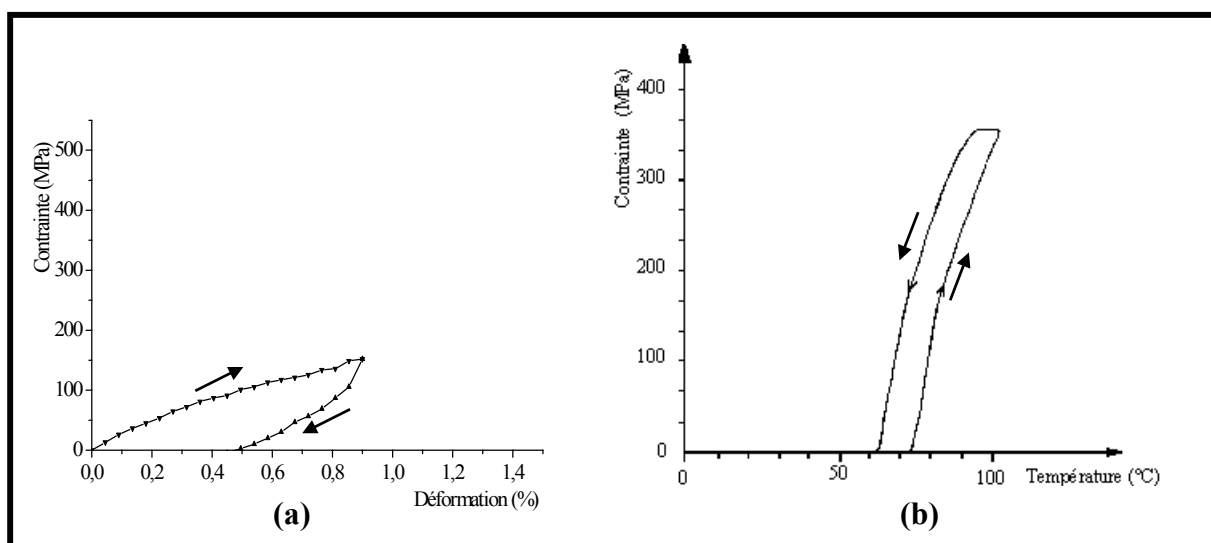


Figure IV-40: Schéma représentatif d'un cycle thermomécanique.

(a) cycle pseudoélastique.

(b) cycle contrainte température.

IV-7.2 Cyclage thermomécanique après un cycle pseudoélastique

IV-7.2.1 Description d'un cycle thermique à une déformation imposée

Nous avons reporté sur la figure IV-40 la variation de la contrainte induite par l'échantillon lors d'un cycle thermique chauffage–refroidissement à une déformation imposée donnée (déformation résiduelle en martensite). La déformation imposée est de l'ordre de 0,7% et le cycle thermique s'effectue entre 20°C et 100°C.

Nous observons au chauffage une augmentation de la contrainte à partir d'une température caractéristique A_s , elle atteint un palier à partir d'une valeur σ_p . Cette augmentation s'explique par le phénomène de mémoire de forme. En effet, dans l'état où est imposée la déformation au début du cycle nous sommes à l'état martensitique et l'augmentation de la température entraîne la transformation inverse martensite–austénite. Le déplacement des variantes entraîne une action mécanique sur les mors et provoque une augmentation de la contrainte. Lors du refroidissement ces mêmes variantes reviennent à l'état martensitique avec un hystérésis en température généralement de l'ordre de 12°C .

IV-7.2.2 Effet de la déformation imposée sur la contrainte de palier

Quand la déformation imposée augmente on s'attend à une augmentation de la contrainte du palier σ_p . pour cela nous avons représenté l'évolution des contraintes pseudoélastiques pour les trois niveaux de déformation imposée distincts. Nous représentons également l'évolution de la contrainte maximale atteinte suite à des cycles thermiques successifs. Ces évolutions sont représentées sur la figures IV-41, IV-42, IV-43.

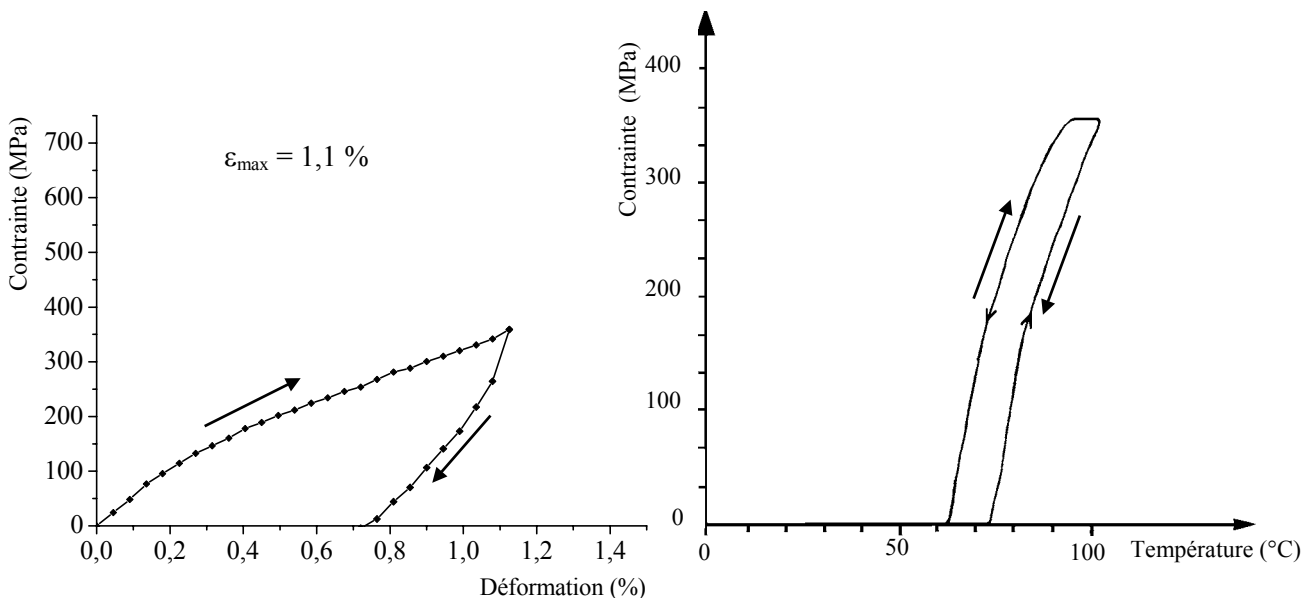


Figure IV 41: Un cycle themomécanique après un cycle pseudoélastique ($\epsilon_r = 0,7\%$).

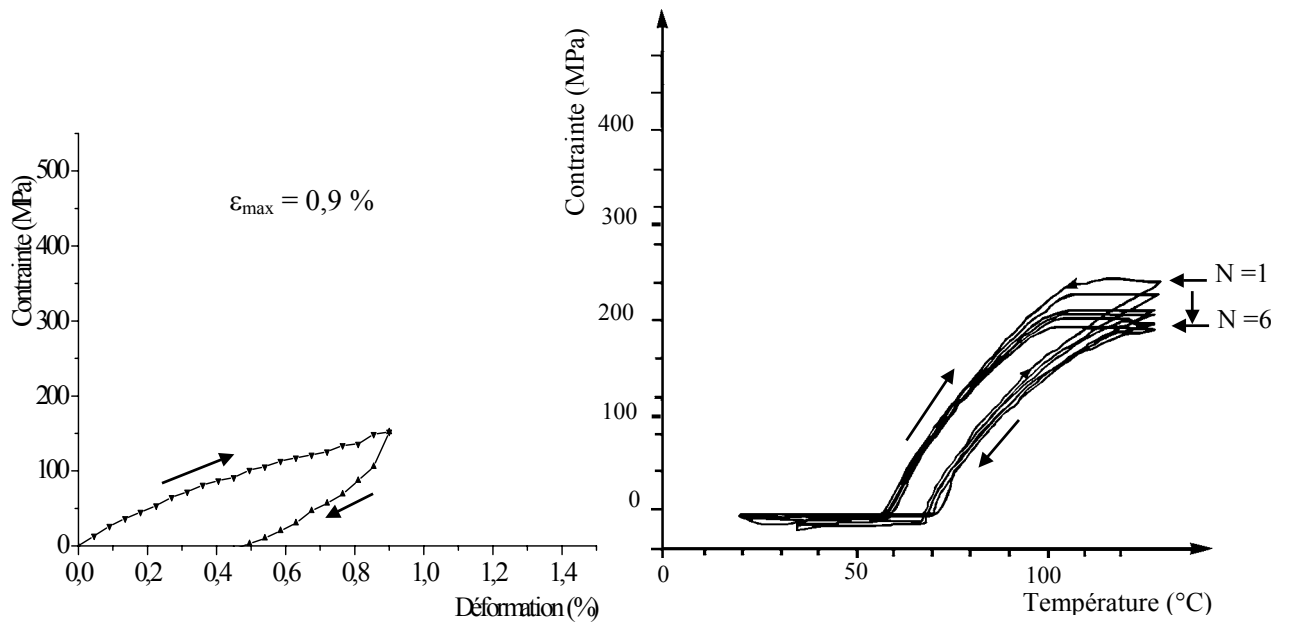


Figure IV-42: Cyclage thermomécanique après un cycle pseudoélastique ($\epsilon_r = 0,5\%$).

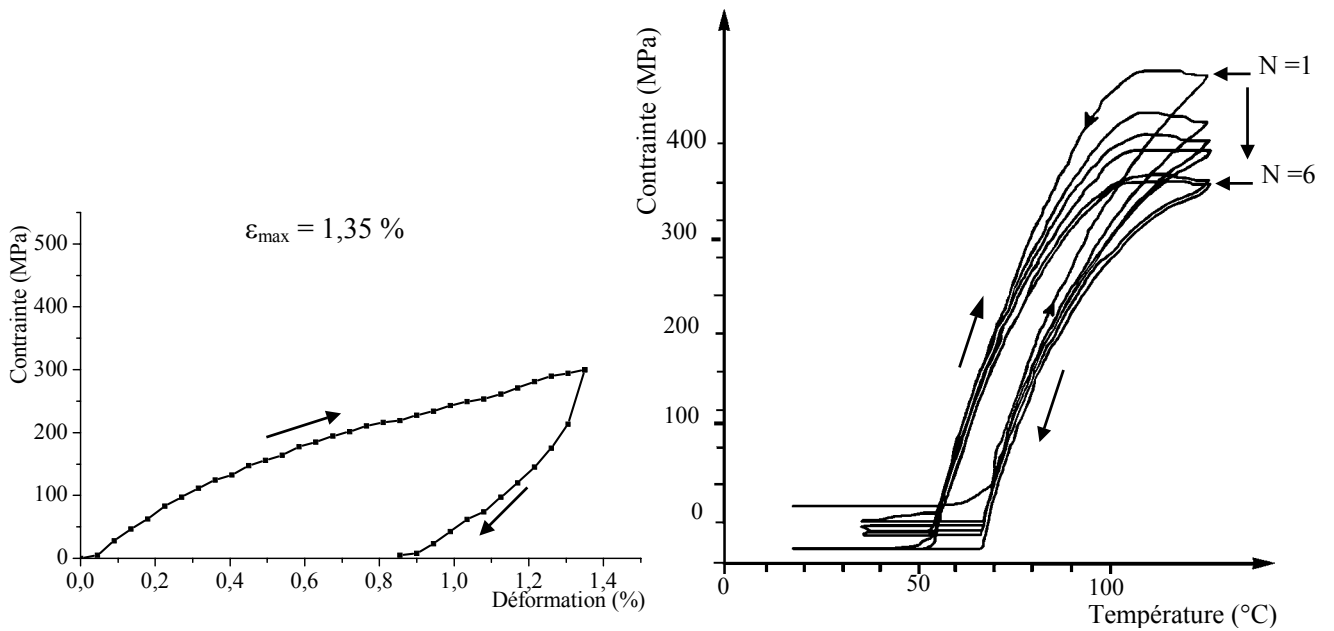


Figure IV-43: Cyclage thermomécanique σ - T après un cycle pseudoélastique ($\epsilon_r = 0,85\%$).

On peut déduire à partir de ces courbes l'évolution de la contrainte du palier en fonction du taux de la déformation résiduelle imposée (figure IV 44). On observe sur cette figure que plus la déformation résiduelle (à la décharge) est importante, plus la contrainte du palier est importante.

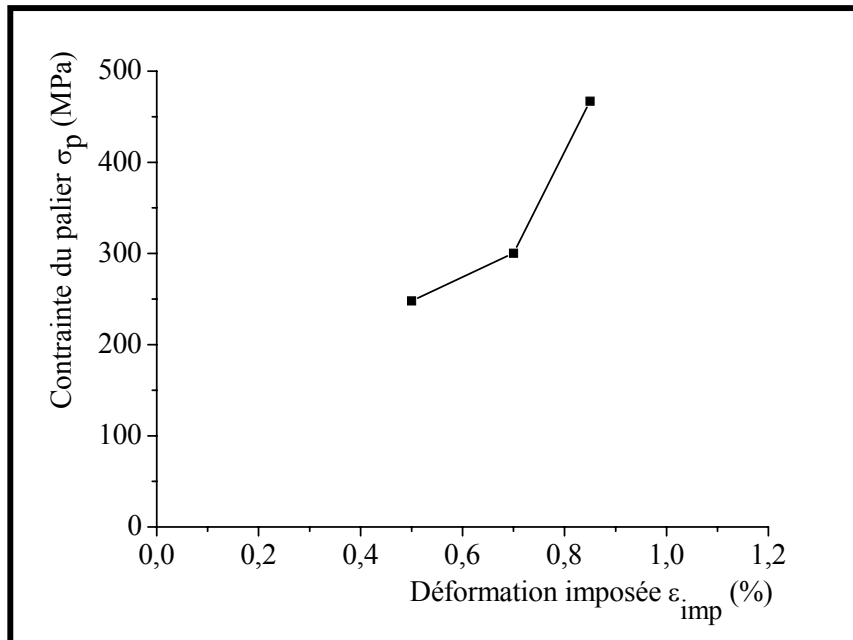


Figure IV-44: Evolution de la contrainte du palier σ_p avec la déformation imposée ϵ_{imp} .

IV-7.2.3 Effet du cyclage thermique sur la contrainte de palier

Si à la suite d'un cycle mécanique σ - ϵ à l'état martensitique, on soumet l'échantillon à un cyclage thermique, on observe alors une diminution de la contrainte du palier σ_p . (figure IV-41).

Pour une déformation résiduelle plus importante, le même cyclage engendre une plus grande valeur des contraintes du palier σ_p (figure IV-43). La diminution de la contrainte du palier, à une déformation imposée donnée, lors d'un cyclage thermique s'explique par l'introduction de défauts lors du cyclage.

IV-7.2.4 Effet du cyclage mécanique sur la contrainte de palier

Pour cet essai, nous avons réalisé un premier cycle σ - ε suivi d'un cyclage thermique σ -T, puis un deuxième cycle σ - ε suivi d'un cyclage thermique. La réponse est enregistrée sur les figures IV-41 et IV-45.

Le premier cycle thermique s'effectue à 1,1% de déformation imposée qui permet à la décharge de la contrainte d'apparaître une déformation résiduelle est égale 0,5%. Le deuxième cyclage thermique s'effectue à une déformation imposée ensuite de 1,1%. On observe pour chaque première cycle thermique σ -T une différence au niveau de la contrainte du palier enregistrée (respectivement 350 et 500 MPa). Cela est dû à la valeur de la déformation imposée initiale et spécialement à la déformation résiduelle persiste après la décharge de la contrainte. La diminution de la contrainte du palier en fonction du cyclage est d'autant plus marquée que la déformation imposée est importante.

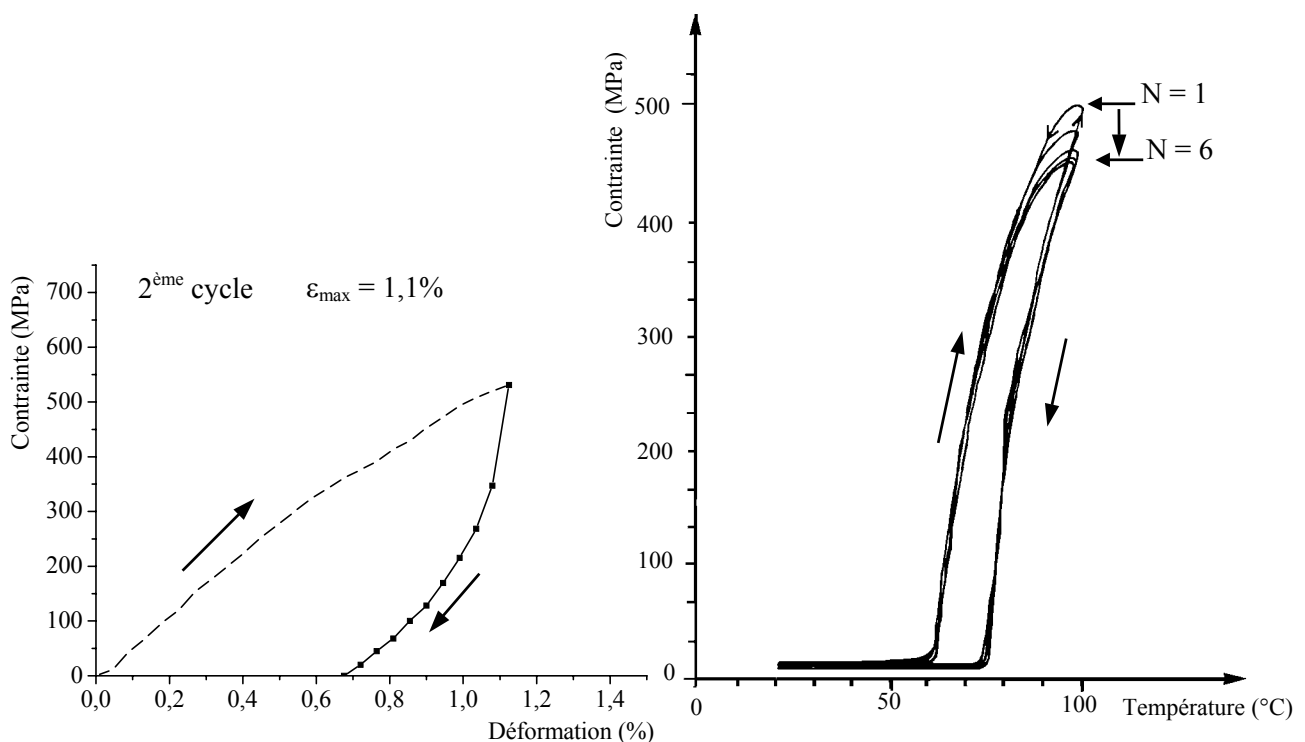


Figure IV-45: Cyclage thermomécanique σ -T après un deuxième cycle pseudoélastique.

Conclusion

Un cycle complet σ - T illustre le comportement thermomécanique de nos échantillons testé. L'évolution de la contrainte en fonction de la température σ - T à une déformation imposée à l'état martensitique permet de présenter le comportement thermomécanique de ce alliage et de montrer la relation entre les trois paramètres: déformation, contrainte et température. Dont, l'évolution de la contrainte lors d'un cycle thermique après différentes déformations imposées montre qu'il y a une dépendance entre ces paramètres. Cette dernière nous permettons de conclure que

- La contrainte du palier augmente avec l'augmentation du nombre de cycles thermique.
- Plus de déformation résiduelle persiste à la décharge est très un importante, plus la contrainte du palier lors d'un cycle thermique est très importante.

REFERENCE**[1] L. Contardo.**

“Etude des traitements d’éducation de la stabilité et de l’origine de l’effet mémoire de forme double sens dans un alliage Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 118 p. (1988).

[2] M. Benchiheb.

“Contribution à l’étude du vieillissement sous contrainte d’un alliage ternaire à mémoire de forme Cu-Zn-Al”

Thèse de Magister, Université d’Annaba (Algérie), 107 p, (1993).

[3] M. Benchiheb. S. Belkahla. G. Guénin.

“Etude de la stabilisation sous contrainte d’un alliage ternaire à mémoire de forme type Cu-Zn-Al”

Revue de Métallurgie–CIT/ Science et Génie de Matériaux, pp. 1471–1479, (2000).

[4] C. H. Gonzalez, M. Morin, G. Guénin

“Behaviour of electrical resistivity in single crystals of CuZnAl and CuAlBe under stress”

J. Phys. IV France, vol. 11, pp. 167-172, (2001).

[5] H. Kribs

“Etude du vieillissement et de la stabilisation d’alliage à mémoire de forme: cas du CuAlMn”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 167 p., (1989).

[6] C. H. Gonzalez

“Etude des comportements électro–thermomécaniques et de la stabilisation martensitique d’alliages monocristallins à mémoire de forme base cuivre”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 178 p., (2002).

[7] P. Šittner, K. Hashimoto, M. Kato, M. Tokuda

“Stress induced martensitic transformation in tension/torsion of CuAlNi single crystal tube”

Scripta Materialia, Vol. 48, pp. 1153–1159, (2003).

[8] M. Stipcich, R. Romero

“The effect of post-quench aging on stabilization of martensite in CuZnAl and CuZnAlTiB shape memory alloys”

Materials Science and Engineering A, Vol. A 273–275, pp. 581–585, (1999).

[9] P. A. Larochette, E. Cingolani, M. Ahlers

“Stabilization and the two way shape memory effect (TWME) in CuZnAl polycrystals”

Materials Science and Engineering A, Vol. A 273–275, pp. 600–604, (1999).

[10] P. Rodriguez

“Etude de la fatigue thermique et thermomécanique sur les caractéristiques de l’alliage à mémoire de forme haute température type CuAlNi”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 204 p., (1989).

[11] A. Hautcoeur, A. Eberhardt, E. Patoor, M. Berveiller

“Thermomechanical behaviour of monocrystalline CuAlBe shape memory alloys and determination of the metastable phase diagram”

In ESOMAT’94, Journal de Physique IV, supplément au journal de Physique III, Colloque C2, Vol. 5, pp. 459–464, (1995).

[12] T. Hesse, M. Ghorashi, D. J. Inman

"Comparison of the experimental behavior of a shape memory alloy in compression and tension." In Proceeding of International Mechanical Engineering Congress, Washington, (2003).

[13] J. M. McNaney, V. Imbeni, Y. Jung

"An experimental study of the superelastic effect in a shape-memory Nitinol alloy under biaxial loading." Mechanics of Materials, Vol. 35, (2003), pp.969-986.

[14] P. A. Bessenlink

“The effect of temperature on pseudoelastic cycling of CuZnAl”

Scripta Met., Vol. 30, pp. 241–246, (1997).

[15] **J. Mallaria, M. Sade**

“The effect of temperature on pseudoelastic cycling of CuZnAl single crystals”

Scripta Met., Vol. 30, pp. 241–246, (1994).

[16] **M. J. Bigeon, M. Morin**

“Superelastic effect fatigue in CuZnAl wires”

4th International Conference on New Actuators: Bremen, pp. 357-360, (1994).

[17] **M. J. Bigeon.**

“Etude thermomécanique des fils fins d’alliages à mémoire de forme, fatigue de l’effet superélastique de l’effet mémoire de forme comparaison entre le Ti-Ni et le Cu-Zn-Al”

Thèse de Doctorat, INSA (Lyon), 281 p., (1996).

[18] **I. Kebbache, R. Amireche, S. Chouf, M. Benchiheb, S. Belkahla**

“Etude de l’effet du cyclage thermomécanique sur les caractéristiques d’un alliage à mémoire de forme CuZnAl”

In First International Conference on Materials Science & Engineering, (5-7 mai, M’sila, Algeria), 76 p., (2003).

[19] **K. Otsuka, K. Shimizu**

“Pseudoelasticity and shape memory effects in alloys”

International Metals Reviews, Vol. 31, n°3, pp. 93–113, (1986).

[20] **M. P. Baron, M. Morin**

“Stress induced transformation and temperature induced transformation in CuZnAl single crystals”

Journal de Physique IV, Supplément au Journal de Physique III, Vol. 7, Colloque C5, pp. 525–530, (1997).

[21] **P. Šittner, Y. Hara, M. Tokuda**

“Experimental study on the thermoelastic martensitic transformation in shape memory alloy polycrystalline induced by combined external forces”

Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. A 26, pp. 2923–2935, (1995).

[22] **M. C. Piedbœuf, R. Gauvin, F. Trochu**

“Hysteresis behaviour of TiNi shape memory alloys as a function of deformation, temperature and rate of deformation”

In Third International Conference on Intelligent Materials, (3-5 juin, Lyon, France), pp. 458–462, (1996)

[23] **I. Kebbache, R. Amireche, S. Chouf, M. Benchiheub, S. Belkahla**

“Comportement thermomécanique d’un alliage à mémoire de forme polycristallin de type CuZnAl”

Journées d’Etudes sur les Matériaux JEM’2003, (19-20 Octobre, Sidi Bel Abbas, Algérie), (2003).

[24] **Y. Sutou, T. Omori, T. Okamoto, R. Kainuma, K. Ishida**

“Effect of grain refinement on the mechanical and shape memory properties of CuAlMn base alloys”

Journal de Physique IV, Vol. 11, pp. 185–190, (2001).

[25] **Y. Sutou, R. Kainuma, K. Ishida**

“The effect of alloying elements on the shape memory properties of ductile CuAlMn alloys”

Materials Science and Engineering A, Vol. A 273–275, pp. 375–379, (1999).

[26] **G. Airoidi, M. Pozzi, G. Riva**

“The electrical resistance properties of shape memory alloys”

Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 459, pp. 459–464, (1997).

[27] **I. Kebbache, R. Amireche, S. Chouf, M. Benchiheub, S. Belkahla**

“Effet du cyclage mécanique sur le comportement pseudoélastique d’un alliage à mémoire de forme de type Cu-Zn-Al”

Troisième Congrès International sur les Sciences et Génies des Matériaux, (25-27 mai, Jijel Algérie), (2004).

[28] **A. Cuniber, R. Romero**

“Compression induced martensitic transformation in CuZnAl alloys with $e/a > 1,5$ ”

Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 459, pp. 439–443, (1997).

[29] **J. Van Humbeeck, L. Delaey, A. Derruytte**

“The pseudoelastic in β CuZnAl alloys”

Bd. 69, H.9, pp. 575–580, (1978)

[30] **P. Šittner, P. Lukas, D. Neov, M. R. Daymond, V. Novak, G. M. Swallove**

“Stress induced martensitic transformation in CuAlZnMn polycrystal investigated by two in-situ neutron diffraction techniques”

Materials Science and Engineering A, Vol. A 324, pp. 225–234, (2002).

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Nous avons étudié le comportement mécanique, d'un alliage à mémoire de forme de type CuZnAl polycristallin, sous une déformation maximale imposée soit à l'état martensitique, soit à l'état austénitique soit à l'état mixte (austénite + martensite) à l'aide d'un dispositif de flexion à quatre points.

Dans un premier temps, nous avons étudié l'effet superélastique en flexion à quatre points, en utilisant des échantillons polycristallins sous forme de plaquettes. La transformation martensitique induite par la contrainte a été vérifiée mécaniquement à condition que la température d'essai soit comprise entre A_f et M_d . On a montré que, plus la température d'essai est élevée, plus la phase mère (austénite) est stable et alors il faut appliquer une contrainte plus élevée pour induire les premières variantes de martensite, c'est à dire que la contrainte critique augmente avec l'augmentation de la température d'essai. D'autre part, on a montré que cette contrainte vérifie la loi de Clausius–Clapeyron.

De plus, nous avons montré que la contrainte critique, lors du cyclage mécanique isotherme, décroît avec l'augmentation du nombre de cycles N . Cette diminution est probablement due à l'introduction des défauts lors des cycles thermomécaniques successifs. Ces défauts créent un champ de contrainte interne qui s'ajoute à la contrainte externe appliquée et contribuent ainsi à la transformation martensitique induite par la contrainte. Les résultats obtenus permettent de déduire les variations de plusieurs paramètres:

- ✓ La contrainte maximale augmente légèrement avec la croissance du nombre de cycles N pendant le cyclage mécanique isotherme que celle obtenue à différentes températures.
- ✓ Le module de Young de l'alliage étudié à l'état austénitique est de l'ordre de 70GPa et diffère de celui déterminé à l'état martensitique qui vaut 30GPa.
- ✓ Pendant les cycles superélastiques, la déformation résiduelle ε_r augmente avec l'augmentation de la température d'essai ainsi qu'avec l'augmentation de la déformation maximale imposée.
- ✓ Au cours d'un cycle superélastique, la déformation de transformation augmente avec l'augmentation du taux de la déformation maximale imposée.

Dans un deuxième temps, nous avons étudié l'effet pseudoélastique toujours en flexion quatre points. Dans ce cas, la déformation de transformation est due à la réorientation des variantes de la martensite favorablement orientées vis à vis de la contrainte appliquée. Nous avons réalisé des cycles pseudoélastiques à la température ambiante ainsi que des cycles mécaniques isothermes pour une déformation maximale constante. D'après les résultats obtenus, on peut tirer les points suivants:

- ✓ La contrainte maximale augmente avec l'augmentation du nombre de cycles N ainsi qu'avec l'augmentation de la déformation maximale imposée lors d'un cycle pseudoélastique.
- ✓ La déformation résiduelle augmente par le phénomène d'accumulation lors des cycles successifs ainsi qu'avec l'augmentation de la déformation maximale.

Le dispositif mis au point permet également de suivre l'évolution de la contrainte en fonction de la température lors des cycles thermiques. Nous avons ainsi réalisé quelques essais à partir d'un état prédéformé soit à l'état martensitique soit à l'état austénitique. De ces essais on peut tirer:

- L'allure des courbes σ - T obtenues à partir d'un état prédéformé à la charge est similaire à celle obtenue à partir d'un état prédéformé à la décharge.
- La température d'essai à laquelle est effectué un cycle superélastique σ - ε , n'influe que sur l'amplitude de l'hystérésis thermique de transformation.
- La contrainte maximale (au chauffage) augmente sensiblement lorsque la déformation imposée est importante est par suite la valeur de la déformation résiduelle.
- La contrainte maximale (au chauffage) diminue avec l'augmentation du nombre de cycles σ - T .