

MINISTÈRE DE LA DÉFENSE NATIONALE
ÉCOLE MILITAIRE POLYTECHNIQUE



MÉMOIRE

Présenté pour l'obtention du Diplôme de Magister

Filière :

Ingénierie des Systèmes Mécaniques

Option :

Mécanique des Matériaux

Par : Mr. BENSAID NABIL

Ingénieur d'Etat en Génie Mécanique

**Contribution à l'Etude du Comportement Thermomécanique
des Alliages à Mémoire de Forme Ternaires Cuivreux de types
Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni élaborés par Fusion**

Soutenu publiquement le 07/ 03/ 2009 devant le jury composé de :

Mr. M. BOUABDALLAH	Professeur / ENSP – El Harrach	Président
Mr. A. BETTAYEB	Directeur de Recherches / URD Aéro – DEB	Examineur
Mr. M. A. BELOUCHRANI	Maître de Conférences / BRD-EM (MDN)	Examineur
Mr. S. CHENTOUF	Maître de Conférences / USTHB	Examineur
Mr. K. NECIB	Maître de Conférences / EMP	Rapporteur
Mr. A. BRITAH	Chargé de Cours / EMP	Invité

Année 2008 - 2009

Dédicace

A mes parents,

Mon frère,

Mes sœurs,

Et à toute ma famille

Remerciements

Tout d'abord, je remercie le Bon Dieu le tout Puissant de m'avoir donné la volonté et le courage pour accomplir ce travail de recherche.

Mes remerciements s'adressent tout particulièrement à Mr Kamel NECIB, Maître de Conférences et Directeur du Département de Mécanique Appliquée de l'Ecole Militaire Polytechnique – Alger (Algérie), qui a encadré ce travail me faisant ainsi profiter de ses compétences et de sa rigueur scientifique ; qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance pour le temps qu'il a bien voulu consacrer à cette étude.

Je tiens à remercier Monsieur M. BOUABDALLAH, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure (El Harrach) pour avoir accepté de présider ce jury de mémoire et pour l'intérêt qu'il a porté au travail présenté ici.

Je remercie Messieurs A. BETTAYEB, Directeur de l'Unité Recherche Développement en Aéronautique (Dar El Beida), M.A. BELOUCHRANI Maître de Conférences – Bureau Recherche Développement de l'Etat Major (ANP) et S. CHENTOUF - Maître de Conférences (USTHB), d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie également le Lieutenant Colonel A. BRITAH, Chef du Laboratoire Génie des Matériaux (EMP), pour son aide et conseils avisés,

Je remercie l'ensemble du personnel du Laboratoire Génie des Matériaux (EMP) avec qui il était très agréable de travailler ; en particulier, Messieurs Y. SAADOUNI, A. BOUDIAF, M. BENANTAR, S. ZEGHDANE et L. HEMMOUCHE.

En fin, je tiens à remercier tous ceux qui, de près ou de loin, m'ont soutenu et aidé à réaliser ce travail ; en particulier, S. NATOURI, A. MAACHE, A. MAY et H. MERARDA.

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SYMBOLES

AMF	Alliage à Mémoire de Forme
M_s	Température de début de la transformation directe (Martensite start) [°C]
M_f	Température de fin de la transformation directe (Martensite finish) [°C]
A_s	Température de début de la transformation inverse (Austenite start) [°C]
A_f	Température de fin de la transformation inverse (Austenite finish) [°C]
$EMSS$	Effet mémoire de forme à simple sens
$EMDS$	Effet mémoire de forme à double sens
ρ	Masse volumique de l'alliage [g/cm ³]
σ	Contrainte mécanique appliquée (MPa)
ε	Déformation plastique
G	Energie libre de Gibbs
DRX	Diffraction des rayons X
θ	Angle d'incidence [°]
I	Intensité du faisceau réfléchi [cps]
d	Distance inter réticulaire [Å]
λ	Longueur d'onde de la radiation utilisée [Å]
L_0	Longueur initiale de l'éprouvette dilatométrique [µm]
δ_L	Variation de la longueur de l'éprouvette dilatométrique [µm]
V_d	Vitesse de dilatation [µm/mn]
V_C	Vitesse de chauffage [°C/mn]
V_r	Vitesse de refroidissement [°C/mn]
M_{Cu}	Masse de l'élément (cuivre) introduite [g]
A_r	Allongement relatif (%)
A_e	Allongement élastique (%)

LISTE DES FIGURES

PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Figure I.1. Schématisation 2D de l'austénite et de la martensite.	4
Figure I.2. Structure atomique de l'austénite et de la martensite.	4
Figure I.3. Transformation martensitique. Mise en évidence d'habitat du cisaillement long du plan (Plan d'interface entre l'austénite et la martensite).	5
Figure I.4. Apparition et croissance de plusieurs variantes de martensite.	6
Figure I.5. Formation de martensite auto-accommodante.	6
Figure I.6 Variantes autoaccommodantes.	7
Figure I.7 Réorientation de martensite auto-accommodante .	7
Figure I.8 Classification des transformations martensitique.	8
Figure I.9 Classification de la famille des alliages à base cuivre .	11
FigureI.10 Diagrammes binaire des phases d'équilibre des systèmes: a) Cu-Zn; b) Cu-Al; c) Cu-Sn.	12
Figure I.11. Diagramme métastable superposé au diagramme partiel du système Cu-Al.	12
Figure I.12. Séquences de décomposition des phases du Cu-12,4%Al pendant le chauffage.	13
Figure I.13. Représentation atomique des structures.	13
Figure I.14. Mailles élémentaires des structures martensitiques.	15
Figure I.15. Evolution du MS en fonction de la température de trempe (TQ).	16
Figure I.16. Schématisation des traitements thermiques et de leur influence sur les structures des alliages à base cuivre.	17
Figure I.17. Principe de l'effet mémoire simple sens d'après [Patoor et Berveiller].	18
Figure I.18. Mise en évidence de l'effet mémoire simple sens à partir d'un alliage initialement en phase austénitique.	19
Figure I.19. Cycle thermomécanique et effet mémoire simple sens.	20
Figure I.20. Chargement thermomécanique séquentiel permettant l'obtention de l'effet mémoire simple sens.	20
Figure I.21. Chargement thermiques permettant l'obtention de l'effet mémoire double sens.	21
Figure I.22. Effet mémoire double sens, sans contrainte externe appliquée; une déformation ε_M de transformations lors d'un simple refroidissement.	21

Figure I.23. Illustration de l'effet mémoire double sens.	22
Figure I.24. Représentation de l'effet caoutchoutique.	22
Figure I.25. Effet pseudo-élastique. Essai de traction à $T = cste$, sur un alliage initialement en phase austénitique.	23
Figure I.26. Diminution de l'amplitude d'une oscillation mécanique due au frottement interne dans un solide.	24
Figure I.27. Résultat d'un test de DMA.	24

PARTIE II

APPROCHES EXPÉRIMENTALES ET RÉSULTATS

Figure II.1. Coupe du diagramme ternaire Cu-Zn-Al pour différentes compositions en Al (%masse).	26
Figure II.2. Diagramme de phase Cu-Al comportant l'évolution de M_s et de la température d'ordre DO3.	27
Figure II.3 Diagramme d'équilibre Cu-Al montrant la zone de stabilité de la phase β .	27
Figure II.4. Procédure schématique de l'élaboration d'alliage.	30
Figure II.5. Analyse des compositions de l'alliage Cu-Zn-Al par la microanalyse.	30
Figure II.6. Analyse des compositions de l'alliage Cu-Al-Ni par la microanalyse	31
Figure II.7. Méthode de contrôle par contact.	32
Figure II.8. Méthode de contrôle par immersion.	33
Figure II.9. Mode de contrôle par écho (a) Dispositif de contrôle (b) Signal reçu (c) Réflexion du faisceau ultrasonore sur les faces de la pièce.	33
Figure II.10. Signales ultrasonique avec et sans défaut dans l'alliage Cu-Al-Ni.	35
Figure II.11. Signales ultrasonique avec et sans défaut dans l'alliage Cu-Zn-Al.	36
Figure II.12. Schéma de lecture sur le microduromètre.	37
Figure II.13. Profils de comparaison de l'évolution de la microdureté des échantillons Cu-Al-Ni.	38
Figure II.14. Profils de comparaison de l'évolution de la microdureté des échantillons Cu-Zn-Al.	39
Figure II.15. Structure de l'alliage « Cu-Zn-Al » à l'état brut.	40
Figure II.16. Structure de l'alliage « Cu-Al-Ni » à l'état brut.	41
Figure II.17. Structure de l'alliage « Cu-Zn-Al » après trempe.	41
Figure II.18. Structure de l'alliage « Cu-Al-Ni » après trempe.	42
Figure II.19. Structure de l'alliage « Cu-Zn- Al » après recuit.	42
Figure II.20. Structure de l'alliage « Cu-Al-Ni » après recuit.	43

Figure II.21. Spectres de DRX des échantillons. Etat initial (brut de coulée).	44
Figure II.22. Spectres de DRX des échantillons. État trempé.	45
Figure II.23. Mesure des diamètres des grains pour la méthode du comptage.	46
Figure II.24. Affinement des grains par traitements thermiques (Cu-Zn-Al).	47
Figure II.25. Affinement des grains par traitements thermiques (Cu-Al-Ni).	47
Figure II.26. Courbes Calorimétrique de l'alliage 71.57 % Cu-23.12% Zn-5.30 %Al.	49
Figure II.27. Courbes Calorimétrique de l'alliage 69.05 % Cu-25.43% Zn-5.52 %Al.	50
Figure II.28. Courbes Calorimétrique de l'alliage 82,09 % Cu-13.71%Al-4.20 % Ni.	50
Figure II.29. Courbes Calorimétrique de l'alliage 82,42 % Cu-13.86 %Al-3.72% Ni.	50
Figure II.30. Courbes Calorimétrique de l'alliage 82,71% Cu-13.93%Al- 3.36 % Ni.	51
Figure II.31. Courbes Calorimétrique de l'alliage 83,16 % Cu-12.87 %Al-3.97% Ni.	51
Figure II.32. Courbes Calorimétrique de l'alliage 83,1 % Cu-13.32 %-Al 3.58 % Ni.	51
Figure II.33. Courbes Calorimétrique de l'alliage 82,25% Cu-14.22 %Al- 3.63% Ni.	52
Figure II.34 Evolution des points de transformations en fonction de la teneur en Al dans l'alliage Cu-Al-Ni	53
Figure II.35. Evolution de changement des points de transformations en fonction de la teneur en Ni Dans l'alliage Cu-Al-Ni.	53
Figure II.36. Courbes dilatométriques lors du chauffage: Influence du milieu de refroidissement.	55
Figure II.37. Courbes dilatométriques lors du refroidissement: Influence du milieu de refroidissement.	56
Figure II.38. Présentation des déférentes évolutions au cours du chauffage.	57
Figure II.39. Présentation des différentes évolutions au cours du refroidissement.	58
Figure II.40. Courbes dilatométriques lors du chauffage : Influence de la température et du temps de maintien.	60
Figure II.41. Courbes dilatométriques lors du refroidissement : Influence de la température et du temps de maintien.	61
Figure II.42. Présentation des déférentes évolutions au cours du chauffage.	62
Figure II.43. Présentation des différentes évolutions au cours du refroidissement.	63
Figure II.44. Essai de traction pour l'alliage Cu-Al-Ni (éprouvette CAN1).	65
Figure II.45. Essai de traction pour l'alliage Cu-Zn-Al (éprouvette CZA1).	66
Figure II.46. Essai de traction pour l'alliage Cu-Zn-Al (éprouvette CZA2).	67
Figure II.47. Essai du fluage mené à T = 350° C et N = 3.5 KN.	69
Figure II.48. Essai du fluage mené à T = 400° C et N = 3.5 KN.	69

Figure II.49. Essai du fluage mené à $T = 400^{\circ}\text{C}$ et $N = 3.5\text{ KN}$.	70
Figure II.50. Essai du fluage mené à $T = 400^{\circ}\text{C}$ et $N = 4.5\text{ KN}$.	70
Figure II.51. faciès de rupture des échantillons sollicités en fluage.	71

LISTE DES TABLEAUX

PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau I.1. Propriétés des AMF selon leur famille	10
Tableau I.2. Caractéristiques des martensites des alliages à base cuivre.	14
Tableau I.3. Propriétés des principaux AMF [Entemeyer, 1996, Guénin, 1996].	18

PARTIE II : APPROCHES EXPÉRIMENTALES ET RÉSULTATS

Tableau II.1. Les densités et les masses introduites des éléments de base de Cu-Zn-Al.	28
Tableau II.2. Les densités et les masses introduites des éléments de base de Cu-Al-Ni.	29
Tableau II.3. Les compositions (% masse) des éléments de l'alliage Cu-Zn-Al (Z1).	31
Tableau II.4. Les compositions (% masse) des éléments de l'alliage Cu-Zn-Al (Z2).	31
Tableau II.5. Les compositions (% masse) des éléments de l'alliage Cu-Al-Ni.	31
Tableau II.6. Les duretés obtenues.	40
Tableau II.7. Taille des grains.	46
Tableau II.8. Récapitulatif des tailles de grains et des duretés obtenues.	48
Tableau II.9. Les compositions (% masse) des échantillons utilisés pour l'analyse Calorimétrique.	48
Tableau II.10. Les points de transformation obtenus d'après les Courbes Calorimétrique.	52
Tableau II.11. Evolution des points de transformation en fonction de la teneur en Al.	52
Tableau II.12. Evolution des points de transformation en fonction de la teneur en Ni.	52
Tableau II.13. Les traitements thermiques effectués sur l'échantillon.	54

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
 CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
Introduction	3
I-1- La transformation martensitique	3
I.1.1 Définition	3
I.1.2 Les caractéristiques générales	5
I.1.3 Martensite Auto-Accommodante et Orientée	6
I.1.4 Aspect thermodynamique de la transformation martensitique	7
I.1.5 Classification des transformations martensitiques	8
I.2 Méthodes de caractérisation des alliages à mémoire de forme	9
I.2.1 Méthode thermique	9
I.2.2 Méthode par mesure de la résistivité électrique	9
I.2.3 La dilatométrie	9
I.2.4 Le pouvoir thermoélectrique (P.T.E)	9
I.2.5 L'émission acoustique	9
I.3 Les familles d'alliages à mémoire de forme	10
I.4 Les alliages à base de cuivre	11
I.4.1 Caractéristiques des phases	12
I.4.1.1 Phases d'équilibre des diagrammes binaires	13
I.4.1.2 Phase austénitique	13
I.4.1.3 Phase martensitique	14
I.4.2 Caractéristiques des alliages Cu-Zn-Al	15
I.5 Stabilisation martensitique	16
I.5.1 Influence des traitements thermiques	16
I.6. Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme	18
I.6.1 Effet mémoire simple	18
I.6.2 Effet mémoire double sens	20
I.6.3 Effet caoutchoutique	22
I.6.4 La pseudo-élasticité	22
I.6.5 Effet amortissant	23
Conclusion	24

CHAPITRE II : APPROCHES EXPÉRIMENTALES ET RÉSULTATS

II.1 Elaboration des alliages	26
II.1.1 Calcul des teneurs	28
II.1.2 Élaboration par fusion	29
II.1.3 Analyse de composition	30
II.1.4 Détection des défauts par ultrasons	31
II.2 caractérisation structurale	37
II.2.1 Mesure de la microdureté	37
II.2.2 Microscopie optique	40
II.2.3 Analyse par diffraction des rayons X	43
II.2.4 Mesure de la taille des grains	46
II.2.5 Affinement des grains	46
II.3. caractérisation thermomécanique	48
II.3.1 Caractérisation par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)	48
II.3.2 Dilatométrie	53
II.3.3 Essais de traction	64
II.3.4 Fluage	68
II.3.5 Examen des faciès de rupture	71
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	73
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	74
ANNEXES	

INTRODUCTION GENERALE

La nécessité de développer de nouveaux matériaux susceptibles de remplir des fonctions de plus en plus complexes est le souci actuel. La réflexion sur les matériaux nouveaux va vers l'évolution des matériaux dotés d'une propriété supplémentaire qui est la possibilité d'ajuster en temps réel le comportement aux sollicitations extérieures. Ce sont les matériaux intelligents ou adaptatifs. Ces matériaux nouveaux ont des fonctions et des capacités spéciales par rapport aux matériaux traditionnels. Les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) ou «Shape Memory Alloys» (SMA) font partie de cette nouvelle classe de matériaux [KHE.00].

Découverts à la fin des années 1930, les premiers Alliages à Mémoire de Forme, sont des alliages à base d'or et de cadmium, sont longtemps restés des curiosités scientifiques. Les applications commerciales et militaires des AMF ont dû attendre la fin des années 1960, lors de la découverte des AMF à base de Nickel et de Titane, pour voir le jour [MEU.95].

La première application industrielle, le manchon d'accouplement Raychem pour Les conduits hydrauliques des avions F-14, fut développée en 1967 et resta longtemps l'unique succès commercial des AMF. Les principaux obstacles au développement des applications commerciales des AMF ont alors été leur coût élevé et une mauvaise compréhension de leur comportement complexe. La découverte des AMF à base de cuivre et le développement de meilleurs procédés d'élaboration ont permis une baisse substantielle des coûts d'utilisation.

Le comportement thermomécanique des AMF est très différent de celui rencontré dans les alliages classiques. L'origine de l'effet mémoire est un mode de déformation supplémentaire, rendu possible par une transformation martensitique thermoélastique de l'alliage. Les conditions dans lesquelles opère cette transformation de phase sont des fonctions non-linéaires de la contrainte, de la température et du type de phase cristalline en présence dans le matériau. De plus, cette transformation est du premier ordre et son mode de déformation associé présente une hystérésis. Les conditions thermomécaniques qui régissent la transformation martensitique dépendent de la composition de l'alliage ainsi que d'autres procédures d'élaboration et de traitements thermiques. Aussi, ces conditions de transformations, liées au matériau, évoluent de façon complexe lors de leur utilisation et les propriétés exceptionnelles des AMF se dégradent en fatigue.

La déformation réversible que peuvent subir ces matériaux est très largement supérieure à celle des matériaux métalliques classiques. De plus, ils peuvent générer des efforts importants et ils comptent parmi les matériaux dont la force spécifique (la force par unité de masse) est la plus élevée. En revanche, ces propriétés remarquables se traduisent par un comportement fort complexe du matériau.

L'effet mémoire de forme n'est pas la seule propriété thermomécanique étonnante de ces alliages mais, il existe d'autres propriétés aussi intéressantes telles que l'effet super-élastique, l'effet caoutchoutique et l'effet amortissant. Ces propriétés ont fait l'objet de nombreuses études.

Le présent document est une contribution à l'étude expérimentale et théorique du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme Ternaires de types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al élaborés par Fusion. Le travail est constitué principalement de deux parties :

- La première partie présente des généralités sur les phénomènes physiques responsables du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme. concernant des définitions de la transformation martensitique thermoélastique, les aspects microstructuraux et thermodynamiques, les AMF à base de cuivre, ainsi que les propriétés thermomécaniques qui sont liées à cette transformation.
- Dans la deuxième partie, les procédures expérimentales d'élaboration, de traitements thermiques employés et de caractérisation (Microdureté, contrôle des défauts par ultrason, Microscopie (MO et MEB), diffractométrie, dilatométrie, Calorimétrie (DSC), traction et fluage) sont introduites d'un point de vue théorique et expérimental.

Finalement, un bilan global est fait lors de conclusions générales. Des suggestions sont proposées pour la suite de ce travail pour améliorer la compréhension du comportement très particulier de ces types d'alliages.

PARTIE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction

Les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) constituent une famille de matériaux possédant des propriétés mécaniques tout à fait remarquables : mémoire de forme simple et double sens, superélasticité.

Habituellement, quand un métal ou un alliage est soumis à une contrainte mécanique supérieure à sa limite d'élasticité, il subit une déformation plastique qui subsiste après cessation de la contrainte. Les alliages à mémoire de forme semblent échapper à ce comportement ; un AMF, déformé de façon apparemment plastique à une température donnée, peut récupérer intégralement sa forme initiale par simple chauffage. Ce phénomène est appelé « mémoire de forme ».

Ces alliages montrent aussi un comportement thermomécanique complètement différent de celui des matériaux conventionnels : c'est leur superélasticité qui se manifeste par une déformation réversible qui peut atteindre 8 à 10 % pour les monocristaux et 3 à 5% pour les polycristaux.

Le comportement mécanique particulier de ces alliages est lié à l'existence d'une transformation de phase structurale, «la transformation martensitique» [GUE.96].

Ce premier chapitre expose des notions générales propres aux alliages à mémoire de forme (AMF). L'explication des différents mécanismes qui régissent le comportement de ces alliages permettra une meilleure compréhension de la problématique soulevée dans ce projet. Dans un premier temps, la théorie proprement dite sur la transformation martensitique est traitée. Un survol des principaux comportements fonctionnels des AMF (Effet mémoire double sens, Effet mémoire simple, Effet caoutchoutique, La super-thermoélasticité, Effet amortissant), Puis les méthodes de caractérisation des AMF. Finalement nous décrirons les types d'alliages existants.

I.1 La transformation martensitique

I.1.1 Définition

Le nom martensite fut donné en l'honneur du métallurgiste allemand Adolph Martens. Il fut un des premiers à observer la formation de plaquettes de martensite lorsqu'un acier était trempé à partir d'une phase haute température appelée austénite. Plus tard. Il a été montré que ce comportement était le résultat d'une transformation sans diffusion du réseau cristallin. L'absence de diffusion est importante car cela signifie que les atomes se réarrangent en effectuant des déplacements ordonnés inférieurs à la distance atomique. La composition locale de l'alliage demeure donc la même. (figureI-1) [TER.97].

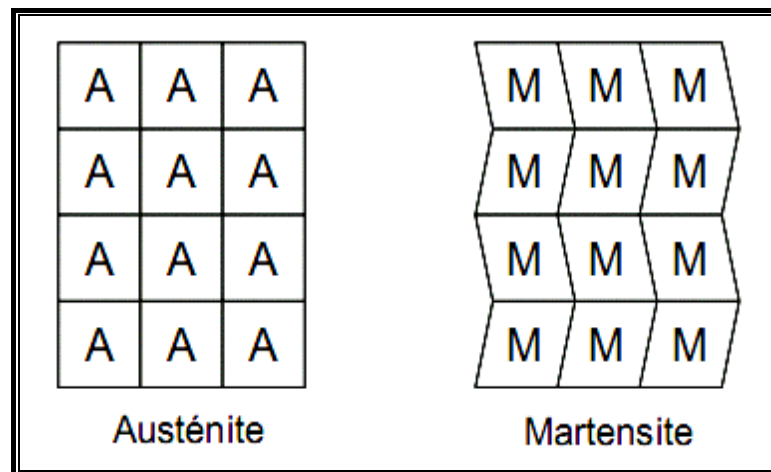


Figure I.1 Schématisation 2D de l'austénite et de la martensite [BOI.06].

La transformation martensitique est une transition structurale **displacive** du **premier ordre** présentant une déformation **homogène** d'un réseau cristallographique, constituée essentiellement par un cisaillement. (figureI-2)

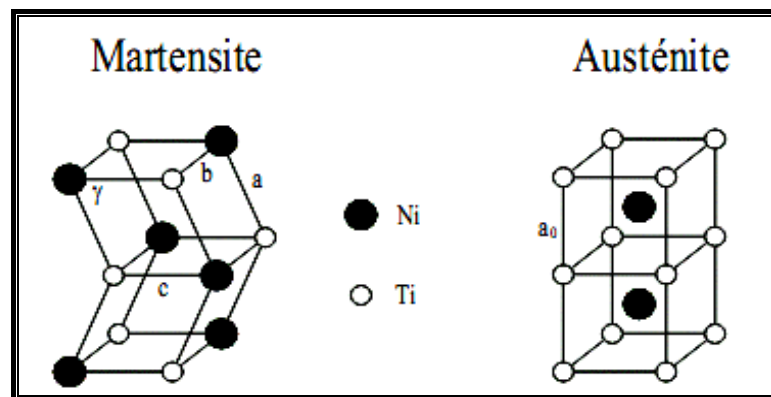


Figure I.2 Structure atomique de l'austénite et de la martensite [BOI.06].

Dans les alliages à mémoire de forme, les transformations directe (austénite $\rightarrow$ martensite) et inverse (martensite $\rightarrow$ austénite) sont différentes.

Dans la transformation directe (refroidissement), il y a formation des premières plaquettes de martensite aux endroits favorisés par un champ de contraintes internes ou par des dislocations dans le réseau cristallin. Plus la température diminue, plus la taille des plaquettes augmente et cela de façon continue. La formation d'une plaquette crée forcément un nouveau champ de contraintes internes qui favorisent la croissance de nouvelles plaquettes. Une plaquette peut progresser jusqu'à ce qu'elle rencontre une autre plaquette ou un joint de grain.

Lors de la transformation inverse (réchauffement), il n'y a pas de nouvelle germination et croissance de l'austénite dans la martensite, mais on observe plutôt une décroissance des plaquettes de martensite préalablement formées. La première plaquette à s'être formée est la dernière à se retirer, comme si un film était visionné en marche arrière. L'arrangement cristallographique initial est donc restauré à chaque transformation inverse [TER.97].

I.1.2 Les caractéristiques générales

La propriété « mémoire de forme » des alliages est due à une transformation de phase appelée transformation martensitique. Elle se définit de la façon suivante [PAT.94] :

- Elle est sans diffusion : Il n'y a donc pas de changement dans la composition chimique du matériau.
- Elle implique une déformation homogène du réseau : qui conduit à un changement de forme macroscopique.
- La déformation du réseau est essentiellement déviatorique : c'est le changement de forme et non pas le changement de volume qui domine durant la transformation.
- C'est une transformation de phase du 1^{er} ordre : Il y a coexistence entre la phase mère (austénitique) et la phase martensitique ce qui impose l'existence d'interfaces (plans invariants).
- La transformation est thermo-élastique : la croissance de la martensite est continue durant le refroidissement. Au chauffage, il y a un mouvement de retour des interfaces, la phase mère est totalement récupérée.

Le plan d'habitat désigne l'interface séparant la phase austénitique (A) de la phase martensitique (M), c'est-à-dire le plan le long duquel s'effectue le cisaillement pendant la transformation. Un vecteur de ce plan ne subit ni déformation, ni rotation à l'échelle macroscopique. (figure I-3).

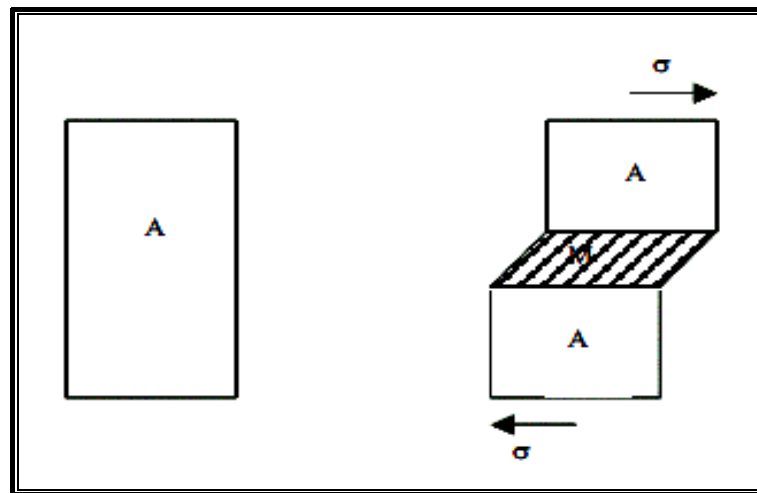


Figure I.3 Transformation martensitique. Mise en évidence du cisaillement le long du plan d'habitat (Plan d'interface entre l'austénite et la martensite) [ROC.01].

La martensite se traduit par l'apparition de plaquettes au sein de l'austénite. Ces plaquettes sont appelées variantes (24 au maximum) et correspondent à des plans d'accolement et à des cisaillements d'orientations différentes mais équivalents du point de vue cristallographique,

Ces variantes sont équiprobables. Leurs déformations se compensent et des groupes de variantes auto-accomodantes sont souvent observés ce qui permet une transformation sans déformation macroscopique (figure I.4).

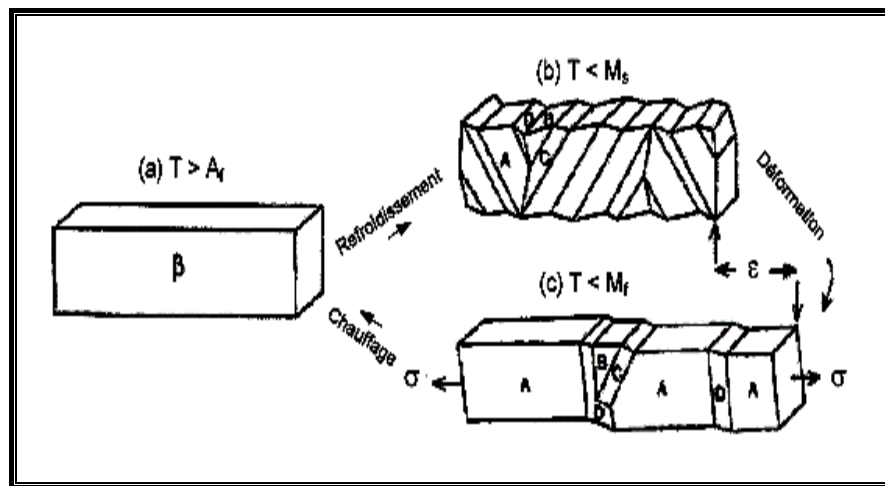


Figure I.4. Apparition et croissance de plusieurs variantes de martensite [GOL.98].

- (a) phase austénitique
- (b) apparition de variantes auto-accommodantes A, B, C, D
- (c) croissance des variantes favorisées A (martensite orientée)

I.1.3 Martensite auto-accommodante et orientée

L'apparition de plaquettes de martensite au sein d'un alliage peut être d'origine thermique ou mécanique [ROC.01] :

- La martensite auto-accommodante (MT) d'origine purement thermique ne génère aucune déformation macroscopique. En effet, les différentes variantes de martensite formées lors d'un refroidissement se groupent de façon à compenser leurs déformations respectives (figures I.5 et I.6).
- La martensite orientée par la contrainte (Ms) dans une direction préférentielle, est à l'origine de la déformation macroscopique du matériau. La martensite orientée est créée sous contrainte soit à partir de la phase austénitique, soit à partir de la phase martensitique auto-accommodante, on parle alors de réorientation (figure I.7).

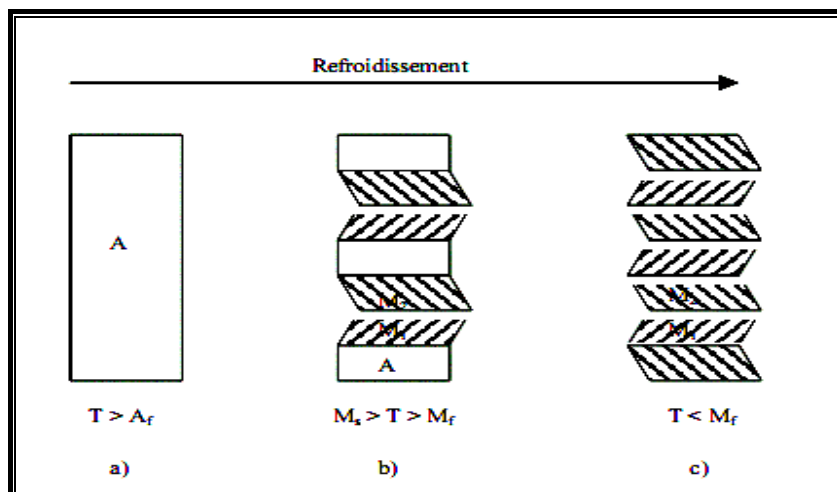


Figure I.5. Formation de martensite auto-accommodante [ROC.01].

- a) Matériau en phase austénitique
- b) apparition des variantes de martensite
- c) formation de martensite auto-accommodante sous refroidissement à contrainte nulle ne générant aucune déformation macroscopique

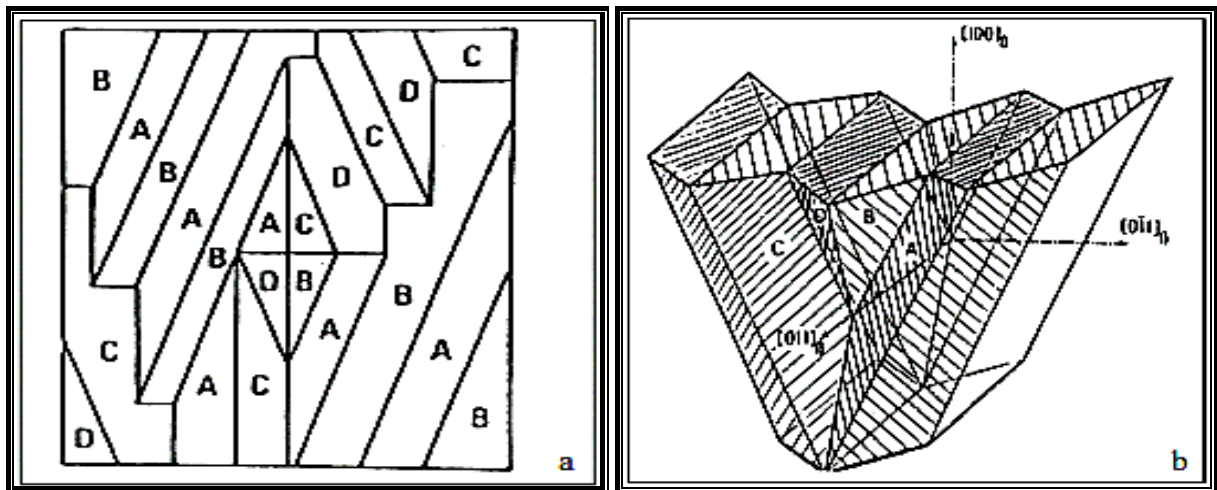


Figure I.6. Variantes auto accommodantes [PAT.94].
(a) à deux dimensions (b) trois dimensions

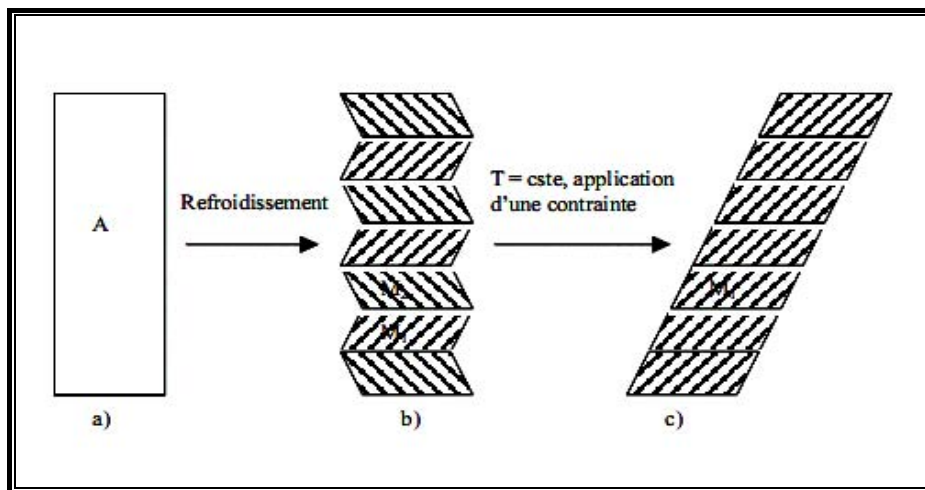


Figure I.7. Réorientation de martensite auto-accommodante [ROC.01].

- a) austénitique
- b) Formation de martensite auto-accommodante sous refroidissement
- c) Réorientation de la martensite sous contrainte

I.1.4 Aspect thermodynamique de la transformation martensitique [KA0.06]

La transformation martensitique peut être caractérisée par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Quatre températures caractéristiques sont ainsi mises en évidence. La transformation de phase austénite-martensite au cours du refroidissement débute à une température M_s , qui désigne la température de formation de la première plaquette de martensite au sein de la phase austénite. Cette transformation s'achève à une température M_f . Les plaquettes de martensite qui se forment au sein des différents grains sont auto-accommodantes c'est-à-dire que la déformation macroscopique de l'échantillon est nulle. Au réchauffement, la transformation est caractérisée par une température de début de transformation inverse A_s pour laquelle commence à disparaître la première plaquette de martensite et une température A_f où toute la martensite est transformée.

La transformation martensitique peut aussi être induite sous l'action d'une contrainte externe. Les températures caractéristiques M_s , M_f , A_s , A_f seront décalées, sous l'effet de cette contrainte extérieure suivant la loi de Clausius-Clapeyron:

$$\frac{d\sigma}{dT} = \rho \frac{\Delta H}{\epsilon^t \cdot T_0} \quad (1-1)$$

Avec :

σ : la contrainte appliquée,

T_0 : la température d'équilibre thermodynamique de la transformation,

ρ : la masse volumique,

ΔH : l'enthalpie massique de transformation,

ϵ^t : la déformation de transformation.

I.1.5 Classification des transformations martensitiques

On distingue deux types de transformations. Dans le cas d'une transformation par "burst", la nucléation de la martensite s'avère difficile et la croissance se produit par un processus d'avalanche: la martensite croît rapidement jusqu'à ce qu'elle soit arrêtée par une autre aiguille ou par un joint de grain et elle entraîne la formation d'autres aiguilles par effet catalytique. La propagation des plaquettes entraîne souvent une déformation plastique de la matrice d'où l'existence d'un problème de réversibilité. La transformation par "burst" implique une force motrice importante, supérieure à la force non chimique, ce qui est la cause de la présence d'une forte hystérésis Figure I-8.a

Le deuxième type de transformation est la transformation thermo-élastique. Cette transformation s'opère par mouvement des interfaces, lors d'une variation de température. Le mouvement des interfaces procède par une succession de positions d'équilibre. Il s'agit, à chaque température, d'un compromis énergétique entre énergie motrice et énergies résistives. La transformation thermo-élastique est caractérisée par une faible hystérésis, due à sa faible énergie motrice, nettement inférieure à l'énergie non chimique [BAR.98].

On différencie deux transformations thermo-élastiques :

Transformation de type I: faible étalement ($A_s > M_s$) (Au-Cd). Figure I-8.b

Transformation de type II: fort étalement ($A_s < M_s$) (Cu-Zn-Al) Figure I-8.c

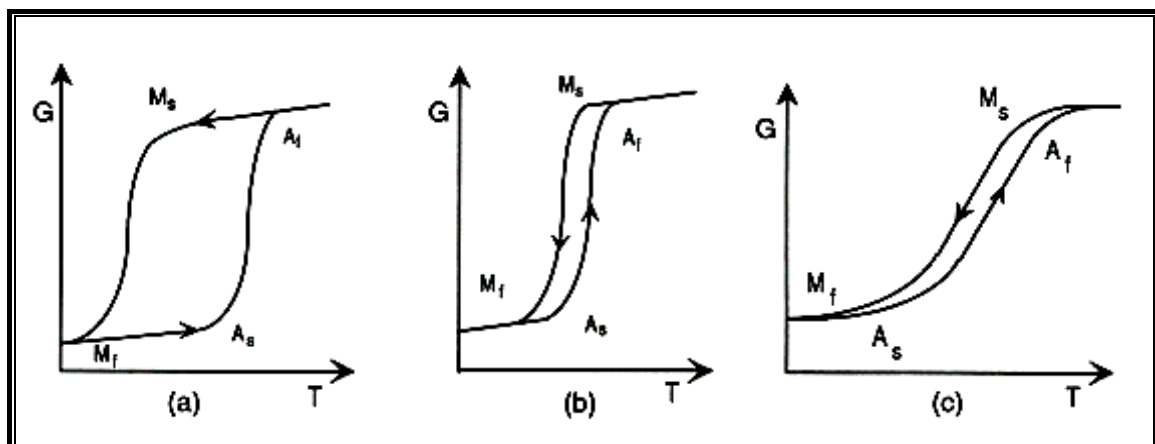


Figure I.8. Classification des transformations martensitiques [GON.02] ; [BAR.98].

- a) Transformation par burst
- b) Transformation thermoélastique type I
- c) Transformation thermo-élastique type II

I.2 Méthodes de caractérisation des alliages à mémoire de forme [BOU 99]

La caractérisation dans les alliages à mémoire de forme passe par la détermination de la transformation martensitique caractérisée par les points de début et de fin de la transformation directe (Austénite $\rightarrow$ Martensite) et inversement (Martensite $\rightarrow$ Austénite). Dans ce contexte, plusieurs méthodes peuvent être utilisées :

I.2.1 Méthode thermique

Elle Consiste à mesurer la différence instantanée de température entre un échantillon et un étalon inerte soumis à la même loi de chauffage ou de refroidissement (ATD). Cette technique a connu un progrès certain lorsqu'on a réussi à associer à la différence de température, une variation d'enthalpie de réaction ; d'où le nom d'«Analyse Calorimétrique Différentielle» (DSC). Du fait de sa fiabilité, la méthode par DSC a été largement utilisée.

I.2.2 Méthode par mesure de la résistivité électrique

Elle a pour principe la détermination continue des variations de résistivité électrique au cours de la transformation : du fait, la résistivité de la martensite est assez nettement différente de celle de l'austénite. Cette méthode permet en particulier d'enregistrer le cycle de transformation martensite-austénite, soit directement après trempe, soit après un traitement de cyclage en température.

Elle a été aussi utilisée pour déterminer les cinétiques de vieillissement dans le cas des alliages à mémoire de forme.

I.2.3 La dilatométrie

La dilatométrie classique (à vitesse lente) est une méthode assez performante qui permet de suivre les évolutions associées aux changements de phase lorsque ces derniers s'accompagnent de variations de volume suffisamment importantes. Par ailleurs, la dilatométrie à vitesse rapide se révèle particulièrement adaptée lorsqu'on cherche à appliquer des traitements «rapides» jusqu'à des températures élevées (supérieures à 1000°C).

I.2.4 Le pouvoir thermoélectrique (P.T.E)

Cette méthode consiste à mesurer la différence de potentiel électrique ΔV qui s'établit aux bornes de deux blocs métalliques (blocs de référence) auxquels on a préalablement fixé un échantillon. Lorsqu'un bloc se trouve à une température T , le bloc antagoniste est maintenu à une température $T + \Delta T$. Cette différence de température crée une différence de potentiel électrique entre les deux extrémités de l'échantillon.

Bien que le niveau du PTE d'un matériau soit très faible (quelques $\mu V/^{\circ}C$), sa sensibilité aux petites variations structurales qui se développent au sein du matériau, rend la technique fiable, notamment lorsqu'on veut détecter des phénomènes de remise en ordre ou de précipitation.

I.2.5 L'émission acoustique

Le cisaillement responsable de la transformation martensitique s'accompagne d'une émission acoustique caractéristique. Du fait de sa sensibilité cette méthode est particulièrement adaptée pour mettre en évidence les phénomènes de saccade «Burst» accompagnant la transformation.

I.3 Les familles d'alliages à mémoire de forme

Il existe un nombre assez élevé d'alliages qui possèdent les propriétés de mémoire de forme. Parmi ceux-ci, certains présentent seulement des intérêts de recherche car ils sont peu exploitables industriellement étant donné leur prix très élevé. C'est le cas des alliages d'or (Au-Cd, Cu-Au-Zn) et d'argent (Ag-Cd) [BOI.06].

Deux familles d'alliages qui sont les plus fréquemment utilisées pour des applications industrielles. Il s'agit des alliages à base de titane-nickel (Ti-Ni) et ceux à base de cuivre (Cu-Al-Be, Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni) [TER.97]. Le tableau I-1 présente différents alliages et donne une idée des propriétés de ces derniers.

Propriétés	Unités	Ni-Ti	Cu-Zn-Al	Cu-Al-Ni	Cu-Al-Be
Point de fusion	°C	1260-1310	950-1020	1000-1050	970-990
Densité	kg/m ³	6400-6500	7800-8000	7100-7200	7300
Résistivité électrique (aust-mart)	10 ⁻⁸ Ω.m	0,5-1,1	0,7-0,12	0,1-0,14	0,07-0,09
Conductivité thermique à l'ambiante	W/(m.k)	10-18	120	75	
Coefficient de dilatation (aust-mart)	10 ⁻⁶ k ⁻¹	6,6-10	17	17	
Chaleur spécifique	J/ (kg.k)	490	390	440	
Enthalpie de transformation	J/kg	28000	7000	9000	7200
Module de Young	Gpa	95	70-100	80-100	90
Résistance à la traction	Mpa	800-1000	800-900	1000	900-1000
Allongement à rupture (en martensite)	%	30-50	15	8-10	15
Limite de fatigue en austénite	Mpa	350	270	350	
Taille de grain	µm	20-100	50-300	30-300	100-500
Domaine de transformation	°C	-100 à 100	-100 à 100	-100 à 170	-200 à 150
Hystérésis (A _s -M _f)	°C	20-40	10-20	20-30	15-20
Etalement (A _f -A _s)	°C	30	10-20	20-30	15-20
Déformation maximale :					
- effet mémoire simple		8	3-5	3-6	
- effet mémoire double		5	2	3	3-5
cycle (N)	%	5	1,2	1,2	2
cycle (N)		2	0,8	0,8	
cycle (N)		0,5	0,5	0,5	
Température max. d'utilisation (1heure)	°C	400	160	300	400
Déformation superélastique maximale :					
- polycristal	%	4	2	2	3
- monocristal		10	10	10	10
Amortissement	SDC-%	15	30	10	
Résistance à la corrosion		Excellente	Moyenne	Bonne	Moyenne
Biocompatibilité		Bonne	Mauvaise	Mauvaise	Mauvaise

Tableau I.1 Propriétés des AMF selon leur famille [BOI.06].

I.4 Les alliages à base cuivre

Il existe essentiellement trois familles d'alliages à mémoire de forme à base de cuivre ; Cu-Sn, Cu-Zn et Cu-Al. Un troisième élément est souvent ajouté aux alliages Cu-Zn et Cu-Al qui présentent des températures de transformation M_s très élevées, pour ramener le point M_s à la température souhaitée.

Les alliages Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni et Cu-Al-Be sont actuellement les principaux alliages industriels [KAO.06]. La figure I-9 présente une classification des alliages à base cuivre par rapport aux systèmes binaires.

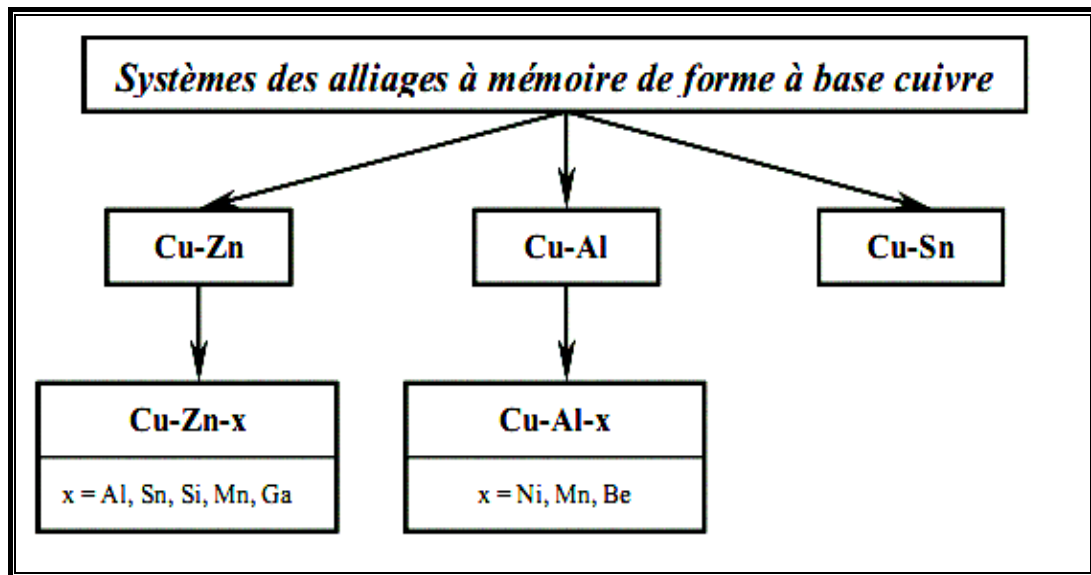
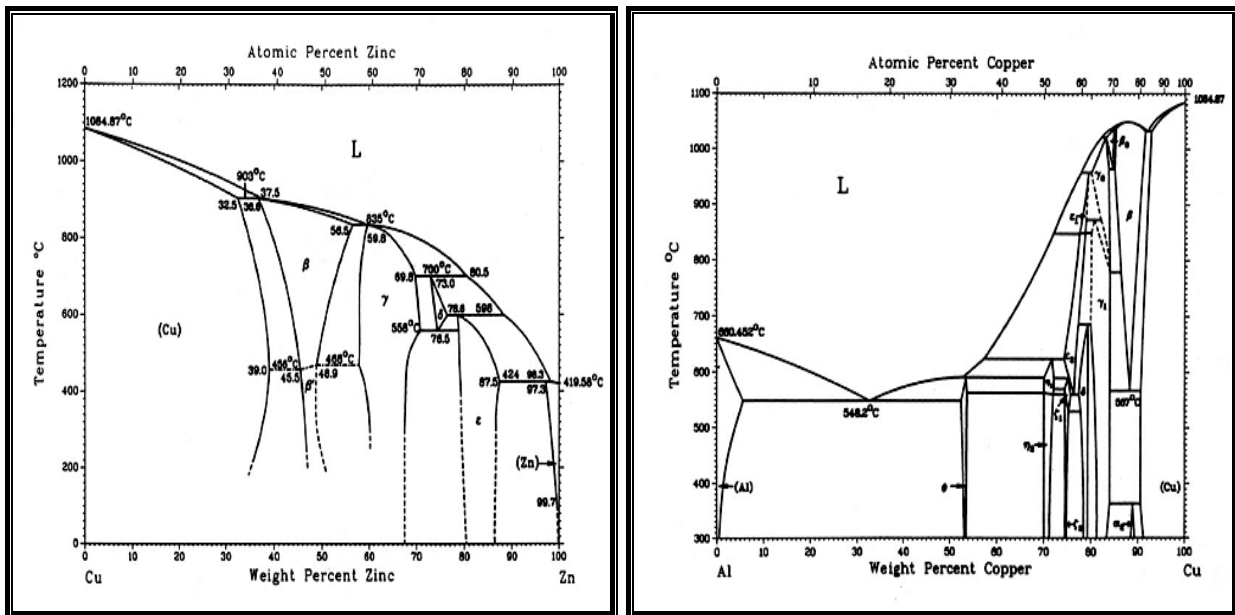


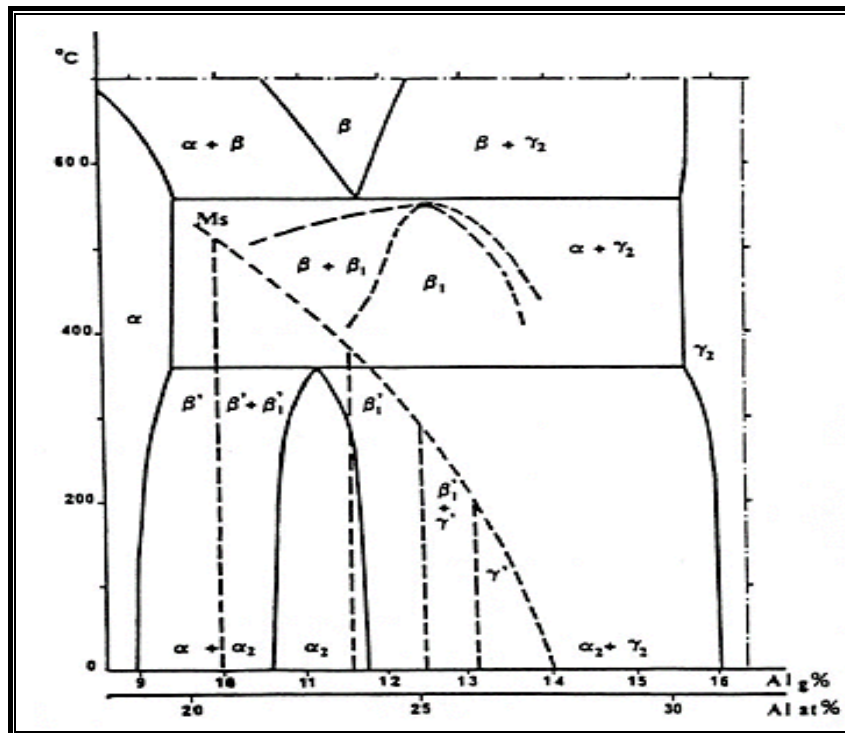
Figure I.9 Classification de la famille des alliages à base cuivre [GON.02].

Les diagrammes des phases d'équilibre binaires sont montrés sur la figure I-10 dans un certain domaine de composition, ces systèmes présentent une phase β à haute température, aussi appelée phase de *Hume-Rothery*, avec une concentration d'électrons par atome d'environ 1,5. Une trempe à partir de cette phase permet d'obtenir la phase β métastable à basse température. Un refroidissement subséquent donne lieu à transformation de phase martensitique. La température de transformation M_s et le type de martensite dépendent de la composition chimique des alliages, comme l'illustre la figure I-11. La température de transformation martensitique peut être modifiée avec l'addition d'un troisième élément chimique. Pour le système Cu-Zn, cette addition a par objectif d'augmenter la température de transformation, par exemple addition d'aluminium, et pour le système Cu-Al de la diminuer, par exemple l'addition de béryllium. [GON.02].



a) Diagramme binaire du système Cu-Zn.

b) Diagramme binaire du système Cu-Al.

Figure I.10. Diagrammes binaires des phases d'équilibre des systèmes [GON.02].**Figure I.11.** Diagramme métastable superposé au diagramme partiel du système Cu-Al [GON.02].

I.4.1 Caractéristiques des phases

Les phases d'équilibre des diagrammes des alliages à base cuivre sont structurellement et morphologiquement analogues. Ces phases peuvent être décomposées par traitements thermiques (par exemple : traitements isothermes) ou pendant le chauffage à vitesses variables. La figure I-12 présente les décompositions des phases du système binaire Cu-Al par mesures de calorimétrie à une vitesse de chauffage de $2^{\circ}\text{C}.\text{mn}^{-1}$ [GON.02].

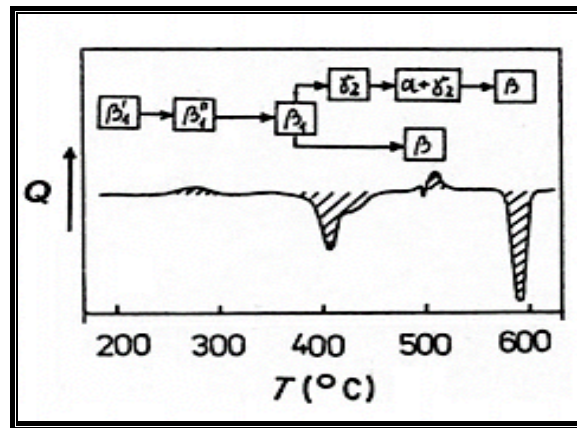


Figure I.12 Séquences de décomposition des phases du Cu-12,4%Al au chauffage [GON.02].

I.4.1.1 Phases d'équilibre des diagrammes binaires [GON.02]

La phase α a une structure cubique à faces centrées. Elle se forme soit à partir de la phase liquide, soit par décomposition de la phase β . La morphologie de la phase α est aciculaire lorsqu'elle se forme à haute température, sous forme de lamelles à basse température. Cette phase est très malléable et sa résistance mécanique augmente avec la concentration en aluminium.

La phase γ a une structure ordonnée complexe à cube centré, avec une composition stœchiométrique Cu_5Zn_8 ou Cu_9Al_4 (γ_2). Elle présente une morphologie nodulaire qui peut progresser sous forme de rosettes par précipitation à partir de la phase β , ou former lamelles en présence de la phase α . Du point de vue mécanique, cette phase est dure et très fragile.

La phase β à haute température a une structure cubique centrée désordonnée (structure A2), avec une composition stœchiométrique CuZn ou Cu_3Al . Cette phase peut se décomposer en d'autres phases pendant un refroidissement lent (transformation du type eutectoïde). L'augmentation de la vitesse de refroidissement inhibe la décomposition résultant en des phases métastables (austénitique ou martensitique).

I.4.1.2 Phase austénitique [GON.02]

La phase β de ces alliages présente lors de refroidissements (suffisamment rapides pour éviter les réactions de précipitations) une ou plusieurs transitions de mise en ordre. La figure I-13 présente les configurations atomiques des structures ordonnées à partir de la phase β (A2): B2 (type CsCl), DO₃ (type Fe₃Al), L2₁ (type Cu₂AlMn).

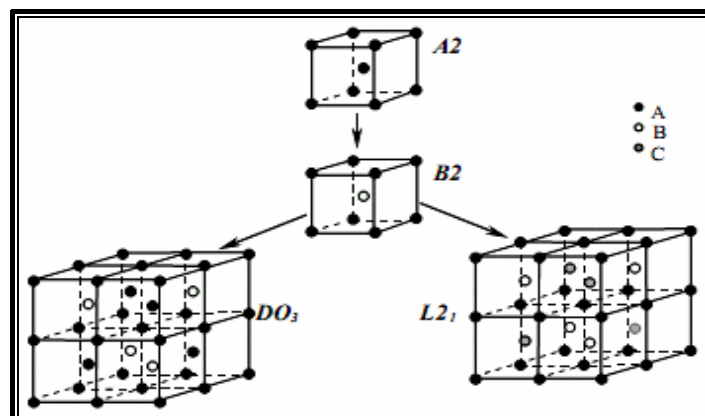


Figure I-13. Représentation atomique des structures [GON.02].

I.4.1.3 Phase martensitique [GON.02]

La phase martensitique des alliages à base cuivre peut se présenter sous des formes structurales variées selon la composition chimique et l'état ordonné hérité de la phase austénitique. Toutes les structures des martensites des alliages à base cuivre et Ti-Ni peuvent être représentées par un empilement de plans compacts de type cubique de face centré. Le type d'empilement de la martensite dépend de la concentration électronique par atome (e/a), et le nombre de plans denses de la maille dépend de l'ordre hérité de la phase mère.

Les différents types de martensite sont classifiées en: α' , β' et γ' . Les représentations structurales des types de martensites sont présentées sur la figure I-14, et leurs principales caractéristiques sont indiquées dans le tableau I-2. La nomenclature de Ramsdell classifie les martensites en fonction de la structure et de la périodicité des plans compacts (exemple : 3R, 9R). Lorsque la martensite est transformée à partir de phase β ordonnée DO₃ ou L2₁, la périodicité des fautes des empilements des différentes martensites sont doublées (exemple : 6R, 18R). De plus, les martensites α' et γ' présentent une microstructure maclée intérieurement.

Les structures β' peuvent aussi présenter une distorsion orthorhombique de quelques degrés (monoclinique), donc elles sont identifiées par M9R ou M18R

Type de martensite	Composition (e/a)	Structure	Phase Mère	Nomenclature	
		Empilement		Conv.	Ramsdell
α'	< 1,42	CFC	B2	α'_2	3R
		ABC	DO ₃	α'_1	6R
			L2 ₁	α'_3	6R
β'	1,42 < e/a < 1,50	Orthorhombique	B ₂	β'_2	9R
		ABCBCACAB	DO ₃	β'_1	18R
			L2 ₁	β'_3	18R
γ'	> 1,50	Hexagonal	B2	γ'_2	2H
		AB	DO ₃	γ'_1	4H
			L2 ₁	γ'_3	4H

Tableau I-2. Caractéristiques des martensites des alliages à base cuivre [GON.02].

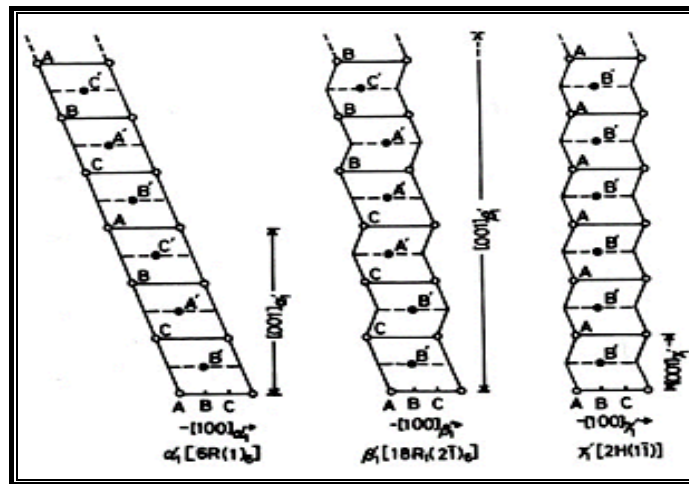


Figure I-14. Mailles élémentaires des structures martensitiques [GON.02].

I.4.2 Caractéristiques des alliages Cu-Zn-Al

Les alliages du système binaire Cu-Zn possèdent propriétés mécaniques relativement bonnes. La transformation martensitique dans ce système s'opère à très basse température ($< -100^{\circ}\text{C}$). L'addition d'un troisième élément chimique entraîne d'importants changements de la température M_S . Ceci permet de choisir facilement les températures de transformation, amplifiant ainsi les domaines des applications de ces alliages à mémoire de forme. L'adjonction d'aluminium entraîne l'élargissement et le décalage de la phase β vers les basses concentrations en zinc. Dans la littérature existent plusieurs expressions pour détermination de la température de transformation en fonction de la composition, par exemple :

$$M_S = 2318 - 171 \% \text{Al} - 61,9 \% \text{Zn} \quad (2.1)$$

Où M_S est la température de transformation en $^{\circ}\text{C}$, et Al et Zn sont les pourcentages en poids pondéraux. Ces équations sont des formules empiriques, dont la marge d'erreur est relativement importante ($\Delta 1\% \text{Zn} \approx 60^{\circ}\text{C}$ du M_S).

Les températures critiques de transformation ne sont pas une constante du matériau. Elles dépendent fortement de l'histoire thermomécanique de l'alliage qui affecte plusieurs facteurs tels que le degré d'ordre à long distance, la taille des grains, la concentration des lacunes et autres [GON.02].

L'influence du degré d'ordre sur la température de transformation martensitique dans ces alliages est représentée sur la figure I-15. La variation de la température de trempe introduit des modifications dans le processus de remise en ordre de l'échantillon, entraînant des changements des températures de transformation. Les températures des transitions d'ordre correspondent aux maximums dans cette courbe (ordre B2 $\approx 500^{\circ}\text{C}$ et L21 $\approx 300^{\circ}\text{C}$) [GON.02].

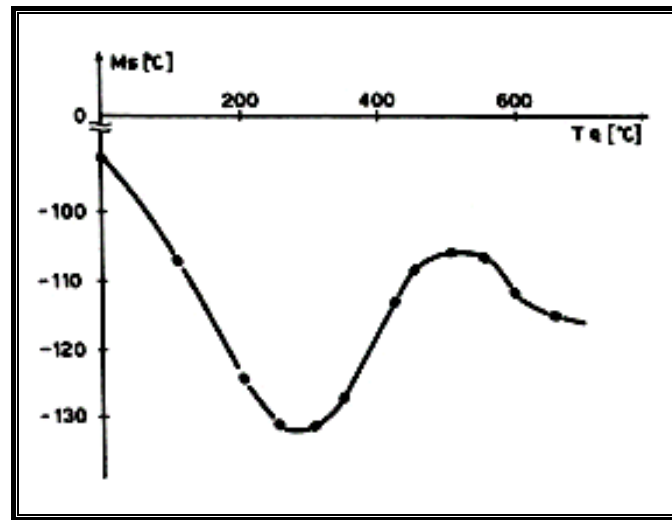


Figure I-15. Evolution du M_s en fonction de la température de trempe (TQ) pour Cu-20 at % Zn-14 at % Al.

I.5 Stabilisation martensitique

La stabilisation martensitique constitue une des barrières pour les applications technologiques des alliages à mémoire de forme. Cette stabilisation dégrade les propriétés de mémoire de forme (perte de mémoire/amnésie), et se manifeste de plusieurs façons :

- Décalages des températures de la transformation inverse (AS et AF), avec l'accroissement de l'étalement (e_c);
- Diminution de la fraction de martensite transformée, qui peut aller jusqu'au cas où la transformation est pratiquement effacée;
- Altérations et irrégularités pendant la transformation mesurables par exemple en : calorimétrie, résistivité, émission acoustique et autres;
- Diminution du coefficient d'amortissement et augmentation du module par rapport à martensite non stabilisée.

De nombreux travaux scientifiques ont été dédiés aux études du phénomène de la stabilisation, mais leur mécanisme n'est pas encore complètement éclairci. Ce phénomène est aussi désigné comme responsable par l'effet caoutchoutique. Les recherches montrent que les traitements thermomécaniques jouent un rôle prépondérant sur le processus de la stabilisation [GON.02].

I.5.1 Influence des traitements thermiques

Les microstructures des métaux et alliages sont très sensibles à l'histoire thermomécanique. Les traitements thermiques agissent directement sur les propriétés métallurgiques, physiques et mécaniques des alliages à mémoire de forme. Les traitements affectent la concentration des lacunes, les réactions de remise en ordre et peuvent promouvoir des réactions de précipitation. Les changements de ces facteurs peuvent favoriser la stabilisation martensitique.

Pour présenter les propriétés de mémoire de forme, les alliages à base cuivre doivent subir à un traitement de « betatisation ». Le traitement consiste dans une trempe à partir de la phase β promouvant des modifications structurales, comme schématisé sur la figure I-16.

Pendant la trempe, l'alliage passe généralement par deux transitions ordre-désordre. Après la trempe, les échantillons peuvent se présenter en phase austénitique, martensitique ou mixte, en

fonction de la composition chimique et de la température du milieu extérieur. Ces phases contiennent une sursaturation de lacunes de trempe qui peuvent assister et/ou favoriser des phénomènes contrôlés par la diffusion.

Le vieillissement de l'échantillon en phase austénitique favorise l'élimination des lacunes en sursaturation et l'augmentation du degré d'ordre de la phase métastable β (figure I-16- étape A). Les échantillons trempés directement en phase martensitique peuvent être soumis à ces mêmes processus par un revenu au-dessus du MF (chauffage rapide - figure I-16- étape B). La martensite produite par ces étapes est appelée « normale » ou « thermoélastique ». Le vieillissement de l'échantillon en phase martensitique ou d'une retransformation par chauffage lent conduit au phénomène de la stabilisation martensitique (figure I-16- étapes C et D). Dans ces deux cas, l'austénite aurait un ordre hérité de la martensite stabilisée. Les hypothèses des causes de ce phénomène seront décrites dans la section suivante.

Le vieillissement en phase austénitique à températures relativement élevées propice la précipitation de particules (α et γ). En résumé, les effets de la stabilisation peuvent être évités ou minimisés par un vieillissement en phase austénitique (au-dessus de A_F) immédiatement après la trempe, afin d'éliminer les lacunes et établir l'ordre à long distance [GON.02].

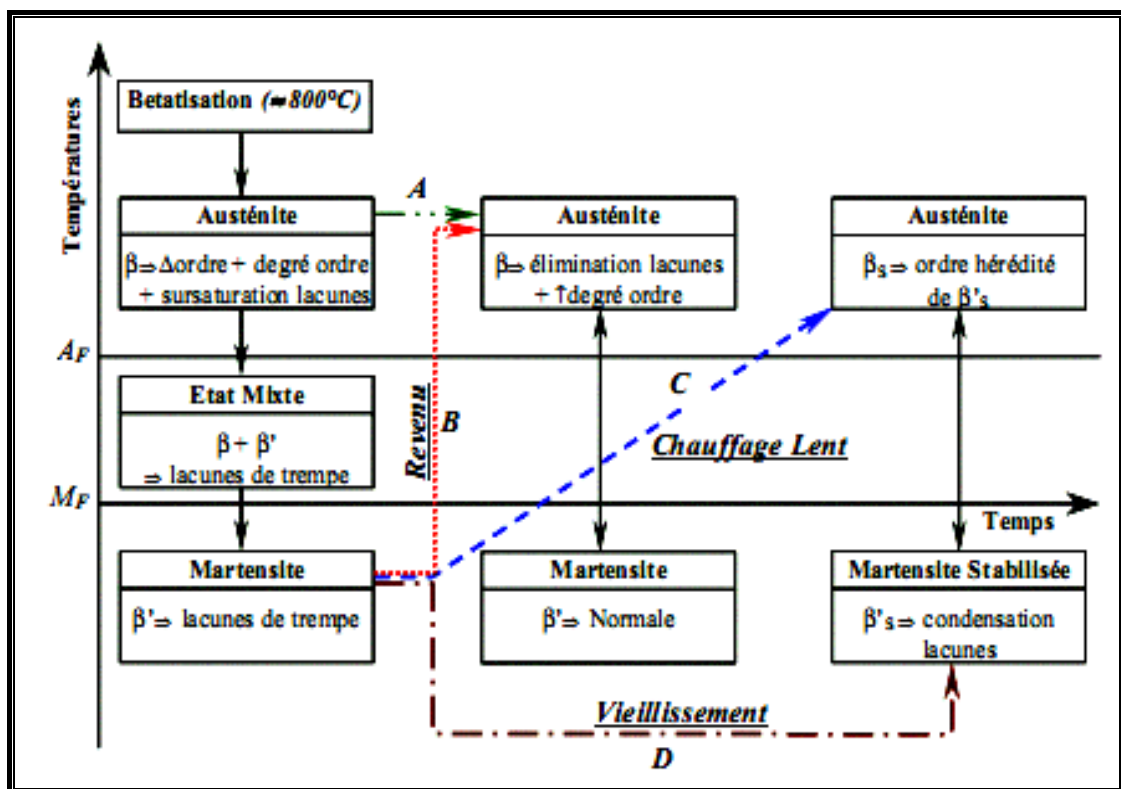


Figure I-16. Schématisation des traitements thermiques et de leur influence sur les structures des alliages à base cuivre [GON.02].

Les principales propriétés des alliages cuivreux sont données (tableau I-3). Les alliages cuivreux sont moins onéreux et plus faciles à mettre en oeuvre. Ils résistent moins bien aux températures élevées et aux chargements cycliques [TAI.06].

Propriétés	Cu-Zn-Al	Cu-Al-Ni
Masse volumique (10^3 kg/m^3)	7,5	7,5
Résistivité électrique ($10^{-8} \Omega.m$)		
Austénite	7	10
Martensite	12	14
Module d'élasticité (GPa)	70	70
Limite de rupture (MPa)	400	500
Température de transformation M_s ($^{\circ}\text{C}$)	200 à 80	60 à 200
Déformation de transformation maximale (%)		
Monocristal	10	10
Polycristal	2	2
Conductivité thermique (J/K.m.s)	120	75

Tableau I.3 Propriétés des principaux AMF [Entemeyer, 1996, Guénin, 1996].

I.6. Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme

I.6.1 Effet mémoire simple

L'effet mémoire simple sens est observé lorsqu'un échantillon d'AMF à basse température (température inférieure à M_f) donc constitué de martensite auto-accommodante) est soumis à un chargement mécanique. Ce chargement induit une réorientation des variantes de martensite, qui provoque une déformation permanente subsistant après le relâchement de la contrainte. Si par la suite cet échantillon est chauffé, la martensite orientée se transforme en austénite en recouvrant sa forme initiale. Au refroidissement, l'échantillon est revenu à sa forme de départ, c'est l'effet mémoire simple sens. (Figures I-17 et I-18) [TAI.06].

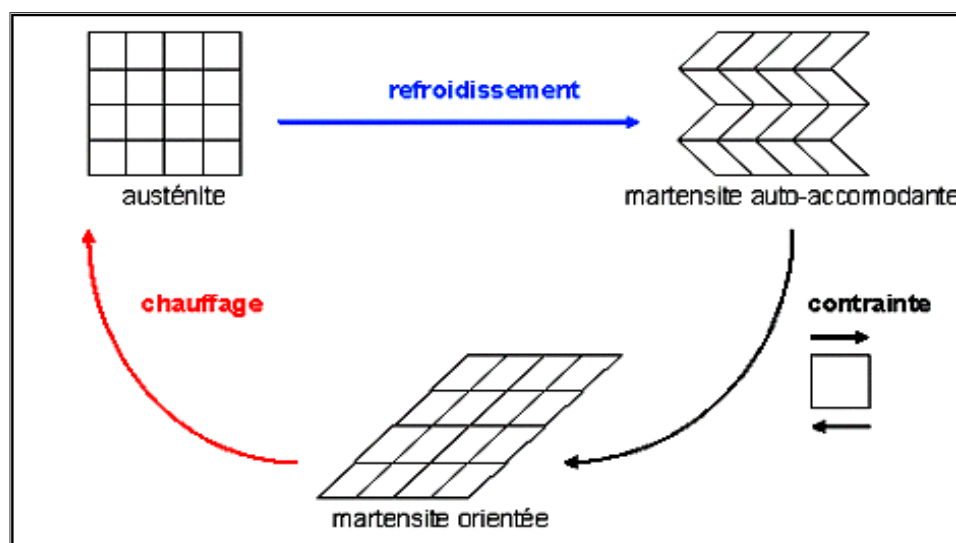


Figure I.17. Principe de l'effet mémoire simple sens d'après [Patoor et Berveiller, 1994].

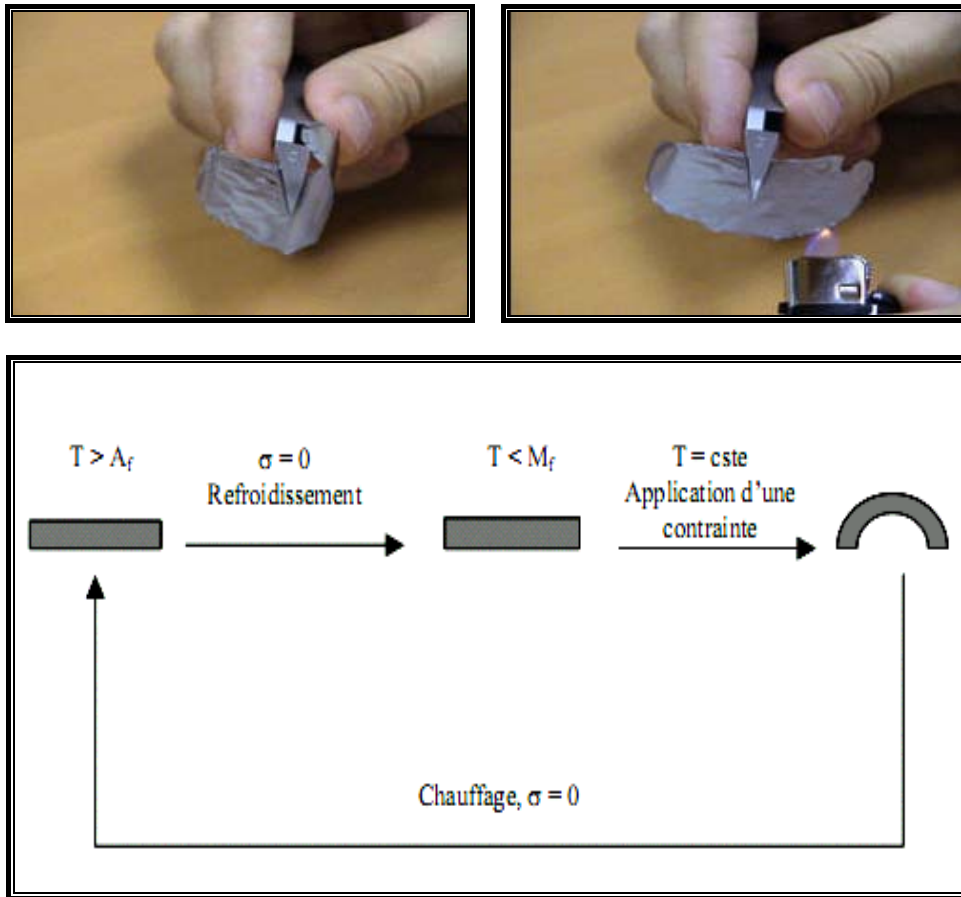


Figure I.18. Mise en évidence de l'effet mémoire simple sens à partir d'un alliage initialement en phase austénitique [ROC.01].

Le principe de l'effet mémoire simple sens est le suivant :

- Séquence (a) : On refroidit sans contrainte en partant d'une température T_i qui est supérieure à M_s , et cela jusqu'à une température T_f inférieure à M_f . Dans cette séquence on forme de la martensite mais la déformation de transformation est nulle.
- Séquence (b) : On applique une contrainte (charge et décharge) à température constante, il n'y a pas transformation de phase, mais réorientation des variantes de martensite formées lors du refroidissement.
- Séquence (c) : On réchauffe jusqu'à une température T_i sous contrainte nulle. L'alliage reprend ainsi sa forme initiale (figure I-19) et (figure I-20).

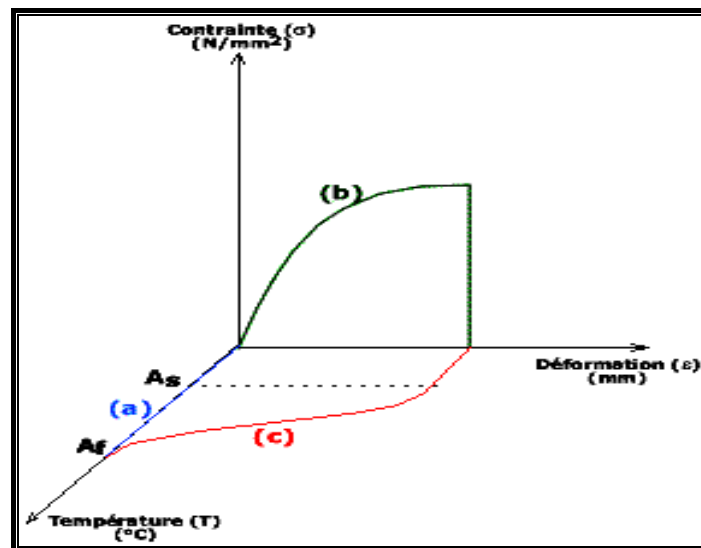


Figure I.19. Cycle thermomécanique et effet mémoire simple sens [PAT.94].

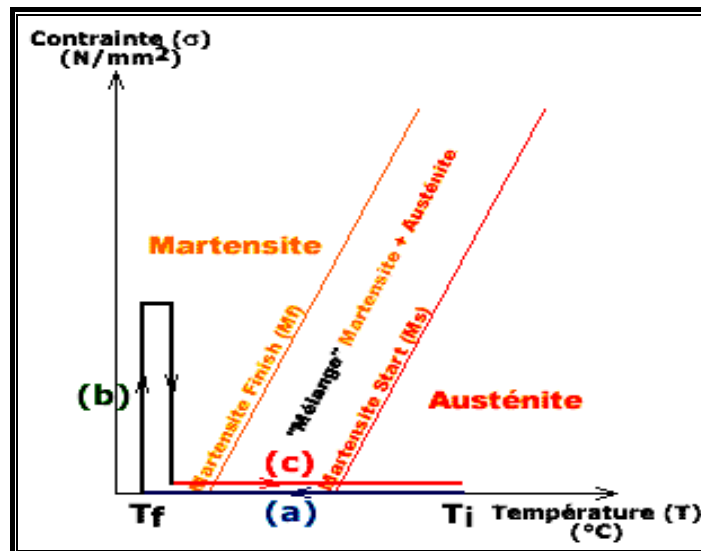


Figure I.20 Chargement thermomécanique séquentiel permettant l'obtention de l'effet mémoire simple sens [PAT.94].

La phase martensitique possède une symétrie beaucoup plus faible que la phase austénitique. Par conséquent, la martensite peut se former de différentes manières mais il n'existe en général qu'une voie possible pour retrouver l'austénite (apparition d'une unique « variantes »). Cependant, Amengual et al. Sont parvenus à faire apparaître deux « variantes » d'austénite lors de la transformation inverse. Il existe alors deux plans d'habitat orientés différemment.

I.6.2 Effet mémoire double sens

Cette propriété est définie comme la faculté du matériau à pouvoir, une fois qu'il est éduqué, passer d'une forme "basse température" (état martensitique) à une forme "haute température" (état austénitique), et inversement, par simple chauffage ou refroidissement. Cette propriété permet donc de pouvoir mémoriser deux formes différentes (figure I-21) et (figure I-22). La déformation locale permettant le changement de forme alternatif, dans le cas de la traction peut atteindre des valeurs non négligeables (4% en traction sur un Ni-Ti poly- cristallin recristallisé) [ORG.97].

- 1) On applique une contrainte à haute température.
- 2) On refroidit sous contrainte à $T < M_f$. Le matériau prend une forme "basse température".
- 3) On chauffe, toujours sous contrainte à $T > A_f$. Le matériau reprend sa forme haute température

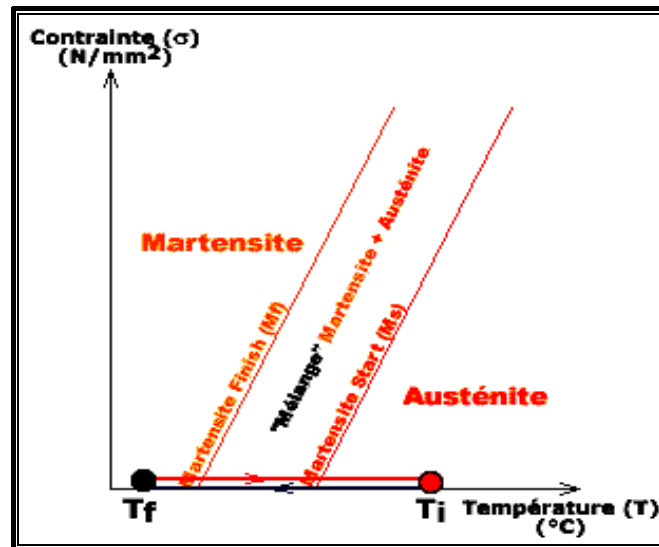


Figure I.21. Chargements thermiques permettant l'obtention de l'effet mémoire double sens [PAT.94].

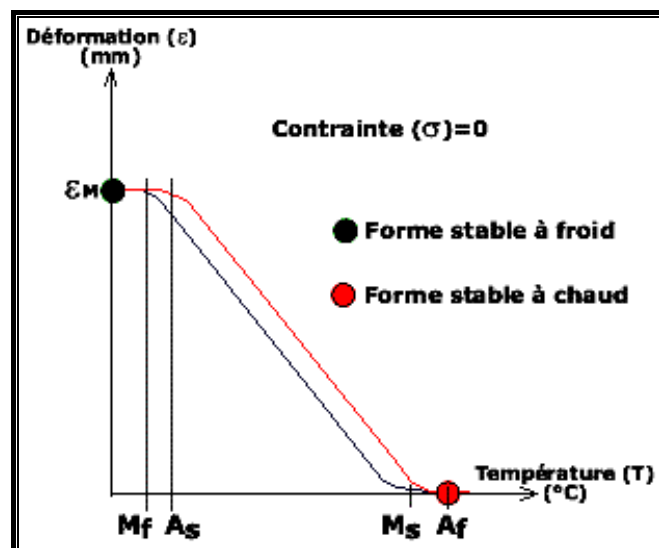


Figure I.22. Effet mémoire double sens, sans contrainte externe appliquée; une déformation ϵ_M de transformation lors d'un simple refroidissement est observée [PAT.94].

Il existe plusieurs types de traitement « d'éducation »: cycles thermiques sous contrainte, stabilisation de la martensite induite par contrainte et cycles de déformation en phase austénitique [CON.88].

Après un traitement d'éducation, certaines variantes sont favorisées : un champ de contraintes internes, dû à la présence de défauts, oriente les variantes qui se forment lors du refroidissement, sans l'aide d'aucune contrainte extérieure. Il y a mémorisation de la forme haute température et de la forme basse température (figure I-23).

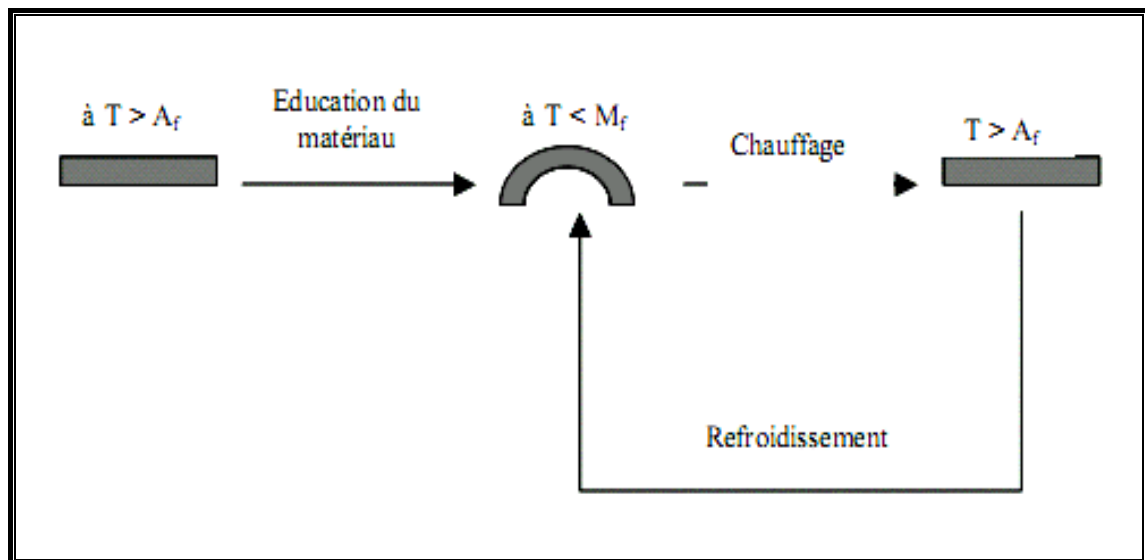


Figure I.23 Illustration de l'effet mémoire double sens [ROC.01].

I.6.3 Effet caoutchoutique

Le mouvement relatif des interfaces intervariantes au sein de la martensite empêche un comportement parfaitement élastique, même quand le niveau de contrainte au sein du matériau n'est pas suffisant pour orienter les variantes martensitiques. Ce mouvement produit, en effet, une dissipation par frottement interne dans l'AMF (Van Humbeeck et Stalmans, 1999 ; Berveiller et Patoor, 1993), donc un comportement inélastique à l'origine de l'effet caoutchoutique (figure I-24) [ZAK.06].

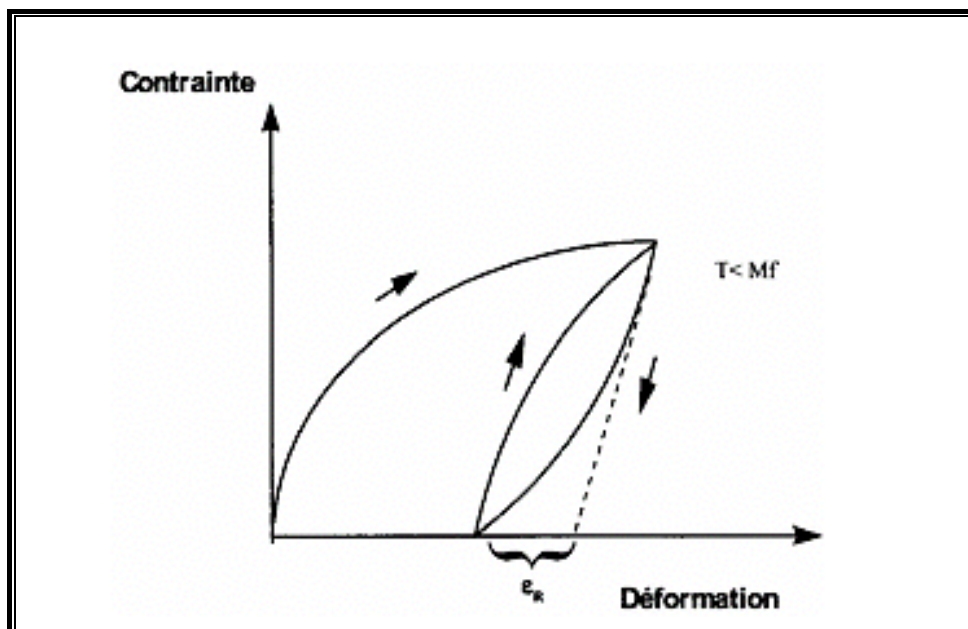


Figure I-24 Représentation de l'effet caoutchoutique [BAR.98].

I.6.4 La pseudo-élasticité

Les alliages à mémoire de forme peuvent se déformer de façon réversible de plusieurs pour cent d'où le terme de pseudo-élasticité. Ce comportement est observé lorsque la droite de chargement $\sigma(T)$ traverse le domaine biphasé (A+M).

On peut donc observer la pseudo-élasticité dans les conditions suivantes (figure I-25) :

- **1-2** : La température T est supérieure à A_f et reste constante durant l'essai. L'application d'une contrainte croissante déforme élastiquement l'austénite.
- **2-3** : Lorsque la contrainte seuil de transformation est atteinte, à la déformation élastique de l'austénite s'ajoute la déformation de transformation de phase provoquée par l'apparition de la martensite orientée.
- **3-4** : La transformation de phase est complète. La déformation élastique observée est celle du domaine martensitique.
- **4-5** : Lors de la décharge, la martensite se déforme élastiquement.
- **5-6** : Lorsque la contrainte seuil de transformation inverse est atteinte, la transformation austénitique s'effectue progressivement.
- **6-1** : La transformation inverse est complète, il y a retour à la forme initiale [ROC.01].

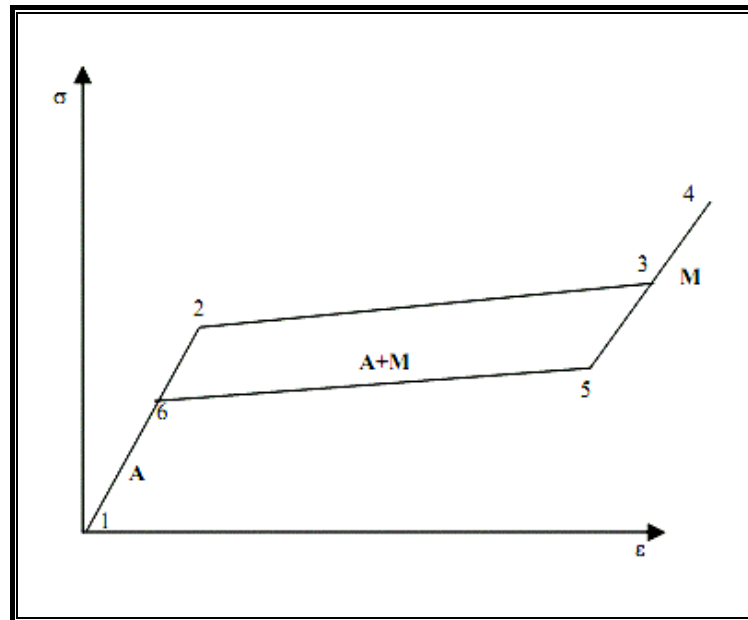


Figure I.25. Effet pseudo-élastique. Essai de traction à $T = \text{cste}$, sur un alliage initialement en phase austénitique. Lors de la décharge, il y a un retour à l'état initial [ROC.01].

I-6-5 Effet amortissant

Lors de sollicitations cycliques, le frottement entre les aiguilles de martensite et l'austénite ainsi que la dissipation d'énergie imputable à la transformation de phase, confèrent aux AMF d'excellentes propriétés amortissantes. Notez qu'il est préférable d'utiliser un AMF en phase martensitique ou dans la zone de transformation à la température d'utilisation afin de maximiser le frottement entre les aiguilles de martensite. En ce qui concerne les sollicitations par impact, les propriétés amortissantes des AMF sont encore à l'étude (figure I-26) [LEB.97].

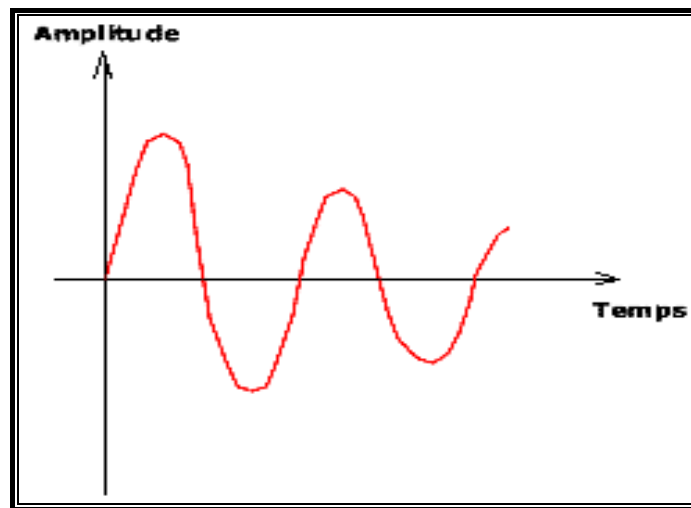


Figure I-26. Diminution de l'amplitude d'une oscillation mécanique due au frottement interne dans un solide [PAT.94].

Une des façons de mesurer le frottement interne d'un matériau est d'effectuer un test de DMA (Dynamic Mechanical Analyser). Dans ce type d'essai, des oscillations mécaniques sont imposées à un échantillon sous forme de plaque mince et le déphasage entre l'excitation et la réponse est mesuré. Le déphasage est proportionnel à l'énergie dissipée par le frottement interne. En effectuant un balayage en température, le graphe du déphasage (mesure de la dissipation d'énergie) en fonction de la température est ainsi obtenu (figure I-27). [TER.97]

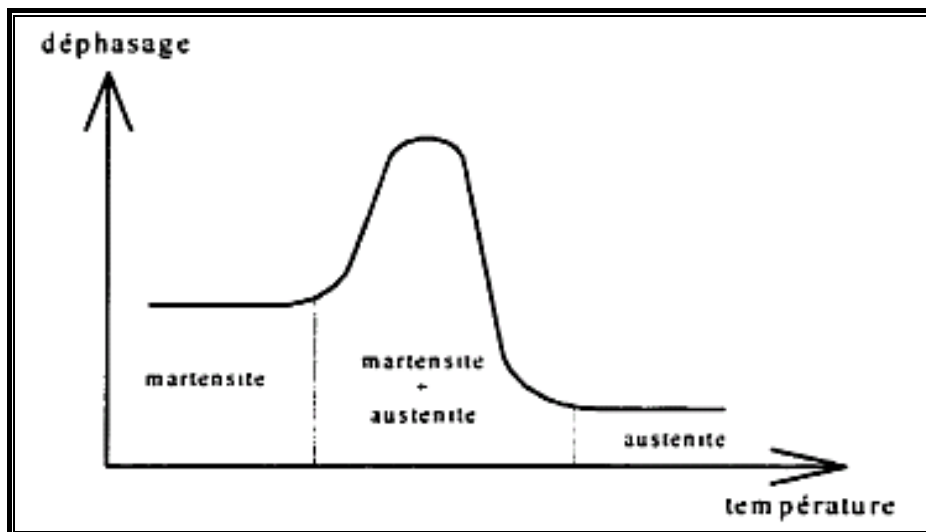


Figure I.27. Résultat d'un test de DMA [TER.97].

Conclusion

Dans cette première partie bibliographique, nous avons rappelé les caractéristiques des AMF et en particulier ceux à base de cuivre, leur structure cristallographique ainsi que leurs propriétés physiques et thermomécaniques. Nous avons également rappelé Les différents types de comportement dans ces alliages ont été également évoqués.

PARTIE II

APPROCHES EXPÉRIMENTALES ET RÉSULTATS

Dans ce chapitre nous allons présenter les diverses techniques expérimentales employées pour l'élaboration des alliages à mémoire de forme de base cuivre ternaires de types Cu-Zn-Al ; Cu-Al-Ni et la méthodologie des essais expérimentaux de caractérisation.

Cette étude s'inspire de celles déjà menées par M.BOUABDALLAH [BOU 99], X.BALANDRAUD [BAL.99]. et plus récemment M.BENCHIHEUB [BEN.00] ; C.SAIB [SAL.03] et S.ZEGHDANE [ZEG.08]. Elle a été menée suivant trois axes principaux :

- le premier concerne l'élaboration des alliages ternaires choisis en fonction de la composition et des traitements thermiques adoptés.
- le second concerne, la caractérisation des éléments structuraux des alliages élaborés à l'état initial ainsi qu'à la suite de traitements thermiques particuliers (selon différents modes de chauffage et de refroidissement adoptés),
- le troisième est consacré à la détermination de leurs caractéristiques thermomécaniques suite à des sollicitations menées en conditions particulières de température et de déformation sur des éprouvettes de formes géométriques appropriées.

La figure suivante schématise la conduite de cette étude :

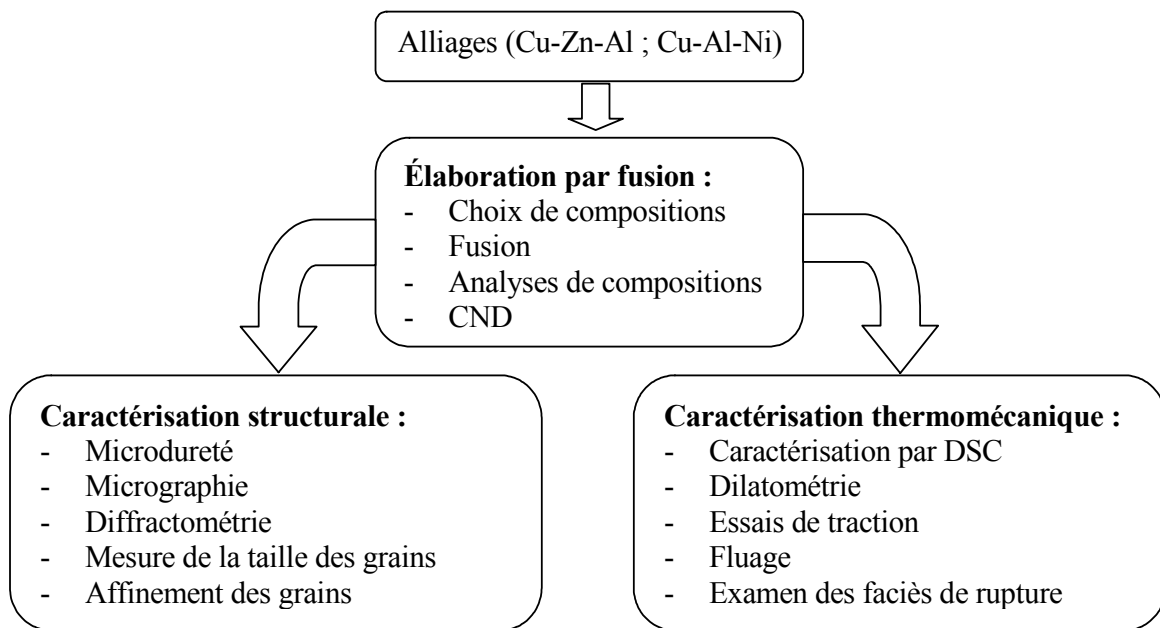


Schéma de l'étude.

II.1 Elaboration des alliages

Cu-Zn-Al

On peut le considérer comme un dérivé de l'alliage binaire Cu-Zn. Dans ce dernier, la phase β n'est stable que pour un domaine étroit de température (entre 850 et 900°C), La phase β métastable est alors difficile à obtenir même par trempe violente. L'adjonction d'Aluminium permet d'obtenir plus facilement la transformation martensitique, ainsi que l'effet mémoire, ceci en déplaçant le domaine β par rapport à la courbe M_s en fonction de la concentration, comme l'indique la (Fig.II.1) qui représente des coupes du diagramme Cu-Zn-Al avec les températures M_s de la phase β métastable.

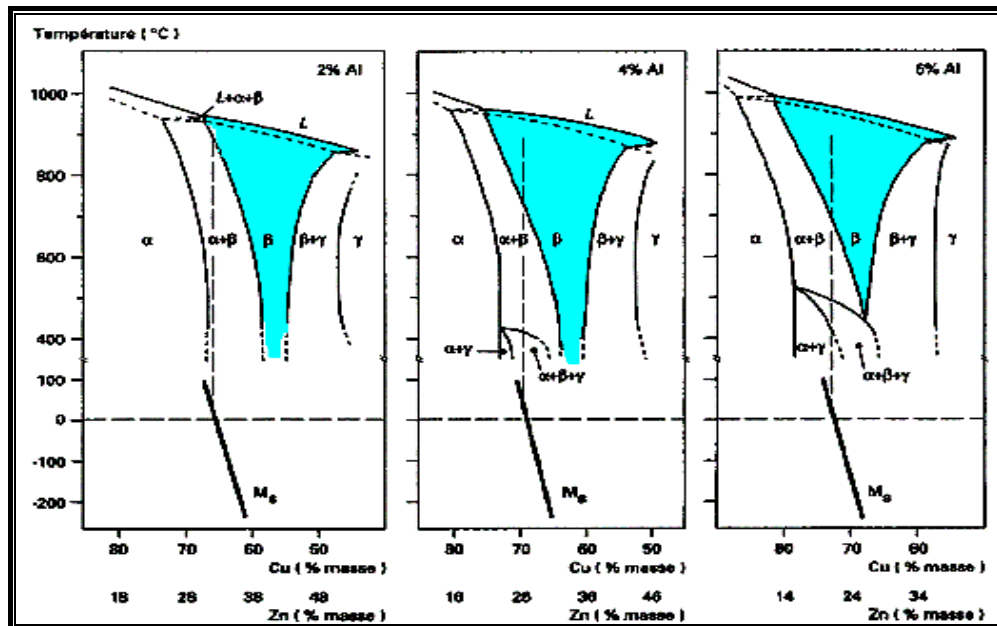


Figure II.1. Coupe du diagramme ternaire Cu-Zn-Al pour différentes compositions en Al (%masse) [GUE.96].

La (Fig.II.1) montre également comment varie la température M_s avec la composition (les températures M_f , A_s , A_f varient de façon parallèle) : on constate une variation très marquée qui permet de choisir la zone de température de l'effet mémoire.

Pour la fabrication d'un objet, se pose également le problème de la mise en forme. La phase β est peu malléable vers la température ambiante ou bien se transforme de façon réversible en martensite (effet superélastique). On peut mettre en forme à température ambiante certains alliages après un traitement thermique judicieusement choisi.

Par exemple, si l'on prend un alliage Cu-Zn-Al à 4 % Al, un recuit à 850 °C produira un mélange de phases $\alpha + \beta$ (environ 50 %-50 %). La phase α est malléable et la phase β a changé de composition, de telle sorte qu'elle ne se transforme plus en martensite. Ce mélange est suffisamment ductile pour servir à la fabrication d'objets (ressorts par exemple) qui seront ensuite portés à haute température pour obtenir par trempe la phase β métastable à l'ambiante.

Cu-Al-Ni

Dérivé de l'alliage binaire Cu-Al. La phase β stable à haute température se transforme à l'équilibre de façon eutectoïde à 570°C en phase α malléable et phase γ_2 très fragile.

Un refroidissement rapide depuis la zone de stabilité de la phase β peut conserver celle-ci à l'état métastable, elle se transforme alors en martensite à des températures relativement élevées, l'alliage ayant la phase β la plus stable (composition eutectoïde atomique de 24% ou 11,8% en

poids d'aluminium) se transforme en martensite vers 400°C, après elle sera ordonné en DO3 vers 550°C (Fig.II.2).

Pour obtenir une température Ms au voisinage de la température ambiante, il faut une concentration d'environ 14% en poids d'aluminium ; pour cette valeur, il est pratiquement impossible d'obtenir la phase β exempte de la phase γ_2 (très fragile) et l'alliage sera inutilisable.

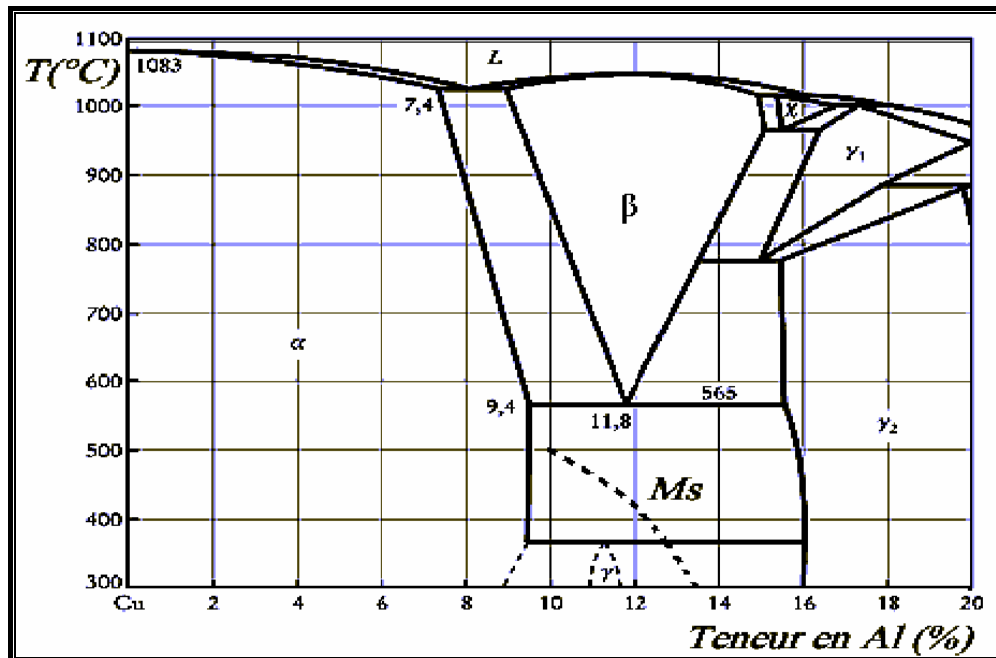


Figure II.2. Diagramme de phase Cu-Al comportant l'évolution de Ms et de la température d'ordre DO3 [SAI.03].

L'adjonction du nickel déplace le domaine de stabilité β vers des concentrations plus élevées en aluminium (Fig.II.3) et modifie très peu la courbe de température M_s .

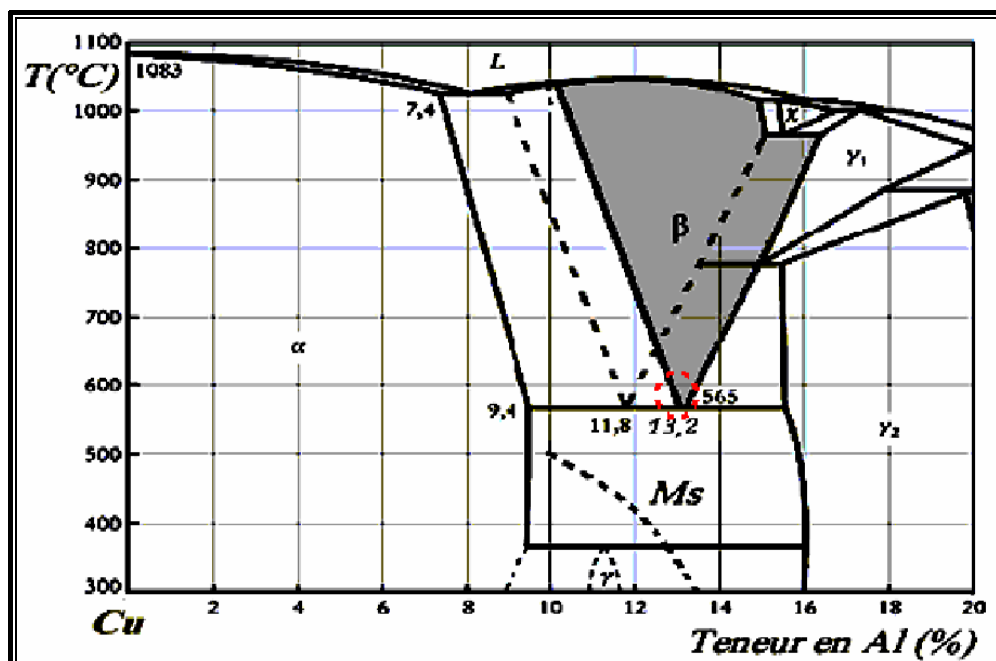


Figure II.3. Diagramme d'équilibre Cu-Al montrant la zone de stabilité de la phase β .
L'adjonction de 4% de Ni ou du Zn décale la zone de stabilité β vers les forts pourcentages en Al [SAI.03].

II.1.1 Calcul des teneurs

Dans l'approche théorique on a vu que la transformation martensitique est caractérisée généralement par la température de transformation M_s , dite température de début de la transformation martensitique, liée à la composition de l'alliage.

Expérimentalement, des métallurgistes ont tenté d'établir suivant cette optique des relations empiriques permettant de prévoir les teneurs respectives des constituants de l'alliage désiré moyennant le point de début de transformation M_s et par conséquent donner les rapports des teneurs des éléments d'alliages par rapport à celle de l'élément de base (le cuivre pour notre cas).

Notre choix a été fait pour l'obtention des alliages à mémoire de forme ternaires à base de cuivre (Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al) ayant une température de début de transformation M_s proche de l'ambiante et respectant la stœchiométrie, le choix de la composition est fait selon les rapports des teneurs des éléments d'alliages à la teneur de l'élément de base :

- Pour l'alliage en Cu-Zn-Al le calcul, selon les rapports des teneurs des éléments d'alliages à la teneur de l'élément de base (Cu) et le point de début de transformation M_s , donne la composition (en % massiques) suivante :

$$\text{Cu } 70 - \text{Zn } 26 - \text{Al } 4 \text{ (} M_s \text{ environ de } 100^\circ\text{C).}$$

- Pour l'alliage en Cu-Al-Ni le calcul, selon les rapports des teneurs des éléments d'alliages à la teneur de l'élément de base (Cu) et le point de début de transformation M_s , donne la composition (en % massiques) suivante :

$$\text{Cu } 82 - \text{Al } 14 - \text{Ni } 4 \text{ (} M_s \text{ environ de } 190^\circ\text{C).}$$

Afin d'évaluer les quantités massiques de chaque constituant de l'alliage nécessaires à l'élaboration d'une éprouvette destinée à un essai donné, nous considérons la masse totale de l'alliage comme étant la masse de référence à partir de laquelle toutes les masses respectives des éléments d'alliage doivent être calculées.

Pour réaliser des éprouvettes de 130 mm de longueur et 14 mm de diamètre (Volume de 20 cm³) on a :

$$M_{\text{Eprouvette CZA}} = [\rho_{\text{Cu}} \cdot (70/100) + \rho_{\text{Zn}} \cdot (26/100) + \rho_{\text{Al}} \cdot (4/100)] \cdot \pi \cdot (7)^2 \cdot 130 = 163.6 \text{ g}$$

$$M_{\text{Eprouvette CAN}} = [\rho_{\text{Cu}} \cdot (82/100) + \rho_{\text{Al}} \cdot (14/100) + \rho_{\text{Ni}} \cdot (4/100)] \cdot \pi \cdot (7)^2 \cdot 130 = 161.6 \text{ g}$$

On prend la masse de l'Alliage 180 grammes. Le calcul des quantités massiques relatives à chaque constituant donne :

$$M_{\text{Cu}} = 180 \cdot (\% \text{ Cu}) ; M_{\text{Elément}} = 180 \cdot (\% \text{ Elément})$$

$$M_{\text{Alliage}} = [M_{\text{Cu}} + \sum M_{\text{Elément}}]$$

Les quantités massiques relatives à chaque constituant [M_{Cu} , M_{Al} , M_{Ni} et M_{Zn}] sont données dans les tableaux suivants :

Cu-Zn-Al

Volume de l'éprouvette (cm ³)	ρ_{Cu} (g/cm ³)	ρ_{Al} (g/cm ³)	ρ_{Zn} (g/cm ³)	ρ_{Alliage} (g/cm ³)	M_{Cu} (g)	M_{Al} (g)	M_{Zn} (g)	M_{Alliage} (g)
20	8,96	2,70	6,92	8,18	126	7.2	46.8	180

Tableau II.1. Les densités et les masses introduites des éléments de base de Cu-Zn-Al.

Cu-Al-Ni

Volume de l'éprouvette (cm ³)	ρ_{Cu} (g/ cm ³)	ρ_{Al} (g/ cm ³)	ρ_{Ni} (g/ cm ³)	ρ_{Alliage} (g/ cm ³)	M _{Cu} (g)	M _{Al} (g)	M _{Ni} (g)	M _{Alliage} (g)
20	8,96	2,70	8,90	8,08	147.6	25.2	7.2	180

Tableau II.2. Les densités et les masses introduites des éléments de base de Cu-Al-Ni.

Les métaux utilisés pour l'élaboration des alliages sont :

- Le Cuivre prélevé de tube de plomberie,
- L'aluminium en baguette de soudage découpée en petits morceaux,
- Le nickel en poudre très fine
- Le Zinc électrolytique sous forme de tôle épaisse.

La pureté de ces éléments n'est pas totale mais reste acceptable pour l'élaboration d'un alliage qui pourra avoir un bon effet mémoire. Théoriquement la pureté des éléments constituant nos AMF doit être comprise entre 99% et 100% pour ne rien perdre sur le taux de déformation maximal, au dessous de 99% ce taux chutera.

II.1.2 Élaboration par fusion

La technique d'élaboration adoptée est schématisée dans la (figure II.4). Au préalable, les éléments d'alliage sont pesés et enveloppés dans des tubes en cuivre (élément de base) dont on doit faire chasser tous l'air existant; l'ensemble ainsi réalisé est mis sous forme de plaquettes dans un creuset en alumine et introduit dans un four de fusion sous atmosphère contrôlée (rempli d'argon).

La procédure suivie consiste à :

- Porter le four à une température de 1200 °C
- Laisser le four se stabiliser pendant 10 min.
- Injecter l'argon pendant 5 mn avec un débit de 5 l/min.
- Mettre le creuset dans le four pendant 30 min.
- Sortir le creuset (remuer légèrement).
- De préférence, on met le talc dans le moule (lingotière) et on le réchauffe à une température de 800 °C, pour éviter la formation des cavités sur l'éprouvette à cause des bulles d'air emprisonnées lors du refroidissement rapide, aussi pour chasser l'humidité et la décantation des impuretés.
- Couler le liquide dans le moule en acier XC38, puis refroidir à l'air ambiant.

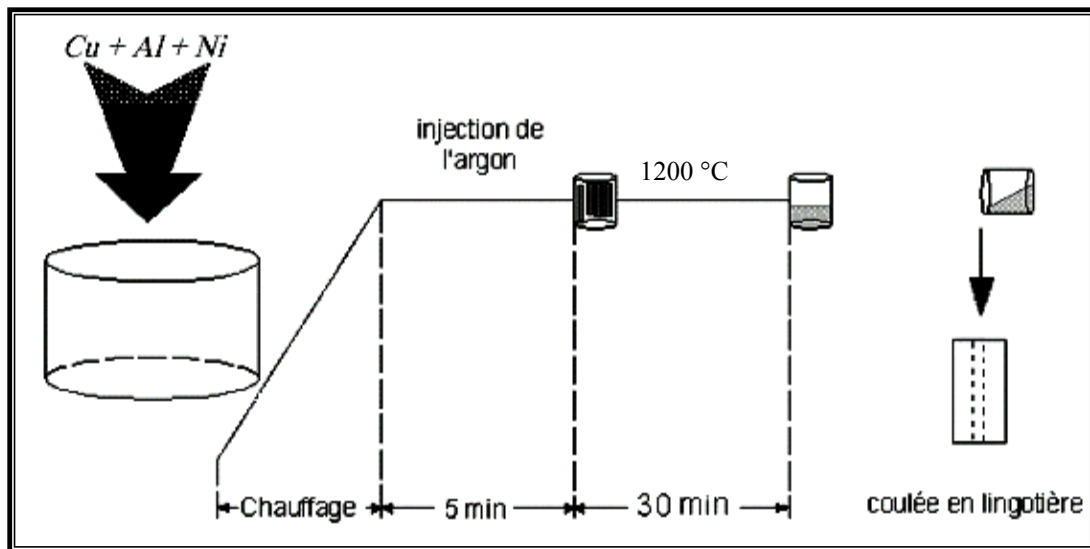


Figure II.4. Procédure schématique de l'élaboration d'alliage.

II.1.3 Analyse de composition

Les échantillons élaborés ont été soumis à une analyse de composition opérée au moyen d'un microanalyseur RONTEC monté sur le microscope électronique à balayage. Ce microanalyseur nous a permis de déterminer les teneurs de l'alliage en tout point de l'échantillon.

Les figures II.5 et II.6, montre un exemple d'analyse de composition des échantillons pour les deux alliages :

Cu-Zn-Al

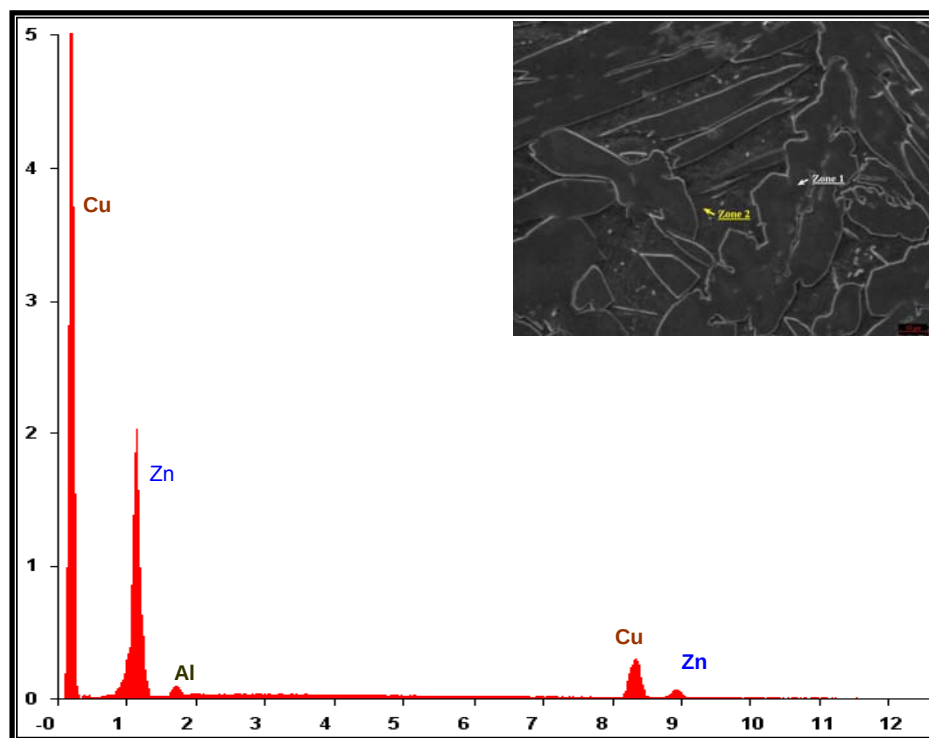
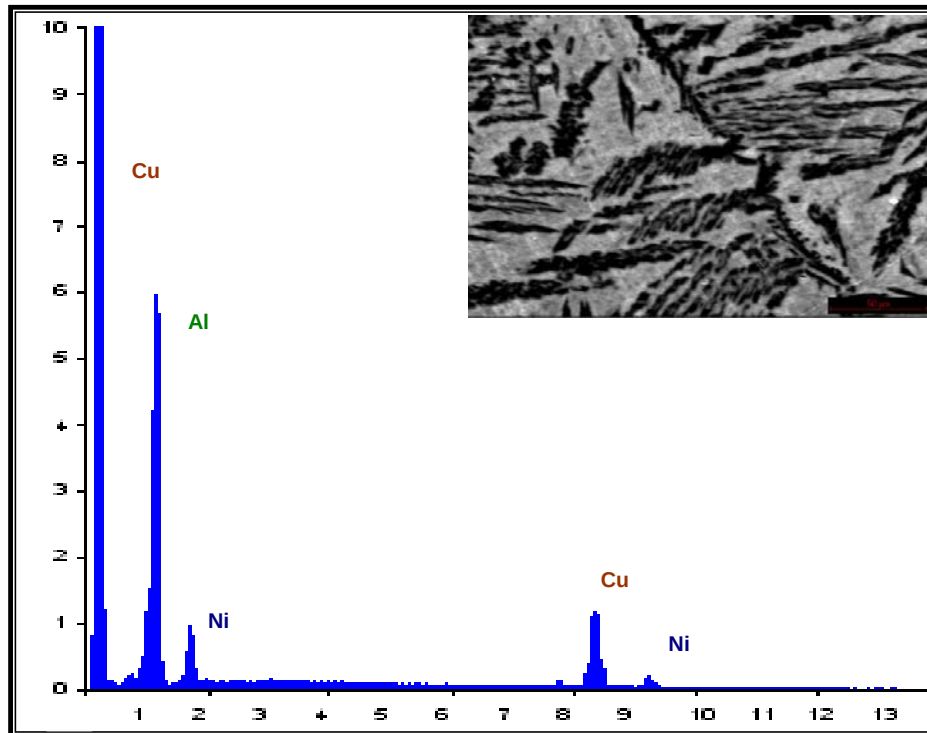


Figure II.5. Analyse des compositions de l'alliage Cu-Zn-Al par la microanalyse.

Elément	Cu	Zn	Al
Composition (%)	71.57	23.12	5.30

Tableau II.3. Les compositions (% masse) des éléments de l'alliage Cu-Zn-Al (Z1)

Elément	Cu	Zn	Al
Composition (%)	69.05	25.43	5.52

Tableau II.4. Les compositions (% masse) des éléments de l'alliage Cu-Zn-Al (Z2)**Cu-Al-Ni****Figure II.6.** Analyse des compositions de l'alliage Cu-Al-Ni par la microanalyse.

Elément	Cu	Al	Ni
Composition (%)	82.19	14.42	3.39

Tableau II.5. Les compositions (% masse) des éléments de l'alliage Cu-Al-Ni.**II.1.4 détection des défauts par ultrasons**

Les ultrasons sont des vibrations mécaniques qui se propagent dans tout support matériel (solide, liquide ou gaz) présentant une certaine élasticité. En continuation de la gamme sonore, les ultrasons correspondent à des fréquences oscillatoires supérieures à la limite d'audibilité humaine et s'étendant dans une large gamme allant de 15 kHz à plus de 100 MHz. La gamme 1 à 10 MHz couvre la grande majorité des applications des ultrasons en contrôle non destructif industriel.

Les méthodes de contrôle non destructif par ultrasons sont utilisées pour détecter les défauts internes ou de surfaces, localiser les défauts en profondeur et de dimensionner ces défauts. Ces méthodes permettent aussi de caractériser un matériau par le biais de calcul des vitesses de propagation des ultrasons dans ce matériau.

Il existe en effet des procédés de génération ou de détection, d'utilisation aisée et de récents développements dans le domaine des transducteurs ultrasonores à couplage par air, permettent de réaliser facilement des contrôles sans contact de matériaux. De plus, différents types d'ondes peuvent être choisis selon les applications.

II.1.4.1. Méthodes de contrôle

Généralement, le contrôle non destructif se fait par deux méthodes :

II.1.4.1.1 Méthode par contact

Dans cette configuration de contrôle (figure II.7), l'opérateur pose les transducteurs directement sur la pièce à contrôler. En général, on ajoute un agent couplant entre les transducteurs et la pièce. Cette technique est utilisée généralement pour détecter les défauts à l'intérieur des matériaux. Elle présente deux inconvénients majeurs qui sont l'impossibilité de réaliser des mesures obliques (à différents angles d'incidence), et la sensibilité des mesures même si on touche légèrement le transducteur.

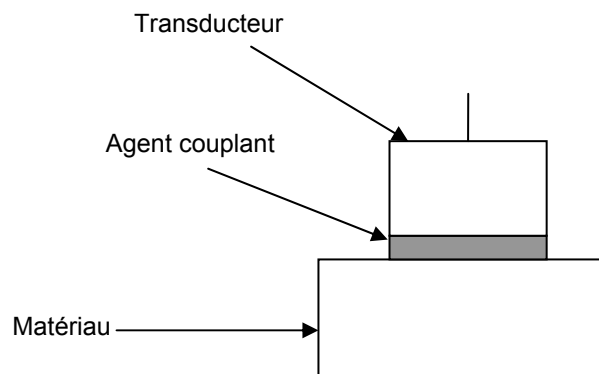


Figure II.7. Méthode de contrôle par contact.

II.1.4.1.2 Méthode en immersion

Comparée à la méthode de mesure ultrasonore par contact, la méthode en immersion (figure II.8) présente plusieurs avantages. Le fait de pouvoir changer l'angle d'incidence rend les dispositifs en immersion d'une grande importance. Aussi, la reproductibilité de l'interface liquide – solide, se prête mieux aux mesures d'amplitude et d'atténuation que les méthodes par contact, quel que soit le soin apporté au couplage transducteur - matériau.

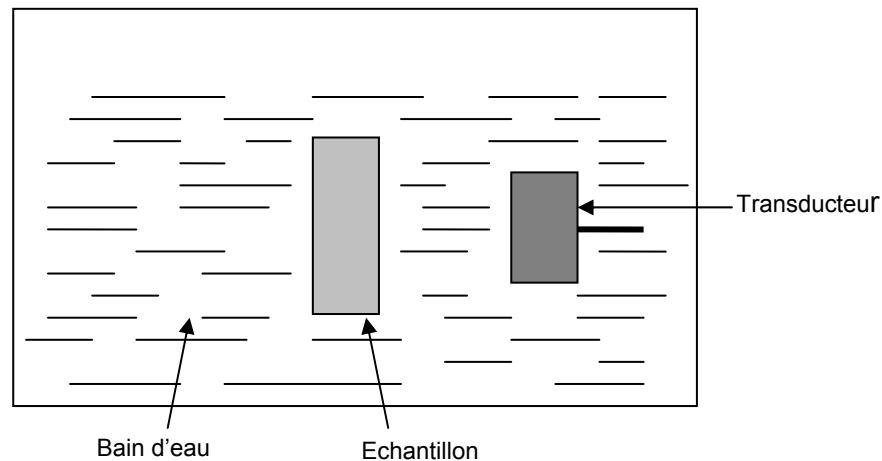


Figure II.8. Méthode de contrôle en immersion.

II.1.4.2. Mode de contrôle par écho

Son principe, très simple, est celui du radar : on envoie, dans la zone à inspecter, de brèves impulsions ultrasonores et l'on recueille en retour des échos renvoyés par les diverses hétérogénéités susceptibles de créer des ruptures d'impédance acoustique, en utilisant un seul transducteur ou deux transducteurs sur la même face de la pièce (figure II.9).

La distance entre échos correspond à des temps de propagation aller et retour de l'onde et permet donc de localiser les défauts en profondeur dans la pièce examinée. L'amplitude relative des échos d'émission, de défauts et de fond permet d'avoir une estimation de l'importance du défaut. Il faut toutefois ici être prudent, même lorsque l'on applique des calculs de correction d'atténuation de propagation. Le parcours mis en oeuvre pour essayer d'obtenir des échos de défaut peut être complexe et comporter des réflexions multiples, comme dans le cas du contrôle des soudures avec palpeur d'angle et ondes transversales par exemple.

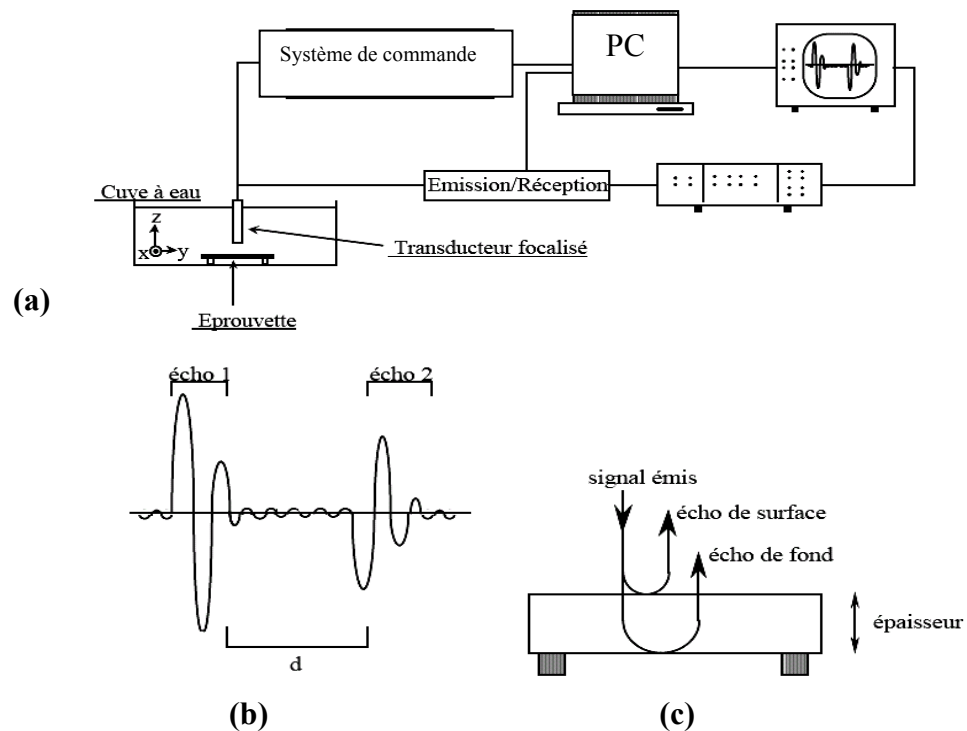


Figure II.9. Mode de contrôle par écho (a) Dispositif de contrôle (b) Signal reçu (c) Réflexion du faisceau ultrasonore sur les faces de la pièce.

II.1.4.3 Procédure d'analyse par les ultrasons

II.1.4.1 Critères généraux des matériels utilisés

Le matériel composant le banc d'essais doit répondre à certains impératifs. Les différents critères qui doivent être respectés lors de la préparation du banc sont :

- Émission et réception des signaux ultrasonores (le choix de la fréquence de travail).
- Numérisation du signal : traitements informatiques, filtrage, corrélation,...etc.
- Mouvement de translation et de rotation des sondes pour assurer des mesures sous différentes incidences.
- Pilotage automatique du banc de mesures.
- Calculs et traitement des signaux pour l'obtention des résultats d'analyse.

II.1.4.2 Description du banc de contrôle par ultrasons

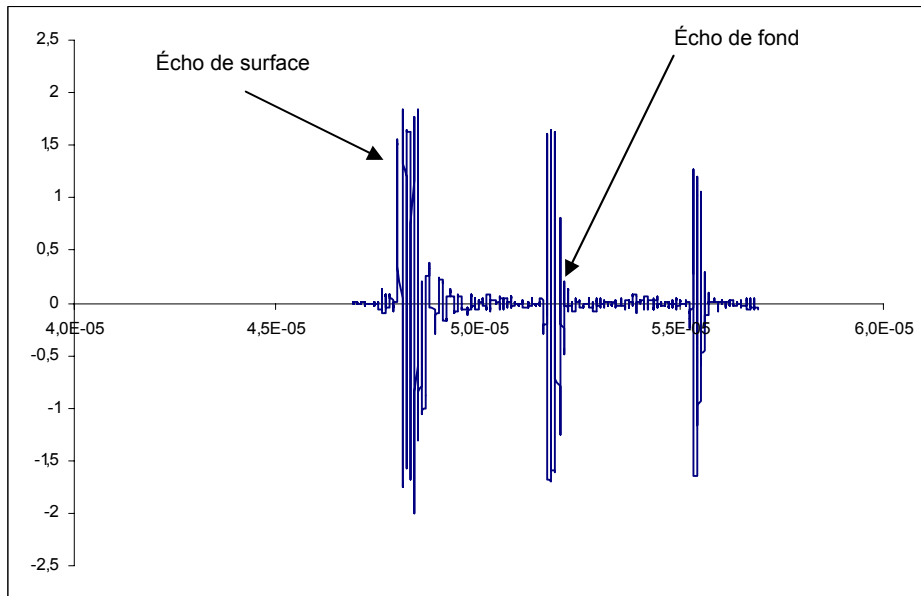
Le banc de mesures par ultrasons, comprend deux transducteurs de fréquence centrale égale à 5MHz. Ils sont excités par un générateur d'ultrasons émetteur-récepteur large bande de marque "SOFRANEL".

L'impulsion ultrasonore une fois émise, traverse l'échantillon pour être ensuite récoltée par le transducteur récepteur. Un oscilloscope numérique de type "Tektronix TDS3054", relié au générateur d'impulsions, permet la visualisation du signal reçu, via une disquette, rend l'acquisition et le stockage des différents signaux de mesures possible sous format d'un fichier Excel (temps, amplitude).

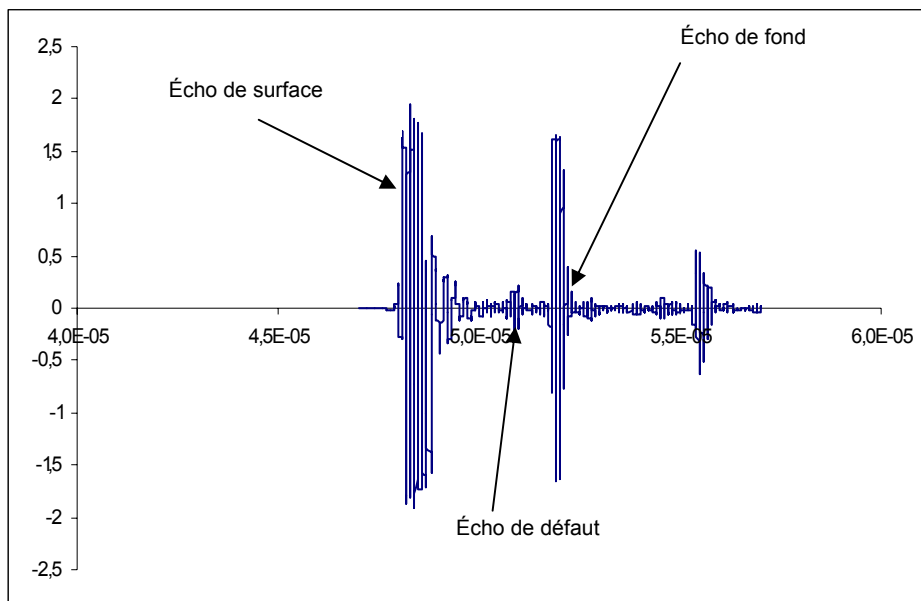
Le contrôle par ultrasons repose sur la propagation d'ondes élastiques de fréquences ultrasonores dans le matériau à étudier. A l'interface entre deux milieux différents, en particulier l'interface matériau sain-défaut, il y a réflexion des ondes ultrasonores. La détection de ces réflexions permet donc le contrôle de la pièce.

Son principe consiste à immerger l'échantillon à analyser et le capteur ultrasonore dans un bain d'eau. Les ondes ultrasonores sont émises par le capteur et se propagent dans l'eau puis dans le matériau. A chaque interface rencontrée, donc en particulier les deux faces de la pièce, il y a réflexion de l'onde ultrasonore. Lorsque le matériau est sain, le signal reçu ne présente que les deux pics dus à ces deux réflexions. Par contre, s'il existe un défaut dans le matériau, il provoque une réflexion de l'onde ultrasonore qui se traduit par la présence d'un pic situé entre les deux pics de surface et de fond de la pièce.

A. Exemple de localisation des défauts dans l'alliage Cu-Al-Ni



Matériau sain (sans défaut).



Matériau avec défaut.

Figure II.10. Signaux ultrasonique avec et sans défaut dans l'alliage Cu-Al-Ni.

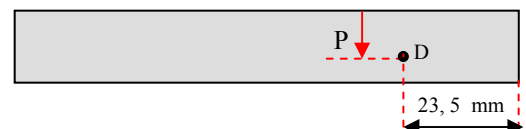
- Calcule de la vitesse de propagation des ondes ultrasonore :

$$V_L = 2X / \Delta t_{(\text{surface-fond})} = 2 \cdot 6,5 / 2,9 \cdot 10^{-3} = 4483 \text{ m/s}$$

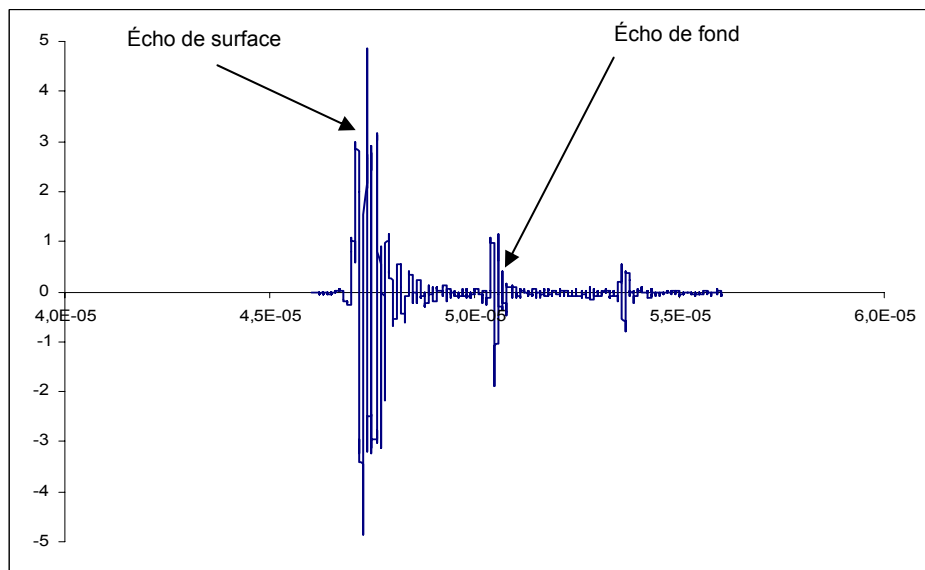
- Position de défaut :

$$P = V_L \cdot \Delta t_{(\text{surface-défaut})} / 2 = 4483 \cdot 2,3 / 2 = 5,1 \text{ mm}$$

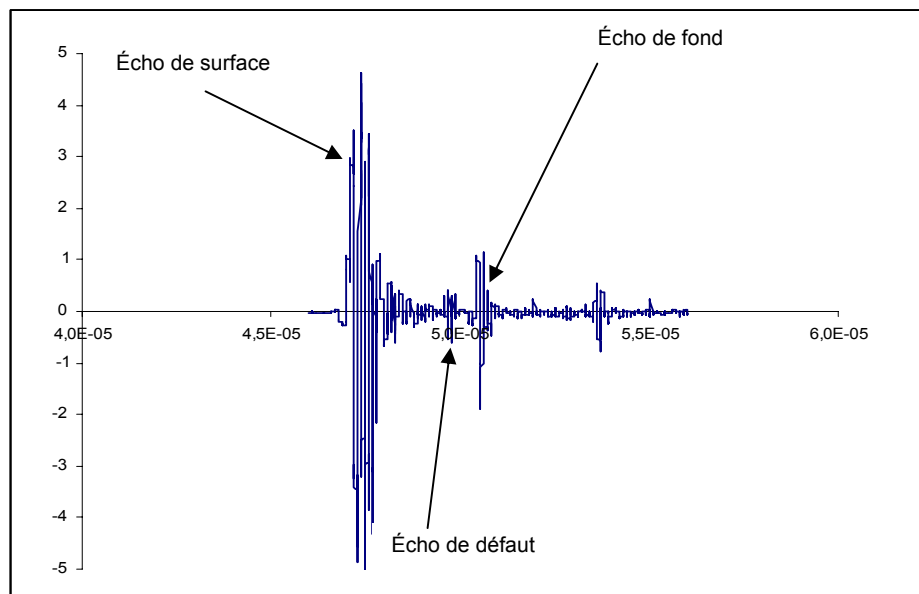
Alors : D (23,5 ; 5,15).



B. Exemple de localisation des défauts dans l'alliage Cu-Zn-Al



Matériau sain (sans défaut).



Matériau avec défaut.

Figure II.11. Signaux ultrasonique avec et sans défaut dans l'alliage Cu-Zn-Al.

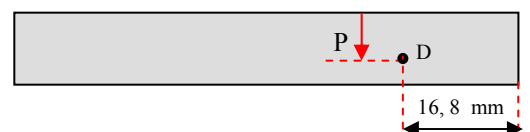
- Calcule de la vitesse de propagation des ondes ultrasonore :

$$V_L = 2X / \Delta t_{(\text{surface-fond})} = 2 \cdot 6,6 / 2,8 \cdot 10^{-3} = 4714 \text{ m/s.}$$

- Position de défaut :

$$P = V_L \cdot \Delta t_{(\text{surface-défaut})} / 2 = 4714 \cdot 2,1 / 2 = 4,94 \text{ mm.}$$

Alors : D (16,8 ; 4,94).



D'après ces résultats on remarque que :

- La zone de concentration des défauts c'est la partie supérieure de l'éprouvette ;
- la vitesse de propagation des ondes ultrasonore dans l'alliage Cu-Zn-Al plus rapide que dans l'alliage Cu-Al-Ni.

II.2 caractérisation structurale

II.2.1 Mesure de la microdureté

La microdureté Vickers des échantillons a été mesurée pour différents états : après la coulée (état brut) et état trempé sous une charge constante de 100 grammes. Elle se mesure à l'aide d'un microduromètre OPL, en effectuant les opérations suivantes :

- Fixer l'échantillon sur la platine, à l'aide d'un bouton de blocage du valet ;
- Chercher le plus clair et net endroit de l'échantillon à travers le microscope ;
- Placer la charge appliquée pour l'obtention de l'empreinte ;
- Mettre l'axe des (x) en coïncidence avec le zéro du tambour gradué ;
- Application de la charge (P) ;
- Ramener l'empreinte obtenue sur l'axe du repère ;
- Tourner le tambour jusqu'à ce que l'axe des (y) dépasse l'empreinte ;
- En fin, la lecture du dépassement correspondant sur le tambour (la distance d) ;
- La formule suivante nous donne la microdureté VICKERS :

$$\frac{P}{d^2} \cdot 18544 \quad (Hv)$$

Où : P : la charge exprimée en gramme, d : la longueur de la diagonale de l'empreinte en micromètre. La figure suivante illustre la procédure d'observation et de mesure de l'empreinte:

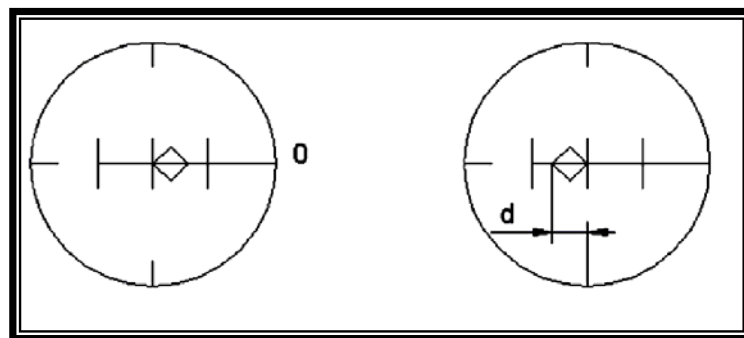


Figure II.12. Schéma de lecture sur le microduromètre.

Précaution et mode opératoire pour une mesure de microdureté

Certaines restrictions géométriques doivent être respectées pour ne pas fausser la mesure. La distance entre le centre d'une empreinte et le bord de la pièce ou les côtés d'une autre empreinte ne doit pas être inférieure à 2.5 fois la diagonale. De plus l'épaisseur de la pièce doit être supérieure à 1.5 fois la diagonale de l'empreinte.

Influence des traitements thermiques (la trempe) sur la microdureté

Les profils de microdureté de tous les échantillons sont illustrés dans les figures suivantes :

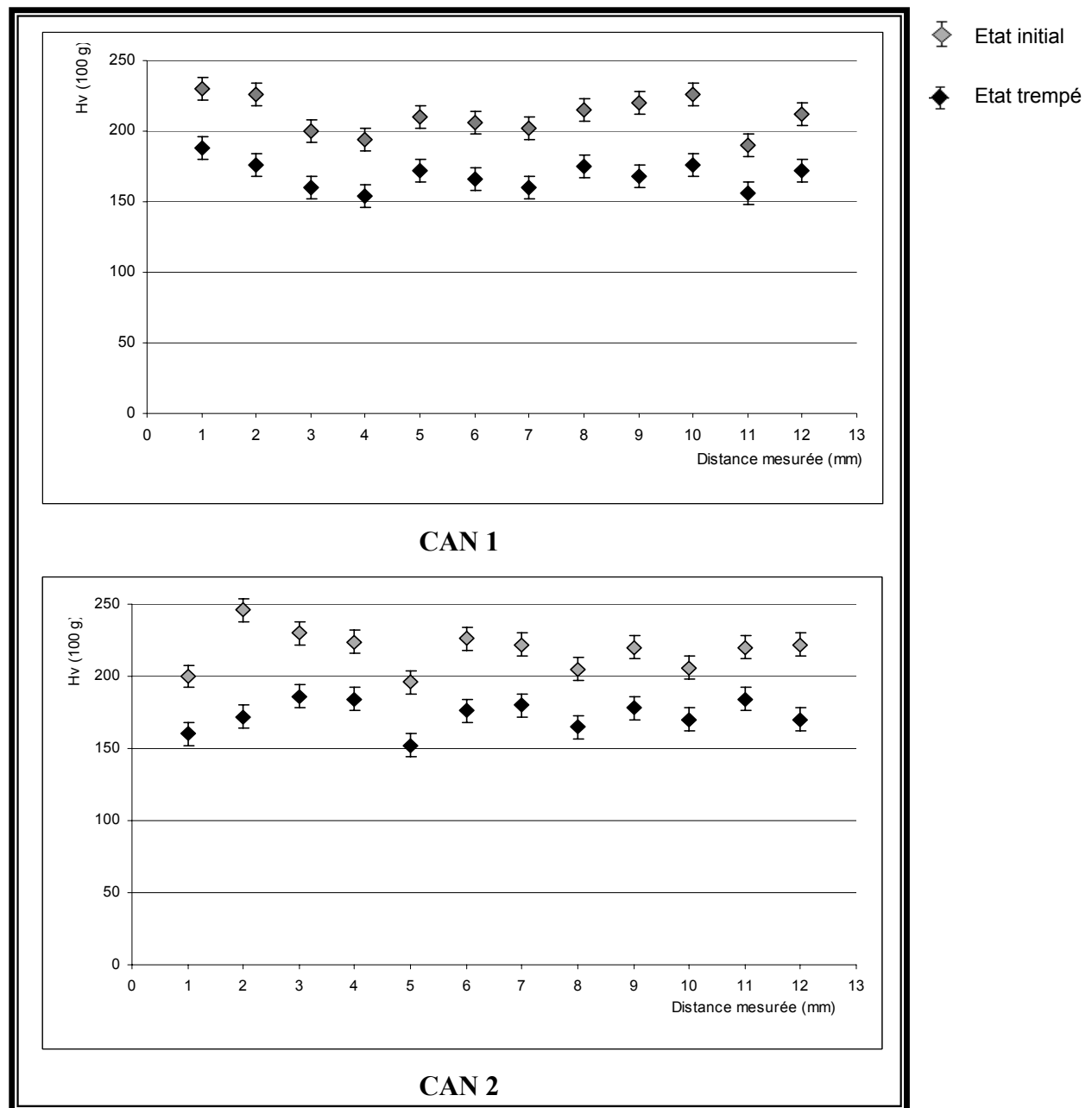


Figure II.13. Profils de comparaison de l'évolution de la microdureté des échantillons Cu-Al-Ni.

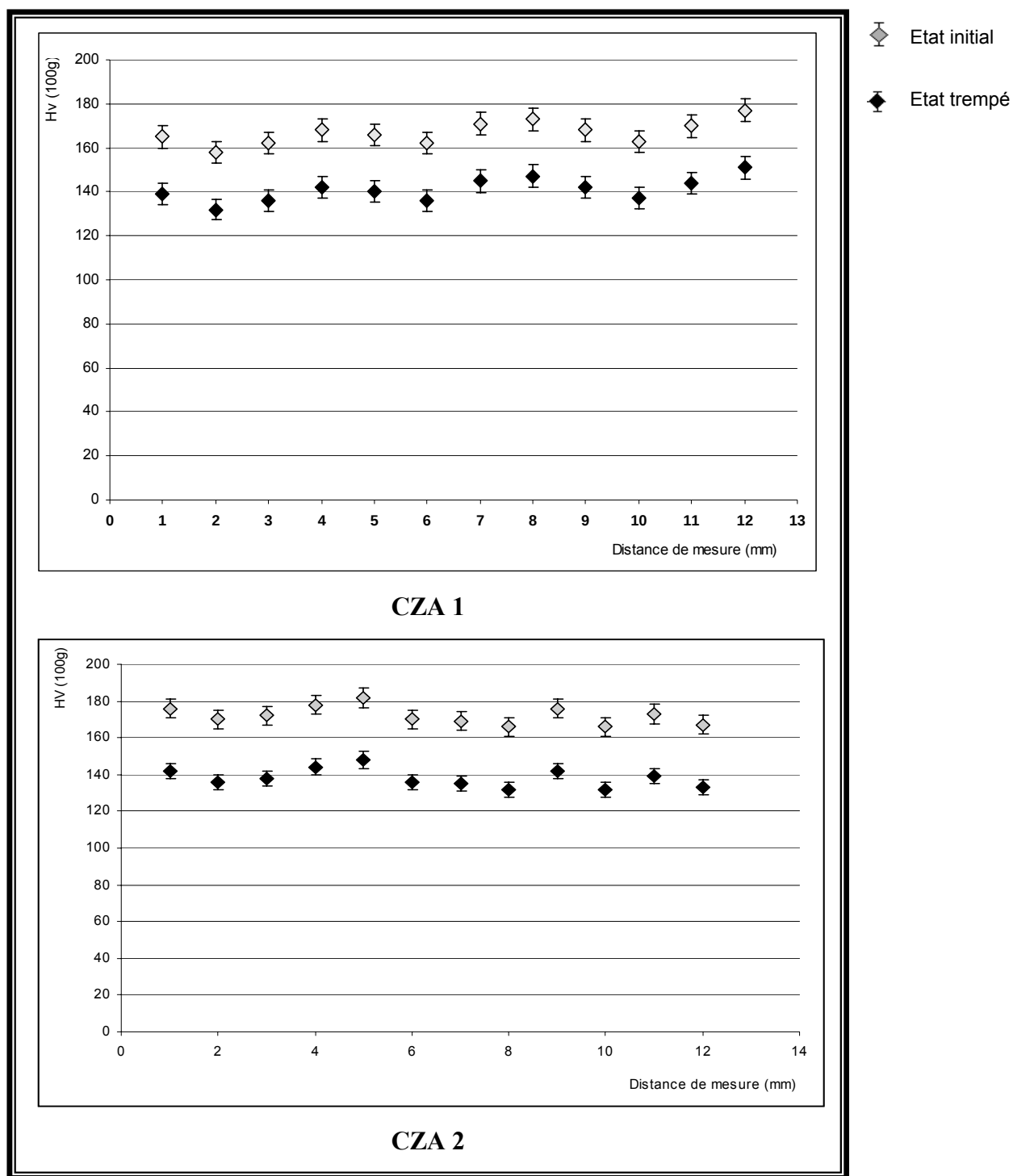


Figure II.14. Profils de comparaison de l'évolution de la microdureté des échantillons Cu-Zn-Al.

Les duretés moyennes pour les échantillons sont données dans le tableau II.6 :

Echantillon	Microdureté Hv (100g)	
	Etat initial	Etat trempé
CZA 1	172	138
CZA 2	167	141
CAN 1	210	168
CAN 2	218	173

Tableau II.6. Les duretés obtenues.

II.2.2 Microscopie optique

L'étude au microscope optique permet d'évaluer l'évolution de la microstructure. Les échantillons subissent un polissage mécanique sur quatre papiers abrasifs de granulométrie décroissante, puis un polissage de finition. Le polissage mécanique est suivi d'une attaque chimique au moyen d'un réactif composé de chlorure ferrique (FeCl_3), d'acide chlorhydrique (HCl) et d'éthanol.

II.2.2.1 Structure brut de la coulée :

Cu–Zn–Al

La structure de solidification obtenue après la coulée montre la présence de certaines aiguilles martensitiques dans un mélange de phases α (malléable) + β (métastable), cela est justifié par le refroidissement de la coulée qui est relativement rapide.

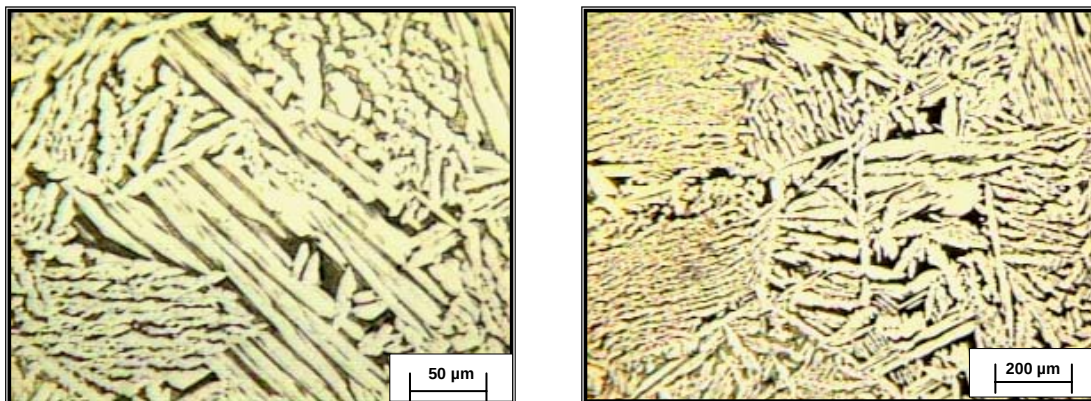


Figure II.15. Structure de l'alliage « Cu –Zn -Al » à l'état brut.

Cu-Al-Ni

La structure de solidification obtenue après la coulée montre la présence d'une zone de couleur claire qui est la phase α , une zone de couleur sombre qui correspond à la phase $\alpha + \gamma_2$,

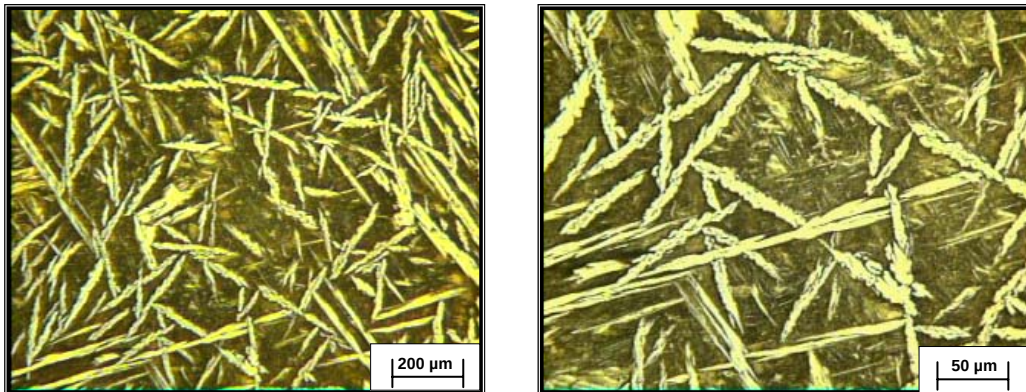


Figure II.16. Structure de l'alliage « Cu-Al-Ni » à l'état brut.

II.2.2.2 Trempe :

Pour déceler la température de la bétatisation (qui nous permet d'avoir la stabilisation de la phase β à la température ambiante), on a pris cinq échantillons, pour chaque alliage, ensuite on réalise une série de trempes :

- *L'alliage Cu-Al-Ni* : A l'eau de 900, 910, 920, 930, 940 et 950 °C avec un maintien de 30 min (tiré de la bibliographie) [DAG.03] ;[CHE.08] .Les résultats de l'essai donne la température 940 °C comme celle qui donne la plus grande quantité de phase β métastable à la température ambiante.
- *L'alliage Cu-Zn-Al* : A l'eau de 750, 780, 810, 830, 850, et 870 °C avec un maintien de 30 min (tiré de la bibliographie) [SOM.98] ;[CUN.04]. Les résultats de l'essai donne la température 850 °C comme celle qui donne la plus grande quantité de phase β métastable à la température ambiante.

Cu-Zn-Al

Si on effectue une trempe, on obtient une autre structure (Fig.II.17) qui est caractérisée par la martensite, sous forme d'aiguilles, qui est due à la transformation de la phase mère β .

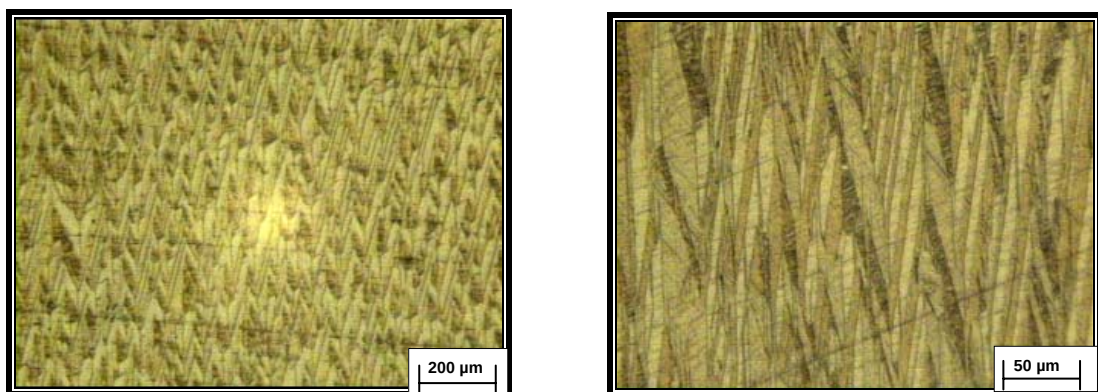


Figure II.17. Structure de l'alliage « Cu -Zn -Al» après trempe.

Cu-Al-Ni

La figure II.13 présente la micrographie de l'alliage Cu-Al-Ni, dont la morphologie est caractéristique de la phase martensitique β_1' sous forme d'aiguilles.

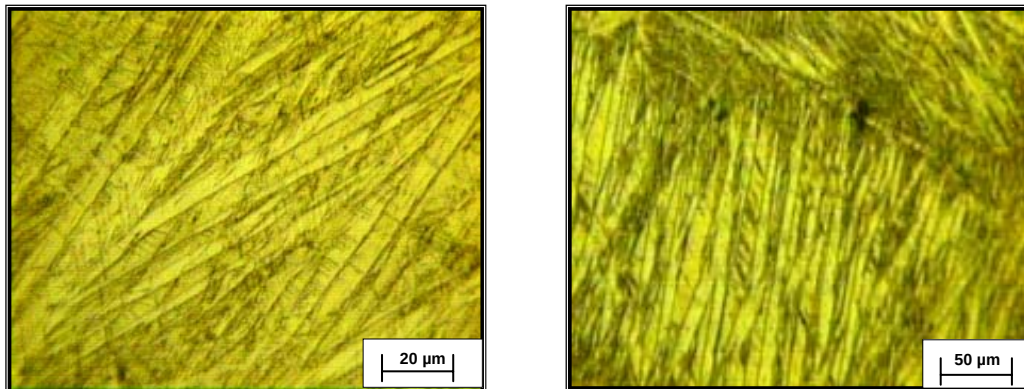


Figure II.18. Structure de l'alliage « Cu-Al-Ni » après trempe.

II.2.2.3 revenu

Le traitement de revenu est réalisé au-dessus de la température A_f , afin d'éliminer les lacunes de trempe en sursaturation et de stabiliser la phase austénitique (remise en ordre). Le traitement du revenu se fait directement après la trempe à une température de 100°C pour l'alliage Cu-Zn-Al (200°C pour l'alliage Cu-Al-Ni), pendant une heure, ensuite il est recommandé de faire un refroidissement à l'air pour assurer l'homogénéisation de la structure.

II.2.2.4 Le recuit :**Cu-Zn-Al**

Le recuit se fait à 850°C pendant 30 mn, il nous assure une structure composée d'une phase β (couleur sombre) et une phase α (couleur claire)

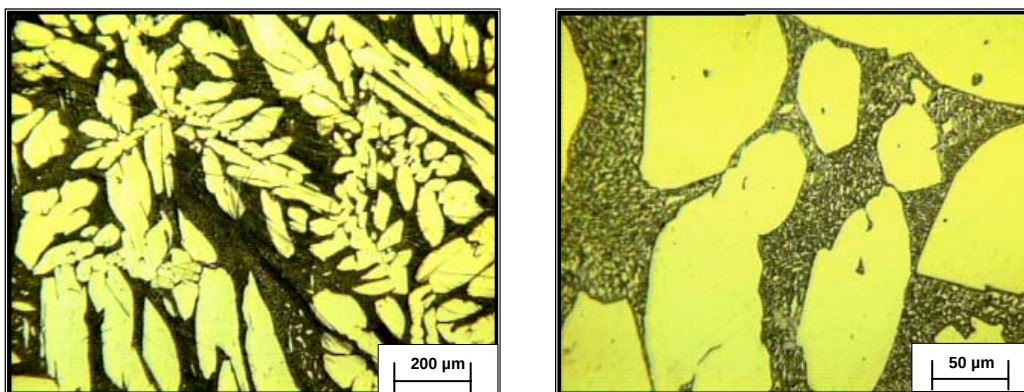


Figure II.19. Structure de l'alliage « Cu -Zn -Al » après recuit.

Cu-Al-Ni

La structure obtenue après un recuit de 30 mn à 930°C montre l'apparition des phases α et $\gamma_2+\alpha$, il y'a aussi une localisation des précipités (formés lors du refroidissement) dans les joints des grains.

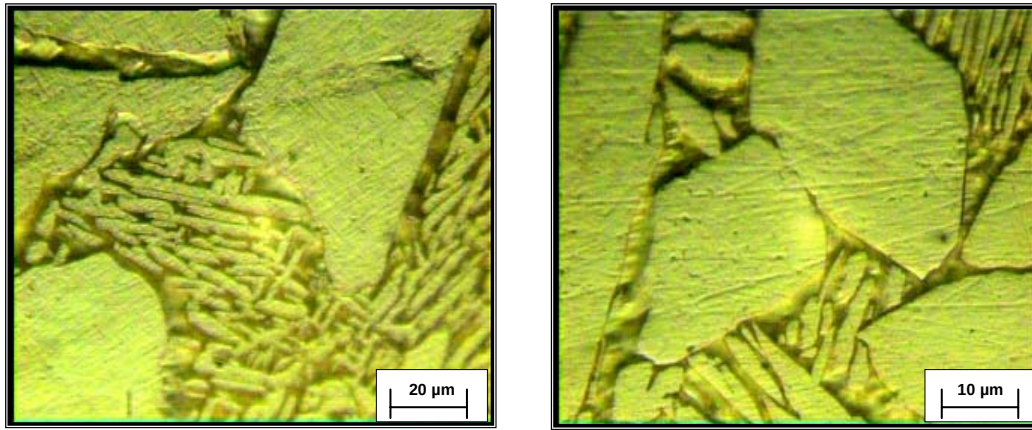


Figure II.20. Structure de l'alliage « Cu-Al-Ni » après recuit.

II.2.3. Analyse par diffraction des rayons X [PRI.00]

La diffraction des rayons X a été utilisée dans le but d'accéder à des informations qualitatives et quantitatives sur les différentes phases étudiées. La structure cristalline ainsi que l'évaluation des paramètres de mailles ou la proportion relative de chacune des phases sont autant d'informations facilement accessibles par cette méthode.

Si l'on considère un ensemble de plans réticulaires $\{hkl\}$ équidistants de d (distance inter réticulaire), il y a diffraction lorsque la loi de Bragg est respectée c'est à dire :

$$2 * d_{hkl} * \sin\theta = n\lambda$$

Avec :

d_{hkl} : La distance entre les plans cristallographiques (hkl)

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

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

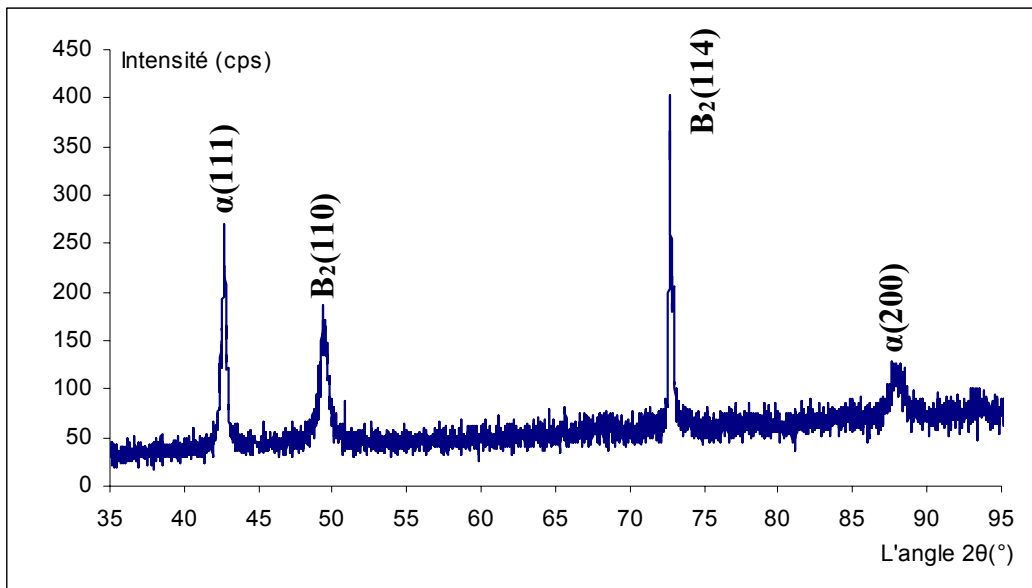
La mesure du spectre de diffraction avec le diffractomètre consiste à envoyer un faisceau de rayons X en balayant l'angle d'incidence sur la surface d'étude afin de mesurer l'intensité des rayons X réfléchis. Les plages angulaires et le pas de balayage sont définis par l'utilisateur. Le diagramme ainsi obtenu appelé spectre de diffraction représente l'intensité du faisceau réfléchi I en fonction de l'angle d'incidence 2θ . Toutes ces opérations sont automatisées et commandées par un ordinateur spécifique au diffractomètre.

L'ensemble des spectres de diffraction a été réalisé sur un diffractomètre de rayons X permet d'effectuer « *X-pert pro* » Philips en montage (Annexe II). Le rayonnement X monochromatique est produit par une anticathode de cuivre dont les raies $K\alpha_1$ ($1.54060 \text{ \AA}$). Les caractéristiques d'alimentation du tube sont : $V = 45\text{kV}$ et $I = 40 \text{ mA}$.

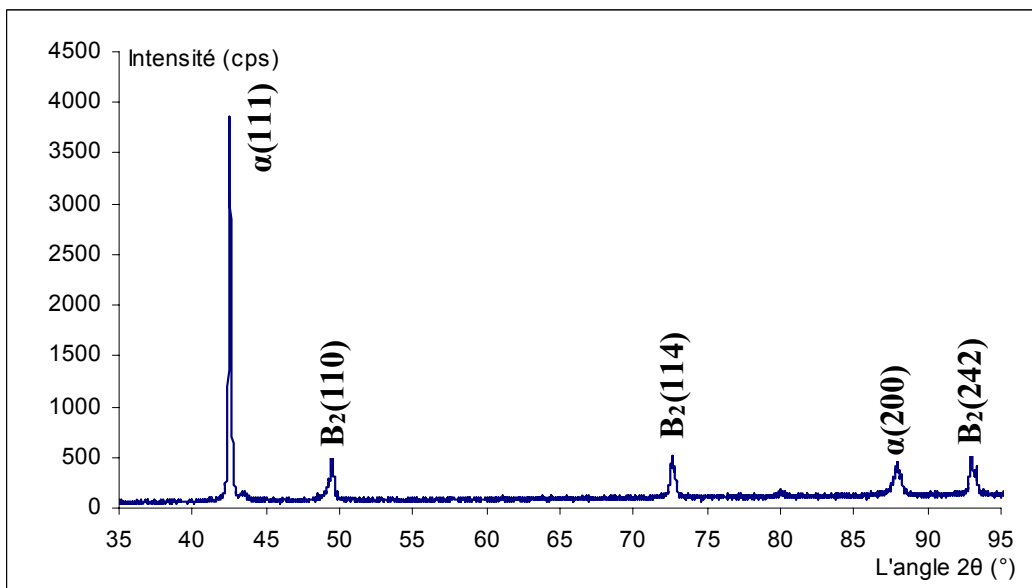
La diffraction des rayons X a été conduite sur des échantillons en alliage Cu-Zn-Al (14 mm de diamètre, 3 mm d'épaisseur) enrobés. Les diagrammes ont été enregistrés pour des valeurs de 2θ compris entre 35° et 95° afin d'observer le maximum des principaux pics. L'analyse diffractométrique des échantillons montre l'existence de deux phases (α et β_2).

a. Structure dans l'état initial (brut de coulée)

Les spectres de DRX de nos échantillons à l'état initial (brut de coulée) sont illustrés sur les figures ci-dessous :



Échantillon CZA1.

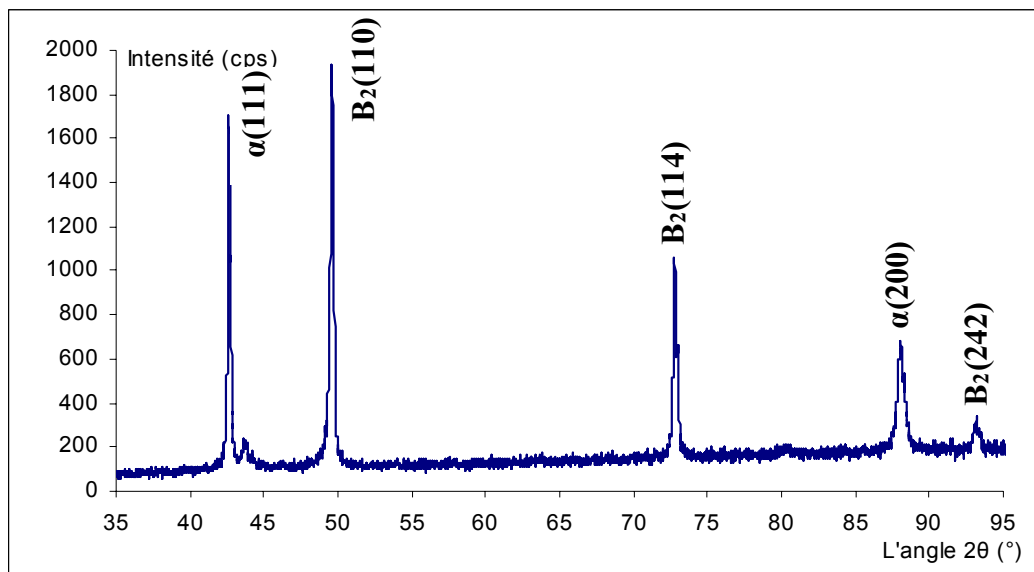


Échantillon CZA2.

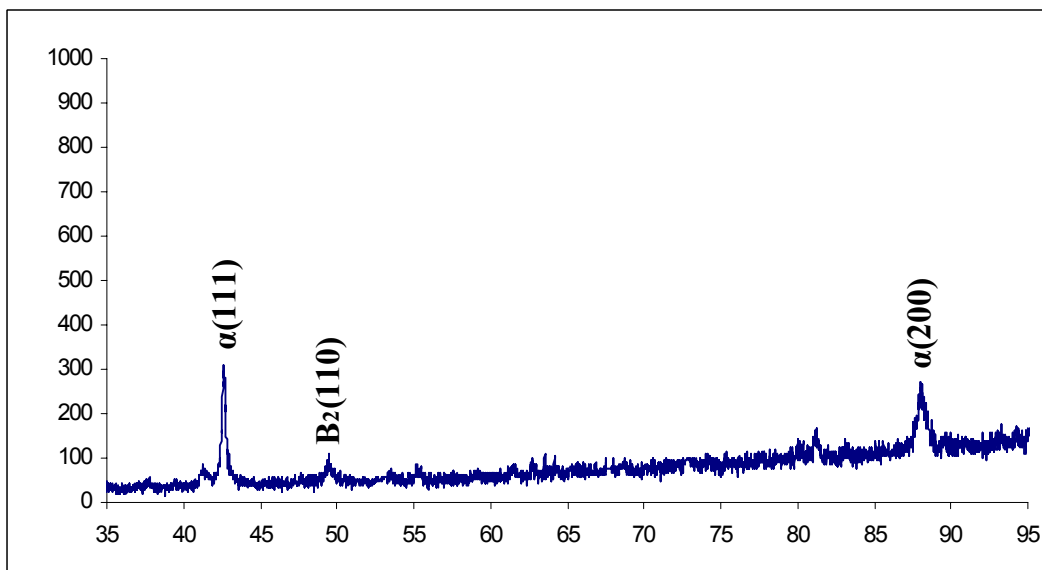
Figure II. 21. Spectres de DRX des échantillons. Etat initial (brut de coulée).

b. Structure dans à l'état trempé

Les spectres de DRX de nos échantillons à l'état trempé sont illustrés sur les figures ci-dessous :



Échantillon CZA1.



Échantillon CZA2.

Figure II.22. Spectres de DRX des échantillons. État trempé.

II.2.3 Mesure de la taille des grains

Pour le calcul de la taille moyenne des grains, on a utilisé la méthode du comptage qui stipule comme suit : $d_{\text{moy}} = \Sigma d_i / n \rightarrow S_{\text{moy}} = \pi d^2 / 4$.

$$n = q_1 + (q_2 / 2) + (q_3 / 4).$$

$$S_R = n * S / G_2 \rightarrow R_{\text{reel}} = (S_R / \pi)^{1/2} \text{ le Rayon réel des grains.}$$

Avec : G : grossissement du microscope

d_i : diamètre d'un grain balayé par la droite (figure II.16)

q_i : le nombre de grains balayé

q_1 : nombre de grains à l'intérieur de l'image (alors $q_1 = 7$)

q_2 : nombre de grains sur les cotés de l'image (donc $q_2 = 10$)

q_3 : nombre de grains sur les coins de l'image (on aura $q_3 = 4$)

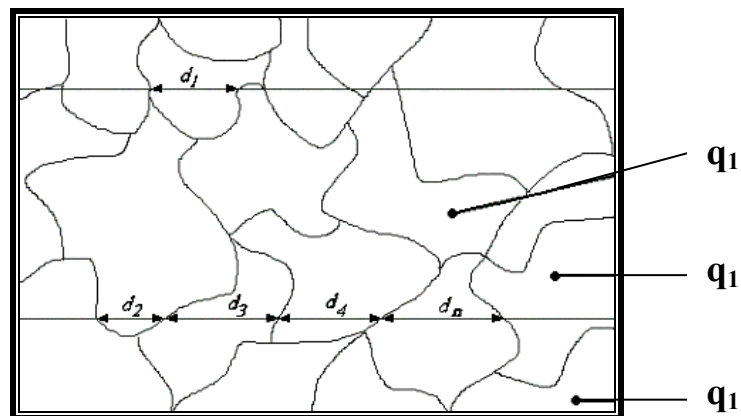


Figure II.23. Mesure des diamètres des grains pour la méthode du comptage.

Le tableau II.7 résume les valeurs de tailles de grains obtenues à l'état initial et à l'état trempé :

Echantillon	Taille des grains (mm)	
	Etat initial	Etat trempé
CZA 1	0.71	0.97
CZA 2	0.76	0.93
CAN 1	0.63	0.81
CAN 2	0.56	0.74

Tableau II.7. Taille des grains.

II.2.4 Affinement des grains

Les microstructures des métaux et alliages sont très sensibles à l'histoire thermomécanique, les traitements thermiques agissent directement sur les propriétés métalliques, physiques et mécaniques des alliages à mémoire de forme.

Ces traitements affectent la concentration des lacunes, les réactions de remise en ordre peuvent promouvoir des réactions de précipitation. Les changements de ces facteurs peuvent favoriser la stabilisation martensitique.

Pour présenter les propriétés de mémoire de forme de meilleure qualité (taux de déformation, la ductilité pour faciliter la déformation et la sensibilité au vieillissement) on a effectué les traitements thermiques présentés sur les figures (Fig.II.24) et (Fig.II.25)

- La première trempe à l'eau froide après un chauffage à (940°C pour Cu-Al-Ni et 850°C pour Cu-Zn-Al) pendant 30 mn ;
- Un recuit à (850 °C pour Cu-Al-Ni et 650°C pour Cu-Zn-Al), pendant 4 heures, suivi d'un refroidissement à l'air. Le but de ce traitement est de supprimer totalement les effets de la trempe et diviser les gros grains en petits grains ;
- Une deuxième trempe à l'eau froide avec un maintien de 30 min à (940°C° pour Cu-Al-Ni et 750°C pour Cu-Zn-Al).

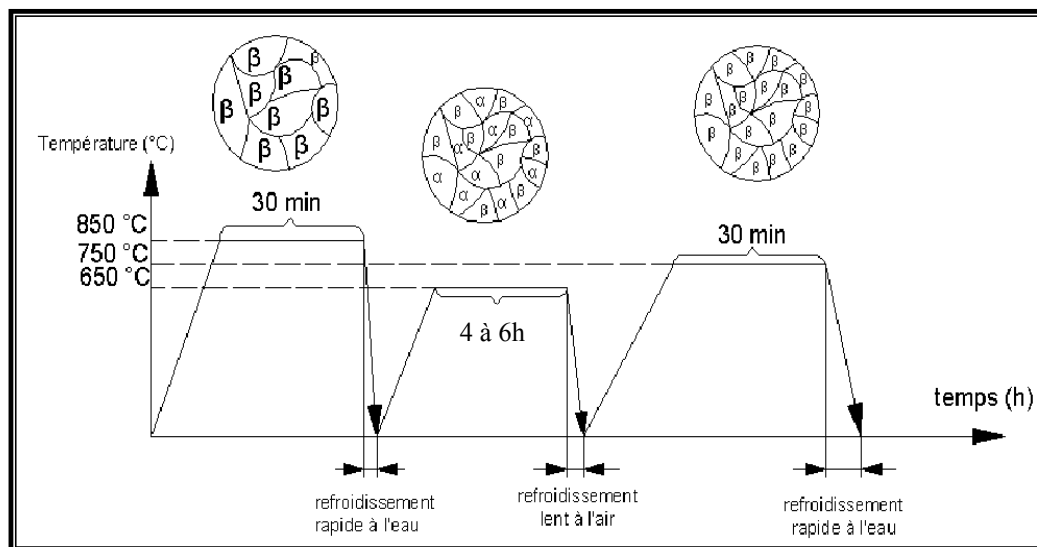


Figure II.24. Affinement des grains par traitements thermiques (Cu-Zn-Al).

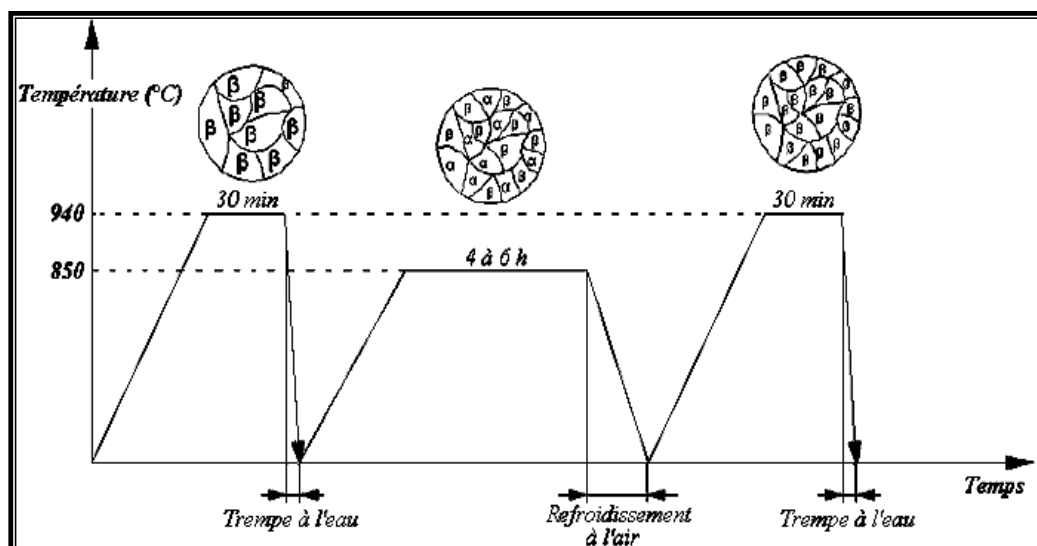


Figure II.25. Affinement des grains par traitements thermiques (Cu-Al-Ni).

Ce traitement permet la stabilisation des petits grains obtenus en petits grains β . la taille moyenne des grains y compris les valeurs entre 190 et 240 μm pour Cu-Al-Ni et entre 300 et 3600 μm pour Cu-Zn-Al.

Les valeurs trouvées pour la taille des grains et la dureté sont présentées dans le (Tableau II.8).

Echantillon	Taille des grains (mm)			Microdureté Hv (100g)		
	Etat initial	Etat trempé	Etat TRT	Etat initial	Etat trempé	Etat TRT
CZA 1	0.71	0.97	0.36	172	138	161
CZA 2	0.76	0.93	0.31	167	141	158
CAN 1	0.62	0.78	0.19	210	168	173
CAN 2	0.66	0.84	0.24	218	173	184

Tableau II.8. Récapitulatif des tailles de grains et des duretés obtenues.

II.3. caractérisation thermomécanique

II.3.1 Caractérisation par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

Un alliage à mémoire de forme traité thermiquement va présenter une transformation martensitique. Cette transformation se caractérise par calorimétrie différentielle à balayage par un balayage en température qui permet de déterminer les zones des transformations martensite-austénite au chauffage (transformation endothermique) et des transformations inverses austénite-martensite au refroidissement (transformation exothermique).

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

L'analyse calorimétrique différentielle est une étape de caractérisation essentielle puisqu'elle permet de déterminer les températures de transformation du matériau. Le principe est simple, il consiste à mesurer la quantité de chaleur dégagée lors d'une réaction exothermique ou absorbée lors d'une réaction endothermique par rapport à un échantillon de référence. Un grand nombre d'informations telles que les températures des pics de transformation, les températures de transition de phase, les enthalpies de transformation et l'hystérésis thermique, peuvent alors être déduites de ces analyses.

Le balayage en température s'effectue à une vitesse assez faible, 5°C/min [BOU.022], afin d'obtenir un bon équilibre entre la température du creuset et celle de l'échantillon, suffisante cependant pour que les transformations de phase apparaissent nettement.

Pour étudier l'effet de la composition de l'alliage élaboré sur les courbes calorimétriques, on a utilisé des échantillons qui ont la composition suivante :

Echantillon	% mas Cu	% mas Al	% mas Ni	% mas Zn
CZA 1	71.57	5.30	-	23.12
CZA 2	69.05	5.52	-	25.43
CAN 1	82,09	13.71	4.20	-
CAN 2	82,42	13.86	3.72	-
CAN 3	82,71	13.93	3.36	-
CAN 4	83,16	12.87	3.97	-
CAN 5	83,1	13.32	3.58	-
CAN 6	82,25	14.22	3.63	-

Tableau II.9. Les compositions (% masse) des échantillons utilisés pour l'analyse calorimétrique.

II.3.1.1 Propriétés de l'appareil DSC 204 F1 Phoenix

- Four de -180°C à 700°C ;
- Vitesse maximum $80^{\circ}\text{C}/\text{min}$ de balayage ;
- Précision de la Température : $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$;
- Sensibilité $0.1\mu\text{W}$.

II.3.1.2 Préparation des échantillons

La préparation des échantillons est une étape importante lors de l'analyse par DSC car elle pourrait affecter la structure interne du matériau et décaler les températures de transformations de phase. Ce décalage peut être induit par la présence d'une couche d'oxyde sur la surface de l'échantillon ainsi que par l'introduction des zones de d'écrouissage localisées par la coupe des échantillons et le polissage mécanique. La surface de l'échantillon en contact avec l'appareil DSC doit être suffisamment importante et, si possible, constante entre les mesures afin de ne pas diminuer la conductivité thermique de l'échantillon.

Pour optimiser les capacités de l'appareil, les masses des échantillons doivent être comprise entre 100 et 130 mg. Connaissant l'importance de la masse des échantillons sur les mesures DSC. Les principales étapes de la préparation des échantillons sont :

- Avant le traitement thermique, couper les échantillons de dimension applicable afin d'effectuer l'essai de DSC;
- effectuer un traitement thermique;
- couper les échantillons à l'aide d'une scie à basse vitesse;
- nettoyer les échantillons à l'aide d'une solution de méthanol et d'un bain à ultrason;
- mesurer la masse des échantillons à l'aide d'une balance ayant une précision de $\pm 0.1\text{mg}$.

Les courbes calorimétriques obtenues sont données par les figures suivantes :

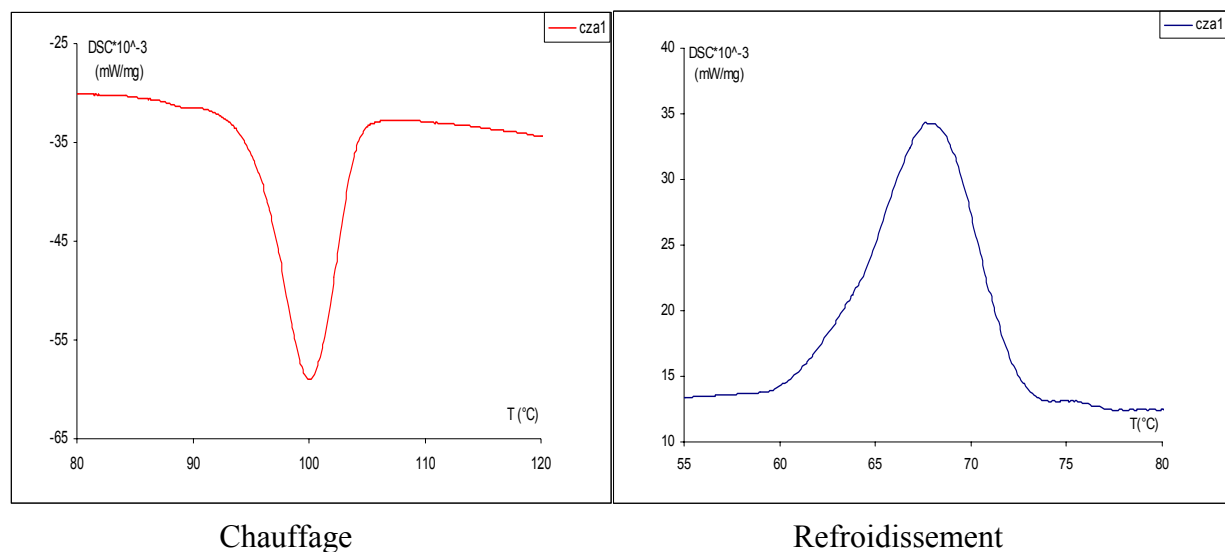
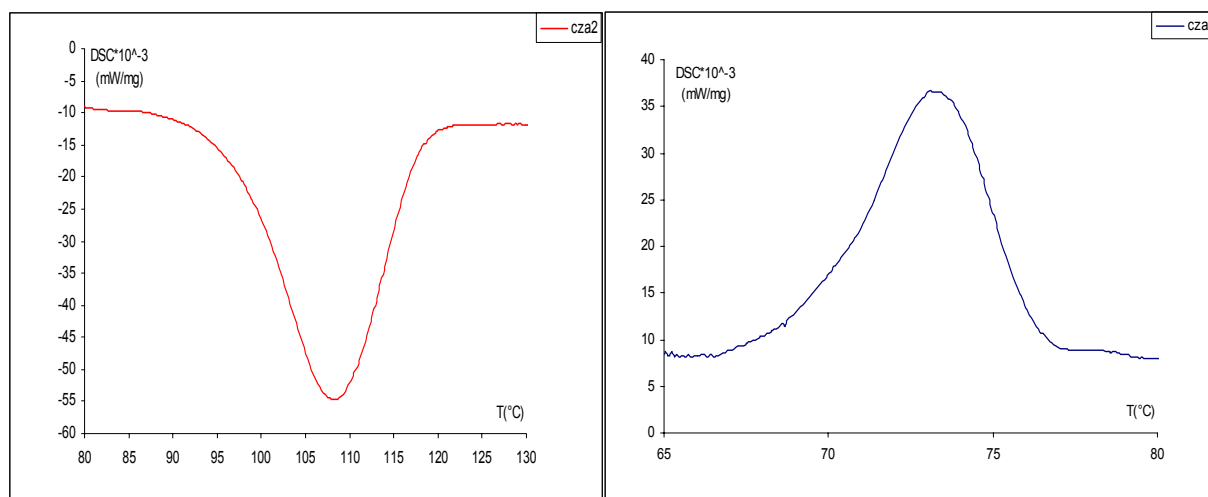
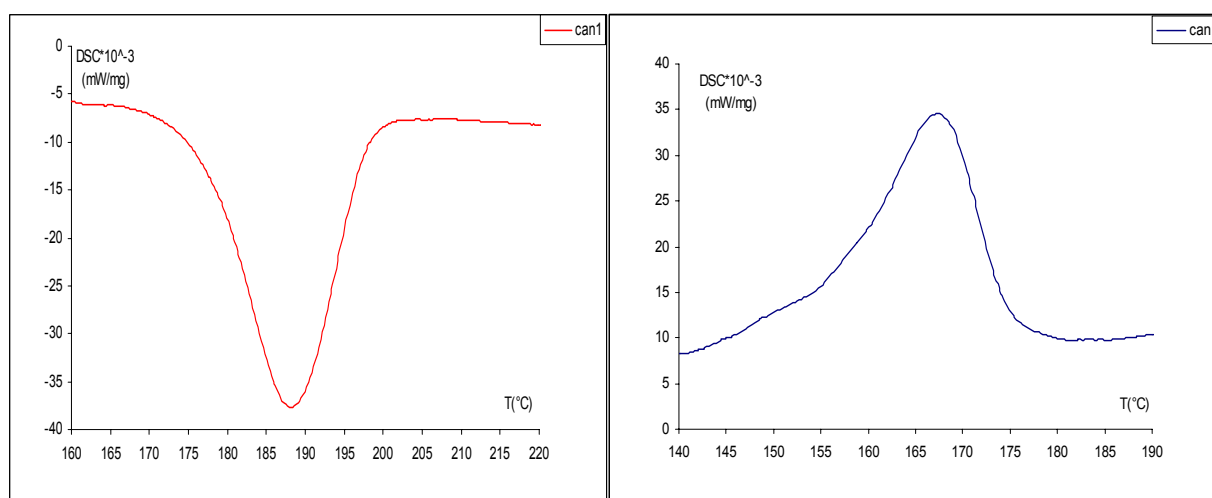


Figure II.26. Courbes Calorimétrique de l'alliage 71.57 % Cu-23.12 % Zn-5.30 %Al.



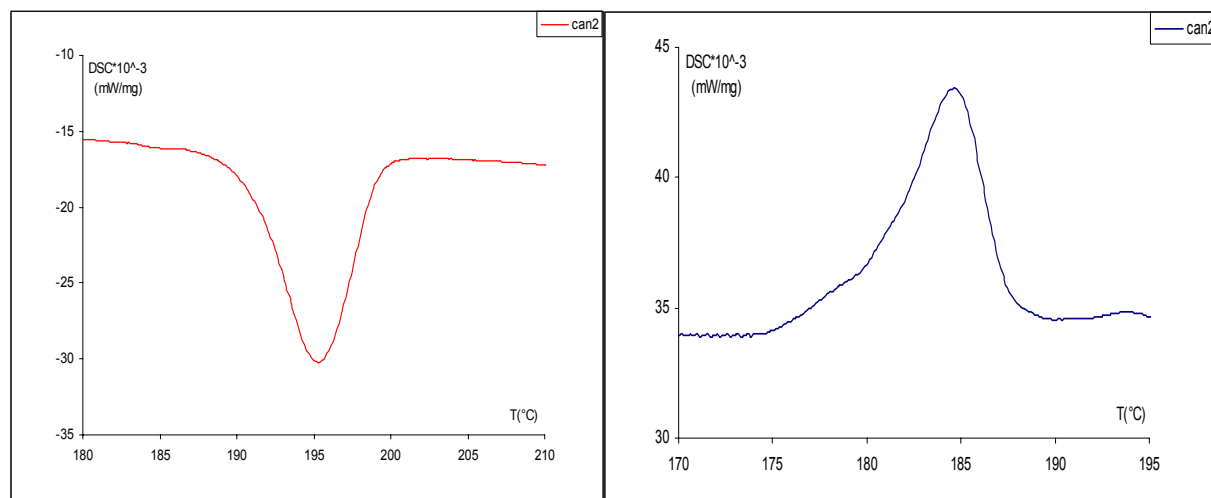
Chauffage

Refroidissement

Figure II.27. Courbes Calorimétrique de l'alliage 69.05 % Cu-25.43 % Zn-5.52 % Al.

Chauffage

Refroidissement

Figure II.28. Courbes Calorimétrique de l'alliage 82.09 % Cu-13.71 % Al-4.20 % Ni.

Chauffage

Refroidissement

Figure II.29. Courbes Calorimétrique de l'alliage 82.42 % Cu-13.86 % Al-3.72 % Ni.

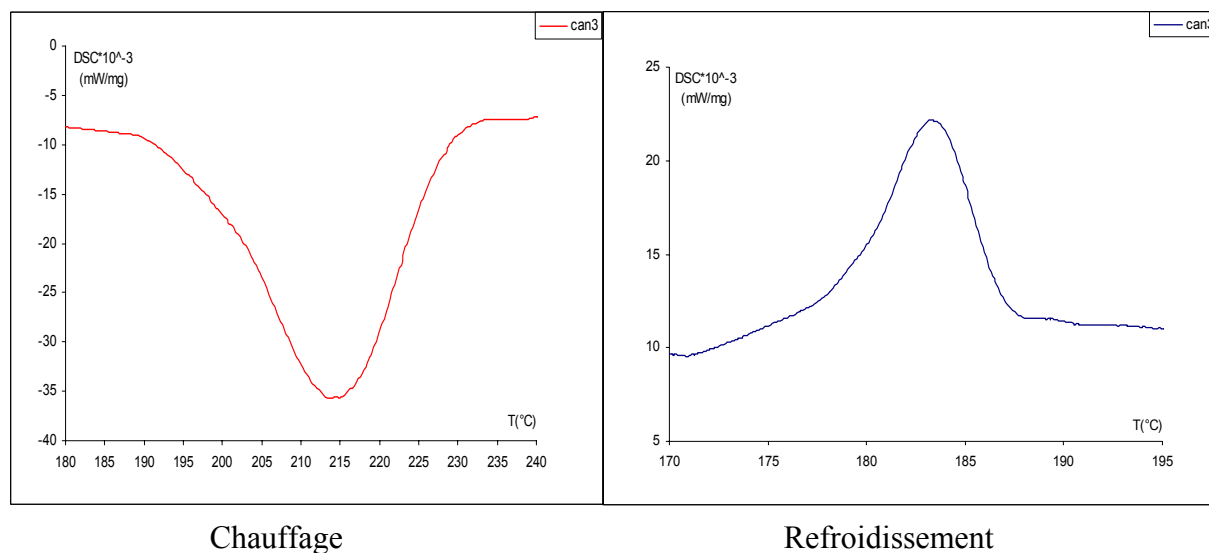


Figure II.30. Courbes Calorimétrique de l'alliage 82,71 % Cu-13.93 %Al- 3.36 % Ni.

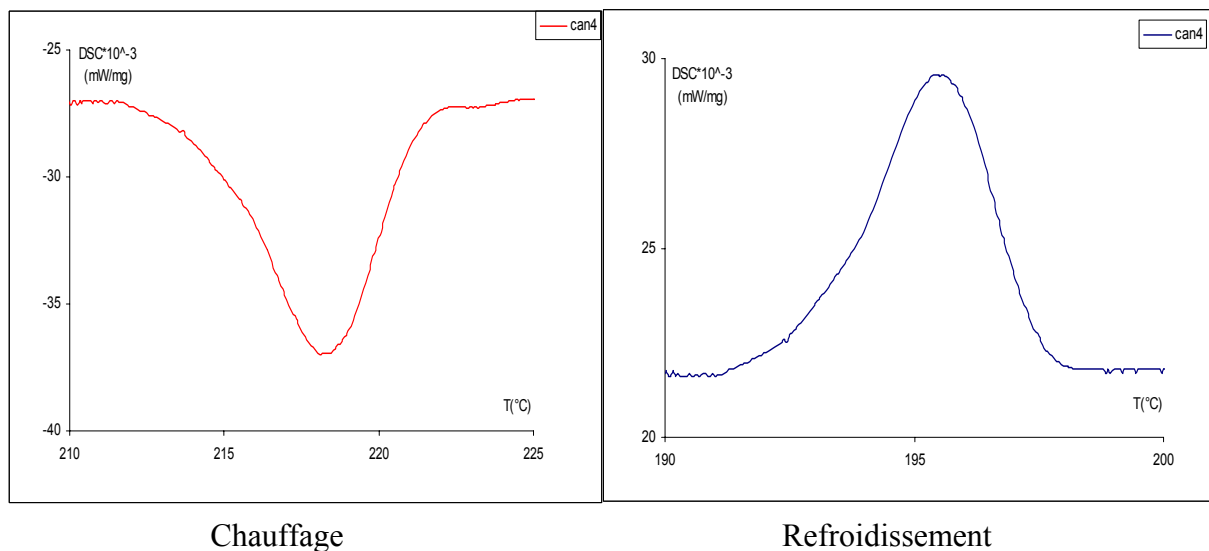


Figure II.31. Courbes Calorimétrique de l'alliage 83,16 % Cu-12.87 %Al- 3.97 % Ni.

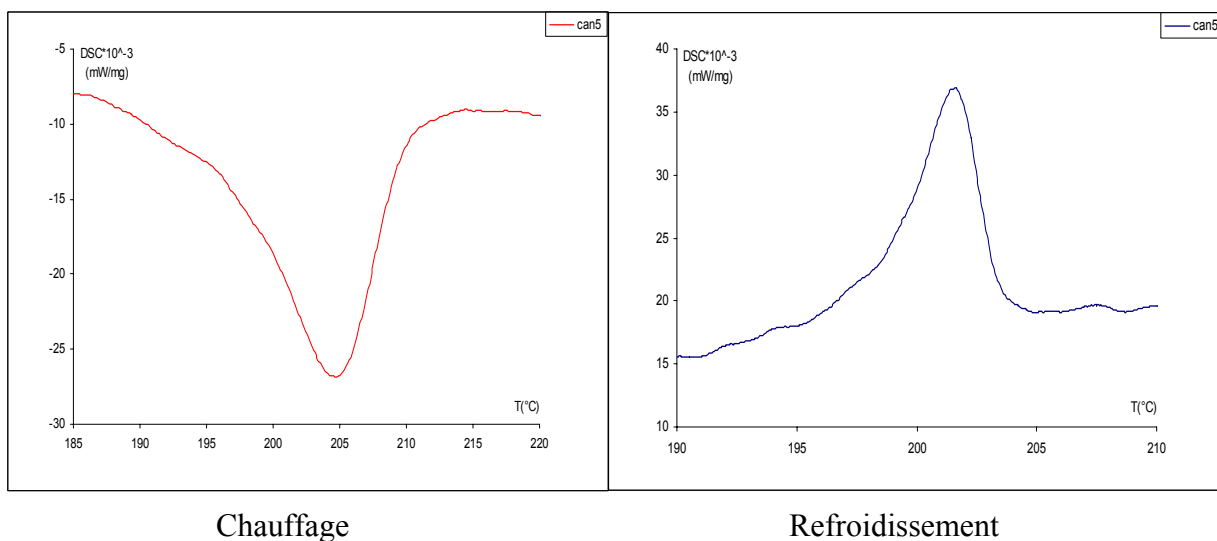


Figure II.32. Courbes Calorimétrique de l'alliage 83,1 % Cu-13.32 %-Al 3.58 % Ni.

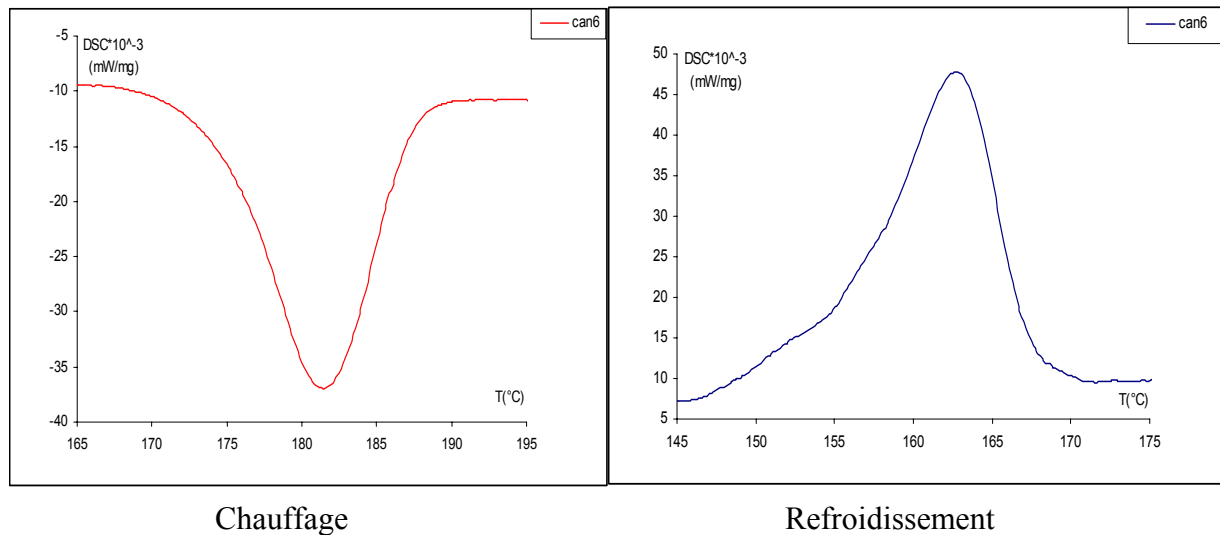


Figure II.33. Courbes Calorimétrique de l'alliage 82,25 % Cu-14,22 %Al- 3,63 % Ni.
Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau II.10

Echantillon	M_f (°C)	M_s (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)
CZA 1	62.9	72.6	94.7	104.3
CZA 2	69.3	76.8	96.3	116.5
CAN 1	154.2	174.5	176.3	198.1
CAN 2	178.6	187.6	189.8	198.9
CAN 3	178.7	187.4	198.7	228.1
CAN 4	197.9	193.8	214.3	221.4
CAN 5	196.8	204.1	194.6	210.0
CAN 6	153.7	168.6	174.3	187.8

Tableau II.10. Les points de transformation obtenus d'après les Courbes Calorimétrique.

Pour avoir l'influence de changement de la teneur en Al dans l'alliage Cu-Al-Ni sur les points de transformations, nous avons choisi les échantillons qui ont des teneurs en Ni plus proches. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau II.11 :

Echantillon	% mas Al	M_f (°C)	M_s (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)
CAN 2	13,86	178,6	187,6	189,8	198,9
CAN 4	12,87	197,9	193,8	214,3	221,4
CAN 5	13,32	196,8	204,1	194,6	210,0
CAN 6	14,22	153,7	168,6	174,3	187,8

Tableau II.11. Evolution des points de transformation en fonction de la teneur en Al.

Pour avoir l'influence de changement de la teneur en Ni dans l'alliage Cu-Al-Ni sur les points de transformations, nous avons choisi les échantillons qui ont des teneurs en Al plus proches. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau II.12 :

Echantillon	% mas Ni	M_f (°C)	M_s (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)
CAN 1	4,2	154,2	174,5	176,3	198,1
CAN 2	3,72	178,6	187,6	189,8	198,9
CAN 3	3,36	178,7	187,4	198,7	228,1

Tableau II.12. Evolution des points de transformation en fonction de la teneur en Ni.

Les courbes des figures II.34 et II.35, permettent d'avoir l'influence de changement de la teneur en Al et en Ni dans l'alliage Cu-Al-Ni sur l'évolution observée dans les points de transformations lors de la transformation martensite-austénite (M_s et M_f), et de la transformation inverse martensite-austénite. (A_s et A_f)

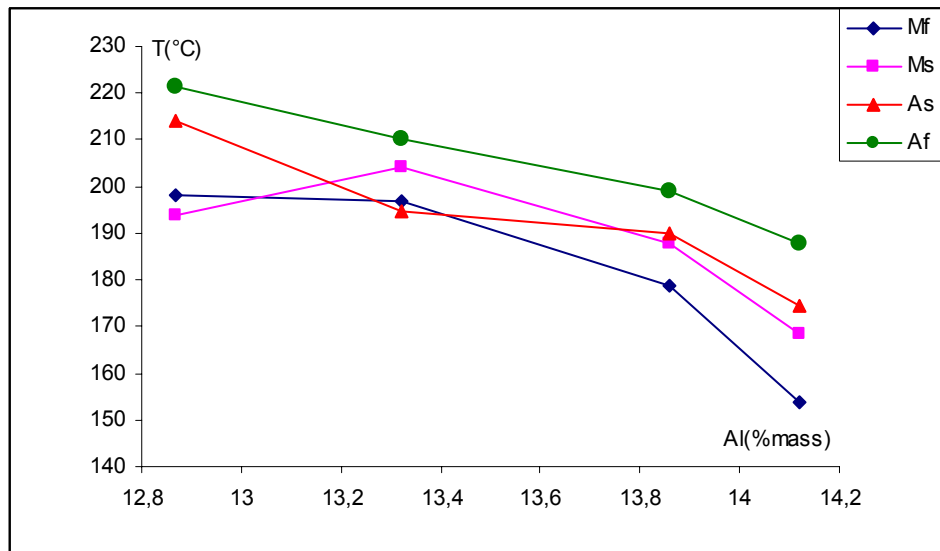


Figure II.34. Evolution des points de transformations en fonction de la teneur en Al Dans l'alliage Cu-Al-Ni.

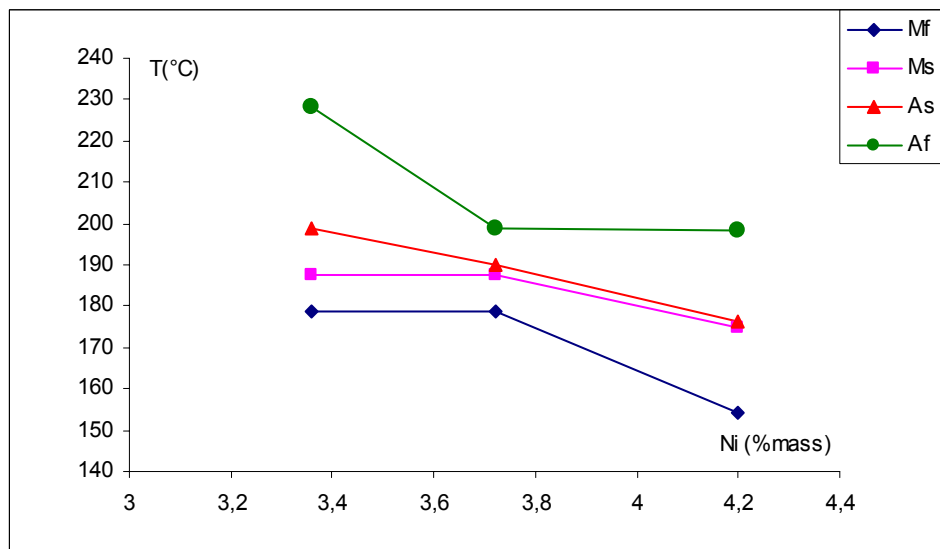


Figure II.35. Evolution de changement des points de transformations en fonction de la teneur en Ni Dans l'alliage Cu-Al-Ni.

On remarque d'après ces résultats que les points de transformation de l'alliage Cu-Al-Ni dépendent de la teneur en Aluminium et en Nickel, c'est-à-dire que ces points augmentent avec la diminution de la teneur en aluminium et (ou) en nickel, cet augmentation est lors de la transformation austénite-martensite (M_s et M_f), et de la transformation inverse martensite-austénite. (A_s et A_f).

II.3.2 Dilatométrie

Pour étudier l'évolution structurale lors du chauffage et de refroidissement de l'alliage élaboré par fusion, nous avons utilisé la technique d'analyse dilatométrique.

Cette technique est réservée aux transformations structurales s'accompagnant d'un changement de volume comme c'est le cas des aciers courants. Il est bien connu que les transformations thermoélastiques des alliages à mémoire de forme se produisent sans changement de volume. Pourtant, la présence d'anisotropies structurales au sein de l'échantillon polycristallin rend encore possible l'utilisation de cette technique [BOU.021].

En effet, un dilatomètre Dil 801 qui fonctionne dans une gamme de température de 20 à 1500°C et vitesse contrôlée entre 1 et 30°C/mn (Annexe II), est utilisé avec des éprouvettes cylindriques de dimensions (50mm de longueur et 5 mm de diamètre). La déformation linéaire est détectée par un capteur, avec une tige en silice. La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple placé près de l'échantillon. Les mesures sont enregistrées par ordinateur.

Nous avons établi des courbes de variations de l'allongement en fonction de la température T.

Cette grandeur est très importante à suivre car tout changement de phase et donc de structure se traduit par une variation de longueur δL . Cette méthode montre de façon très sensible les points de transformation des AMF et leur évolution.

A un changement de structure est associé un changement du coefficient apparent de dilatation linéaire qui se traduit sur les courbes dilatométriques par un changement de pente. De ce fait les points de transformation sont déterminés aux endroits où la courbe change de pente; d'où l'intérêt de pouvoir disposer de la courbe dérivée ou la courbe de la vitesse de dilatation pour mieux préciser ces points [BOU 99].

II.3.2.1. Influence des traitements thermiques (la trempe)

Pour étudier l'effet des traitements thermiques sur l'évolution structurale qui se manifeste lors du chauffage et de refroidissement de ces échantillons, nous avons utilisé une vitesse de chauffage $V_c=5^\circ\text{C}/\text{mn}$ jusqu'à une température du domaine monophasé β (800°C pour l'alliage Cu-Al-Ni et 700°C pour l'alliage Cu-Zn-Al) suivi d'un refroidissement à la même vitesse $V_r=5^\circ\text{C}/\text{mn}$ jusqu'à la température ambiante.

On a utilisé des échantillons qui ont la composition suivante : 81.7 % Cu-14.4 %Al- 3.9 %Ni et 69.8 % Cu-25.7 % Zn- 4.5 %Al traités comme suit :

Echantillon	Température de chauffage (°C)	Temps de Maintien (mn)	Milieu de refroidissement
CZA 1	850	30	Eau à 25 °C
CZA 2	850	30	Eau à 0 °C
CZA 3	850	30	Azote
CAN 1	900	15	Eau à 25 °C
CAN 2	940	15	Eau à 25 °C
CAN 3	900	30	Eau à 25 °C
CAN 4	940	30	Eau à 25 °C

Tableau II.13 Les traitements thermiques effectués sur l'échantillon.

II.3.2.1.1. Influence du milieu de refroidissement

Les courbes suivant montrer l'influence du milieu de refroidissement sur les évolutions observées lors du chauffage et du refroidissement dans l'alliage Cu-Zn-Al.

Les dilatations obtenues avec des vitesses différentes changent d'un état à un autre. Donc, on constate que le milieu de refroidissement influe sur la formation de la martensite qui se transforme vers l'austénite avec des points de transformation différents.

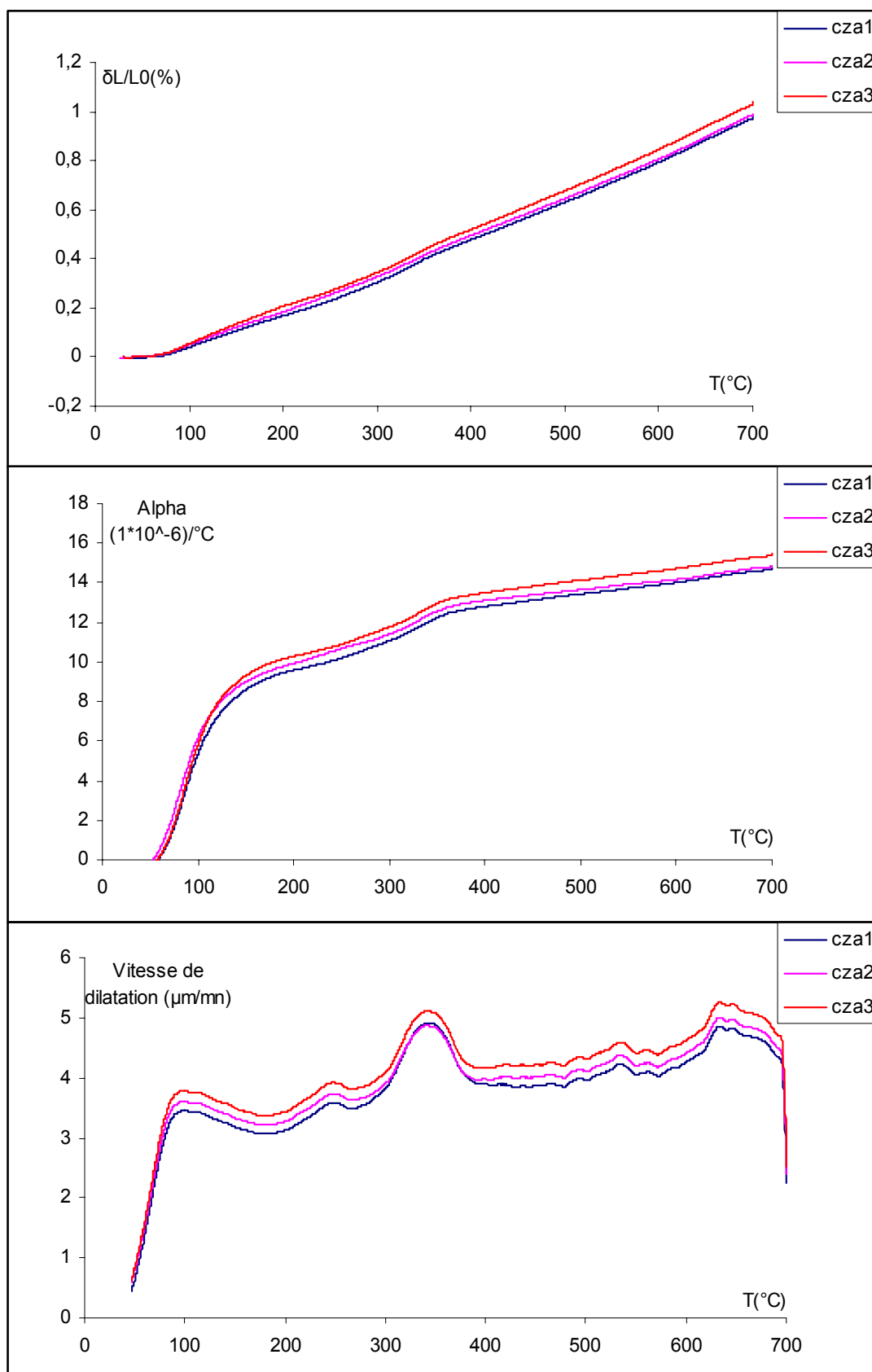


Figure II.36. Courbes dilatométriques lors du chauffage: Influence du milieu de refroidissement.

- a) courbe de dilatation $\delta L/L_0 = f(T)$,
- b) courbe du coefficient de dilatation $\text{Alpha} = f(T)$,
- c) courbe de la vitesse de dilatation $V_d = f(T)$.

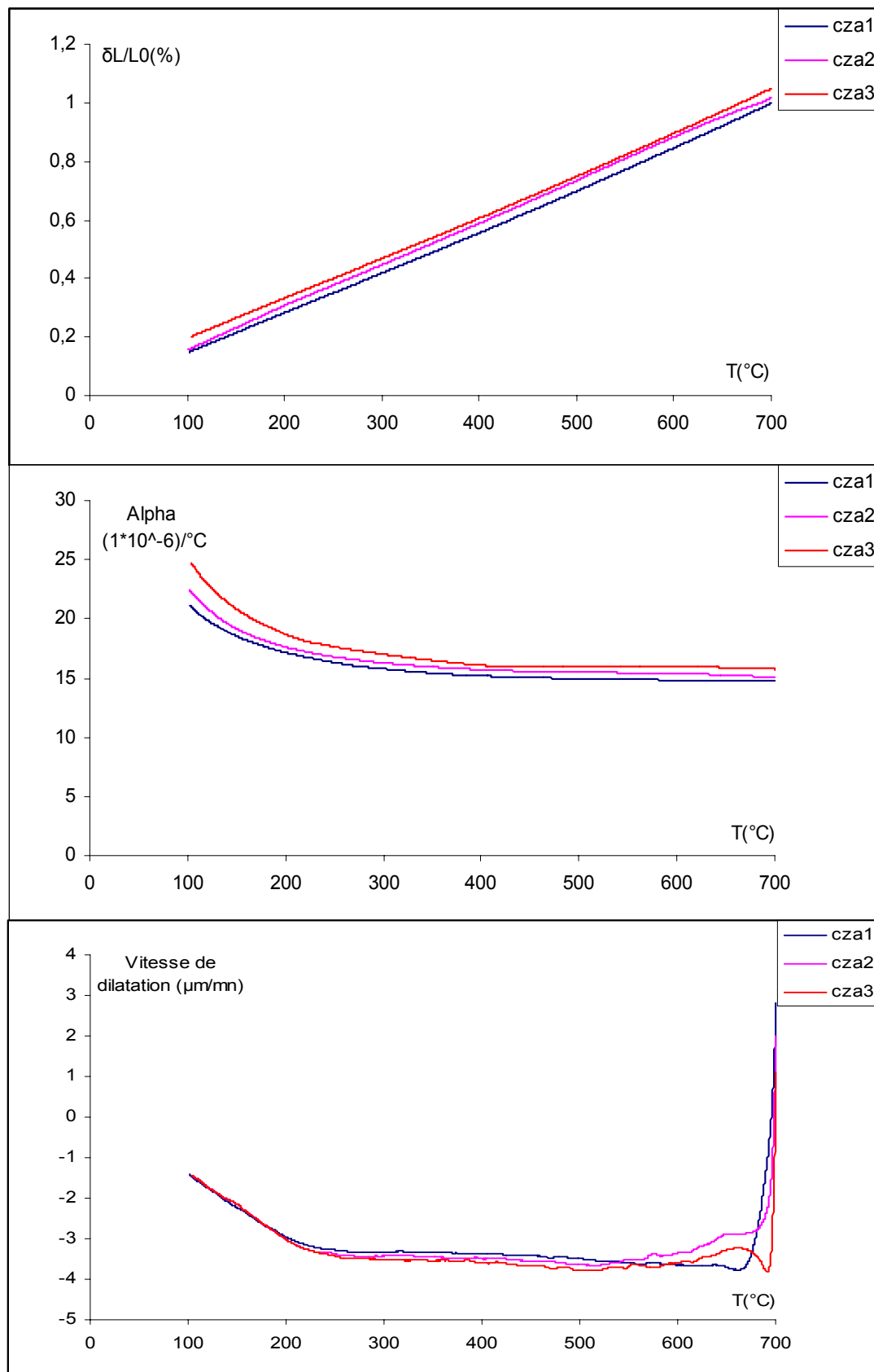


Figure II.37. Courbes dilatométriques lors du refroidissement: Influence du milieu de refroidissement.

- a) courbe de dilatation $\delta L/L_0 = f(T)$,
- b) courbe du coefficient de dilatation $\text{Alpha} = f(T)$,
- c) courbe de la vitesse de dilatation $V_d = f(T)$.

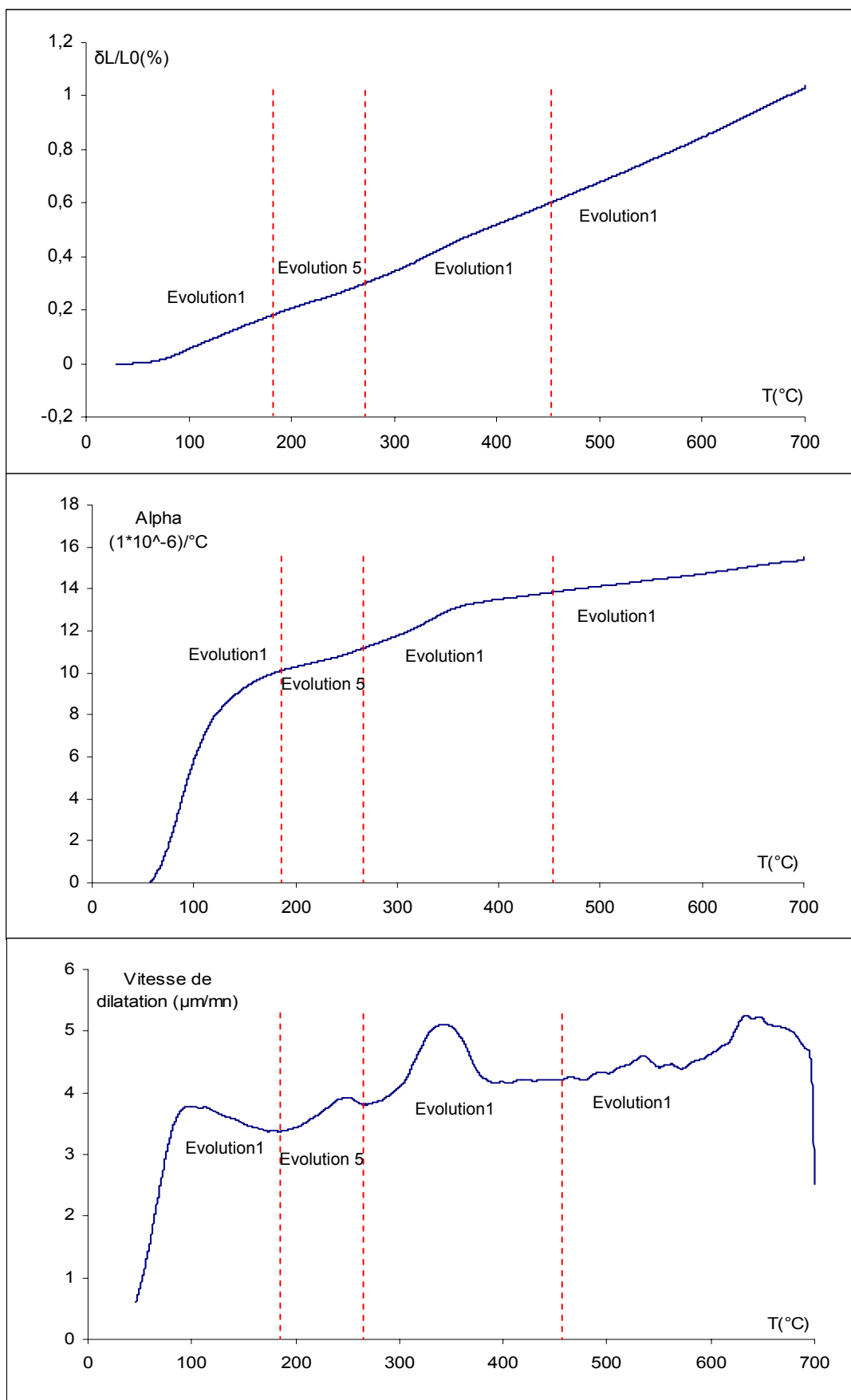


Figure II.38. Présentation des différentes évolutions au cours du chauffage.

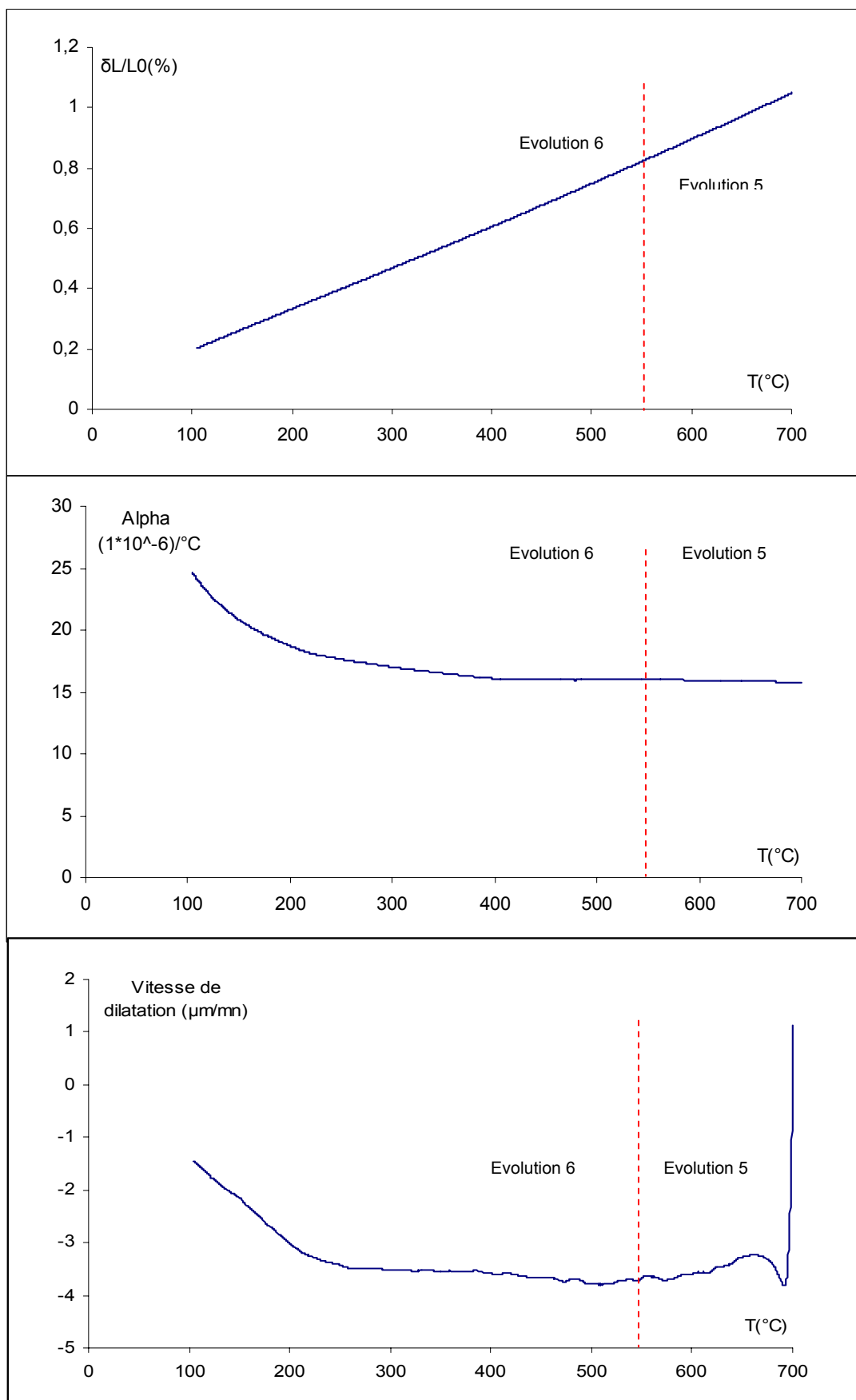


Figure II.39. Présentation des différentes évolutions au cours du refroidissement.

II.3.2.1.2 Influence de la température de chauffage et du temps de maintien

Les courbes des figures II.40 et II.41 permettent d'avoir l'influence de la température de chauffage et du temps de maintien sur les évolutions observées lors du chauffage et du refroidissement dans l'alliage Cu-Al-Ni.

On remarque que la dilatation est la même mais elle est obtenue avec des vitesses déferant. Donc on constate qu'il y a une influence de la température de chauffage et du temps de maintien sur ces transformations.

Sur les courbes de chauffage, on observe quatre évolutions qui ont des températures de début et de fin de transformation changent d'un échantillon à un autre.

Par contre, sur les courbes de refroidissement, il y a deux évolutions ; les points de transformation sont différents pour la première et similaires pour la deuxième.

Ces évolutions structurales sont illustrées sur les figures II.39, II.40.

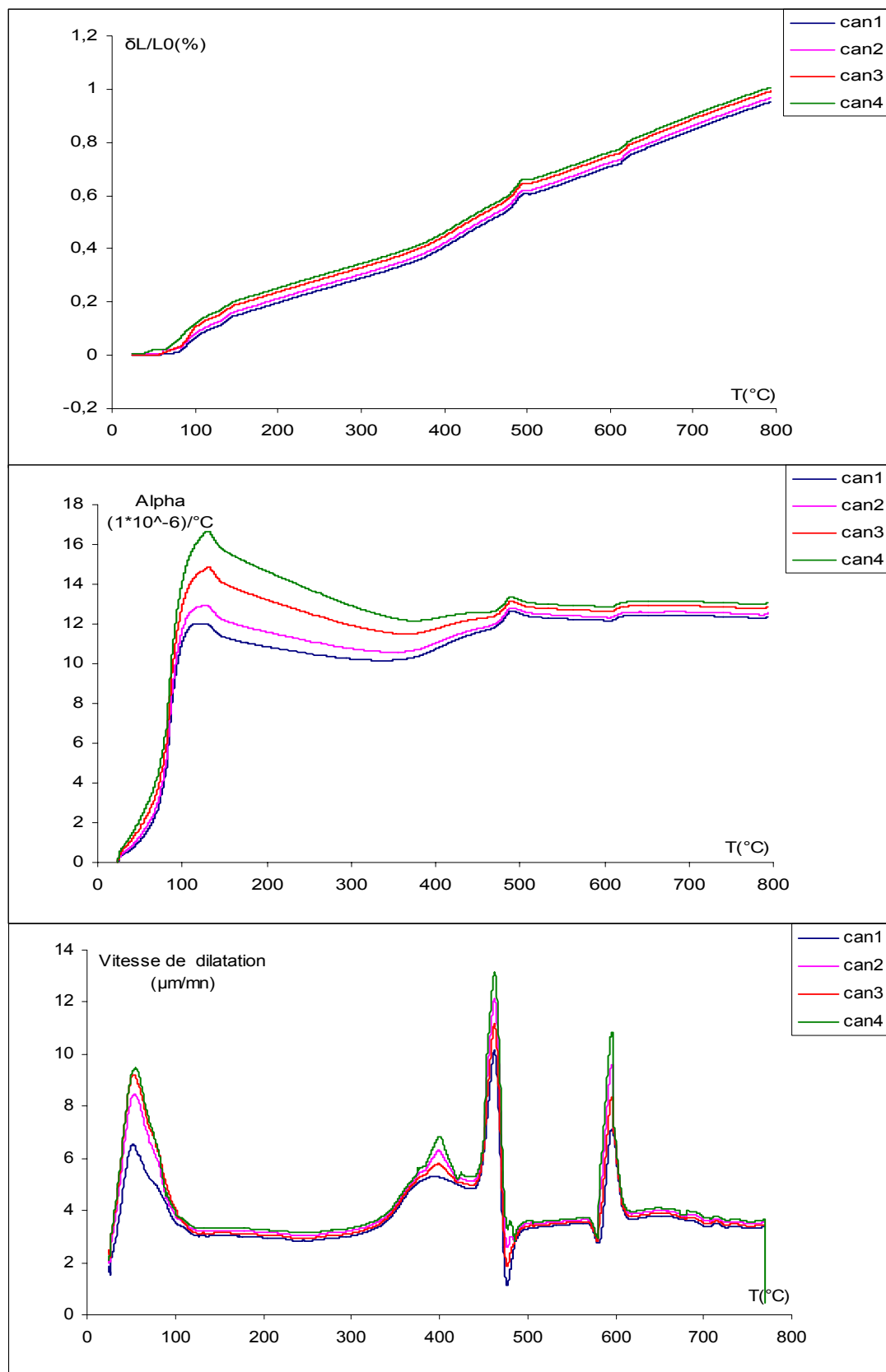


Figure II.40. Courbes dilatométriques lors du chauffage : Influence de la température et du temps de maintien.

- a) courbe de dilatation $\delta L/L_0 = f(T)$,
- b) courbe du coefficient de dilatation $\text{Alpha} = f(T)$,
- c) courbe de la vitesse de dilatation $V_d = f(T)$.

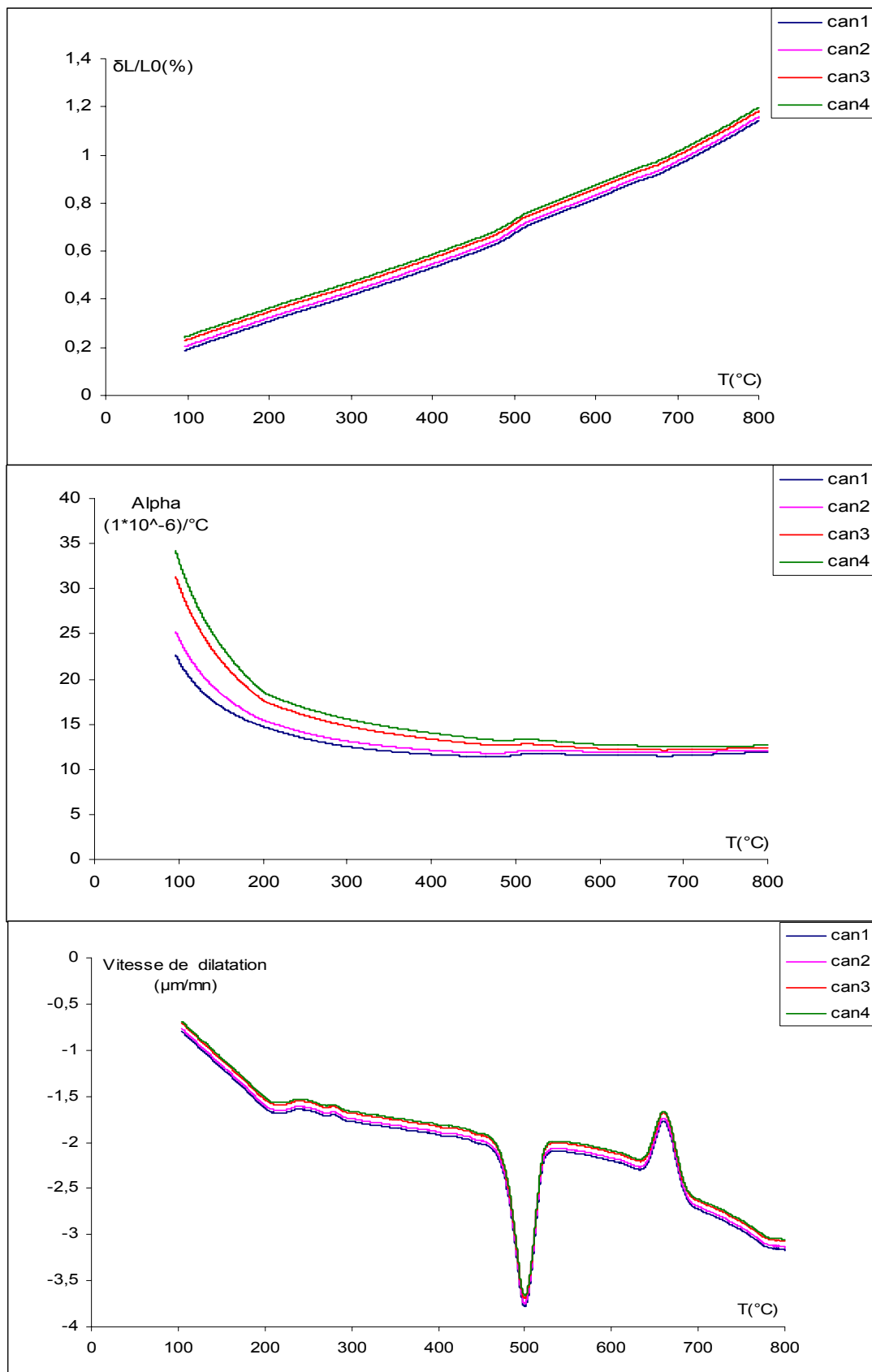


Figure II.41. Courbes dilatométriques lors du refroidissement : Influence de la température et du temps de maintien.

- a) courbe de dilatation $\delta L/L_0 = f(T)$,
- b) courbe du coefficient de dilatation $\text{Alpha} = f(T)$,
- c) courbe de la vitesse de dilatation $V_d = f(T)$.

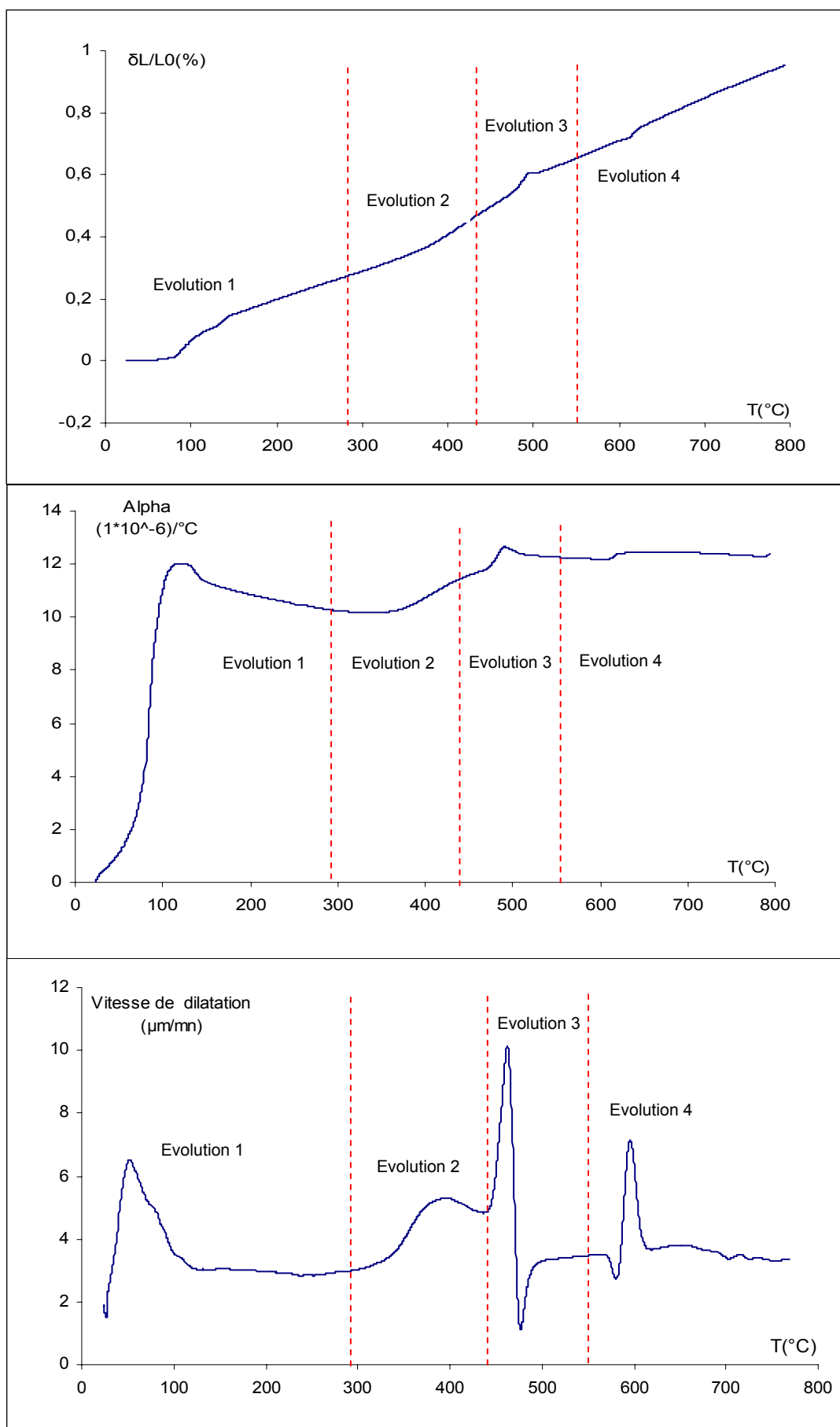


Figure II.42. Présentation des différentes évolutions au cours du chauffage.

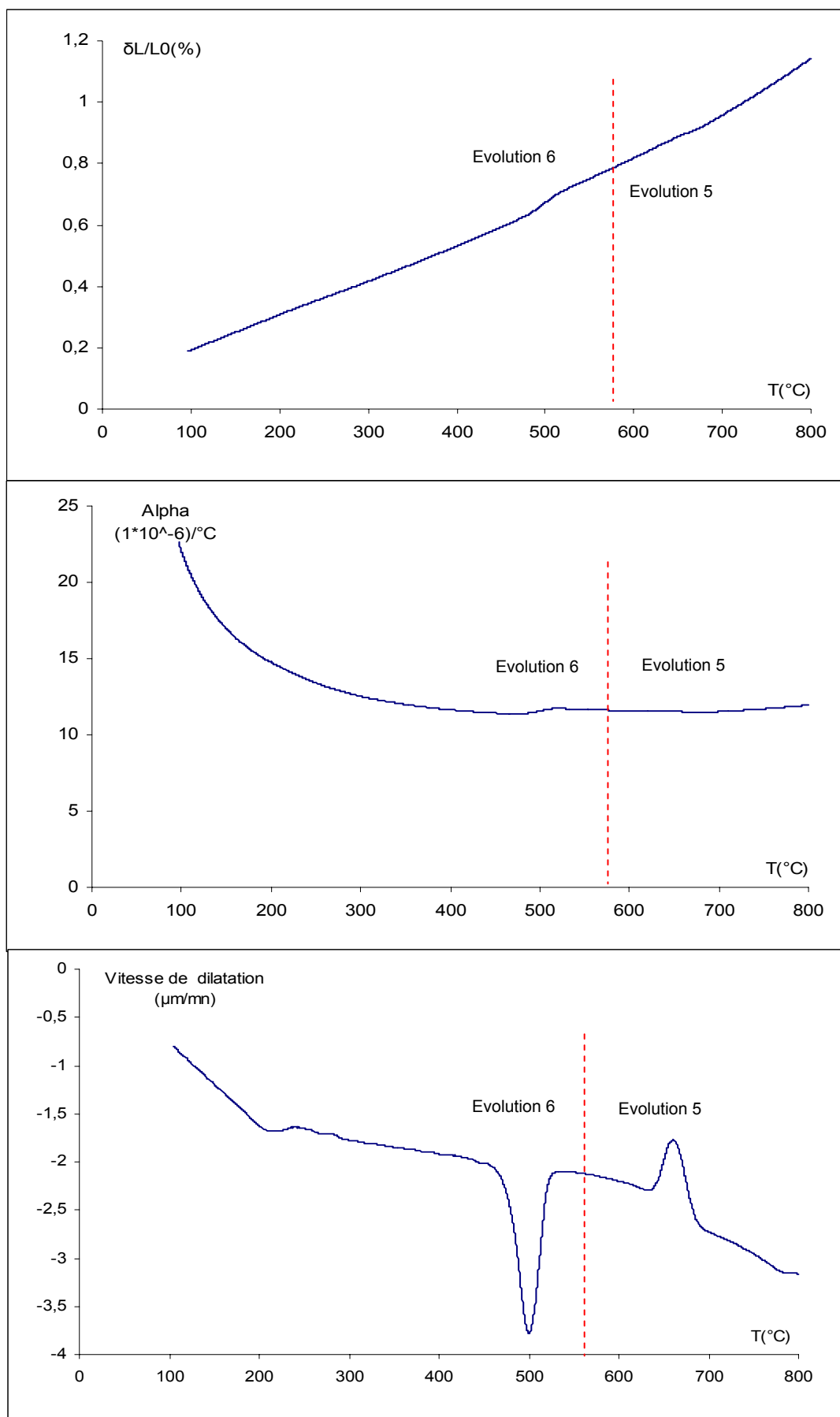


Figure II.43. Présentation des différentes évolutions au cours du refroidissement.

Evolution 1 : située dans l'intervalle $[25 - 280] \text{ }^{\circ}\text{C}$, montrée la transformation de la phase martensitique vers la phase pré-martensitique R, les points A_s et A_f de cette transformation et les hauteurs des pics relatifs à cette évolution semblent différents pour nos alliages, ces différences sont bien visibles sur les courbes dérivées ou les courbes de la vitesse de dilatation.

Evolution 2 : située dans l'intervalle [280-440] °C, conduit à la formation des précipités adhérents à la matrice de l'alliage et riches en nickel et en aluminium, elle est similaire pour tous les échantillons.

Evolution 3 : située dans l'intervalle [440-560] °C, correspond à la redissolution des précipités formés précédemment et à la décomposition de la phase R en constituants d'équilibre (α et γ_2), elle est similaire pour tous les échantillons.

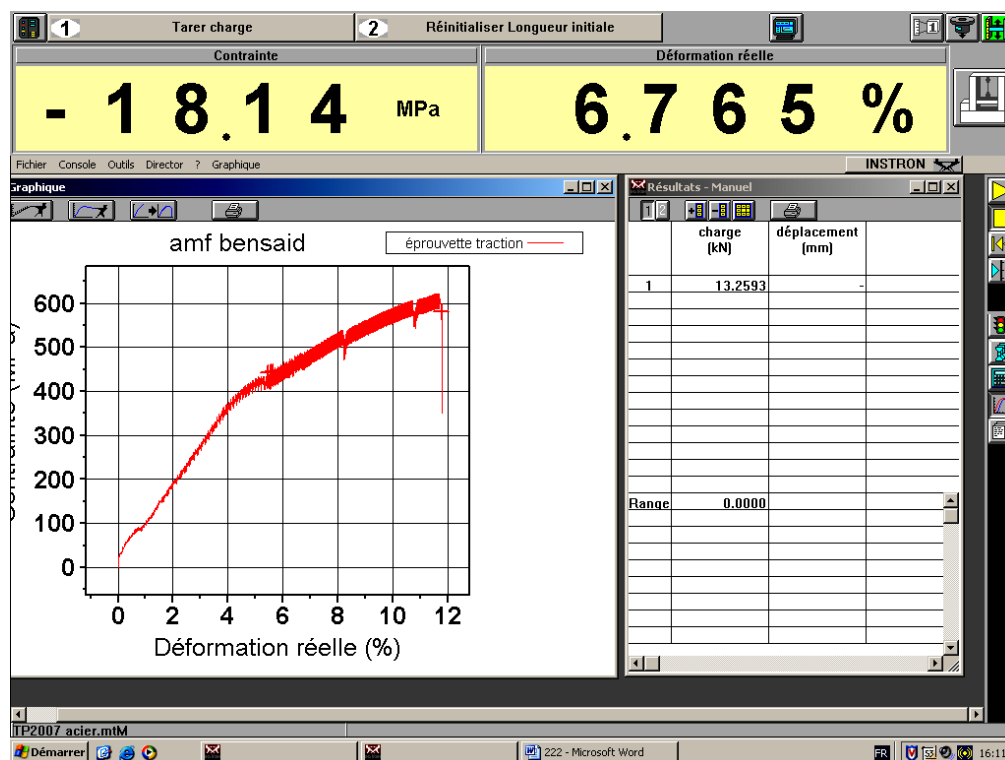
Evolution 4 : située dans l'intervalle [585-610] °C, correspond à la recombinaison des constituants d'équilibre pour former la phase mère stable β , les points de début et de fin de cette transformation et les hauteurs des pics relatifs à cette évolution sont les mêmes pour tous les échantillons.

Evolution 5 : située dans l'intervalle [575-800] °C, correspond à la transformation de la phase β vers la phase β + un constituant d'équilibre (α ou γ_2). Les points de début et de fin de cette transformation.

Evolution 6 : située dans l'intervalle [25-575] °C, correspond à la transformation de la phase β vers la phase $\alpha + \gamma_2$, elle est similaire pour tous les échantillons. **[ZEG.08]**

II.3.3. Essais de traction [FRA]

Les essais de traction sont réalisés avec la machine de traction hydraulique «MAB INSTRON».cette machine est pilotée par un logiciel qui permet d'asservir la contrainte ou le déplacement et d'imposer la vitesse de la contrainte (ou de la déformation).Les variations de la contrainte peuvent être enregistrées en fonction de la déformation. L'ordinateur mesure la contrainte, ainsi que la déformation (voire l'annexe).



Résultat fourni par le logiciel.

L'éprouvette à tester doit avoir une forme normalisée, elle est de type cylindrique dont les dimensions sont données dans l'annexe. Elle est fixé entre deux mors: un mors inférieur lié au bâti, et un mors supérieur, fixé à l'extrémité d'un axe vertical.

Les essais de traction sont réalisés avec une vitesse d'allongement imposé qui est très faible, à une valeur de $\varepsilon_0 = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Les résultats obtenus nous à fournit différents diagrammes pour les deux alliages à température ambiante qui sont représentés sur les figures suivantes :

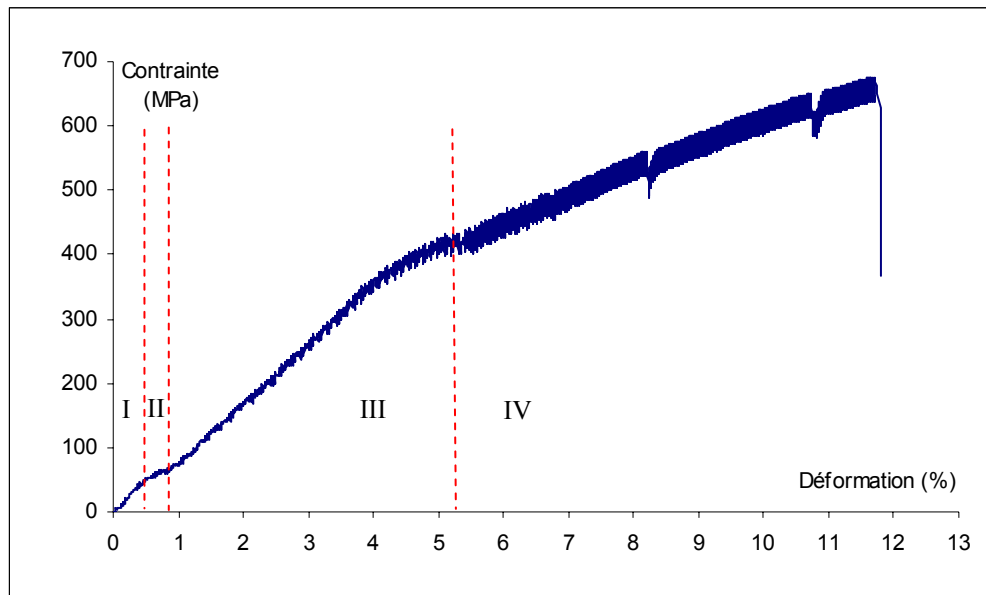


Diagramme Contrainte-Déformation.

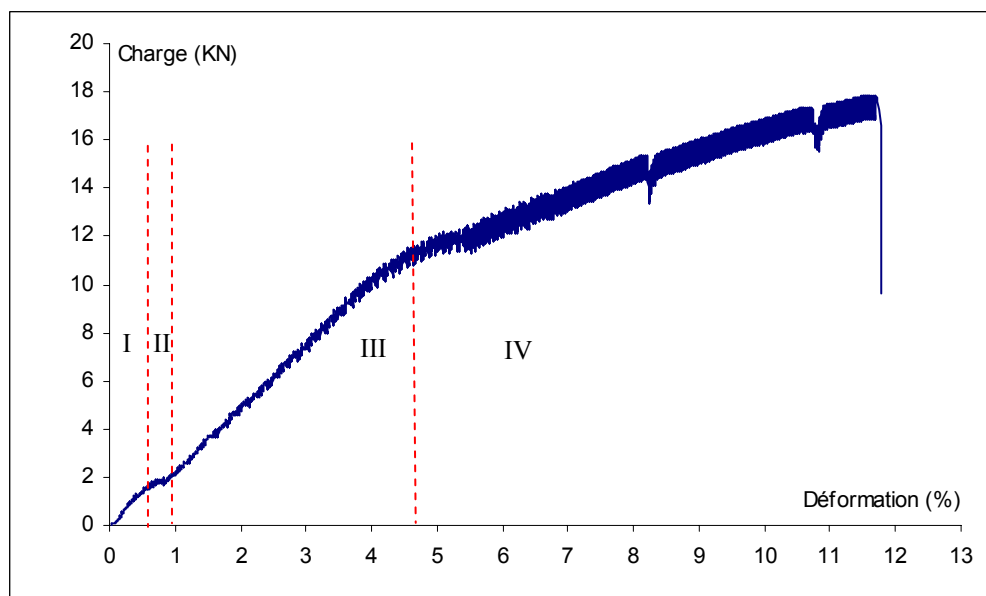


Diagramme Charge-Déformation.

Figure II.44. Essai de traction pour l'alliage Cu-Al-Ni (éprouvette CAN1).

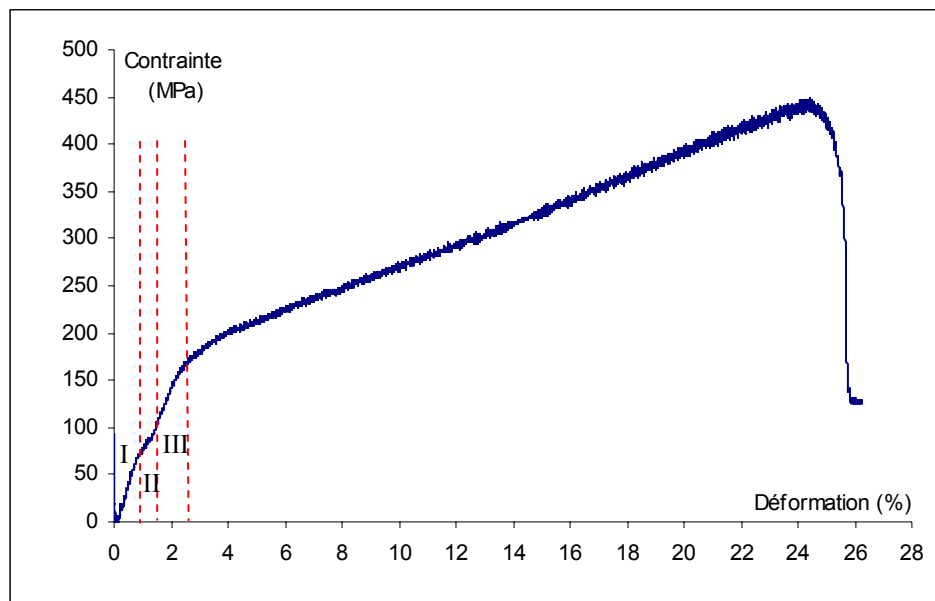


Diagramme Contrainte-Déformation.

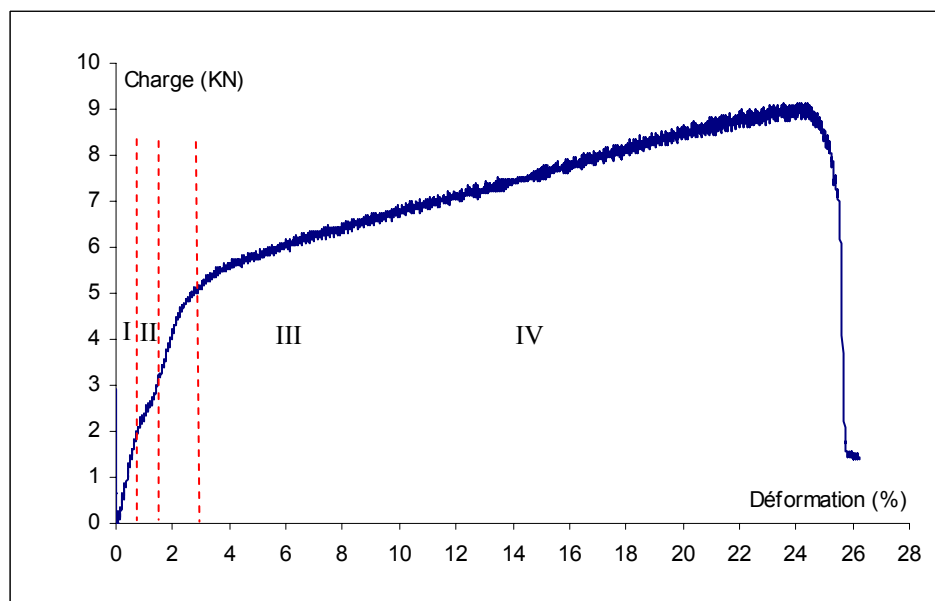


Diagramme Charge-Déformation.

Figure II.45. Essai de traction pour l'alliage Cu-Zn-Al (éprouvette CZA1).

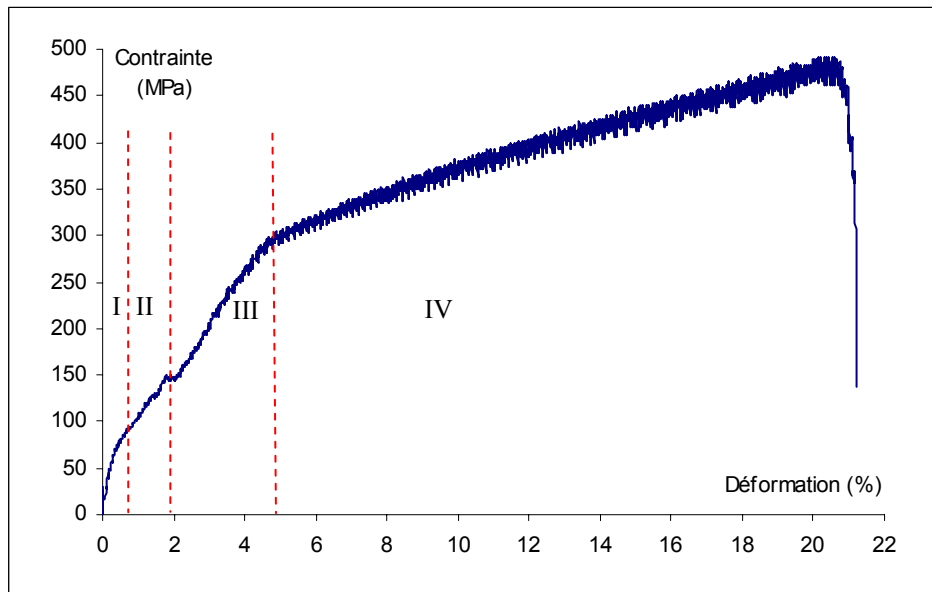


Diagramme Contrainte-Déformation.

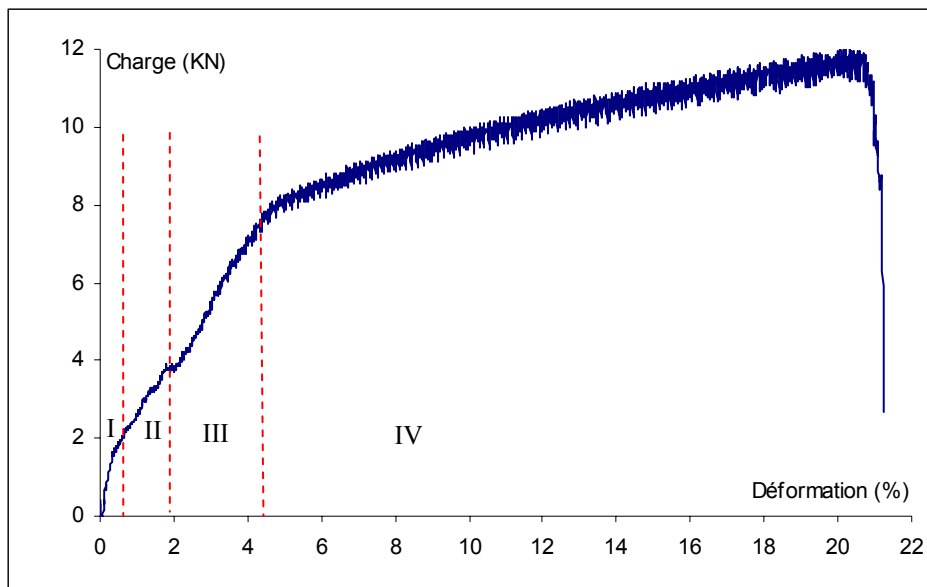


Diagramme Charge-Déformation.

Figure II.46. Essai de traction pour l'alliage Cu-Zn-Al (éprouvette CZA2).

Les résultats des essais de traction avec une faible vitesse d'allongement imposé, nous a montrée trois zones, deux zones élastique, et une zone plastique, ces trois zones sont différentes d'un alliage à un autre.

La zone «I» représente le comportement purement élastique de la phase austénitique. La contrainte croît d'un chargement nul à la contrainte d'initiation de la transformation directe. Lors de la séquence (II), la déformation est réalisée par le mécanisme de la transformation martensitique. La contrainte passe par le chargement de début et de fin de la transformation de phase directe, est à l'intérieur de cette zone que la transformation de phase de l'austénite vers la martensite se produit. Une augmentation de la contrainte fera en sorte que la martensite transformée (orientée) se déformera élastiquement «III ». Finalement zone « IV » représente une déformation purement plastique.

II.3.4. Essais de fluage [ANT]; [NEC.97]

II.3.4.1. La machine de fluage

La machine utilisée est celle des essais du fluage WOLPERT-AMSLER équipée d'un four régulé pour chauffer l'éprouvette normalisée (voir l'annexe), elle est de type cylindrique.

La mise en charge de l'éprouvette s'effectue soit manuellement au moyen d'un cliquet soit automatiquement par le moteur. En appuyant sur le bouton d'ajustage automatique on provoque en cours de l'essai le déplacement automatique de la tige filetée qui maintient ainsi la charge du ressort, par conséquent la force de l'essai.

Lorsque l'éprouvette est mise en charge, l'allongement du ressort de tension est transmis au comparateur par le palpeur de course de mesure, ce qui permet de lire directement la force exercée pour l'essai.

Le four est subdivisé en trois zones de chauffage avec régulation indépendante assurée par un appareil digital. La lecture de la température de chaque zone est indiquée par un bouton sélecteur. Dans chacune des trois zones du four se trouve un thermocouple permettant la mesure de la température de l'éprouvette à proximité de la surface de cette dernière.

Pour mesurer l'allongement de l'éprouvette, on se sert de l'échelle et du disque avec vernier. L'échelle indique l'allongement par pas du filet (6mm) de la tige filetée ; le disque et son vernier permettent de relever les unités jusqu'aux 1/100 mm.

Grâce à un système mécanique composé de deux tiges fixées aux extrémités de la longueur utile de l'éprouvette ; cet allongement est aussi indiqué directement sur 02 comparateurs liés au dispositif d'amarrage inférieur, et donnent ainsi la déformation nette de l'éprouvette.

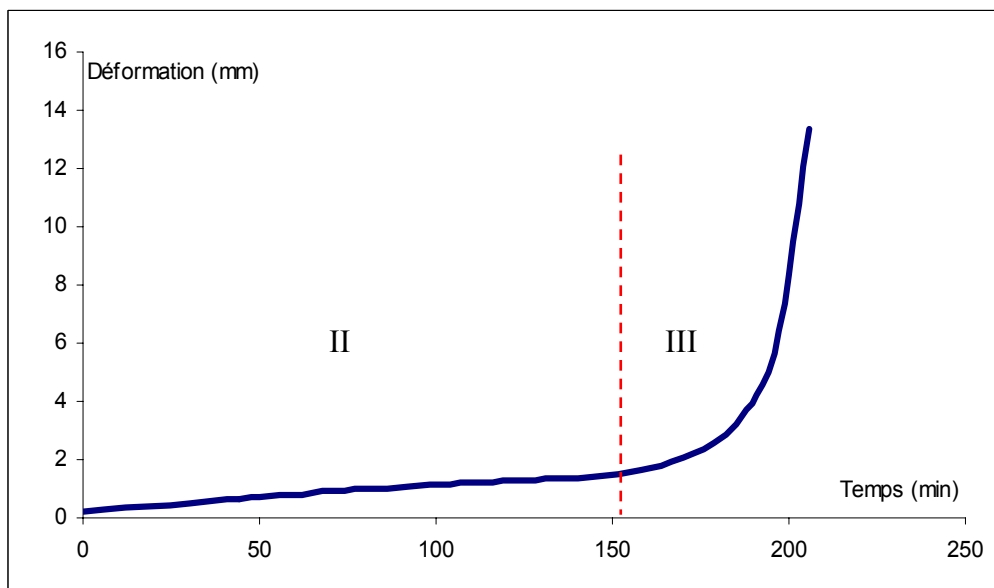
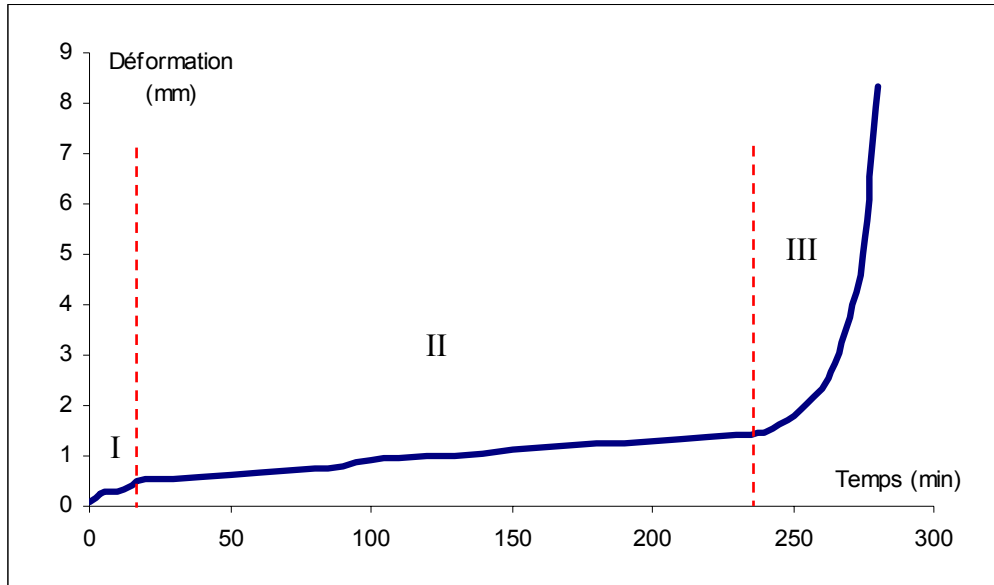
Le positionnement de l'éprouvette doit être au centre du four, la position de ce dernier est réglable. Après le réglage du positionnement de l'éprouvette, on place la brique de fermeture supérieure.

II.3.4.2. Déroulement de l'essai

Après la fixation de l'éprouvette sur la machine, on fixe le noyau plongeur du capteur du déplacement sur la partie inférieure de système de mesure d'allongement et on fixe la bobine à une distance bien déterminée de plongeur de telle sorte qu'après la mise en charge la partie linéaire du capteur est atteinte. On allume le four tout en sélectionnant la valeur de la température désirée pour notre essai. Lorsque la valeur de température est atteinte, on attend une demi heure pour une stabilisation complète de cette dernière et on commence la mise en charge.

II.3.4.2.1 Essais de fluage avec saut de température

Pour ces essais on a utilisée l'alliage Cu-Zn-Al, alors on a varie la température pour chaque essai tout en gardant la valeur de la charge appliquée constante. Nous avons fixé notre charge d'essai à une valeur de 3.5 KN, pour deux températures d'essais qui sont $T_1 = 350^\circ \text{C}$ et $T_2 = 400^\circ \text{C}$. Les résultats obtenus sont illustrés sur les deux graphes suivants :



II.3.4.2.2 Essais de fluage avec saut de la charge

Pour ces essais on a utilisée l'alliage Cu-Al-Ni, alors nous avons fixé la température d'essai à une valeur de 400°C , pour deux valeurs de la d'essais qui sont $N_1 = 3.5\text{ KN}$ et $N_2 = 4.5\text{ KN}$. Les résultats obtenus sont illustrés sur les deux graphes suivants :

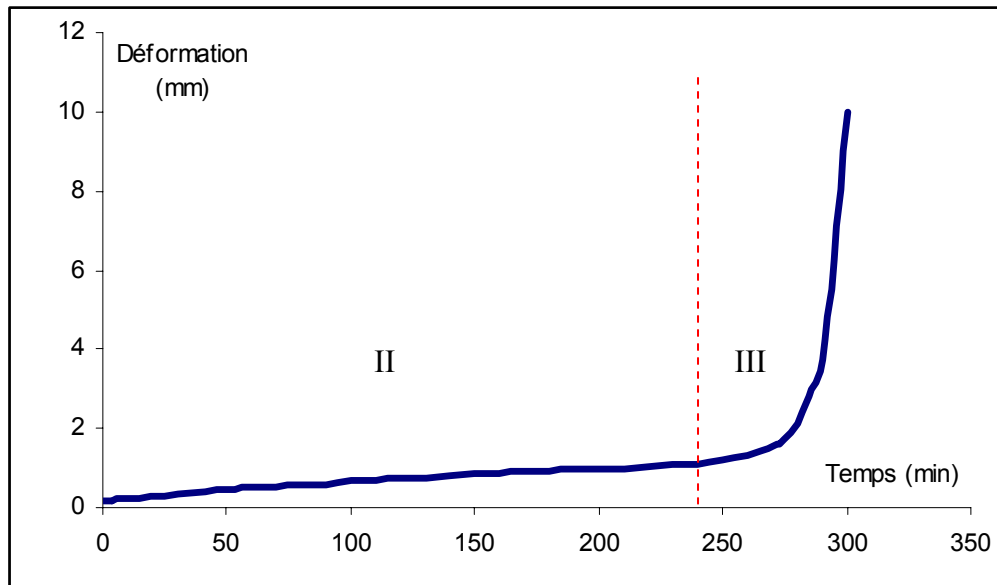


Figure II.49. Essai du fluage mené à $T = 400^{\circ}\text{C}$ et $N = 3.5\text{ KN}$.

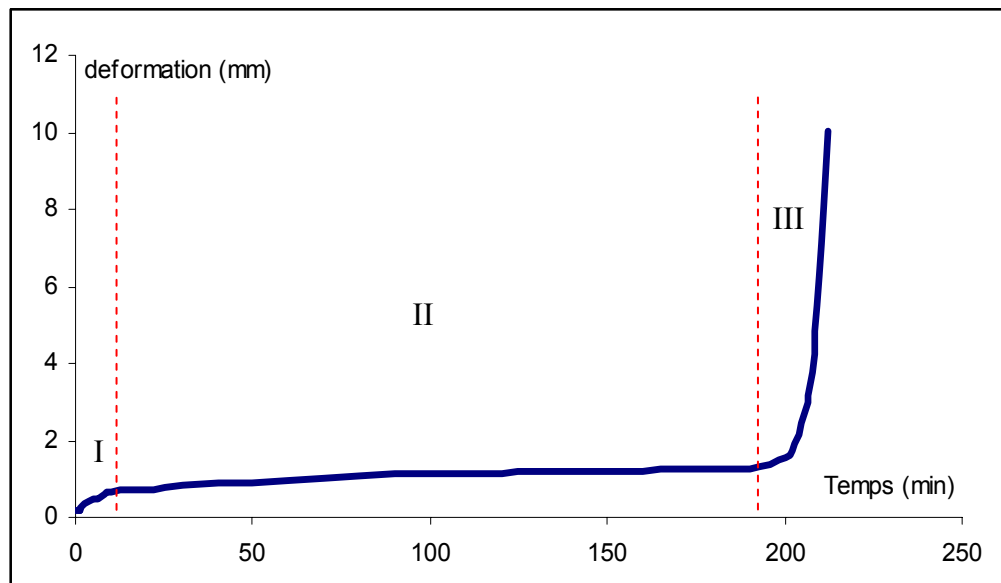


Figure II.50. Essai du fluage mené à $T = 400^{\circ}\text{C}$ et $N = 4.5\text{ KN}$.

D'après l'analyse des graphes, l'évolution de la déformation en fonction du temps représente les trois stades d'un essai du fluage ordinaire (stades primaire, secondaire et tertiaire) :

- Le premier stade : n'est pas vraiment remarquable, il est représenté par une diminution de la vitesse de déformation à partir de la mise en charge jusqu'à atteindre une déformation de $0,5\text{ mm}$;
- Le second stade : une vitesse de déformation constante est enregistrée à partir d'une déformation de $0,5\text{ mm}$ jusqu'à $1,5\text{ mm}$;

- Le stade tertiaire : Il s'étend sur une plage de 1,5 mm jusqu'à la rupture qui a été un peu rapide. La rupture des éprouvettes a eu lieu après une durée entre 200 et 300 min.

D'après les graphes obtenus de l'essai de fluage avec saut de température on remarque que, l'augmentation de température nous donne :

- Disparition de stade I ;
- Augmentation de la pente de la seconde partie linéaire ;
- Augmentation de la durée de stade tertiaire.

D'après les graphes obtenus de l'essai de fluage avec saut de la charge on remarque que, l'augmentation de la charge nous donne :

- Augmentation de la durée de stade I ;
- Augmentation de la pente de la seconde partie linéaire ;
- Disparition de stade tertiaire.

II.3.5. Examen des faciès de rupture

Les faciès de rupture de l'échantillon sollicités en fluage ont été examinés au moyen d'un microscope électronique à balayage PHILIPS SEM 515. Les résultats obtenus sont représentés dans les figures suivantes :

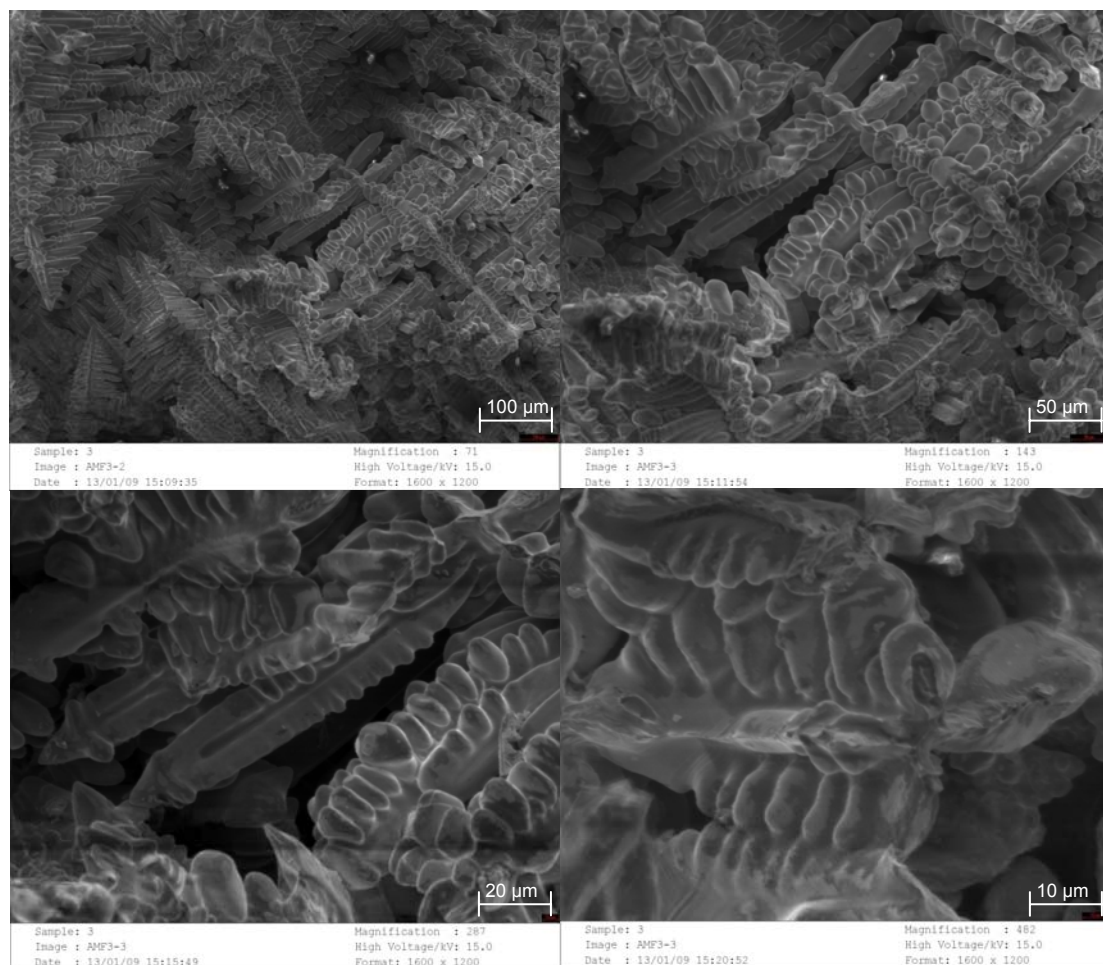


Figure II.51. faciès de rupture des échantillons sollicités en fluage.

Les images montrent qu'à la rupture l'alliage est dendritique, ceci par la formation des ligaments de rupture. Ces constatations nous permettent de dire que le matériau présente une certaine ductilité.

CONCLUSION GENERALE

La caractérisation des alliages à mémoire de forme ternaires de types Cu-Zn-Al ; Cu-Al-Ni élaborés par fusion a été menée selon trois approches majeures :

Une première approche centrée sur l'élaboration par fusion de nos alliages en supervisant tout ce qui peut nuire à cette élaboration (conditions de chauffage, conditions de refroidissement), et localiser les défauts de fusion en profondeur.

Cependant, ce mode d'élaboration n'a pas été sans conséquences sur la morphologie des grains. En effet, leur grossissement incontrôlé nous a conduit à envisager une forme d'affinage par la méthode des traitements thermiques (recuit de régénération).

L'utilisation de la technique de contrôle non destructif par ultrasons nous a conduit à localiser les zones de concentration des défauts de fusion internes ou de surfaces dans l'éprouvette brute après la fusion.

Une deuxième approche visant la caractérisation structurale de notre alliage en utilisant plusieurs techniques telles que la microdureté, la microscopie (Microscopie optique et Microscopie à électronique à balayage) et la diffractométrie.

L'utilisation de la microscopie nous a permis d'observer la structure de notre alliage avant et après les traitements thermiques adoptés ainsi que leurs compositions chimiques.

Utilisation de la diffraction des rayons X nous a permis l'identification qualitative et quantitative des différentes phases observées à l'état brut et après la trempe de notre alliage.

Une troisième approche visant la caractérisation thermomécanique en utilisant plusieurs techniques, telles que la technique d'analyse par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC), la technique d'analyse dilatométrique, des essais de traction et des essais de fluage.

La technique d'analyse par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) nous a permis de déterminer les points de début et de fin de la transformation martensitique pour les deux alliages.

L'analyse des courbes de calorimétriques de l'alliage Cu-Al-Ni révèle des résultats différents suivant la teneur de ce dernier en aluminium et (ou) en Nickel.

La technique d'analyse dilatométrique nous a permis d'étudier les différentes transformations de phases qui se manifestent lors du chauffage et du refroidissement de notre alliage suivant des conditions choisies (les traitements thermiques).

Les résultats montrent que les évolutions de la vitesse de dilatation de l'alliage Cu-Al-Ni sont plus rapides que celles de l'alliage Cu-Zn-Al.

D'après les résultats obtenus suite aux essais de fluage, nous arrivons à déterminer l'influence de changement de la température, et (ou) la charge, grâce aux deux types d'essais réalisés avec saut de température et saut de charge.

Comme perspectives, nous souhaitons compléter ce travail par une modélisation du comportement thermomécanique de nos alliages et faire une étude approfondie de la transformation martensitique et du comportement des interfaces qui apparaissent entre les deux phases martensite et austénite.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [ANT. 96] F. S. ANTONIN. «Essais de fluage». Techniques de l'Ingénieur, M 140-1.
- [BAL.99] X. BALANDRAUD; E. ERNST; E. SOOS. «Phénomènes Rhéologiques dans les Alliages à Mémoire de Forme». C.R. Acad. Sci. Paris, t.327, série II b, pp.33-39.1999.
- [BAR.98] M. P. BARON. «Etude du Comportement des Interfaces Austénite/Martensite et Martensite/Martensite de deux Alliages à Effet Mémoire de Forme : Cu-Zn-Al et Cu-Al-Be». Thèse de Doctorat. Ecole Doctorale Matériaux - Lyon.1998.
- [BEN.00] M. BENCHIHEUB ; S. BELKAHLA ; G. GUENIN. «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 des Matériaux, pp. 1471-1479, 2000.
- [BOI.06] O. BOISSONNEAULT ; F.C. WONG. «Modèle Numérique Hybride Macro-Micro-Mécanique d'Alliage à Mémoire de Forme». Rapport Technique DRDC (Recherche et Développement - Défense CANADA). Valcartier, Décembre 2006.
- [BOU 99] M. BOUABDALLAH. «Elaboration et Caractérisation des AMFs à base de Cuivre Eutectoïdes». Thèse de Doctorat d'Etat, ENP – Alger. 1999.
- [BOU.021] M. BOUABDALLAH ; G. CIZERON. «Comportement des Transformations Thermo- élastiques au Cyclage en Dilatométrie». 1^{er} Congrès Interdisciplinaire sur les Matériaux, France, Tours. 2002.
- [BOU.022] M. BOUABDALLAH ; G. CIZERON. «Caractérisation par DSC des séquences de Transformation au cours d'un Chauffage lent des Alliages AMF à base de Cu–Al–Ni». Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 68 951–956. 2002.
- [CHE.08] H. CHENITI ; M. BOUABDALLAHA ; E. PATOOR. «High Temperature Decomposition of the β_1 phase in a Cu–Al–Ni Shape Memory Alloy». Journal of Alloys and Compounds, 2008.
- [CON.88] L. CONTARDO. «Etude des Traitements d'Education, de la Stabilité et de l'origine de l'Effet Mémoire de Forme double sens dans un Alliage Cu-Zn-Al».Thèse doctorat, INSA, Lyon. 1988.
- [CUN.04] A. CUNIBERTI ; R. ROMERO. «Differential Scanning Calorimetry Study of Deformed Cu-Zn-Al Martensite». Scripta Materialia 315–320. 2004.
- [DAG.03] F. DAGDELEN ; T.GOKHAN ; A.AYDOGDU ; Y. AYDOGDU ; O. ADIGUZEL. «Effects of Thermal Treatments on Transformation Behaviour in Shape Memory Cu–Al–Ni Alloys». Materials Letters, 57. 2003.
- [FRA] D. FRANÇOIS. «Essais Mécaniques des Métaux, Détermination des lois de Comportement». Techniques de l'Ingénieur, M 120.
- [GOL.98] F. GOLDBERG. «Fabrication de Couches Minces à Mémoire de Forme et l'Effet de l'Irradiation Ionique». Thèse PHD, Université de Laval Québec. CANADA, 1998.
- [GON.02] C. H. GONZALEZ. «Études des Comportement Électro-Thermomécanique et de la Stabilisation d'Alliage Monocristallins à Mémoire de Forme base de cuivre». Thèse de Doctorat, INSA Lyon. 2002.
- [GUE.96] G. GUENIN. «Alliages à Mémoire de Forme ». Techniques de l'Ingénieur, vol M530. 1996.

[KAO.06] B. KAOUACHE. «Analyse Multiéchelles de la Transformation Martensitique induite par Contrainte dans les Alliages à Mémoire de Forme : Corrélation Contraintes - Microstructure». Thèse de Doctorat, ENSAM, Metz 2006.

[KHE.00] F. KHELFAOUI. «Effet des Traitements Thermomécaniques sur les Transformations Displacives de l'Alliage Ti-Ni». Thèse de Doctorat - INSA Lyon, 2000.

[LEB.97] A. LEBOEUF. «Analyse Thermomécanique d'Actuateurs en Alliage à Mémoire de Forme». Thèse Maîtrise Sciences Appliquées Ecole Polytechnique de Montréal CANADA, 1997.

[MEU.95] M. A. MEUNIER. «Caractérisation Expérimentale, Modélisation Thermomécanique, et étude de la Fatigue de pièces en Alliages à Mémoire de Forme». Mémoire Maîtrise des Sciences Appliquées, Université de Montréal CANADA, 1995.

[NEC.97] K. NECIB ; P. REVEL ; G. BERANGER. «Fluage à Haute Température d'un Revêtement en Acier Inoxydable Elaboré par Torche Plasma». 1^{er} Congrès Arabe de Mécanique (CAM'97), Damas. Juin 1997.

[ORG.97] L. ORGEAS. «Etude Expérimentale et Numérique du Comportement Thermomécanique d'un Alliage à Mémoire de Forme Industriel Ni-Ti». Thèse de Doctorat Institut National Polytechnique de Grenoble, 1997.

[PAT.94] E. PATOOR ; M. BERVEILLER. «Technologie des Alliages à Mémoire de Forme». Hermès, 1994.

[PRI.00] F. PRIMA. «Etude Métallurgique d'un nouvel Alliage de Titane β Métastable ». Thèse Doctorat. INSA Rennes, 2000.

[POU.78] P. POUPEAU, B. HOCHEID. «Diagrammes d'Equilibre des Alliages Ternaires». Technique d'Ingénieur, Vol M76, 1978.

[ROC.01] I. ROCH. «Potentialité d'Intégration des Alliages à Mémoire de Forme en film mince dans les Microsystèmes». Thèse de Doctorat Université de Lille I, 2001.

[SAI.03] C. SAIB. «Caractérisations Structurale et Mécanique des Alliages à Mémoire de Forme ternaires de types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al élaborés par Fusion ». Thèse de Magister, EMP. 2003.

[SOM.98] M. SOMERDAY. «Characterizing the Pseudoelastic Behavior of Cu-Zn-Al Shape Memory Alloys». Doctorate School Thesis of Engineering and Applied Science University of Virginia. USA, 1998.

[TAI.06] K. TAILLARD. «Etude du Comportement Thermomécanique des Alliages à Mémoire de Forme sous Sollicitations Multiaxiales Complexes». Thèse de Doctorat de l'Ecole Normale Supérieure de CACHAN, 2006.

[TER.97] P. TERUAULT. «Modélisation par Eléments Finis du Comportement Thermomécanique de Composantes en Alliage à Mémoire de Forme». Thèse de Doctorat université de Montréal. CANADA, 1997.

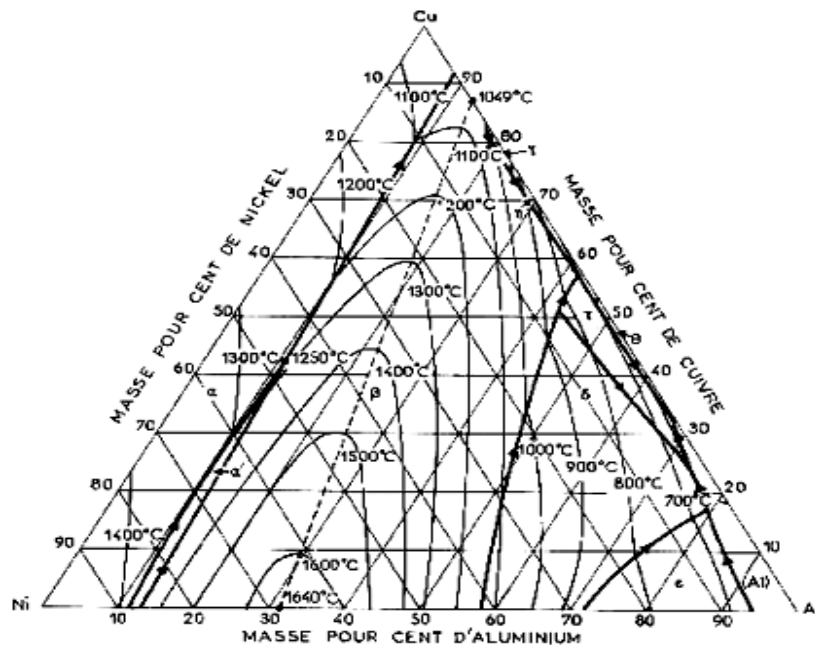
[ZAK.06] W. ZAKI. «Comportement thermomécanique des Matériaux à Mémoire de Forme». Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique, 2006.

[ZEG.08] S. ZEGHDANE. «Microstructures de Transformation dans les Alliages à mémoire de Forme Ternaires Cuivreux de type Cu-Al-Ni élaborés par Fusion». Mémoire de Magister, EMP. 2008.

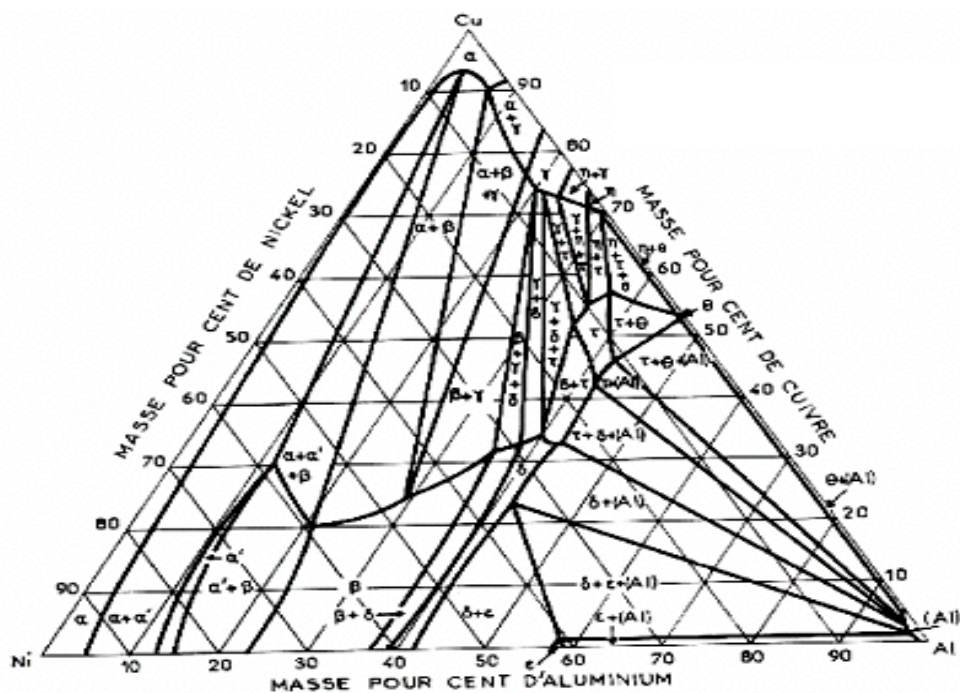
ANNEXE I [POU 78]

I.1 DIAGRAMMES TERNAIRES DE L'ALLIAGE Cu-Al-Ni [POU 78].

a) Diagramme du liquidus.

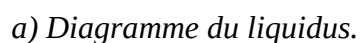


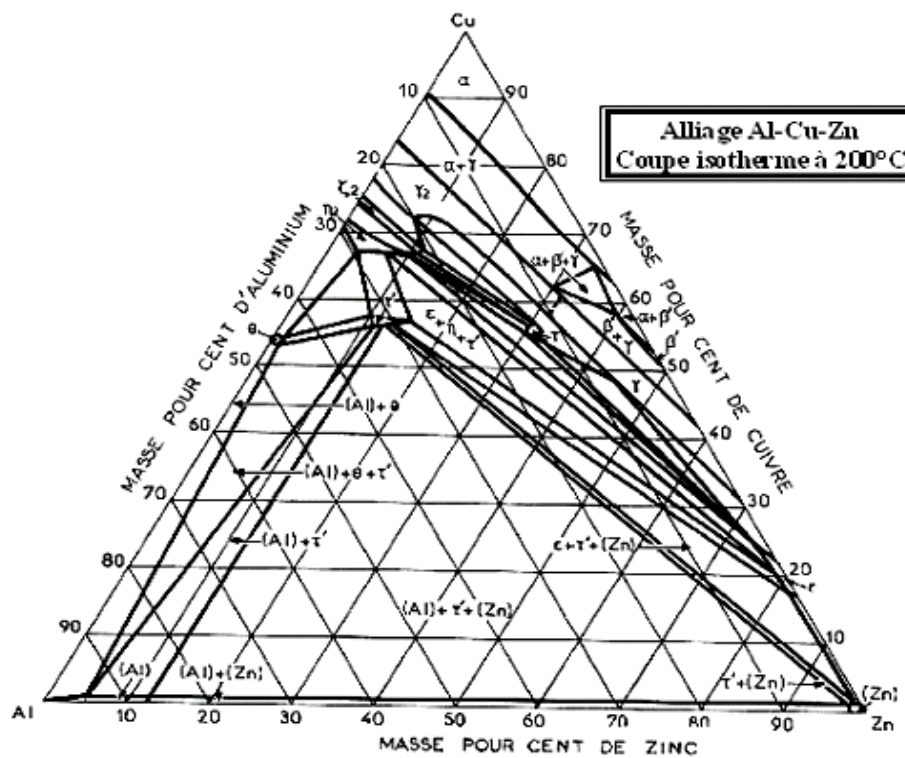
b) Coupe isotherme à 500°C.



Les phases intermédiaires ont des compositions correspondant à des rapports atomiques simples :
 α' : Ni_3Al - β : NiAl & Cu_3Al - γ : Cu_2Al - δ : Ni_2Al_3 - ε : NiAl_3 - η : AlCu - θ : Al_2Cu - τ : Cu_3NiAl_6 .

I.2 Diagrammes ternaires de l'alliage Cu-Zn-Al.





c) Coupe isotherme à 200°C.

ANNEXE II

MOYENS EXPERIMENTAUX UTILISES



Microscope électronique à balayage (SEM Philips 515) – LGM / EMP.



Microscope Optique Leitz MM6 – LGM / EMP.



Dilatomètre Dil 801 – LGM / EMP.



Microduromètre SHIMADZU MM1006 – LGM / EMP.



Diffractomètre «XPert-PRO» PHILIPS – U. MB Boumerdès.

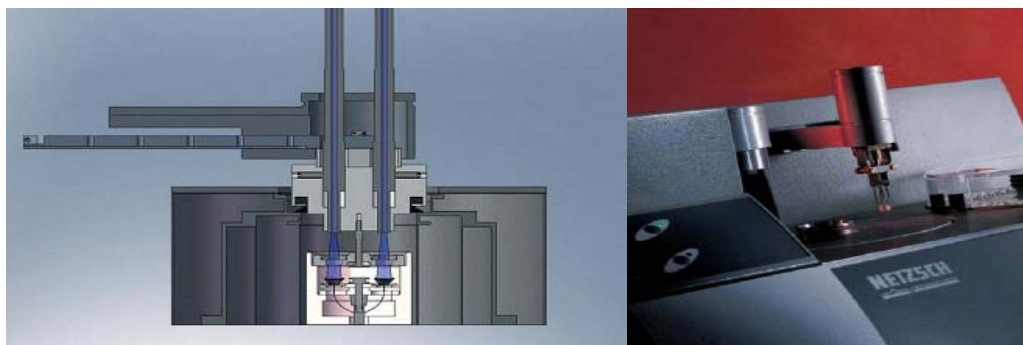
ELEMENTS DE LA CHAINE DE MESURES EN CND – CSC Chéraga.



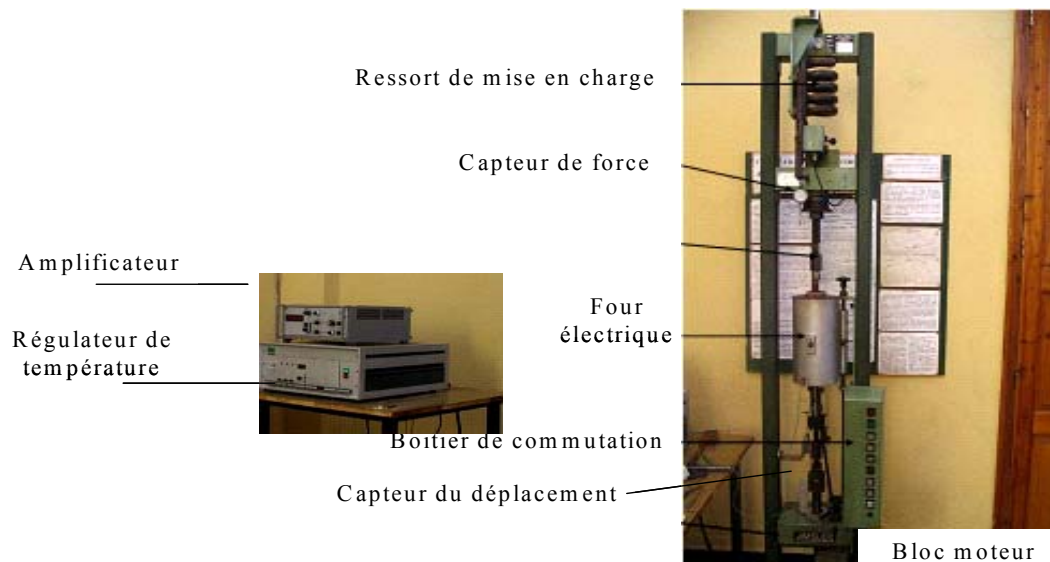
(a) Oscilloscope numérique; (b) Générateur d'impulsion ; (c) Système de fixation de pièce ;



(d) Mode de contrôle en transmission ; (e) Table de commande .



Appareil DSC 204 F1 PHOENIX – LCM / EMP.

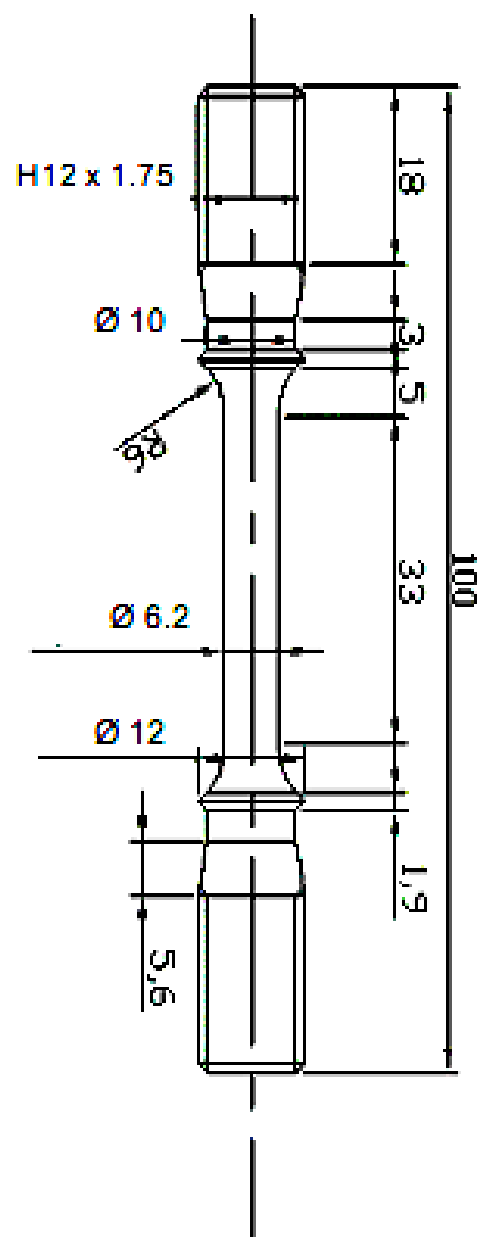


Machine d'essai de fluage ROELL AMSLER – LGM / EMP.



Machine de traction MAB U540 avec centrale hydraulique INSTRON – LGM / EMP.

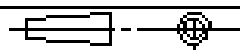
Eprouvette de Fluage



IT 0.01

Matière: AMF

Echelle 1:1



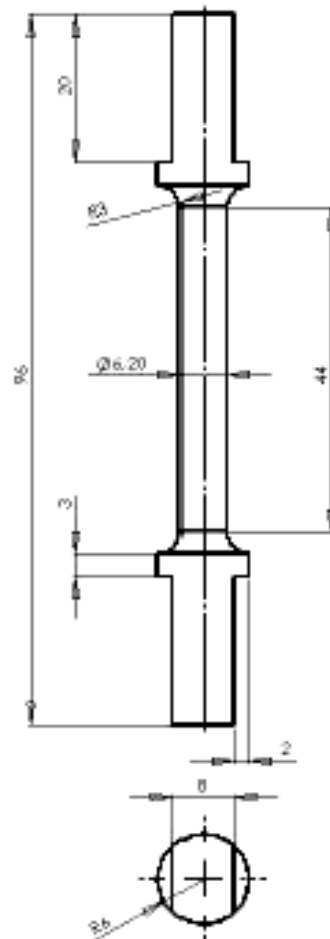
Eprouvette de fluage

EMP BP 17 BORDJ EL BAHRI ALGER

BENSAID Nabil

Magistère Mécanique des matériaux

Eprouvette de traction

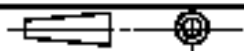


IT 0.01

Matière: AMF

Echelle 1:1

Eprouvette de traction



EMP BP 17 BORDJ EL BAHRI ALGER

BENSAID Nabil

Magistère Mécanique des matériaux

BENSAID NABIL : Né le 24/02/1979 à Hussein Dey (W. d'Alger).
Titulaire d'un Baccalauréat S.N.V. Ingénieur d'Etat en Mécanique de Précision - Option Technologie des Appareils. Inscrit en Magister en 2006 à l'Ecole Militaire Polytechnique de Bordj El- Bahri Alger, filière Ingénierie des Systèmes Mécanique - Option Mécanique des Matériaux.

ABSTRACT:

This work concerns the Characterization of Ternary Shape Memory Alloys of types Cu-Al-Ni; Cu-Zn-Al worked out by fusion by using various techniques such as microscopy (OM and SEM), CND, calorimetry (DSC), dilatometry, diffractometry (XRD), tensile and creep. A detailed attention is lent to the Thermoelastic Transformations likely to occur according to the contents of alloy elements and heat treatments adopted. Microscopy is used to observe the structure of our alloy before and after the heat treatments adopted thus its chemical composition. X-rays diffraction is used with an aim of reaching qualitative and quantitative information on the various phases. The temperatures of transformation are measured by the calorimetric technique (DSC). The dilatometric technique enabled to study the structural evolution which appears during heating and cooling of our alloy.

Key Words:

Shape Memory Alloy - Thermomechanical Behaviour - Characterisation - Microstructure – Martensite Transformation - Austenite - DSC – NDC - Dilatometry – XRD- Tensile - Creep.

RESUME:

Le présent travail porte sur la Caractérisation des Alliages à Mémoire de Forme Ternaires de types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al élaborés par Fusion. Diverses techniques de caractérisation telles que la microscopie, le Contrôle Non Destructif (CND), la calorimétrie (DSC), la dilatométrie directe, la diffractométrie (DRX), la traction et le fluage sont utilisées en vue de rendre compte des états thermomécaniques des alliages élaborés. Une attention particulière est prêtée aux transformations thermoélastiques susceptibles de se produire selon les teneurs en éléments d'alliage et les traitements thermiques adoptés. Dans ce cadre, des mesures de températures de transformation ont été menées en corrélation avec des mesures de micro dureté. La microscopie est utilisée pour observer la structure de notre alliage avant et après les traitements thermiques adoptés ainsi que sa composition chimique. La diffraction des rayons X est utilisée dans le but d'accéder à des informations qualitatives et quantitatives sur les différentes phases observées. Les températures de transformation sont mesurées par (DSC). La technique d'analyse dilatométrique permet d'étudier l'évolution structurale qui se manifeste lors du chauffage et du refroidissement de notre alliage.

Mots Clés: Alliages à Mémoire de Forme – comportement thermomécanique - Caractérisation – CND - Microstructure – Martensite – Austénite -Transformation - DSC - Dilatométrie – DRX- traction - fluage.

ملخص

الهدف من هذا البحث هو تصنيع بالصهر لمزيج ثلاثي من المواد ذات ذاكرة من نوع Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al والتميز البنوي لها باستعمال عدة تقنيات. كما أعطيت عناية دقيقة للتحويلات الحرارية المرنة الممكن أن تحدث حسب كميات العناصر المكونة للمزيج المصنع و المعالجات الحرارية المتبناة لذلك أدرجت قياسات درجة الحرارة ضمن قياسات المكر وصلابة. استعمال التقنية المجهرية الضوئية و الاليكترونية الماسحة سمحت بملاحظة بنية المزيج وكذا معرفة مكوناته الكيميائية وذلك قبل وبعد المعالجات الحرارية المطبقة. تقنية التحاليل تحت أشعة X سمحت بمعرفة بعض الأطوار و كذا المرتنسيت المتكونة بعد عملية الصلادة. أما درجات حرارة التحويلات فقد قيست بتقنية (DSC) كما سمحت تقنية قياسات التمدد الحراري بدراسة التحولات البنوية المترتبة أثناء تسخين و تبريد المزيج.

كلمات مفتاحية: ميكرو بنيوية - المواد ذات ذاكرة - CND - تمييز مرتنسيت - استينيت - تحويلات الطور - قياس التمدد - أشعة X ميكانيكا حرارية تشبه بطئ شد.