

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES EN VUE DE L'OBTENTION DU  
DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT

THEME

APPLICATION D'UNE TIGE DE TYPE Cu-Al-Ni, EDUQUEE  
EN EFFET MEMOIRE DOUBLE SENS , DANS UN  
CONNECTEUR ELECTRIQUE.

Proposé et dirigé par: Mr M.BOUABDALLAH Etudié par :H.BACHIR BOUIADJRA

JUIN 2002

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES EN VUE DE L'OBTENTION DU  
DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT

THEME

APPLICATION D'UNE TIGE DE TYPE Cu-Al-Ni, EDUQUEE  
EN EFFET MEMOIRE DOUBLE SENS , DANS UN  
CONNECTEUR ELECTRIQUE.

Proposé et dirigé par: Mr M.BOUABDALLAH Etudié par : H.BACHIR BOUIADJRA

JUIN 2002

## DÉDICACES

*A mon grand frère Walid, qui ne peut assister à cette  
soutenance.*

*A mes parents et mon frère Adel.*

*A tous mes amis, en particulier : Nassim et Peddik.*

*A Kamila.*

*A tous ceux qui m'ont aidé durant la préparation de  
cette soutenance, en particulier : Farek et Peddik.*

*Je dédie ce modeste travail*

## *REMERCIEMENTS*

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance envers Mr  
M.BOUABDALLAH pour sa disponibilité, ses conseils et son encadrement  
rigoureux.

Je remercie également, les membres du jury de s'être donné la peine  
d'étudier cette thèse.

Je remercie tous ceux qui m'ont aidé et encouragé durant cette  
épreuve, en particulier : **Tarek** et **Seddik**.

Mes remerciements vont aussi à ma famille qui m'a toujours soutenu  
quelle que soit la situation.

## INTRODUCTION GENERALE :

Les alliages à mémoire de forme (AMF) se distinguent des autres matériaux par leur faculté à retrouver leur forme originelle par suite d'un simple réchauffement et cela grâce à l'effet de mémoire. L'effet mémoire de forme est connu depuis 1930. Sa première application industrielle date de 1967 (manchon d'accouplement Raychem pour les avions F14) [1]. Depuis, les AMF ont été sujets à plusieurs utilisations dans différents domaines tel que : l'aéronautique, le biomédical, l'industrie automobile... [1]. Les alliages à mémoire de forme sont doués de deux effets de mémoire : l'effet mémoire simple sens (EMSS) et l'effet mémoire double sens (EMDS). Parmi les plus utilisés, on trouve le Cu-Al-Ni, Cu-Zn-Al, Ti-Ni, Cu-Al-Be et le Fe-Mn-Si.

Le but de notre travail est dans une première étape, d'éduquer une tige en AMF de type Cu-Al-Ni, à l'aide de cyclage thermique sous déformation imposée. Dans une seconde, introduire la tige éduquée au sein d'un dispositif de connecteur électrique.

Nous traiterons dans la première partie des caractéristiques de la transformation martensitique, origine de l'effet mémoire ; des propriétés des AMF et de leurs différentes applications dans le monde industriel, ainsi que des différents effets mémoire et cyclages thermiques permettant de les obtenir.

La deuxième partie, portera sur le dispositif mécanique utilisé pour effectuer un cyclage thermique avec déformation imposée, et ce dans le but d'obtenir un effet mémoire double sens (EMDS).

Enfin, la troisième partie, portera sur l'application de la tige éduquée en EMDS dans un schéma de connecteur électrique. Cette étude sera complétée par l'analyse des différentes caractéristiques de l'alliage utilisé (les points de transformations, les courbes DSC), de sa microdureté, ainsi que sa structure et ce en se basant sur des photos micrographiques.

Sommaire :

**Chapitre I : INTRODUCTION AUX ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME**

<b>1. La transformation martensitique :</b>	
1.1 Définition.	2
1.2 La transformation martensitique thermoélastique.	3
1.3 Aspect cinétique	5
1.3.1 Germination.	5
1.3.2 Croissance.	7
<b>2. Propriétés des AMF :</b>	
2.1 Effet «superélastique ».	7
2.2 Effet «caoutchoutique ».	9
2.3 Effet «amortissant ».	10
2.4 La mise en forme.	11
<b>3. Les alliages à mémoire de forme (AMF):</b>	
3.3 Les AMF utilisées industriellement	12
3.3.1 Les Nickel-Titane.	12
3.3.2 Les Alliages cuivreux.	13
3.3.3 Les Aciers.	13
3.3.4 Les autres Alliages à Mémoire de Forme.	14
<b>4. Phénomènes de vieillissement et de stabilisation :</b>	
4.1 Vieillissement ou maintien prolongé en phase $\beta$ .	16
4.2 Stabilisation ou maintien prolongé en phase martensitique.	16
<b>5. Effets de mémoire et traitement thermomécaniques :</b>	
5.1 Effets mémoire :	17
5.1.1 Effet mémoire simple sens (EMSS).	17
5.1.2 Effet mémoire double sens (EMDS).	19
5.2 Différents modes d'éducation.	20
5.2.1 Cyclage mettant en jeu la diffusion atomique.	20
5.2.2 Cyclage ne mettant pas en jeu la diffusion atomique.	
5.2.2.1 Cyclage thermique utilisant l'EMSS.	20
5.2.2.2 Cyclage thermique avec déformation imposée.	21

5.2.2.3 Cyclage avec contrainte constante.	21
5.2.2.4 Cyclage en contraintes au-dessus de $A_F$ .	22
<b>6. Méthodes de caractérisation de l'effet mémoire :</b>	
6.1 La méthode thermique.	22
6.2 La méthode par mesure de la résistivité électrique.	22
6.3 La dilatométrie.	24
6.4 Le pouvoir thermoélectrique (P.T.E)	24
6.5 L'émission acoustique.	24
<b>7. Différentes applications des AMF :</b>	
7.1 Introduction.	24
7.2 La transformation Martensitique et ses applications.	25
7.3 Evolution du secteur Industriel des AMF.	25
7.3.1 Etats-Unis.	25
7.3.2 Japon .	26
7.3.3 Europe.	26
7.4 Domaines d'application des AMF :	27
7.4.1 Effet mémoire simple sens (EMSS).	27
7.4.2 Effet mémoire double sens (EMDS) .	28
7.4.2.1 activateurs électriques.	28
7.4.2.2 activateurs thermiques.	29
7.4.3 Effet pseudo-élasticité : applications médicales.	30
7.4.4 Applications artistiques.	31
<b><u>Chapitre II: PARTIE EXPERIMENTALE :</u></b>	
<b>1. Introduction :</b>	<b>34</b>
<b>2. Alliage utilisé :</b>	
2.1 Composition chimique.	34
2.2 Elaboration.	35
2.3 Caractéristiques métallographiques.	36
2.3.1 Phases d'équilibre.	36
2.3.2 Phases hors équilibre.	37
2.4 Influence des teneurs.	38
2.4.1 Al.	38
2.4.2 Ni.	39

3. Dispositif expérimental :	
3.1 : Présentation de la pièce.	40
4. Mode opératoire :	
4.1 Cyclage thermique avec déformation imposée.	40
4.2 Méthode par Analyse Calorimétrique.	42
4.2.1 Principe.	42
4.2.2 Méthode d'exploitation des courbes DSC.	45
4.3 Métallographie.	
4.3.1 :Introduction.	48
4.3.2 :Manipulation et enrobage.	48
4.3.3 Polissage.	48
4.3.4 Attaque chimique.	50
4.3.5 Observation au microscope optique et micrographies.	52
4.3.6 Microduretés.	52

### Chapitre III : Résultats et Interprétations :

1. Introduction :	56
2. Caractérisation de l'alliage :	
2.1 Propriétés thermoélastiques.	56
2.2 Microduretés.	59
2.3 Micrographies.	59
2.4 Conclusion.	59
3. Education de l'alliage à mémoire de forme :	
3.1 Introduction.	60
3.2 Dispositif expérimental.	60
3.3 Conclusion.	62
4. Réalisation d'un connecteur électrique en AMF :	
4.1 Introduction.	62
4.2 Le connecteur électrique.	62
4.2 Conclusion.	64

### CONCLUSION GENERALE :



INTRODUCTION AUX ALLIAGES A

MEMOIRE DE FORME

## 1. La transformation martensitique :

### 1.1 Définition :

Généralement, pour un alliage métallique, on classe les différents modes de transformations en deux groupes essentiels de transitions : les transitions « reconstructives » et les transitions « displacives ». Les transitions « reconstructives » permettent la « reconstruction » de la nouvelle phase par diffusion des éléments chimiques sur de grandes distances. La solidification, les transformations cellulaires ainsi que tous les phénomènes de précipitation font partie de ce groupe. Au contraire, les transitions « displacives » mettent en jeu de petits déplacements atomiques au lieu de mouvements diffusionnels. Ce mode de transformation regroupe les transformations martensitiques, les transitions ordre-désordre et les transformations massives.

La définition communément admise de la transformation martensitique est la suivante :

« Une transformation displacive, du 1<sup>er</sup> ordre, avec déformation homogène du réseau, constituée principalement par un cisaillement » [2].

- 'displacive' : mettant en jeu des mouvements atomiques, interdépendants, d'amplitude très inférieurs aux distances interatomiques.
- 'premier ordre' : discontinuité des grandeurs physiques à des dérivées premières du potentiel thermodynamique. C'est à dire qu'il y a une différence de potentiel entre les deux phases. Le passage de l'une vers l'autre ne se fait que par nucléation-croissance, avec une enthalpie de transformation.
- 'déformation homogène du réseau' : le changement de structure entre les deux phases peut-être représenté par une déformation homogène du réseau original induite par les petits mouvements d'atomes.

A chaque instant durant la transformation, il y a des domaines de coexistences de deux phases : martensite et phase mère. Les interfaces entre elles sont des plans cristallographiques appelés : plans d'accrolements. A cet ordre de grandeur, la transformation ( $M \rightarrow A$ ) équivaut à un cisaillement homogène parallèle à ce plan d'accrolement.

Si la déformation, subit par le réseau, n'est pas homogène, les déplacements atomiques sont appelés : « shuffle ». Dans ce cas, la transformation n'est pas considérée comme étant martensitique (fig.1) [3].

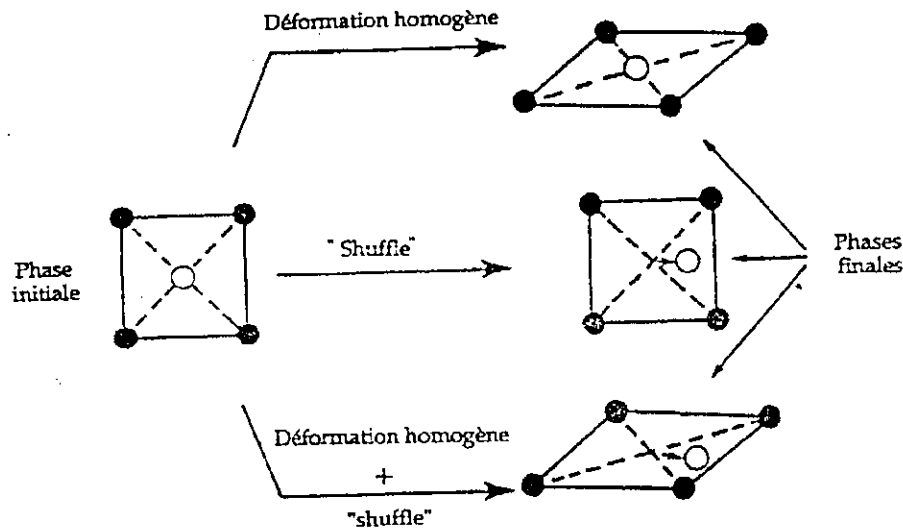


Figure 1.1 : Description schématique du « shuffle » [3].

### 1.2 La transformation martensitique thermoélastique:

La transformation martensitique dans les alliages à mémoire de forme possède la particularité d'être « réversible », d'où le qualificatif de : thermoélastique. C'est-à-dire, que la martensite peut redonner la structure de la phase mère par simple réchauffage.

Par analogie avec la transformation martensitique dans les aciers, la phase mère est appelée : austénite.

La transformation martensitique directe (Martensite  $\rightarrow$  Austénite) et inverse (Austénite  $\rightarrow$  Martensite) se caractérisent par des températures dites de début et de fin de transformation.

- Ms : martensite 'START' : apparition de la première plaquette de Martensite.
- Mf : Martensite 'FINISH' : fin de transformation, on a 100% de Martensite.
- As : Austénite 'START' : apparition du premier germe d'austénite.
- Af : Austénite 'FINISH' : fin de la transformation et 100% d'austénite

En faisant varier le taux de martensite formée lors d'un chauffage au dessus de la température  $A_f$  suivi d'un refroidissement au dessous de la température  $M_f$ , on obtient la courbe schématique donnée par la figure 1.2.

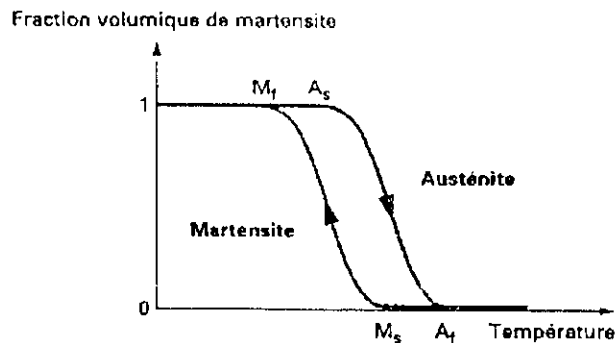


Figure 1.2 : Variation de la fraction volumique de martensite au cours d'un cycle de chauffage- refroidissement [4].

De cette courbe, on définit :

- ❖ Hystérésis :  $H_T$ : largeur du cycle à mi-hauteur qui représente l'énergie de frottement irréversible dissipée pendant la transformation.
- ❖ L'étalement : il est du à l'énergie élastique stockée.  
 $E_c$  : étalement au chauffage,  $E_c = A_f - A_s$ .  
 $E_r$  : étalement au refroidissement,  $E_r = M_s - M_f$ .

La transformation martensitique ( $A \rightarrow M$ ) peut se produire au-dessus de la température  $M_s$ , si une contrainte extérieure est appliquée pour neutraliser les contraintes internes issues de la transformation directe. Cependant, il existe une température limite  $M_d$ , au-dessus de laquelle, aucune transformation n'est possible quelle que soit la contrainte appliquée. A cette température, la contrainte appliquée égale le champ de contrainte dans la phase mère. A  $T > M_d$ , la phase mère se déforme plastiquement avant qu'il n'y ait transformation.

On distingue deux types de transformations martensitiques : les transformations thermoélastiques de type I et II, et les transformations dites par « burst ».

Dans le premier cas, la germination se fait facilement et la croissance c'est-à-dire, le mouvement des interfaces ( $\Lambda/M$ ) se fait par une succession de positions d'équilibres en fonction des forces présentes [3]. On distingue deux types de forces : les forces motrices (gradient d'énergie libre entre les deux phases) et les forces résistives (l'énergie élastique emmagasinée et l'énergie d'interface). La formation des plaquettes de Martensite est contrôlée par la température. Un changement de température dans un sens ou dans un autre, provoquera un déplacement réversible des interfaces M/A dans un sens ou dans un autre. La figure 1.3 schématise les différents types de transformations.

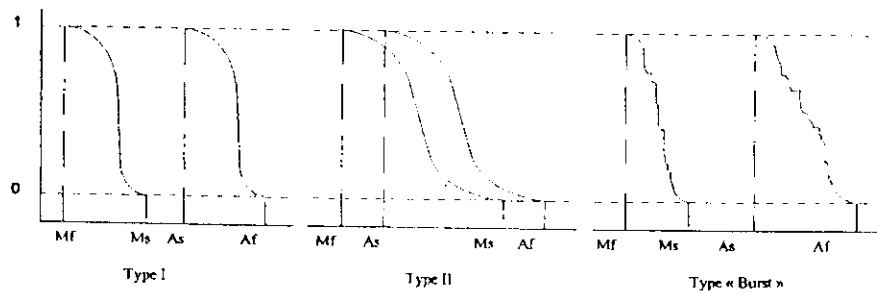


Figure 1.3 : Représentation des différents types de transformation martensitique [5].

Dans le cas d'une transformation par « burst » (fig1.3), où la nucléation se fait difficilement, la croissance se fait par un phénomène d'avalanche à une vitesse proche de celle du son. Cela est dû à l'énergie de déformation mise en jeu. On obtient des microstructures sévèrement déformées et largement irréversibles.

### 1.3 Aspect cinétique de la transformation martensitique :

#### 1.3.1 Germination :

C'est l'étape durant laquelle il y a apparition des premiers germes de Martensite au sien du réseau de l'Austénite. Plusieurs modèles ont été proposés pour définir précisément la nature de ce phénomène dont le modèle de Cohen, le modèle de Guenin et Gobin (fig1.4), [3]. Ce dernier, stipule que la nucléation s'opère préférentiellement dans des zones où l'instabilité mécanique est importante [6]. Dans le cas des alliages présentant une transformation thermoélastique, une instabilité mécanique relative existe [7], [8]. Elle est observée autour de dislocations situées dans les plans (110) qui créent autour d'elles un cisaillement important [5]. La déformation critique autour d'une dislocation de ce type peut être décrite par la relation suivante :

$$E_{\text{crit}} = \frac{2\sqrt{3} \cdot (C_{11} - C_{12})}{2d - a}, \quad d = C_{111} - C_{112} \text{ et } a = C_{112} - C_{123} \quad [6]$$

$C_{ij}$  et  $C_{ijk}$  sont les constantes élastiques (respectivement du deuxième et troisième ordre) pour le matériau considéré.

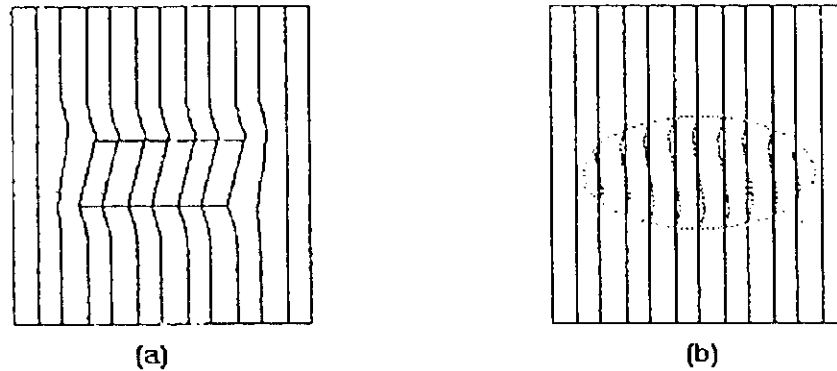


Figure 1.4 [5]:      modèle classique                                      modèle de Guenin et Gobin

En fait, on peut résumer ce modèle aux propositions suivantes :

- ✦ Il existe des zones, mécaniquement instables, autour des dislocations ou autres défauts, où la constante élastique tend à s'annuler.
- ✦ Le germe peut se développer dans ces zones instables et ce sans générer d'énergie de contrainte. Le germe conduit à la diminution de la taille critique des germes, ainsi qu'à l'abaissement de la température.
- ✦ Le premier germe apparaît lorsque la diminution de la taille critique devient similaire à celles des zones instables.

La transformation commence à une certaine valeur de l'énergie libre

$\Delta G_{A \rightarrow M} = \Delta G_{A \rightarrow M}(M_s)$ , et de façon identique pour la transformation inverse

$\Delta G_{M \rightarrow A} = \Delta G_{M \rightarrow A}(A_s)$ , [9].

### 1.3.2 Croissance :

Durant cette période, il y a croissance des germes, c'est-à-dire augmentation de leur diamètre, et propagation de ceux-ci dans le réseau. Le caractère thermoélastique de la transformation, implique l'existence d'un équilibre à une température donnée entre la phase martensite et la phase austénite. L'évolution vers l'une des deux phases s'effectue par le déplacement des interfaces [5].

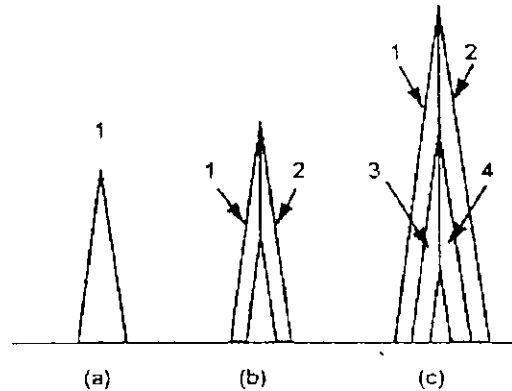


Fig 1.5 Croissance de plaquettes de martensite autour d'une plaquette initiale d'austénite[10].

a: plaquette initiale d'austénite.

b : début de formation des plaquettes de martensite ( 1&2)

c : fin de formation des plaquettes martensitiques ( 1,2,3 &4)

## 2. Propriétés des A.M.F :

### 2.1 Effet « superélastique » :

Une autre particularité de la transformation martensitique provient du fait que son caractère thermoélastique lui permet de se produire soit sous une variation de température avec contrainte constante, soit sous variation de contrainte avec température constante même supérieur à  $A_F$ , auquel cas la transformation est appelée superélastique.(fig1.5), (fig1.6).

A une température  $T > A_F$ , on fait subir à l'échantillon une déformation  $\delta$ . On obtient le diagramme suivant :  $\sigma = f(\epsilon)$ .

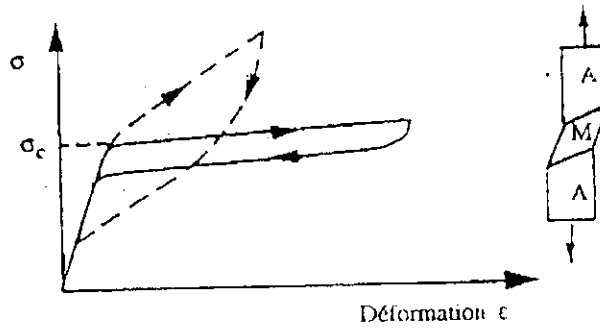


Figure 1.5 [1]: Représentation schématique de l'effet superélastique à température constante.

( \_\_\_\_\_ ) : monocristal.  
 (-----) : polycristal.

On refroidit sous contrainte constante à partir d'un point  $(\sigma, T)$  initialement dans le domaine austénitique. On obtient le diagramme suivant :

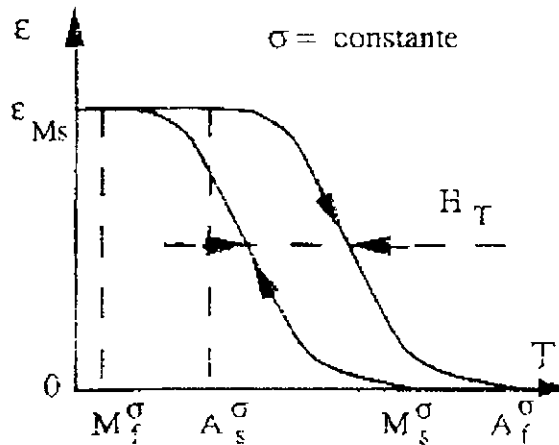


Figure 1.6 [1] : Représentation schématique de l'effet superélastique à contrainte constante

L'effet superélastique traduit la capacité de l'alliage à se déformer élastiquement de plusieurs %. Dans le domaine  $\sigma < \sigma_c$ , la déformation est élastique. Une fois la contrainte critique  $\sigma_c$  atteinte, l'austénite ne présente plus un comportement élastique linéaire : la contrainte induit des variantes favorisées de Martensite, ce qui créera une forte déformation macroscopique.



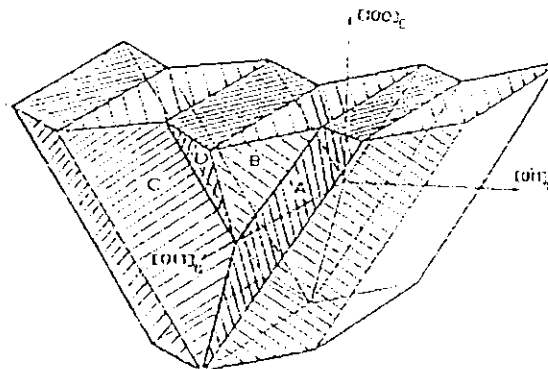
Une fois la contrainte supprimée, les plans d'accrolement reprendront, de façon réversible, leurs positions initiales par effet superélastique. Au-delà de la contrainte  $\sigma_c$ , la déformation devient plastique.

## 2.2 Effet caoutchoutique :

Lors d'un refroidissement à une température au-dessous de  $M_s$ , il y a apparition de plusieurs variantes de Martensite, en proportions égales, dont les cisaillements respectifs se compensent, pour obtenir une déformation macroscopique quasi nulle. Ce type de variantes est appelé : variantes « autoaccommodantes », (fig.1.7). Mais, si le matériau étudié, est soumis à une déformation, il y a production de variantes favorisées par la contrainte car donnant des déformations dans le sens de cette dernière.

Il en résultera une grande déformation  $\epsilon_c$ , dont une grande partie subsistera  $\epsilon_r$  après suppression de la contrainte. Seule une partie de la déformation est réversible, par un retour en arrière partiel des interfaces A/M.

Après suppression de la contrainte, on met l'échantillon sous cyclage de charge-décharge. Le résultat sera l'apparition d'un fuseau sur la courbe  $\sigma = f(\epsilon)$  (fig1.8), qui représente schématiquement l'effet caoutchouc.



**Figure 1.7 [1]:** Représentation en Dispositif des quatre variantes de Martensite formant un groupe auto-accommodant.

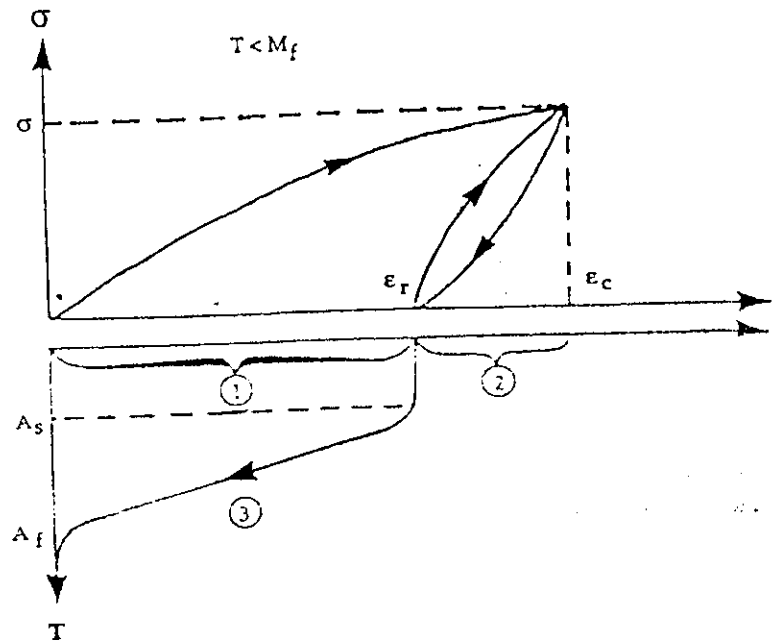


Figure 1.8 [3]: Représentation schématique de l'effet caoutchoutique.

- (1) Déformation permanente après retrait de la contrainte ( $T < M_f$ )
- (2) Déformation pseudo-élastique de type caoutchoutique.
- (3) Récupération de la déformation (1) par chauffage : c'est l'effet mémoire simple.

### 2.3 Effet amortissant :

L'effet amortissant, encore appelé : frottement interne, est due à une transformation, irréversible, d'énergie mécanique en énergie thermique dissipée [1].

On remarque alors, pour des oscillations mécaniques libres, l'abaissement de leurs amplitudes en fonction du temps.

On définit le frottement interne par le facteur  $F$  :

$$F = \frac{\Delta W}{2\pi W}, \text{ avec : [1]}$$

$W$  : énergie mécanique du système.

$\Delta W$  : perte d'énergie mécanique par cycle.

On définit le facteur  $Q$  : facteur de qualité, comme étant l'inverse de  $F$  :  $Q = F^{-1}$ .

Le frottement intérieur dépend de la température, de la déformation appliquée et du matériau considéré. Selon l'alliage, le facteur  $F$  prend différentes valeurs, mais en générale, il existe trois domaines distincts:

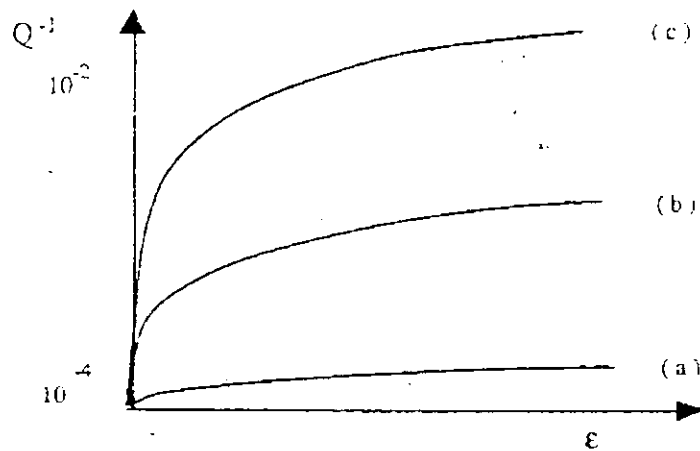


Figure 1.9 [1]: Variation du frottement interne suivant l'état du matériau: (a) Austénite, (b) Martensite, (c) Austénite+Martensite.

♣ Dans l'état austénitique, le frottement est due au mouvement réversible des dislocations.  $F \approx 10^{-4}$ .

♣ Dans l'état martensitique, le frottement est le résultat des déplacements réversibles des interfaces entre différentes variantes de martensite.  $F \approx 5 \cdot 10^{-3}$ .

♣ Durant la transformation de phase, le frottement atteint son maximum car il est associé aux mouvements des interfaces entre austénite et martensite.  $F \approx 10^{-2}$ .

### 2.4 La mise en forme :

Pour élaborer les matériaux à mémoire de forme, on use de procédés métallurgiques classiques comme le laminage, le tréfilage ou le forgeage ...etc. Leur principal inconvénient est le fait qu'on ne peut contrôler ni les températures de transformations ni que la tenue au vieillissement.

Il existe d'autres techniques de mise en forme. La plus connue est la métallurgie des poudres. Elle permet la mise en forme de pièces complexes, tout en contrôlant le grossissement des grains. Il est à noter, qu'on obtient par ce procédé une bonne homogénéité de composition.

### 3. Alliages à mémoire de forme (AMF) :

#### 3.1 Les AMF utilisés industriellement :

Il existe différentes familles d'alliages présentant une transformation martensitique, responsable de l'effet mémoire. Les plus connus sont : les Nickel-Titane, les alliages à base de cuivre et les aciers. D'autres matériaux comme les polymères ou céramiques sont le siège de transformations martensitiques.

##### 3.1.1 Les Nickel-Titane :

Historiquement, le Nickel-Titane (le Nitinol) a été découvert au U.S.A aux débuts des années soixante par le Naval Ordnance Laboratory. Ce sont les premiers alliages à mémoire de forme à avoir donné une application industrielle développée par Raychem. Contrairement aux alliages cuivreux, la phase  $\beta$  existe à température ambiante. Ayant des températures de transformations sensibles aux ajouts, on peut obtenir une large gamme de température avec effet mémoire. Comme exemple, le fer et l'oxygène ont tendance à diminuer la température  $M_s$  alors que le zirconium a tendance à l'élever. La limite de température d'utilisation est de l'ordre de  $150^\circ\text{C}$  [1].

Ce type d'alliage présente une bonne résistance contre la corrosion, grâce à une couche d'oxyde protectrice. Ils se caractérisent par une meilleure tenue au vieillissement et à la fatigue et une plus grande résistivité électrique relativement aux alliages à base de cuivre.

Ils peuvent être envisagés pour des applications médicales et ce à cause de leur biocompatibilité élevée.

L'élaboration du Nickel-Titane se fait par fusion, sous vide, dans un creuset en graphite. On commence par la fusion d'une pré-charge Ti-Ni avant d'incorporer du Titane et du Nickel et ce pour limiter la contamination par le carbone [1].

### 3.1.2 Les Alliages cuivreux :

On distingue deux familles distinctes, les Cu-Zn-Al et les Cu-Al-Ni. La première famille d'alliages cuivreux dérive des laitons. Ils se distinguent par un faible coût de fabrication et une mise en forme facile. La phase  $\beta$  est en équilibre aux basses températures.

A température ambiante, elle présente un état métastable ce qui nécessite une trempe. La limite de température d'utilisation est de l'ordre de 120C°.

Ces alliages présentent des propriétés mécaniques et une faible tenue en fatigue relativement aux Nickel-Titane. Ceci limite leurs applications en Industrie. Leur résistance en corrosion est moindre par rapport aux alliages à base de Nickel. Un recouvrement s'impose pour pallier à ce problème. Cependant, ils sont dotés d'une plus grande conductibilité thermique et électrique [1].

L'autre famille d'alliages cuivreux est les Cu-Al-Ni. Leurs applications industrielles se font principalement aux hautes températures (200C°). Présentant des phases fragilisantes et une microstructure grossière, leur mise en forme se trouve être plus délicate relativement aux Cu-Al-Ni. On adopte une mise en forme à chaud, avec introduction d'agents affinants [1].

En ce qui concerne l'élaboration, on utilise le procédé de fusion sous couverte pour éliminer les pertes par évaporation. Pour le Cu-Zn-Al, on introduit les constituants soit sous forme élémentaire soit sous forme d'un alliage binaire auquel on ajoute le troisième élément [1].

### 3.1.3 Les aciers :

Dans ce type de matériaux, la martensite apparaît le plus souvent par saccade. Cette propriété est incompatible avec un effet mémoire de forme.

Cependant, certains alliages à base de Fer comme le Fer :30%Ni ou le Fer-Manganèse présentent une transformation martensitique thermoélastique. Pour le Fe-Mn, l'effet mémoire existe mais la martensite est induite sous contrainte. Le composé Fer-Manganèse-Silicium présente aussi l'effet mémoire mais la transformation martensitique n'est pas rigoureusement thermoélastique [1].

L'application industrielle des Aciers est limitée et ce à cause d'une large hystérésis dissymétrique. Leurs principaux intérêts sont le coût de fabrication, relativement faible, et leur bonne tenue en température.

Les compositions types sont les suivantes :

- ♦  $5 < Cr < 13\%$ ,  $Ni < 10\%$ ,  $Mn < 15\%$ ,  $Si < 7\%$ .
- ♦  $13 < Cr < 15\%$ ,  $Ni < 10\%$ ,  $Mn < 15\%$ ,  $Si < 7\%$ .

Leur usinage est identique à celui des aciers classiques mais leur mise en forme est plus compliquée [1].

### **3.1.4 Les autres matériaux à mémoire de forme :**

Certains polymères présentent un effet mémoire de forme. Ils se déforment sous contrainte puis retrouvent leur forme initiale une fois la contrainte supprimée. Si, lors de l'application de la contrainte, on refroidit le polymère au dessous de sa température de transition vitreuse, celui ci ne retrouve sa forme qu'après réchauffement. Cette température est relativement basse pour les polymères classiques [1].

D'un autre coté, certaines céramiques, essentiellement les oxydes de Zirconium, présentent une transformation martensitique thermoélastique. Exemple de l'oxyde  $ZrO_2$  dont la température de transformation se situe vers  $880\text{ C}^\circ$  [1].

Propriétés	Ti-Ni	Cu-Al-Ni	Cu-Zn-Al
Densité (Kg/m <sup>3</sup> )	6500	7200	7800
Résistivité (10 <sup>-6</sup> W/m)	A 1,0	0,1	0,07
	M 0,8	0,14	0,12
Chaleur spécifique (J/Kg .C°)	470-620	400-480	390
Chaleur de transformation (J/Kg)	25000	8000	8000
Module de Young (GPa)	70-98	80-100	70-100
Limite élastique (MPa)	A 150-300	150-300	150-300
	M 200-800		
Température de Transformation (C°)	-200/+100	-200/+170	-200/+120
Hystérésis (C°)	20-30	20-30	10-20
Température Maximale pendant 1 h (C°)	400	300	160
Amortissement (SDC %)	15	10	30
Déformation pseudoélastique (%)	4	2	2
	*10	10	10

**Tab1.1** : Propriétés des différents AMF,[1].

\* Monocristal ou forte texturation.

## 4. Phénomènes de vieillissement et de stabilisation :

### 4.1 Vieillissement ou maintien prolongé en phase $\beta$ :

Si on opère un maintien prolongé en phase  $\beta$  pour un alliage de type Cu-Al-Ni, il y aura apparition d'un phénomène de diffusion, au bout de Dispositif à Dispositif, qui tendra la phase  $\beta$  métastable vers un équilibre thermodynamique. Il y aura apparition soit de phase  $\gamma_2$  ( $\text{Cu}_9\text{Al}_4$ ) soit de la phase  $\beta_2$  ( $\text{NiAl}$ ). Ces précipités riches en Al, appauvrissent la phase mère en cet élément et déplacent ses points de transformations vers les hautes températures.

De plus, ils freinent le mouvement réversible des interfaces A/M. Le stade ultime est la disparition de l'effet mémoire [5].

### 4.2 Stabilisation ou maintien prolongé en phase Martensite :

Ce phénomène se traduit par une transformation inverse ( $M \rightarrow A$ ) incomplète, déportée vers les hautes températures et qui présente des irrégularités dans les courbes de transformations [5], (fig1.12). Deux causes sont à l'origine de cette stabilisation :

- ▲ L'évolution structurale de la Martensite : une mise en ordre différente de celle de  $\beta$ .
- ▲ Le piégeage des interfaces A/M par des lacunes de trempe.

On observe que la quantité d'austénite formée, après transformation, diminue en fonction du temps de vieillissement. Si la stabilisation est totale, la martensite reste inchangée même à température supérieure à  $M_s$ .

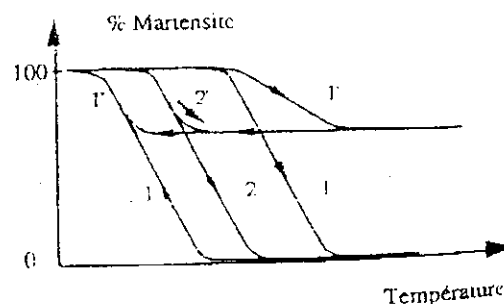


Figure 1.12 [1]: Représentation schématique de la stabilisation :

1. Première montée décalée vers les hautes températures avec 100% de transformation inverse.



2. Première montée décalée vers les hautes températures mais transformation inverse incomplète.

## 5. Effets mémoire et traitements thermiques :

### 5.1 Effets mémoire :

On distingue deux types d'effets mémoire pour les AMF :

#### 5.1.1 Effet mémoire simple sens (EMSS) :

On parle d'"*effet mémoire simple sens*" quand l'échantillon, déformé à basse température, est capable de retrouver sa forme initiale par simple réchauffage ( $T > A_F$ ), et ce, sans aucune sollicitation extérieure. Cet effet apparaît lors d'un chargement séquentiel correspondant à (fig1.13):

- ✓ Un refroidissement, sans contrainte, à partir d'une température  $T > A_F$  jusqu'à une température  $T < M_f$ . Puisque la contrainte est nulle, il y aura apparition de variantes de Martensite « autocommodantes » qui annuleront toute déformation macroscopique.
- ✓ L'application d'une contrainte  $\sigma$  croissante à  $T < M_f$ . Apparition d'une déformation macroscopique due à la réorientation des variantes de Martensite.
- ✓ Un réchauffage jusqu'à une température  $T > A_F$  et disparition de la déformation. L'échantillon retrouve sa forme originale. [1]

La figure suivante montre les étapes durant le changement de phases.

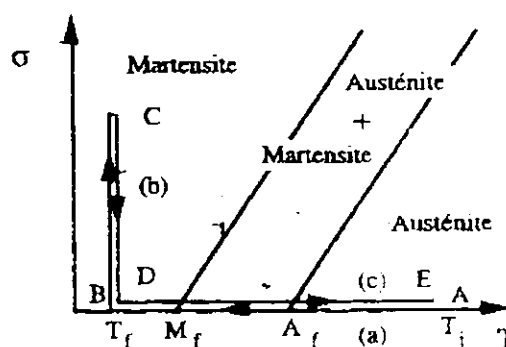


Figure 1.13 [1]: Chargement thermomécanique séquentiel pour obtenir l'EMSS.

(a): Formation de la martensite.

(b) Il n'y a pas de transformation de phase, mais une réorientation des variantes formées lors du refroidissement, accompagnée d'une déformation résiduelle.

(c) La déformation résiduelle disparaît par transformation de phase induite par le réchauffage à  $T > A_F$ .

Pour expliquer ce phénomène, on considère la formation martensite comme étant une distorsion d'une maille carrée en un losange.(fig.1.14)

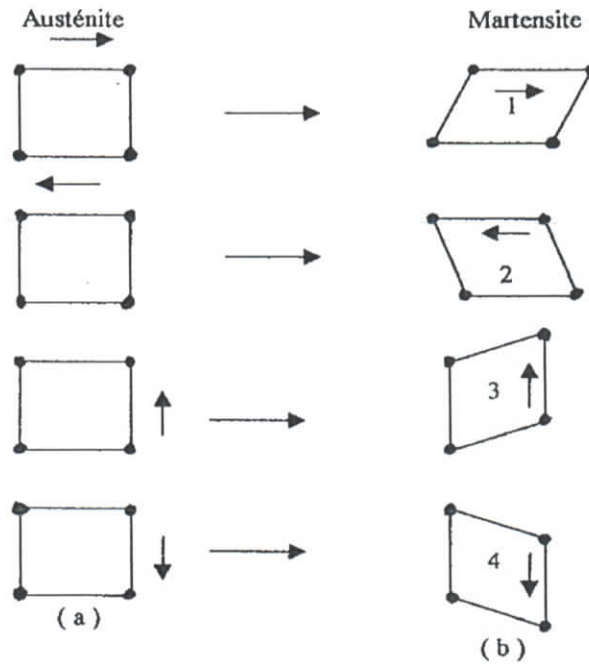
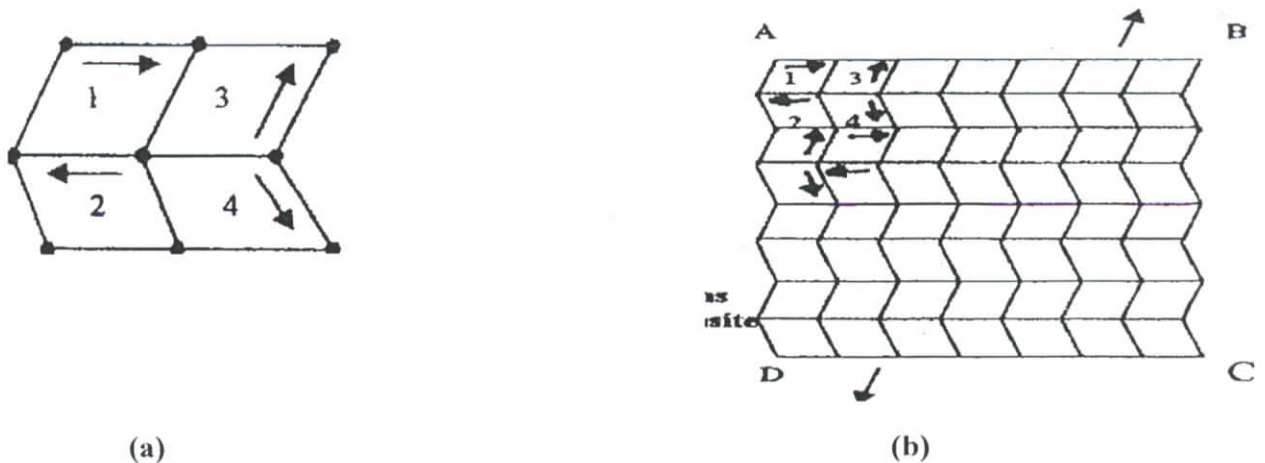


Fig.1.14 : Représentation schématique des différentes façons de transformation A→M.



(a) : Représentation schématique des quatre variantes de martensite  
 (b) : Maillage ayant pour motif les quatre variantes et soumis à une contrainte, [11].

S'il y a application d'une traction (fig.1.15b), il y aura création de variantes privilégiées au détriment des autres (variante N°3).

Si la contrainte est suffisante, on peut aboutir à un spécimen de martensite monovariant, (fig.1.16).

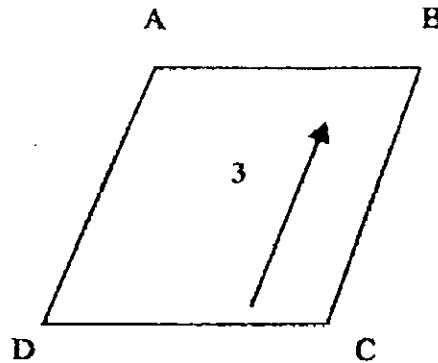


Fig.1.16 :Spécimen, monovariant de martensite, formé par déformation, [11].

### 5.1.2 Effet mémoire double sens (EMDS) :

L'effet mémoire double sens est le résultat d'un traitement thermomécanique appelé : éducation. Ce sont plusieurs cycles de chauffage-refroidissement .A chaque cycle apparaît une déformation résiduelle croissante  $\epsilon_r$ , jusqu'à arrivée à un certain seuil critique  $\epsilon_r$ .

Cette déformation irréversible est associée à des changements de structures internes (densité des dislocations, martensite résiduelle) [1]. Conséquence de cette déformation, la formation d'un champ de contraintes internes qui remplace le champ de contraintes appliquées. C'est ce dernier qui sera responsable de la réorientation des variantes de martensite lors d'un refroidissement sans contrainte ( $\sigma = 0$ ).

DELAEY [10] prétend que la croissance des variantes particulières de martensite est la cause du changement spontané de forme associé à l'effet mémoire double sens (EMDS) pour un refroidissement d'un échantillon d'une température  $T > A_F$  à une température  $T < M_F$ . Les travaux de TONG et WAYMAN ont aboutit à la conclusion suivante: la première plaquette de martensite qui se forme à  $T = M_S$  est la dernière à disparaître à  $T = A_F$ , et la dernière parcelle de martensite à se former à  $T = M_F$  est la première à disparaître à  $T = A_S$ .

Le rapport de la différence entre déformation mesurée  $\epsilon_m$  et déformation appliquée pour éduquer le matériau  $\epsilon_a$  et la déformation appliquée  $\epsilon_a$ , est appelée : rendement de l'éducation.

$$\eta = \epsilon_m - \epsilon_a / \epsilon_a$$

## 5.2 Différents modes d'éducation :

### 5.2.1 Cyclages mettant en jeu la diffusion atomique :

Ces méthodes ne sont pas générales mais déterminées d'après l'alliage utilisé. C'est le cas par exemple de l'alliage cuivreux Cu-Zn-Al. Pour induire un EMDS, on courbe une plaquette, initialement rectiligne, autour d'un cylindre, on chauffe puis on refroidit à température ambiante. Il y aura une diffusion qui sera la cause d'une martensite stabilisée au-dessus de  $A_F$ .

### 5.2.2 Cyclage thermique utilisant l'EMSS :

L'échantillon est initialement à l'état martensitique. On fait subir à l'échantillon une certaine déformation. Puis, on effectue un chauffage à hautes températures ( $A_F < T < M_d$ ), suivi d'un refroidissement rapide. Après un certain nombre de cycles, l'alliage prend une forme déformée à basse température et reprend sa forme initiale à haute température et ce sans aucune contrainte appliquée. C'est l'Effet Mémoire Double Sens [1].

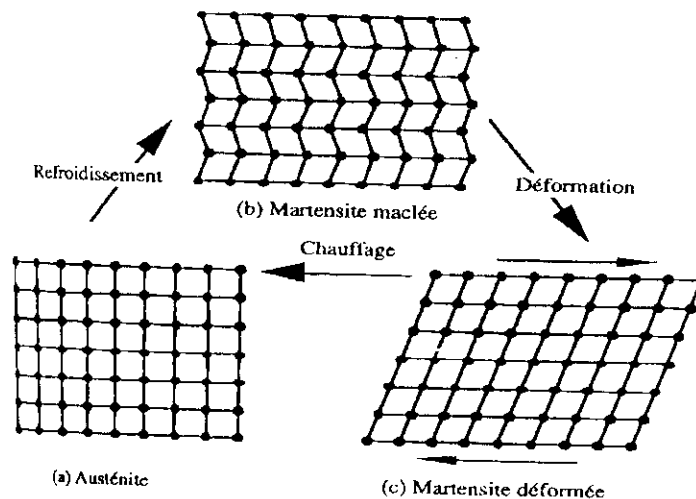


Figure 1.17 [1]: (a) l'austénite est refroidit et forme de la martensite macléc (b).Déformation par le déplacement des joints de macles (c).Un chauffage provoque le retour à l'état initial.

### 5.2.3 Cyclage thermique avec déformation imposée :

L'alliage étudié, à l'état austénitique, est soumis à une déformation telle que la contrainte correspondante soit insuffisante pour engendrer les variantes de martensite. Au refroidissement, la contrainte provoque l'apparition de variantes privilégiées orientées dans les sens de la déformation. Cela a pour effet la relaxation de la contrainte, et l'augmentation de la déformation au-dessus du seuil imposé, ce qui prouve qu'il y a croissance des variantes favorisées, en l'absence de contrainte lorsque la température s'abaisse. Après un certain nombre de cycles, on constate l'apparition de l'effet mémoire double sens (EMDS).

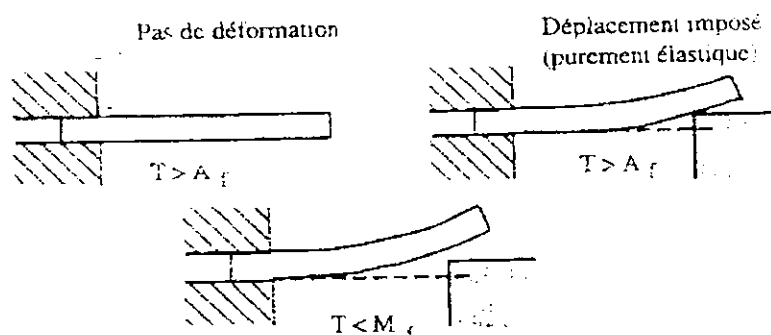


Figure 1.18 : [1] Processus d'éducation avec déformation imposée dans l'état austénitique

### 5.2.4 Dispositif thermique sous contrainte constante :

On fait subir à l'échantillon des cycles de chauffage-refroidissement et ce, sous contrainte constante. A  $T > A_F$ , applique une contrainte sur le matériau provoquant une déformation élastique faible  $\gamma_e$ . Au refroidissement, il y a orientation préférentielle des variantes de martensite ce qui a pour effet d'augmenter la déformation de l'échantillon.

Au réchauffage, la phase martensitique orientée disparaît et le matériau retrouve sa forme initiale. On constate qu'après un nombre de cycles thermiques précis, le matériau adopter deux configurations selon sa température  $T_1 < M_F$  et  $T_2 > A_F$  sans contrainte aucune. Le cyclage thermique sous contrainte constante reste le meilleur moyen d'obtenir l'EMDS.

### 5.2.5 Cyclage en contrainte au-dessus de $A_f$ : cycles super-élastiques :

On applique à l'alliage un cycle sous contrainte à température constante  $A_f < T < M_d$ . La contrainte maximale atteinte, le matériau présente une déformation induite permanente. Elle est due d'une part à de la martensite stabilisée et d'autre part à de la déformation plastique vraie. Après un certain nombre de cycles il y a apparition de l'EMDS. Dans ce cas le rendement est moindre relativement au cyclage sous contrainte constante.

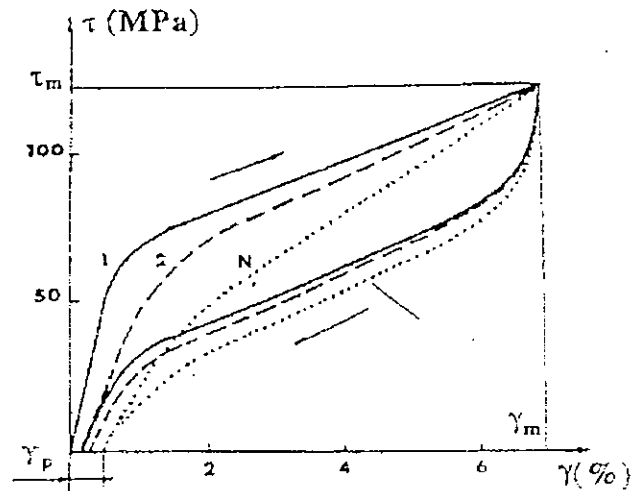


Figure 1.19 [1]: Dispositif en contrainte, à température constante  $T > A_f$ . Alliage Cu-Zn-Al. Evolution de la courbe contrainte-déformation avec le nombre de cycle N, [1].

## 6. Méthodes de caractérisation de l'effet mémoire :

### 6.1 La méthode thermique :

Cette technique consiste à mesurer la différence de température instantanée entre un échantillon et un étalon inerte lorsqu'ils sont soumis à la même loi de chauffage ou de refroidissement. Elle a connu un progrès remarquable avec l'association d'une différence de température avec la variation de l'enthalpie de réaction. Elle est nommée : " Analyse Calorimétrique Différentielle "[5].

### 6.2 La méthode par mesure de la résistivité électrique :

Elle a comme principe de fonctionnement, la mesure des variations de résistivités électriques, entre phase martensitique et phase austénitique. Elle permet d'enregistrer le cycle de transformation martensite-austénite, soit directement après trempe, soit après un traitement de cyclage en température, [11].

Résistivité électrique

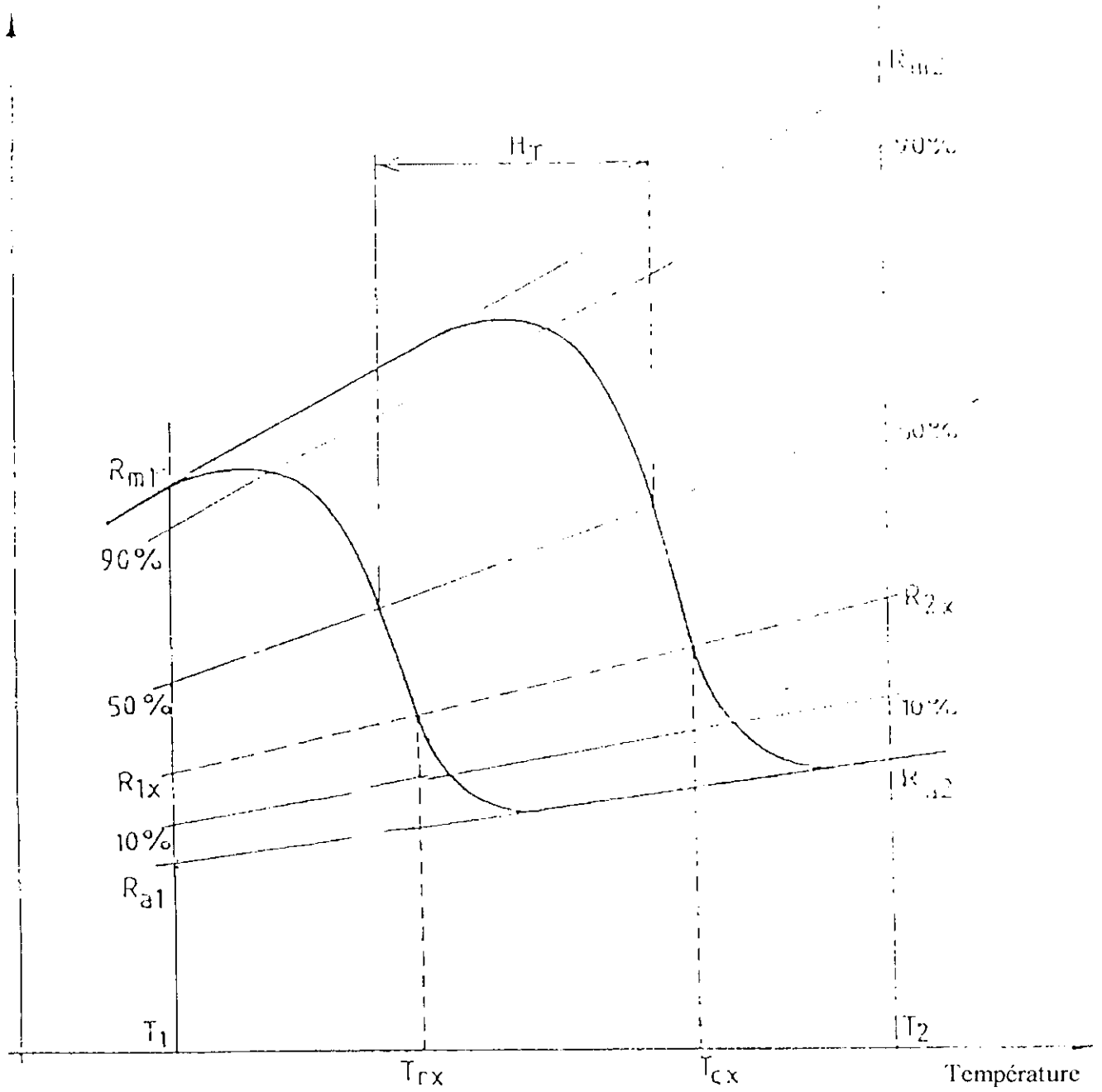


Fig.1.20 : Variation de la résistivité en fonction de la température.

### 6.3 La dilatométrie :

La dilatométrie met en évidence les variations dimensionnelles de l'échantillon en fonction de la température. La dilatométrie à faible vitesse, dite " classique", est préférable dans le cadre de changements de phases, accompagnés de variations en volume assez importantes. Par contre, la dilatométrie à grande vitesse, est souhaitée pour l'application de traitements " rapides" (vitesse de traitements jusqu'à 200 °C/s) à températures élevées [5].

### 6.4 Le pouvoir thermoélectrique (P.T.E.) :

Elle consiste à mesurer la différence de potentiel électrique  $\Delta V$  qui s'établit aux extrémités de deux blocs métalliques (blocs de référence). Ces derniers entourent de part et d'autre l'échantillon étudié. On impose un gradient de température entre les deux blocs, et c'est ce dernier qui va créer une différence de potentiel électrique entre les deux blocs. La sensibilité du pouvoir thermoélectrique (P.T.E), permet de détecter toute variation structurale au sein de l'échantillon. C'est le cas des phénomènes de remise en ordre ou de précipitations [5].

### 6.5 L'émission acoustique :

Elle consiste à détecter l'émission acoustique caractéristique du cisaillement responsable de la transformation martensitique. Elle est utilisée dans la détection des phénomènes de saccades (" burst") qui apparaissent pendant la transformation [5].

## 7. Différentes applications des A.M.F :

### 7.1 Introduction :

Les alliages à mémoire de forme sont connus depuis 1930. Cependant, il a fallu attendre la fin des années soixante pour voir une application industrielle à grande échelle aux Etats-Unis d'Amérique, pour le compte de la firme Raychem, dans le domaine de l'aéronautique. Les années quatre-vingt, ont vu l'apparition d'autres alliages cuivreux et aciers, pouvant donner un réel élan d'industrialisation à l'avenir.



## 7.2 La transformation martensitique et ses applications :

La transformation martensitique, responsable de l'effet mémoire, développe d'autres propriétés comme la pseudo-élasticité, l'effet amortissant ou encore l'effet caoutchouc. Ces différentes caractéristiques promettent des applications industrielles concrètes. (Tab.1.2)

Effets de la transformation martensitique	Applications
L'effet mémoire simple sens	Raychem (U.S.A) pour les manchons d'accouplement.
L'effet mémoire double sens	Les activateurs (détection de température)
L'effet superélastique	Fabrication des lunettes
L'effet amortissant	Absorbeurs de choc pour machines tournantes ou systèmes vibrants.

Tab.1.2 : Applications des différents effets de la transformation martensitique.[1]

## 7.3 L'évolution de l'Industrie des A.M.F :

### 7.3.1 Etats-Unis :

La première application industrielle d'un alliage à mémoire de forme a été développée par la compagnie Raychem. Le Nickel-Titane a été utilisé comme manchons d'étanchéité et de raccordement pour les avions de combat F14 de Gruman. En effet, les circuits hydrauliques des avions de combat Gruman sont en Titane. Des problèmes de raccordement se posaient, suite à la mauvaise soudabilité du matériau.

Différents secteurs d'activité, ont fait appel à l'alliage Nickel-Titane. On cite : la connectique, l'aéronautique (secteur militaire), le biomédicale (arcs dentaires) et l'industrie automobile.

### 7.3.2 Japon :

Dés les années quatre-vingt, le Japon s'intéresse aux alliages à mémoire de forme principalement les cuivreux et les ferreux. Il existe au sein du pays des élaborateurs de matériaux comme la firme Furukawa, Mitsubishi metals ou Nippon steel, ainsi que des utilisateurs, par exemple :

- Toyota pour des actionneurs de trappes de phares antibrouillard.
- Nissan pour le développement de détecteur/activateurs de systèmes de refroidissement de moteur.
- Tokyo Electric Power Co pour les centrales nucléaires.
- Furukawa pour les montures de lunettes.

### 7.3.3 Europe :

Le premier pays qui s'est intéressé au marché des alliages à mémoire de forme fut le Suisse avec la société **Asea Brown Bower**. Cette firme a développé un grand savoir faire aussi bien au niveau de l'élaboration qu'au niveau d'applications industrielles. Son activité a atteint son sommet dans les années soixante-dix. **Nivarox**, autre société helvétique, est spécialisée dans la transformation : tréfilage du Nickel-Titane etc....

En Italie, la société **Europea Metalli** est spécialisée dans les alliages cuivreux (Cu-Al-Ni). Sa filiale française **Tréfimétaux** est impliquée dans la production de demi-produits cuivreux.

En Belgique, le centre de recherche sur les Première se trouve à l'**Université Catholique de Leuven**. Cette dernière a collaboré avec la société **Proteus** pour développer des applications à base d'alliages cuivreux.

En France, où l'engouement a été de très grande envergure, on cite le **Commissariat à l'Energie Atomique** qui était seul fournisseur européen du Nickel-Titane jusqu'en 1986. Actuellement, le **CEA** se penche sur les applications biomédicales du Nickel-Titane. D'autres sociétés ont montré un intérêt discret pour les alliages à mémoire de forme, on cite :

- **Renault** : disque de rattrapage de jeu en Cu-Al-Ni pour boîtes de vitesse et un actionneur électromécanique pour le réglage des phares.
- **Ten** : la friteuse intelligente utilisant un alliage de Cu-Al-Ni se transformant à Première°.
- **Imago Industries**: le **Thermomarqueur** pour les secteurs agro-alimentaires et pharmaceutiques.

#### 7.4 Domaines d'applications :

##### 7.4.1 Effet mémoire simple sens (EMSS) :

La seule application, à l'échelle industrielle, de l'effet mémoire simple sens fut celle développée par la société Raychem. Elle consiste au couplage de tubes par des manchons Nickel-Titane (fig1.21). Le problème résidait dans les circuits hydrauliques des avions de combat Gruman F14. Ils étaient fabriqués en Titane. La mauvaise soudabilité de ce matériau entraînait un mauvais raccordement. Les manchons en Nickel-Titane furent la solution adéquate. En effet, l'effet mémoire de forme diminue le diamètre du tube de raccordement, une fois celui-ci à température de travail. [1]

Les manchons sont usinés en phase austénitique, de sorte que leur diamètre intérieur soit légèrement inférieur à celui des tubes à raccorder. Puis on refroidit la pièce à l'état martensitique et on le déforme de sorte que son diamètre intérieur soit légèrement supérieur à celui des tubes à connecter. Le montage se fait avec des manchons à froid. Ces derniers réchauffés, exercent une force de serrage pour maintenir les tubes collés [1].

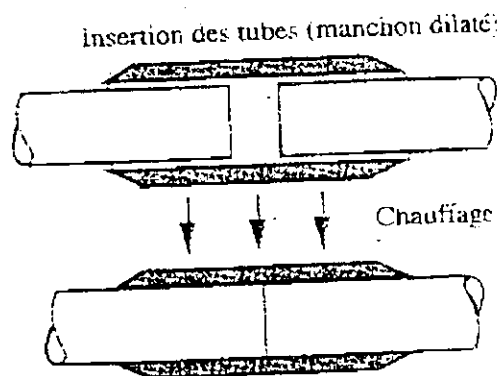


Figure 1.21 [1]: Manchon d'accouplement Raychem

Une autre application, toujours développée par Raychem, est le "Cryocon": un connecteur à force d'insertion nulle. Sa partie femelle est faite par un matériau conducteur, encerclée par une bague en Nickel-Titane. En phase austénitique, la bague est circulaire. Et provoque la fermeture de la fente du conducteur. Une fois la bague refroidit, elle prend une forme oblongue, ce qui rouvre à nouveau la fente

#### **7.4.2 Effet mémoire double sens (EMDS):**

Les dispositifs qui sont basés sur l'effet mémoire double sens, sont appelés : activateurs. Ils servent soit à produire un travail, soit à marquer le dépassement d'un certain seuil. Du point de vue technologique, ils sont les plus sophistiqués. En plus de la métallurgie complexe de l'alliage, une mécanique de précision est nécessaire.

##### **7.4.2.1 Les activateurs électriques :**

Généralement usités pour la production d'un travail. Ils proposent des solutions de remplacement de servomoteurs, de systèmes hydrauliques ou pneumatiques. Ils sont préférentiellement en Nickel-Titane du fait de sa plus grande résistivité électrique vis-à-vis des alliages cuivreux et sa meilleure tenue en fatigue. Ils peuvent être envisagés dans des assemblages automatisés ou en bio-robotique (mouvement de membre artificiel). On citera comme exemple le « crabe-robot » (fig1.22) mis au point par l'**Université de Tohoku**, pour des applications sous-marines ou encore le disjoncteur électrique développé par **BBC**.

Le seul inconvénient dans ce type d'activateurs est le temps de réponse. On peut réduire ce dernier en utilisant des alliages à faible hystérésis.

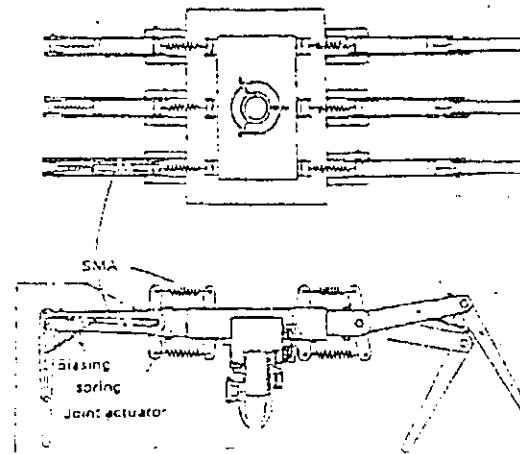


Figure 1.22 [1] : Le Crabe-robot

Vue de face

On peut encore citer l'exemple des "*Muscles Wires*". Ce sont des fils en Nickel-Titane de  $\varnothing 25 \mu\text{m}$  à  $\varnothing 75 \mu\text{m}$ . Il en existe deux types : LT et HT, qui ont respectivement une température  $A_F = 70^\circ\text{C}$  et  $A_F = 90^\circ\text{C}$ . Les "*Muscles Wires*" retrouvent leur forme originelle après allongement sous contrainte, grâce à l'effet mémoire double sens.

#### 7.4.2.2 Les activateurs thermiques :

Ils peuvent répondre à deux tâches : la détection de variation de température ou l'actionnement d'un dispositif. Le type d'alliage utilisé est fonction de plusieurs paramètres dont : la gamme de température de travail, la durée de vie, les phénomènes de fatigue et de vieillissement, l'hystérésis.

Parmi les différentes applications mises au point, on citera : les vannes anti-feu de **Proteus** (fig1.23), branchées sur des tuyauteries et qui ferment le passage au gaz s'il y a dépassement d'une température limite. Les vannes pour pommeaux de douches, pour contrôler l'arrivée de l'eau suivant sa température, créées par **Memory Metals**. Le Thermomarqueur, mis au point par Imago, pour détecter les ruptures sur les chaînes de froid dans le domaine agro-alimentaire et para-médical. Ce dispositif est régi par un ressort en Cu-Zn-Al. L'appareil est entièrement mécanique et autonome.

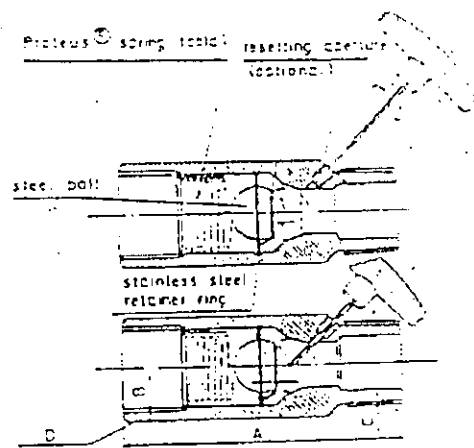


Figure 1.23 [1]: Vanne anti-feu

### 7.4.3 Effet superélastique :

Les domaines d'applications sont essentiellement le bio-médical et l'habillement. Dans le domaine médicale, l'utilisation de dispositif à base d'alliage à mémoire se retrouve dans :

- ♣ La chirurgie et l'orthopédie.
- ♣ Orthodontie.
- ♣ Instrumentation.

L'application de tels dispositifs posent le problème de biocompatibilité, c'est-à-dire les interactions entre le métal et le tissu vivant. Pour le Nickel-Titane, le pouvoir cancérogène du Nickel a freiné son application à grande échelle. Il est réduit à des applications externes au corps humain. C'est le cas des arcs dentaires pour corriger des anomalies de positionnement des dents (fig1.24). Ils ont plusieurs avantages comparativement aux arcs classiques. Ils s'adaptent parfaitement au profil d'alignement de la dentition tout en maintenant une contrainte constante. Ils évitent tout dommage du tissu en appliquant la contrainte exacte nécessaire au repositionnement des dents.

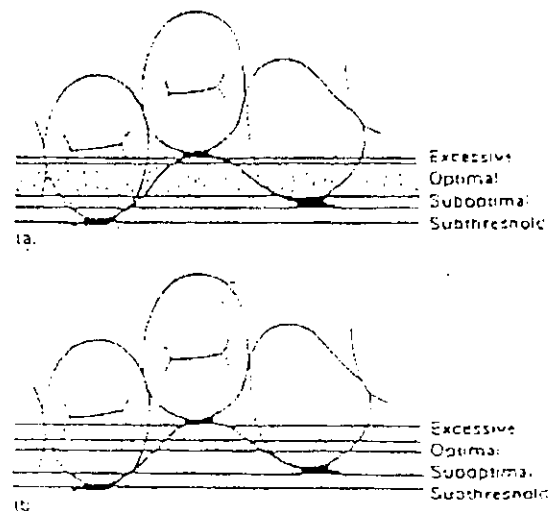


Figure 1.24 [1]: Arcs dentaires. a) en fil superélastique, (b) fil en acier

Autre domaine d'exploitation de l'effet superélastique : l'habillement et la lunetterie. C'est le cas du Japon, avec la commercialisation par la société Furukawa de lunettes en alliage à mémoire de forme. Elles présentent plusieurs atouts. D'une part, elles s'adaptent au visage de l'utilisateur et ce sans déformation plastique, elles peuvent reprendre leur forme initiale par simple réchauffement. D'autre part, le Nickel-Titane résiste bien à la corrosion (transpiration, graisse) et ne provoque pas d'allergie suite à un contact prolongé avec la peau.

On citera encore les montures des verres développées par la même société. Puisque les polymères ont tendance à sortir de leur logement, conséquence d'une grande dilatation thermique, une monture en AMF a été créée pour palier à ces pertes en verre.

#### 7.4.4 Applications artistiques :

Ces applications en marge du marché industriel, prouvent la curiosité et 'intérêt que suscitent les AMF. On citera comme exemple :

- Le totem du futur de Raychem, exposé en Californie.
- Le buste hermaphrodite de Souriau.
- Le Madylam de Cézus.
- L' Imago par la société Imago (fig1.25).

*Le sous-ensemble presse se compose des éléments suivants:*

- |                         |  |
|-------------------------|--|
| 1- Axe central          | 6- Cinq ressort de presse en AMF           |
| 2- Chapeau              | 7- Plateau inférieur                       |
| 3- Cinq pistons         | 8- Distributeur d'air de refroidissement   |
| 4- Cinq tubes de verres | 9- Deux souffleries d'alimentation en air. |
| 5- Plateau supérieur    |  |

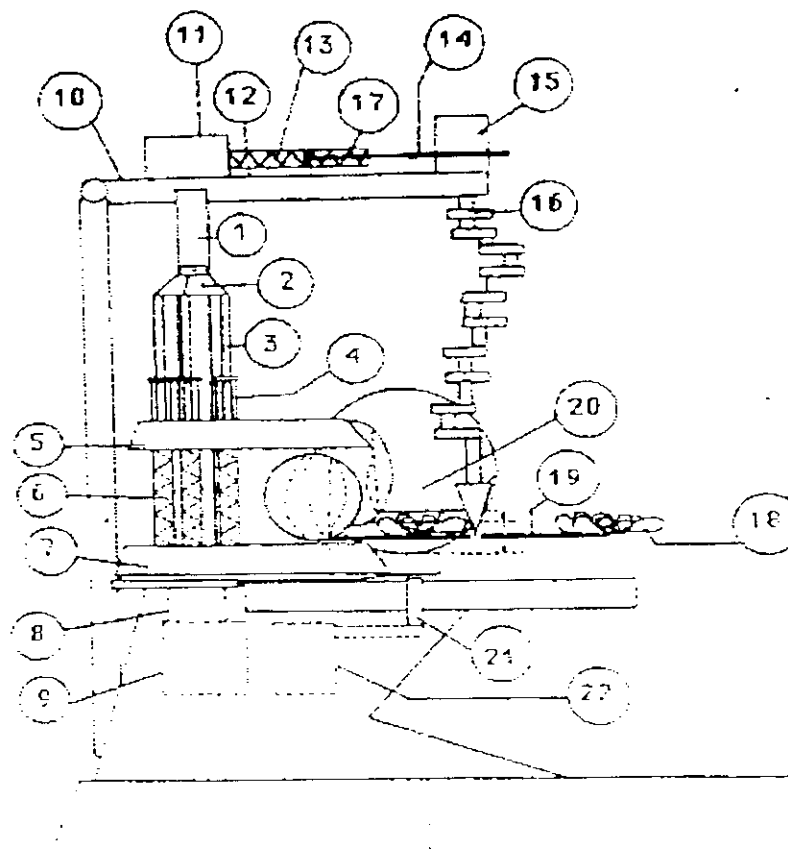


Figure 1.25 [1]: Sculpture technologique « l'IMAGO » par Imago



## 1. Introduction :

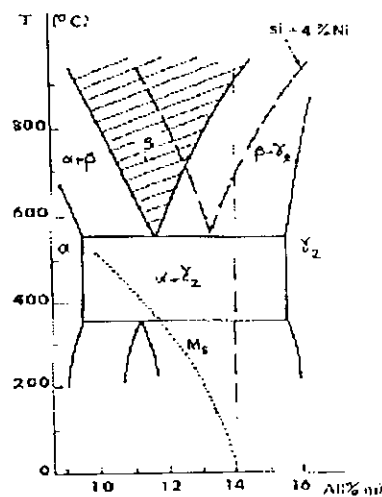
Ce travail consiste en la caractérisation de l'effet mémoire pour un alliage du type Cu-Al-Ni. Pour ce faire, on effectuera l'« éducation » de l'alliage par un cyclage thermique avec déformation imposée sur le premier échantillon. Ce dernier a les caractéristiques suivantes : longueur: 5 cm, épaisseur : 0,5 mm.

D'autre part, on étudiera les différentes caractéristiques de la structure martensitique (points de transformations, hystérésis, étalement, et enthalpie de transformation) par métallographie et courbe D.S.C sur le deuxième échantillon qui a les caractéristiques suivantes : longueur : 2,5 cm, épaisseur : 0,5 mm.

## 2. Alliage utilisé :

### 2.1 Composition chimique :

L'échantillon utilisé est un alliage ternaire à base de cuivre, le Cu-Al-Ni. La composition de cet alliage varie de 9.5% d'Aluminium à 15.5% d'Aluminium, avec 4% de Nickel. Il présente le diagramme suivant :



**Figure 2.1 :** Diagramme d'équilibre du Cu-Al. L'adjonction de 4% de Nickel décale la zone de stabilité de β vers les forts pourcentages en Al. [1]

La phase β se transforme de façon eutectoïde à 570 C° en un mélange de deux phases γ<sub>2</sub> et α. La phase β cristallise en un réseau cubique centré désordonné (A<sub>2</sub>).

Lors de la transformation, il y a apparition de nouvelles phases présentant différents ordres atomiques. Par exemple : B<sub>2</sub> (type CsCl) , DO<sub>3</sub> (type Fe<sub>3</sub>Al) ou L2<sub>1</sub> (type Cu<sub>2</sub>AlMn).

La figure suivante schématise les différents ordres atomiques.

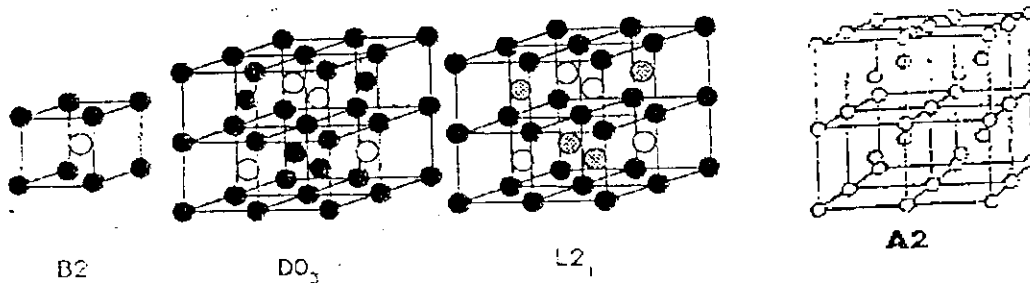


Figure 2.2 : Ordres atomiques des alliages à bas de cuivre. [1]

Un refroidissement rapide de la phase  $\beta$ , depuis la zone de stabilité, la conserve sous l'état métastable et induit sa transformation en martensite. On peut obtenir deux sortes de martensite : la martensite  $\beta_1'$  et la martensite  $\gamma_1'$ . Toutefois, la phase mère doit passer par une étape intermédiaire : la phase  $\beta_1$  phase ordonnée L2<sub>1</sub>. Cette transformation ne peut être supprimée même à grande vitesse. D'après [13] ce changement ordre-désordre se fait en deux étapes successives :  $\beta \rightarrow B_2 \rightarrow L_{21}$ , [13], d'autres auteurs [14] stipulent que la transformation se fait comme suit :  $\beta \rightarrow DO_3 \rightarrow L_{21}$ .

### 2.2 Elaboration :

L'alliage a été élaboré par fusion puis coulé. Les éléments d'alliage sont introduits dans le four sous forme de plaquettes. On veille à ce que les plaquettes de Nickel soient au milieu des plaquettes de Cuivre ; l'ensemble est porté à  $T=1250\text{ C}^\circ$ . L'aluminium est introduit dans une enveloppe en cuivre, et ce afin de limiter les pertes, lorsque le bain est en fusion. En dernier lieu, on introduit les éléments affinants. On prévoit des périodes d'homogénéisation après chaque addition. Le bain est protégé de l'air ambiant par une couche de carbone mélangé à de la cryolithe.

Après coulée de l'alliage, on effectue la mise en forme par filage à chaud. Le matériau est immédiatement trempé à la sortie de la filière, (fig.2.3), [15].

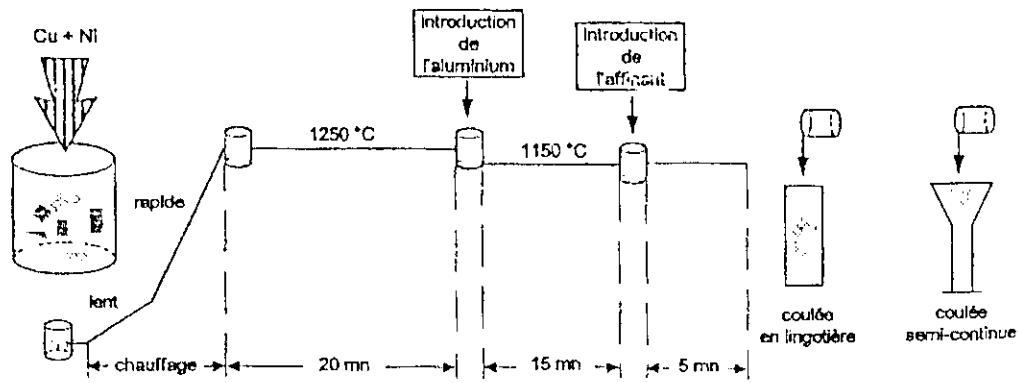


Fig.2.3 : Représentation schématique des différentes étapes d'élaboration, [1].

Le filage à chaud entraîne, d'une part un effet mémoire du type "simple" par déformation à chaud par superélasticité, et d'autre part, un effet de texture qui persiste même après chauffage à haute température.

### 2.3 Caractéristiques métallographiques :

#### 2.3.1 Les phases d'équilibre :

Les phases dans le diagramme sont :

- ♦ La phase  $\beta$  : C'est la phase primaire, elle est caractérisée par un domaine de stabilité en forme de V ce qui restreint la fourchette de composition des alliages. Elle cristallise dans un réseau cubique centré désordonné.(CC). Elle est beaucoup plus malléable que la martensite qu'elle engendre et permet d'importantes déformations nécessaires à la mise en forme de l'alliage. [5]
- ♦ La phase  $\gamma_2$  : Elle est de composition  $Cu_9Al_4$ . Elle cristallise dans un réseau Cubique Complexe à mailles géantes. Elle est dure, fragile et peu conductrice.
- ♦ La phase  $\alpha$  : C'est une solution de substitution Cu-Al. [5]. On peut l'obtenir de deux façons différentes. La décomposition de  $\beta$  ou le refroidissement de la phase liquide pour de faibles teneurs en Al. Elle cristallise dans le réseau cubique à faces centrées (CFC). Elle est malléable à chaud et à froid. Elle confère au matériau un bon comportement au formage à froid.

- ♦ La phase  $\beta_1$  ( $\beta_2'$ ) : C'est une phase de type Ni-Al qui cristallise en une structure CC ordonnée.

Phase	Structure	$a_0$ (nm)	Remarques
$\beta$	c.c désordonnée A2	0,2917	12.5% Al
$\alpha$	c.f.c désordonnée	0,361-0,366	0-9 % Al
$\gamma_2$	Cubique complexe	0,8699	$\text{Cu}_9\text{Al}_4$ phase intermétallique [16]
$\alpha_2$	c.f.c ordonnée	0,3678	10,8%-11,8% Al.

### 2.3.2 Les phases hors équilibre :

Si le refroidissement de phase mère se fait à très grande vitesse, la transformation eutectoïde à 570 C° ( $\beta \rightarrow \alpha + \gamma_2$ ) n'aura pas lieu. On obtiendra des phases hors équilibre. La phase  $\beta$ , métastable, subit une transformation de type ordre-désordre qui aboutira à une phase ordonnée  $\beta_1$  ( $\text{DO}_3$ ). Lorsque cette dernière est rapidement refroidie, elle peut donner trois sortes de martensite.

$\beta \rightarrow \beta'$  : Structure 9R à 450C° : teneur en Al < 10%.

- $\beta \rightarrow \beta_1 \rightarrow$
- 1)  $\beta_1'$  Orthorhombique ordonné 18R, 11-12 % d'Al
  - 2)  $\beta_1' + \gamma_1'$  12.5 – 13.5% d'Al.
  - 3)  $\gamma_1'$  Orthorhombique ordonné 2H, Au dessus de 13,5% d'Al, [17].

Des études ont été effectuées sur l'influence de la teneur en nickel sur les pourcentages ci-dessus. Kim (J.W) [18] a montré que pour des teneurs en Al comprises entre 13,4% et 13,6% et en nickel entre 3% et 3,8 %, la structure obtenue après trempe serait une martensite du type  $\beta_1'$ .

♦ La phase  $\beta_1'$ :

La martensite  $\beta_1'$  est issue de la structure ordonnée  $L2_1$ . Son état d'ordre dépend de celui de la phase  $\beta_1$ . Sa structure parfaite est notée 18R parfois 18R1 (notation de Ramsdell), [5]. Cette structure est géométriquement analogue à la structure 9R. La phase  $\beta_1'$  adopte soit un réseau à symétrie monoclinique soit un réseau à symétrie orthorhombique. Ce dernier comporte 18 plans relevant d'une triple séquence du type (A, B, C, A', B', C') empilés selon la succession suivante :



♦ La phase  $\gamma_1'$ :

La phase  $\gamma_1'$  est issue du cisaillement de la structure  $L2_1$  ( $\beta_1$ ). Elle adopte un réseau à symétrie orthorhombique ordonné 2H. La structure est à base d'un empilement de plans du type  $AB'$  selon la séquence :  $AB'AB' \dots [5]$

Il faut noter, que cette phase peut évoluer sous l'effet d'une contrainte. Elle se transforme alors soit en une phase  $\beta_1'$  (18R1) soit en phase  $\beta''$  (18R2). Proche de  $\beta_1'$ . [19] Si la contrainte prend de plus grandes valeurs, on aboutit à une martensite de structure 6R, nommée :  $\alpha_1'$

## 2.4 Influence des teneurs :

### 2.4.1 Influence de l'Al :

La teneur de l'Aluminium joue un rôle prépondérant dans la transformation martensitique. En effet, suivant la teneur en Aluminium, on peut accéder à différents types de martensite :  $\beta_1'$ ,  $\gamma_1'$ ,  $\beta_1$ , ou  $\beta'$ . Par exemple, pour pourcentage élevé d'Al (> 13,5% massique), on obtiendra une martensite du type  $\gamma_1'$ , peu thermoélastique alors que pour une teneur ne dépassant pas 10%, il n'y aura apparition que de la phase  $\beta'$  de structure 9R.

### 2.4.2 Influence du Nickel :

L'adjonction du Ni a pour conséquence directe le déplacement de la zone de stabilité de la phase  $\beta$  vers les zones de hautes teneurs en Aluminium [20], (fig 2.4). Par exemple, pour 4% de Nickel, la composition eutectoïde passe de 11.8% d'Al à 13.2% d'Al. Si la teneur dépasse 5% d'Al, il y aura formation de précipités fragiles de Ni-Al. Cependant, selon certains auteurs [21], [22], l'addition du nickel favorise l'apparition d'une nouvelle phase (NiAl) nommée  $\beta_2$  et entraîne une transformation eutectoïde supplémentaire par un refroidissement lent à partir de l'état monophasé  $\beta$ .

Les alliages utilisés industriellement se situent pour 4% de Nickel, entre 13% et 14% d'Aluminium pour des températures respectives de  $M_s$  : 200°C° et 50°C°.

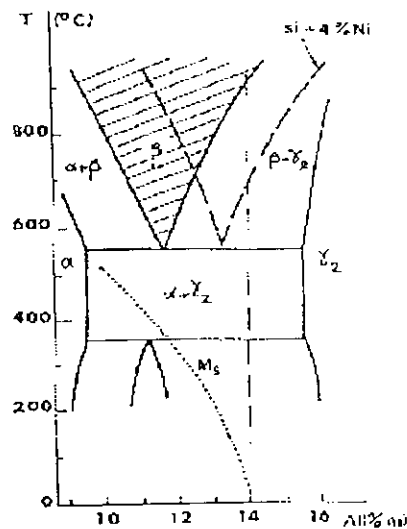


Figure 2.4 : Diagramme d'équilibre du Cu-Al. L'adjonction de 4% de Nickel décale la zone de stabilité de  $\beta$  vers les forts pourcentages en Al. [1]

L'aire hachurée représente la zone de stabilité de la phase  $\beta$ . L'adjonction de 4% de Nickel, décale cette zone à droite. (Zone en trait discontinu).

La relation d'Alexander [21], montre la relation existante entre le pourcentage d'Aluminium et le pourcentage de Nickel :

$$(\text{at Al}\%) = 23,7 + 0,73.(\text{at Ni}\%). \quad [21]$$

### 3. Dispositif expérimental :

#### 3.1 Présentation de la pièce :

On effectue l' "éducation" de l'alliage grâce à un dispositif permettant de maintenir l'échantillon stable. Il est composé de trois parties : deux pièces en forme de rectangles allongés, pour faire oeuvre d'étau, et une troisième partie qui coulisse, pour obtenir différentes longueurs d'échantillons.

La pièce est faite en laiton, matériau dont la conductivité thermique n'entrave pas les cycles de chauffage-refroidissement que subit l'échantillon.

### 4. Mode opératoire :

#### 4.1 Cyclage thermique avec déformation imposée :

On effectue des cycles de chauffage-refroidissement avec déformation imposée. Pour ce faire, on use d'une vis (fig.2.6). La déformation imposée est déduite du nombre de tours faits par la vis.

On utilise un thermomètre pour contrôler la température de chauffage, et la température de sortie après trempe.

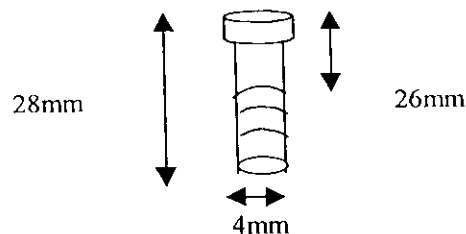


Fig.2.6 : Vis utilisée pour la déformation imposée.

Le dispositif de déformation est schématisée dans la figure .2.7

On chauffe l'échantillon à l'aide d'un sèche-cheveux tout en contrôlant la température, puis on le trempe dans un bac d'eau et on relève la température de sortie de l'eau.

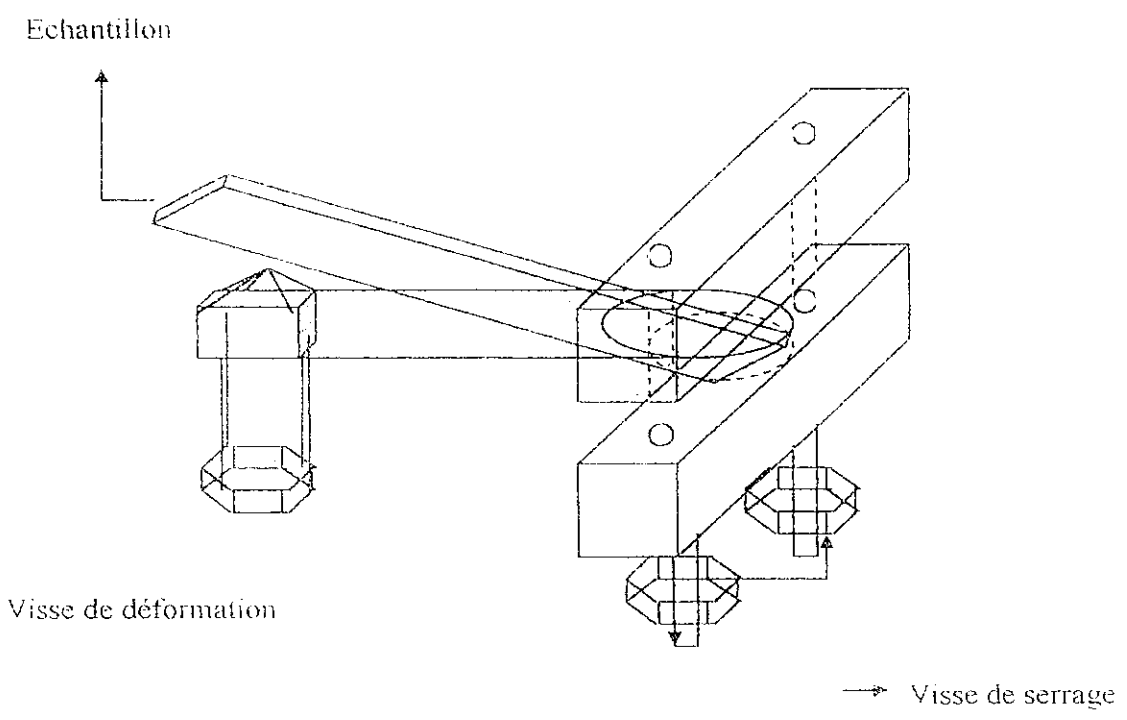


Fig.3.4 . Pièce maîtresse du dispositif expérimental :



L'alliage subit une déformation  $\varepsilon$  qui équivaut à 3 tours complets.

La visse a un diamètre de  $d= 4$  mm, et le pas de son filetage est de  $h = 1$  mm.

On en déduit la déformation ,pour trois tour,  $\varepsilon = 3h$ , avec :

On obtient :

$$\varepsilon = 3 \text{ mm.}$$

On répète ce cycle un certain nombre de fois, jusqu'à apparition de l'effet mémoire.

#### 4.2 La méthode par Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) :

Il existe plusieurs techniques permettant de caractériser la transformation thermoélastique. C'est-à-dire capables de déterminer les points de début et fin de transformation directe ( $M \rightarrow A$ ) et indirecte ( $A \rightarrow M$ ). On peut citer : la méthode par mesure de la résistivité électrique, la dilatométrie, le pouvoir thermoélastique (P.T.E) ou l'émission acoustique. [5]

L'Analyse thermique différentielle classique consiste à mesurer la différence de température entre un échantillon et un étalon inerte, quand ces derniers sont soumis à la même loi de refroidissement ou de chauffage. Lorsqu'on a pu associer cette différence de température à une variation d'enthalpie de réaction, son nom devint l'Analyse Calorimétrique différentielle.

Le présent travail se basera sur cette technique pour obtenir les informations caractéristiques de la transformation martensitique thermoélastique.

##### 4.2.1 Principe de la mesure DSC :

La figure suivante (fig.2.8) montre le schéma de principe d'une cellule de mesure DSC.

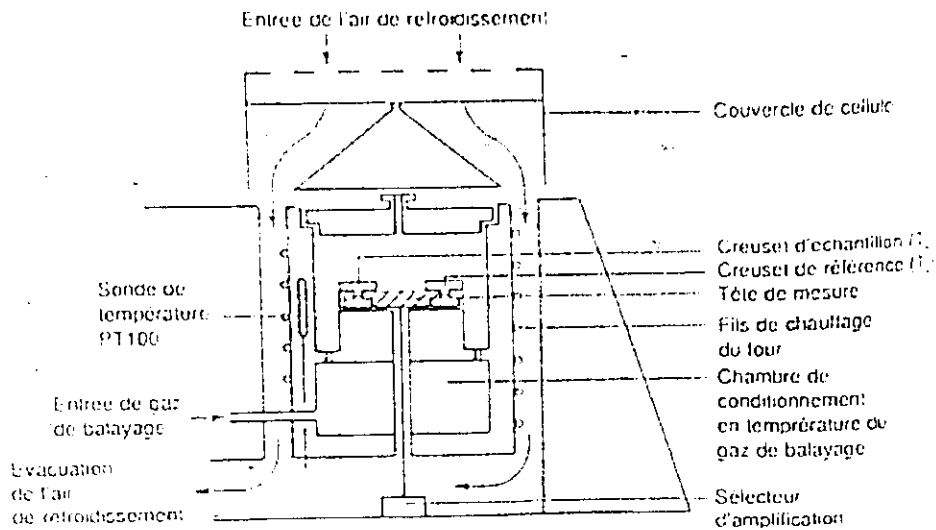


Fig.2.8 : Four D.S.C[1]

Deux creusets identiques sont disposés de façon symétrique sur la tête de mesure pour égaliser les flux de chaleurs reçus par les deux creusets. Un gaz de balayage est introduit afin de neutraliser l'oxygène de l'air ambiant, empêchant de ce fait toute réaction entre ce dernier et l'échantillon. De l'air ambiant est introduit comme moyen de refroidissement.

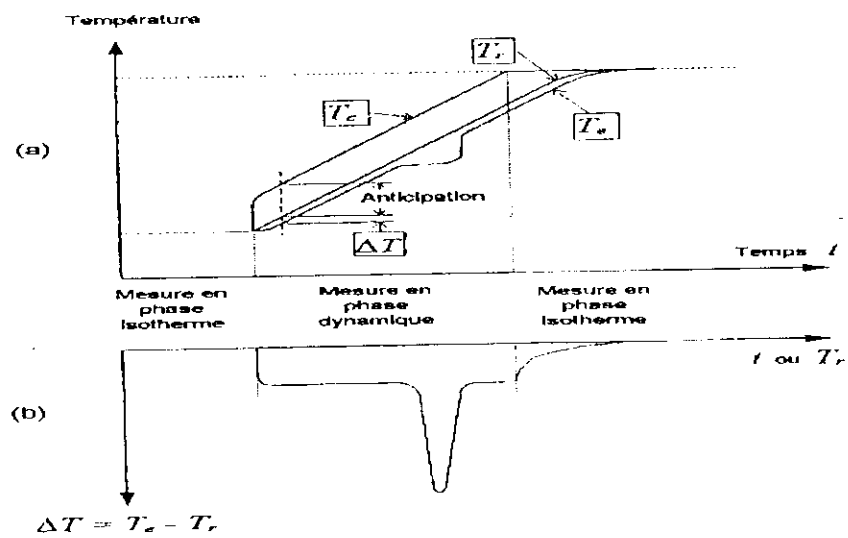


Fig.2.8. (a) Variations respectives en fonction du temps de :

- la température du four ( $T_c$ ).
- la température du creuset de référence ( $T_r$ ).
- la température de l'échantillon ( $T_e$ ).

(b) Variation de  $\Delta T$  ( $\Delta T = T_e - T_r$ ), soit en fonction du temps  $t$  soit en fonction de  $T_r$ , [5].

Pour pouvoir mesurer exactement les écarts de température entre l'échantillon ( $T_e$ ) et le creuset de référence ( $T_r$ ), il faut que ce dernier suive une loi rigoureusement linéaire (fig.2.8). Pour ce faire, on règle la température du four ( $T_c$ ) pour neutraliser les effets dus à l'inertie thermique. La différence de température enregistrée est définie par la relation suivante :

$$\Delta T = T_c - T_r.$$

Elle est mesurée grâce à une série de thermocouples placés, en série, dans le dispositif de mesure. Pour transformer le signal  $\Delta T$  en signal DSC, on définit le flux de chaleur  $\frac{dq}{dt}$  (soit dans la direction de l'échantillon, soit dans la direction du creuset), comme suit :

$$\frac{dq_e}{dt} = \frac{T_c - T_e}{R_{th}}, \text{ avec : } R_{th} : \text{ Résistance thermique.}$$

$$\frac{dq_e}{dt} : \text{ Flux en direction de l'échantillon.}$$

De même, pour le cas du creuset :

$$\frac{dq_r}{dt} = \frac{T_c - T_r}{R_{th}}, \text{ avec : } \frac{dq_r}{dt} : \text{ Flux en direction du creuset de référence.}$$

En tenant compte de la symétrie du montage, qui donne une résistance thermique constante, on définit la variation d'enthalpie, par unité de temps, comme suit :

$$\frac{dh}{dt} = \frac{dq_e}{dt} - \frac{dq_r}{dt} = -\frac{T_e - T_r}{R_{th}} = -\frac{\Delta T}{R_{th}}$$

On adopte les termes d'"endothermique" et d'"exothermique", afin d'éviter tout problème de signe. Etant donné que  $\Delta T$  est mesurée à partir de thermocouples, on peut écrire pour chaque thermocouple :

$$\Delta T = \frac{\Delta U}{S}, \text{ avec : } \Delta U : \text{ la différence de potentiel entre la source chaude et la}$$

source froide du thermocouple.

S : Paramètre qui dépend de la nature du thermocouple.

La détermination de la *sensibilité calorimétrique* ( $E = S.R_{th}$ ) est importante dans le processus de mesure des variations d'enthalpies. En effet, ce paramètre est fonction de la température, et de la cellule de mesure. Il peut être décomposé en produit de deux facteurs :

- Un terme  $E_{rel}$  qui dépend de la température.
- Un terme  $E_{in}$  propre à la cellule de mesure ; ce dernier est indépendant de la température. [5]

$$E = E_{rel} \cdot E_{in}. [5]$$

Le terme  $E_{rel}$  est mis en mémoire dans le processeur de l'appareil sous forme d'une fonction polynomiale programmée une fois pour toutes. Par contre, le terme  $E_{in}$  est déterminé par un essai de calibration, par exemple : la température de fusion de l'indium, [5].

#### 4.2.2 Méthodes d'exploitation des courbes DSC :

La variation d'enthalpie ( $\Delta H$ ) associée à la transformation  $A \rightarrow M$ , est obtenue à partir des courbes DSC. La figure suivante (fig.2.9) en est un exemple. La ligne de base dépend de l'allure générale du diagramme. Elle peut être sous forme d'une droite ou une courbe. La variation  $\Delta H$ , représente l'aire comprise entre le pic et la ligne de base. Les bornes d'intégrations sont données par les points de début et de fin de réaction ( $t_d$  et  $t_f$  respectivement).

$$\Delta H = \int_{t_d}^{t_f} \frac{dh}{dt} dt$$

$t_d$

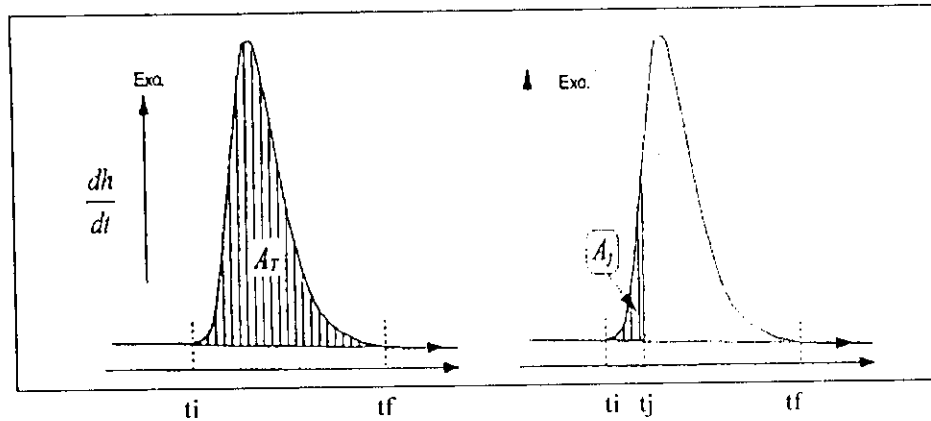


Fig.2.9 Diagramme DSC d'une transformation : phase mère  $\rightarrow$  phase martensitique.

(a) Aire totale du pic  $A_T$ .

(b) Fraction  $A_j$  correspondant à la fraction transformée Y.[5]

A un instant ( $t = t_j$ ), la fraction transformée Y est égale à :

$$Y = \frac{A_j}{A_T}$$

Différentes solutions ont été proposées pour déterminer les points de début et de fin de transformation. On cite :

- Considérer les points de début et de fin de transformation comme étant les points correspondant respectivement à 5% et 95% de l'évolution. Dans ce cas, seulement 90% de la transformation est prise compte. Il est à noter que cette méthode n'inclut pas l'allure du pic.

- La méthode "onset" : Elle consiste à déterminer les points caractéristiques de la transformation comme étant les intersections des tangentes menées aux points d'inflexion du pic avec le prolongement de la ligne de base. On peut utiliser la courbe dérivée pour déterminer avec précision les points d'inflexion (fig.2.10).

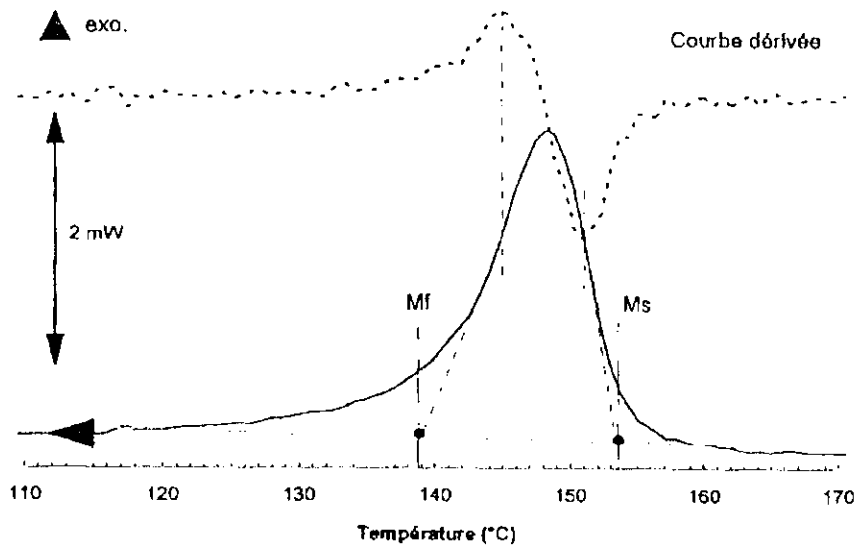


Fig.2.10 : Méthode "onset" pour déterminer les points caractéristiques de la transformation, [5].

En calculant la fraction Y transformée pour chaque point, on obtient la courbe suivante (fig.2.11) :

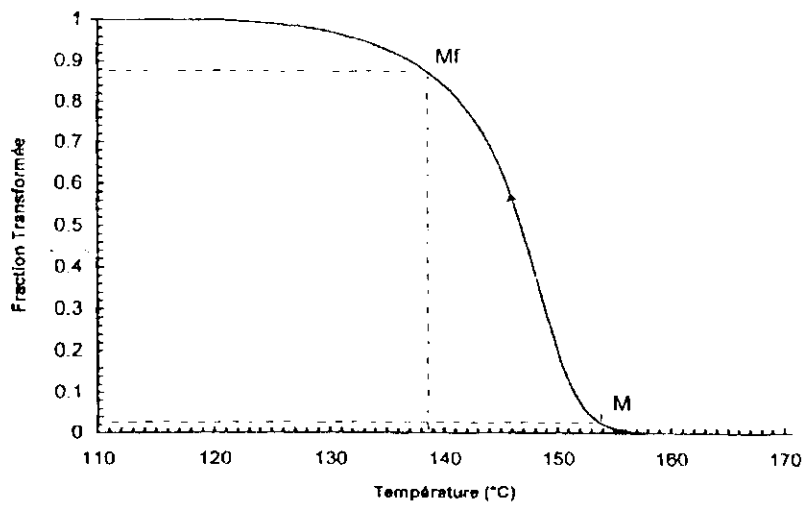


Fig.2.11 : Courbe représentant la variation de la fraction transformée avec la température, [5].

### 4.3 Métallographie :

#### 4.3.1 Introduction :

La connaissance approfondie des matériaux passe par l'évaluation de la forme, de la distribution, de la quantité et de l'identité des constituants qui les composent. Les outils d'observations doivent permettre des agrandissements pour pouvoir analyser la structure cristalline.

Pendant l'élaboration du matériau, plusieurs défauts peuvent apparaître. Les ségrégations dues à la solidification (ségrégation dendritique, *microségrégation* et ségrégation à l'échelle du moulage, *macroségrégation*) forment la *structure primaire* du matériau. Elles sont ineffaçables, quoique atténuables. Cette *structure primaire* se superpose à une *structure secondaire*, qui est modifiable par traitements mécaniques et thermiques appropriés. C'est cette dernière, qui confère en grande partie au matériau, ses propriétés mécaniques, physiques et chimiques.

#### 4.3.2 Manipulation et enrobage :

La manipulation des échantillons exige leur enrobage dans des montages mécaniques ou en matières plastiques durcissant à froid (résines époxydes) ou à chaud (Bakélite), et ce pour faciliter leur polissage, manuel ou automatique.

Dans le cas de l'enrobage à froid, on mélange une solution spéciale avec une poudre appropriée dans un cylindre en plastique. On introduit l'échantillon étudié et on laisse le mélange se solidifier à l'air libre. Une fois la solidification terminée, on obtient une résine solide, [4].

#### 4.3.3 Polissage :

Le polissage effectué dépend de la structure à trouver. Un élément de quelques dixièmes de millimètre, tolère un polissage grossier. Par contre, des composants plus fins exigent un polissage plus précis : le polissage miroir, [4].

On obtient la microgéométrie à l'aide d'outils fins, appelés : abrasifs qui enlèvent des microcopeaux. Pour des raisons de vitesse, on commence toujours par les abrasifs grossiers, puis des abrasifs de plus en plus fins.

On dispose d'abrasifs entre 100 et 10 $\mu$ m collés sur papier ou en toile, [4]. Les abrasifs plus fins, se trouvent sous forme de suspension liquide ou aérosol.

Le polissage peut se faire de différentes façons. On cite le polissage mécanique à l'aide des abrasifs (Tab.2.1.), le polissage électrolytique (Tab.2.3.), où le matériau est plongé dans un électrolyte sous potentiel et courants déterminés ; le polissage chimique, (Tab.2.4.), qui a le même principe que le polissage électrolytique mais sans apport de courant extérieur, et enfin, le polissage ionique, qui s'effectue par bombardement d'ions d'Argon. En générale, il existe trois grandes étapes :

-1) Le prépolissage : à l'aide d'abrasifs appliqués, par exemple la série FEPA, tableau.2.1.

Abrasifs	Magnésite	Chromite	Alumine	Carbure de Si	Diamant
Dureté Mohs	6	8	9	9,5	10

Tab.2.1 : La dureté Mohrs des différents abrasifs, [4].

Tab.2.2 : Granulométrie FEPA (Fédération Européenne des Produits Abrasifs), [4]						
60	80	100	120	150	180	220
240	280	320	360	400	500	600
800	1000	1200	1500	2000	2400	4000

-2) Polissage : à l'aide d'abrasifs libres. Il se décompose en plusieurs étapes :

- Placer la toile de nylon.
- Vaporiser une suspension aérosol diamantée de 6 $\mu$ m sur la toile.
- Lubrification par une huile spéciale.
- Polissage.
- Nettoyage par ultrasons : temps de maintien : environs 20 secondes.
- Séchage.
- On refait les mêmes étapes mais cette fois-ci avec suspension de 1 $\mu$ m.
- Nettoyage par ultrasons.
- Séchage.

-3) Finition : On utilise des poudres très fines en suspension.

▸ On passe au feutre avec une suspension liquide d'Alumine de 0,05 $\mu$ m mélangée à de l'eau distillée.

- Nettoyage aux ultrasons.



**Tab.2.3 :** Composition types d'électrolytes et conditions électriques pour le polissage des alliages cuivreux, [4].

Métaux	Electrolyte	Potentiel [Volt]	Densité de courant [A/cm <sup>2</sup> ]
Alliages de cuivre	Acide orthophosphorique	1,8 à 2	0,02 à 0,1

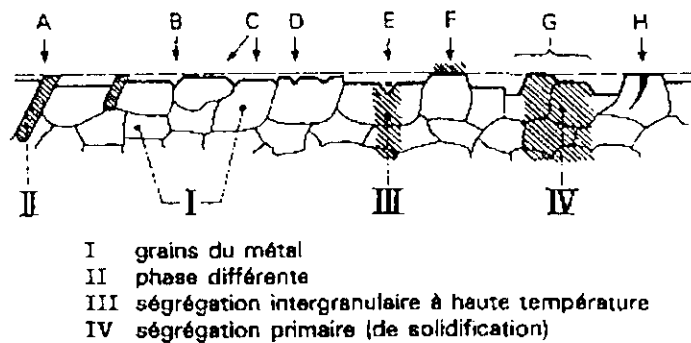
**Tab.2.4 :** Exemples des solutions de polissage chimique et conditions opératoires, [4].

Métaux	Solutions	Température [C°]	Temps [minute]
Alliages au cuivre	-30 cm <sup>3</sup> HNO <sub>3</sub> , 14N. -10 cm <sup>3</sup> HCl, 12N. -10 cm <sup>3</sup> H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> -50 cm <sup>3</sup> acide acétique cristallisable.	70 à 80	1 à 2

**4.3.4 : Attaque chimique :**

L'attaque chimique est indispensable pour mettre en évidence la structure du matériau en question. Le réactif est composé principalement d'acides, de bases et de sels dilués.

La figure suivante (fig.2.12), schématise les différents effets des réactifs d'attaque.



**Fig.2.12 :** Effets de coloration et de reliefs des réactifs macro- et micrographiques, [4].

La dissolution du métal commence aux joints interphases (A), puis aux joints de grains d'une même phase (B). Si l'attaque est prolongée, on obtient un profil en marches d'escaliers (C), résultat de l'érosion de la surface des grains suivant leurs directions cristallographiques. Une corrosion par piqûres sur la surface du grain (D) est possible.

En utilisant des réactifs spéciaux, on révèle des précipités submicroscopiques (E). D'autre part, l'attaque donne lieu à des produits de réactions F adhérents à la surface.

Il faut noter que, les zones plus ou moins ségréguées répondent de façon différente au réactif, ce qui donne lieu à un relief (G) qui se superpose aux précédents. Enfin, les attaques ignées (corrosion sèche limitée), permet de graver profondément les joints de grains (H), [4].

Métaux	Réactifs	Durée et température d'attaque	Effet
Cuivre et laitons.	-Fe(Cl) <sub>3</sub> (1g), HCl(2ml), Eau distillée (100ml).	- 20 à 40 s.4	Microstructure.
	-HNO <sub>3</sub> , 14N (10-50 cm <sup>3</sup> )+H <sub>2</sub> O (100cm <sup>3</sup> ).	- quelques minutes; 20C°.	Macrostructure.
	-(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> (10g)+ H <sub>2</sub> O 100cm <sup>3</sup> ).	-1 minute; 20 à 90C°.	Microstructure.

La composition du réactif, utilisé pour déterminer la structure microscopique de l'alliage à mémoire de forme, est la suivante :

- Eau distillée (100 cm<sup>3</sup>).
- Fe (Cl)<sub>3</sub> (1 g).
- Acide chlorhydrique, Hcl (2ml).

On dispose de poudre de Fe (Cl)<sub>3</sub>, de couleur orange. La pesée se fait grâce à une balance digitale de marque : Sartorius : BP121S.

Ayant les caractéristiques suivantes :

Minimum = 0,1 mg.

Maximum = 1,2g.

Précision =  $10^{-4}$  mg.

Pour obtenir le volume ( $V = 2$  ml) de HCl, on dispose d'une solution aqueuse ayant les caractéristiques suivantes:

Pureté : 37%.

Masse molaire :  $M = 34,46$  g/mol.

1 litre = 1,19 kg.

On extrait le volume  $V$  à l'aide d'une pipette graduée à 10 ml.

On utilise une pipette graduée à 100 ml pour obtenir un volume  $V'$  ( $V' = 100$  ml) d'eau distillée.

#### **4.3.5 Observation au microscope optique et micrographies:**

Après préparation du réactif, on suit les étapes suivantes :

- ▶ Immersion dans le réactif.
- ▶ Nettoyage par eau distillée puis par l'alcool.
- ▶ Séchage.
- ▶ Aplatissement de la surface de l'échantillon, afin d'obtenir une image nette, sans zones floues.
- ▶ Observation au microscope optique.

#### **4.3.6 Microduretés :**

Nous effectuerons des microduretés Vickers. La formule suivante donne la valeur de la dureté Hv.

$$Hv = 1854 \cdot \frac{P}{(0,159 \times n)^2}, [9]. \text{ Avec } n = \text{diagonal moyenne de l'empreinte, } n[\mu\text{m}].$$

$P =$  charge appliquée,  $P$  [g].

## 1. Introduction :

Pour obtenir une bonne analyse de la structure cristalline, une bonne caractérisation s'impose. Pour ce faire, on utilisera des courbes DSC pour obtenir les différentes caractéristiques de la transformation martensitique (points de transformations, étalement, hystérésis et enthalpie de transformation).

## 2. Caractérisation de l'alliage :

### 2.1 Propriétés thermoélastiques :

La courbe DSC (fig.3.1) permet d'obtenir les différents points caractéristiques e la transformation martensitique. Pour ce faire, on utilisera deux méthodes :

◆ On considère les points caractéristiques de la transformation comme points correspondant respectivement à 5% ( $M_F$ ) et 95% ( $M_S$ ) de l'évolution (Tab.3.1). On obtient alors :

Points caractéristiques.	$M_S$	$M_F$	$A_S$	$A_F$	$E_c = A_F - A_S$	$E_r = M_S - M_F$ .
Valeurs	50,492	32,131	48,852	64,918	16,06	18,361

◆ En utilisant la méthode "onset" : On obtient les valeurs suivantes (Tab.3.2):

Points caractéristiques	$A_F$	$M_S$	$A_S$	$M_F$	$E_c = A_F - A_S$	$E_r = M_S - M_F$
Valeurs [C°]	71,148	50,82	40,65	23,607	29,18	28,66

La méthode "onset" est plus fiable que la première méthode. Cette dernière ne prend en compte la dissymétrie de la courbe, de plus, seulement 90% de la transformation est pris en compte. Des valeurs du tableau, on conclut que la transformation est une transformation thermoélastique de type II ( $M_F < A_S < M_S < A_F$ ). L'enthalpie de transformation au chauffage est la même que celle au refroidissement, c'est-à-dire  $\Delta H = 2 \text{ J/g}$ . On remarque que la transformation martensitique ( $M \rightarrow A$ ) est exothermique.

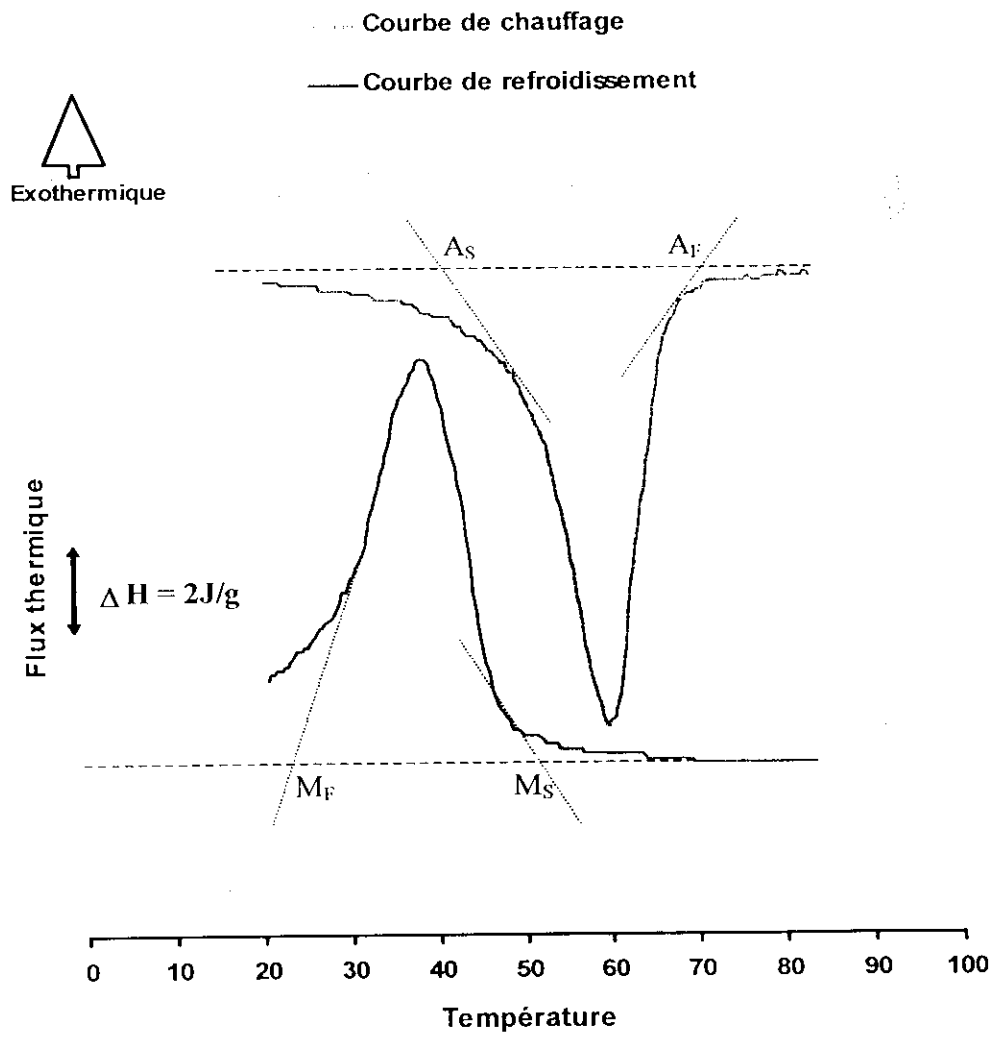


Fig.3.1 : Diagramme DSC relatif à l'alliage Cu-Al-Ni.

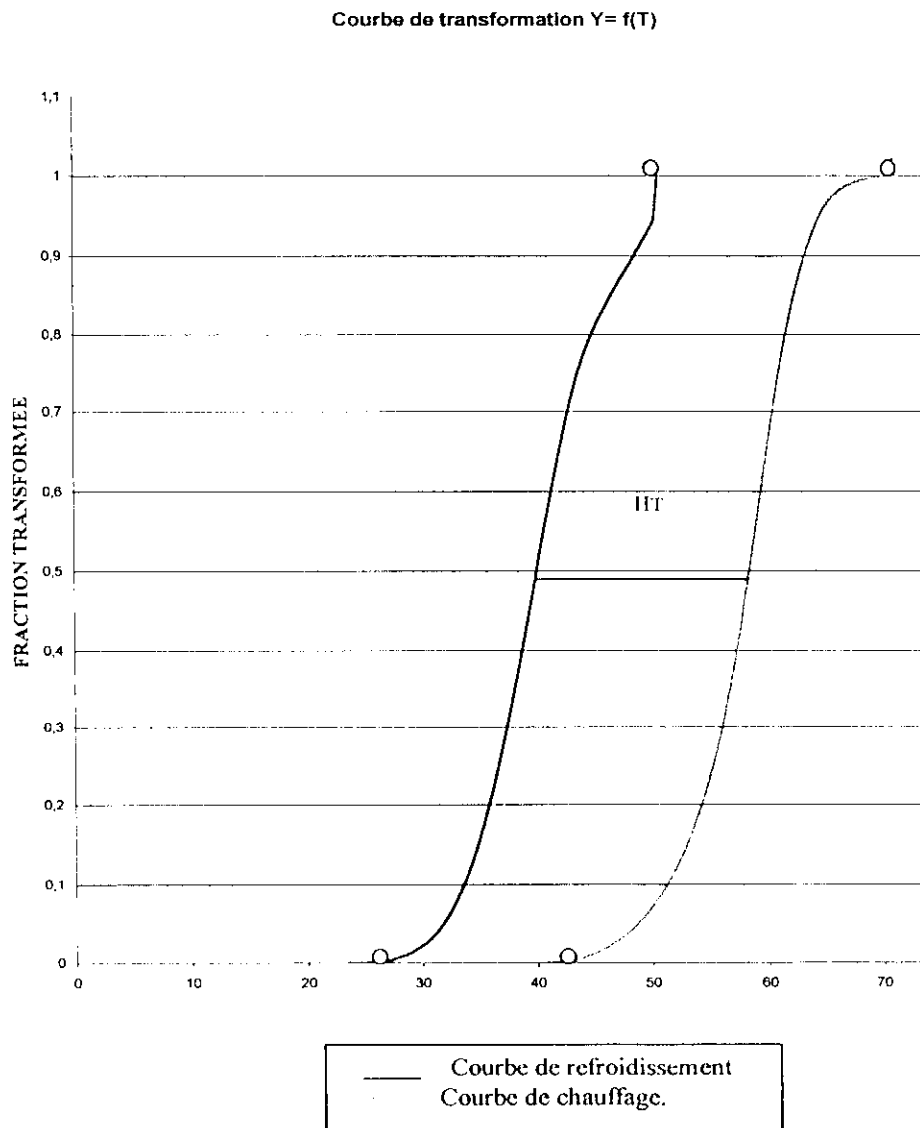
Pour obtenir l'hystérésis  $H_T$ , on calcule pour chaque température  $T_i$ , la fraction transformée correspondante. Pour ce faire, on applique la relation suivante :

$$Y = \frac{S_i}{S_T}, \text{ avec : } S_i: \text{ surface entre le point "i" et le point } M_S \text{ ou } A_S, \text{ respectivement pour des}$$

courbes de refroidissement ou de chauffage.

$S_T$ : surface totale entre le pic de la courbe et sa ligne de base.

En faisant correspondre à chaque température, une fraction  $Y$ , on obtient une courbe en  $S$  (fig3.3). On en déduit l'hystérésis  $H_T = 18,36^\circ\text{C}$



### 2.2 Microdureté :

Les essais de microduretés ont été effectués au Centre de Soudage de Cheraga (CSC), sur une machine Vickers : MICROMET 3, BUHLER LTD. Le pénétrateur Vickers est une pyramide en diamant, à base losange très aplati, avec un angle de  $136^\circ$ . Nous avons utilisé deux charges : 300 gF (gramme-force) et 500 gF. On obtient une Dureté moyenne  $H_v = 258,4$ .

### 2.3 Métallographie :

La prise de photos micrographiques a été effectuée au sein de l'Entreprise Nationale des Grands Travaux Pétroliers (GTP), sur un microscope optique : AXIOLAB, ZEISS : Système MC80. Nous avons utilisé le grossissement X100 (fig.3.2).

On peut déduire à partir des micrographies, la présence de différentes variantes de martensite. Elles se croisent et forme un angle aigu d'environ  $30^\circ$  ( $27^\circ$ ), ce qui leur donne l'apparence d'une aiguille. Ces aiguilles ont des directions préférentielles, résultant de la mise en forme. En effet, le fluage à chaud impose une direction précise par la déformation qu'il crée au sein de la structure. Ce phénomène n'est plus remarqué pour un alliage conçu par la métallurgie des poudres (frittage).

### 2.4 Conclusion :

Des analyses faites dans ce chapitre, nous retiendrons que :

- ↪ La transformation est une transformation thermoélastique de type II.
- ↪ La dureté de l'alliage est de l'ordre de 250 Hv.
- ↪ La structure micrographique se présente sous forme de variantes différentes de martensite. Ces dernières forment entre elles un angle aigu et ont l'apparence d'aiguilles.
- ↪ Les directions des variantes ne sont pas aléatoires. C'est la déformation imposée lors de la mise en forme (fluage à chaud), qui conditionne leur orientations.



**Fig.3.2 Micrographie X100**

Apparition des variantes de martensite.

Et formation d'un angle  $\alpha$   
( d'environ  $30^\circ$  ) entre elles.



### 3. Education de l'alliage à mémoire de forme :

#### 3.1 Introduction :

Nous adopterons, pour l'"éducation" de l'alliage, un cyclage thermique à déformation imposée. Vu sa simplicité et sa reproductibilité, ce mode d'éducation nous procure un gain de temps énorme. De plus, il peut atteindre des rendements de l'ordre de 66%, ce qui est satisfaisant pour une étude introductive dans le domaine des AMF.

#### 3.2 Dispositif expérimental :

Il s'agit d'une pièce en laiton (fig.3.4), qui se compose en deux parties : la première sert d'étai, et ce pour maintenir efficacement l'échantillon durant l'éducation. L'autre partie, inclut une visse pour déformer la pièce.

Le tableau suivant montre les différents cycles d'éducation.

Numéro du cycle	Température ambiante, [C°]	Température de chauffage	Vitesse de refroidissement [°C/s]	Vitesse de chauffage [°C/s]
1	22	75 C°	10,8	5,3
20	22,5	75 C°	11	5,25
40	22,5	75 C°	10,6	5,25
60	22,5	75 C°	10,8	5,25
80	22,5	75 C°	10,7	5,25

Au cours de l'éducation, on remarque que l'alliage commence à présenter un effet mémoire double sens aux environs du 20<sup>ème</sup> cycle. Puis il se stabilise aux environs du 60<sup>ème</sup> cycle. (fig.3.5). Pour s'assurer une bonne éducation de l'alliage, nous avons rajouté vingt cycles supplémentaires.

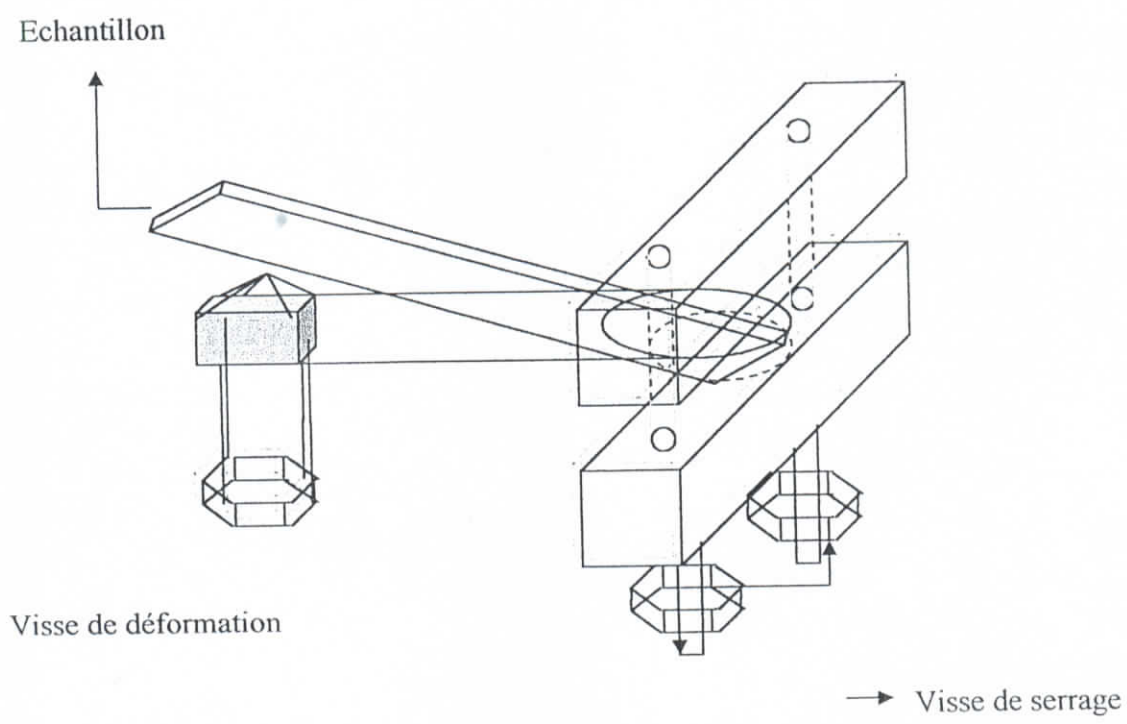


Fig.3.4 : Pièce maîtresse du dispositif expérimental :

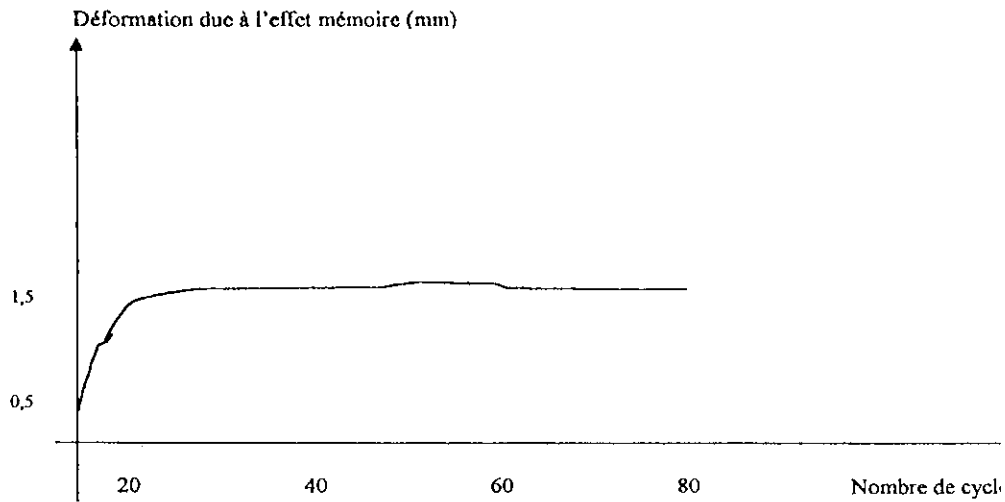


Fig.3.5 : Variation de la déformation due à l'effet mémoire en fonction du nombre de cycles effectués.

Le rendement de l'éducation :

On définit le rendement d'éducation par la relation suivante :

$$\eta = \frac{\varepsilon_m - \varepsilon_a}{\varepsilon_a} = \frac{\varepsilon_{em}}{\varepsilon_a}$$

La déformation appliquée  $\varepsilon_a$  vaut : 3 mm

La déformation mesurée  $\varepsilon_m$  vaut : = 4,5 mm.

La déformation due à l'effet mémoire :  $\varepsilon_{em} = 1,5$  mm.

On obtient donc un rendement qui vaut :  $\eta = \frac{4,5 - 3}{3}$

Et donc :  $\eta = 0,5 = 50\%$ .

### 3.3 Conclusion :

Des résultats qui précèdent, on conclut que :

↪ Il y a influence du nombre de cycles sur la déformation due à l'effet mémoire.

On peut définir deux parties dans la figure (3.5) : la première partie représente l'évolution de l'EMDS, plus le nombre de cycles augmente plus l'éducation avance.

Dans la seconde partie, on remarque une stagnation de la déformation : c'est la stabilisation de l'EMDS . On atteint un rendement aux environs de 50%.

## 4. Réalisation d'un connecteur électrique en AMF :

### 4.1 Introduction :

On a mis au point un connecteur électrique en AMF. C'est à dire, un circuit électrique avec : une batterie comme source d'énergie, une lampe comme témoin, et l'échantillon éduqué comme interrupteur. Nous observons l'effet de la température sur le circuit électrique.

### 4.2 Le connecteur électrique :

La figure (3.6) montre le dispositif mis en place.

Quand l'échantillon est à température ambiante, il est soumis à une déformation induite par l'effet mémoire. Il est en contact avec le fil électrique et il y a passage de courant.

Quand il y a chauffage, il y a transformation de phase de  $M \rightarrow A$ , ce qui a pour effet de rendre à l'alliage sa configuration initiale : il devient droit. De ce fait, il n'y a plus contact et la lampe s'éteint.

Au contact de l'air, l'alliage se refroidit en cédant sa chaleur au milieu environnant. Il y aura formation de variantes martensitiques favorisées ce qui déformera à nouveau l'alliage et rallumera la lampe.

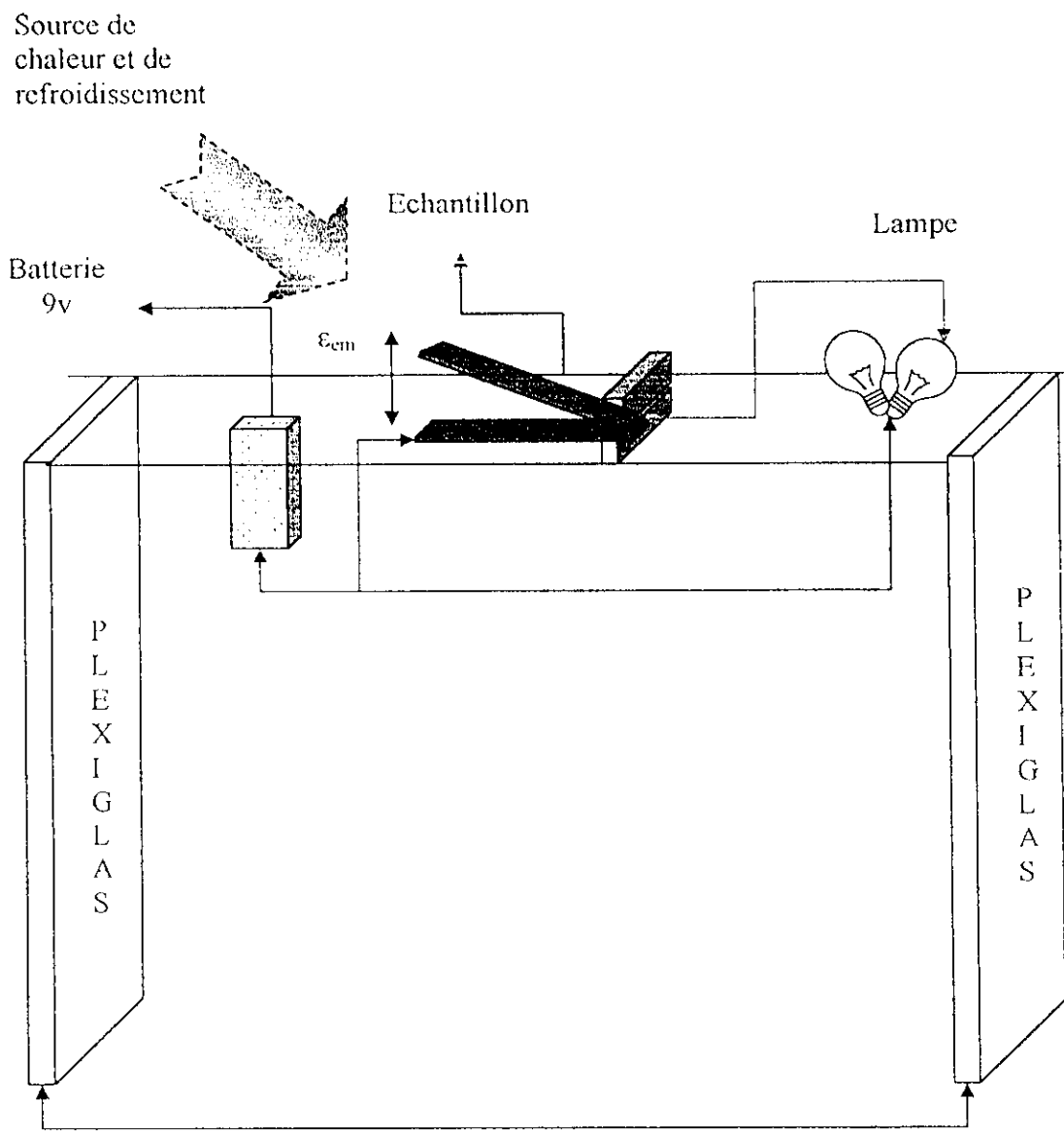


fig.3.6 : Schéma du connecteur électrique en AMI.

### 4.3 Conclusion :

Nous avons élaborer un connecteur électrique à base AMF qui traduit à l'échelle macroscopique, la transformation à l'échelle microscopique. Il faut noter que le temps de réponse du connecteur est un peu élevé. Cela peut se résoudre en employant une source de chauffage/refroidissement rapide.

## CONCLUSION GENERALE :

L'alliage, à mémoire de forme, utilisé a été éduqué en utilisant un cyclage thermique avec déformation imposée. Les résultats obtenus nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

- ♣ La facilité de mise en œuvre du processus d'éducation.
- ♣ Le processus d'éducation utilisé, nous a permis d'atteindre un rendement satisfaisant, de l'ordre de 50%. L'effet mémoire double sens (EMDS), commence à apparaître dès le vingtième cycle pour se stabiliser à partir du soixantième cycle.
- ♣ L'alliage présente une transformation thermoélastique de type II, à faible hystérésis.
- ♣ A l'état martensitique, on observe des aiguilles formées par la superposition de différentes variantes, faisant un angle  $\alpha$  ( $\alpha \approx 30^\circ$ ) entre elles.

Une comparaison avec les autres techniques d'éducation est indispensable pour mettre en valeur la fiabilité du cyclage thermique avec déformation imposée.

Enfin, rappelons de l'effet mémoire double sens est toujours d'actualité. De nouveaux alliages AMF vont bientôt connaître des applications industrielles. Le seul frein restant à leur commercialisation est le coût de l'élaboration. Un défi qui sera relevé par la nouvelle génération des AMF.

**BIBLIOGRAPHIE :**

- [1] : E. PATOOR et M. BERVEILLER : *Technologie des alliages à mémoire de forme (comportement mécanique et mise en œuvre)*, édition HERMES. Paris, 1994, pp 51-53, 228-252, 55-56, 91, 99, 100, 109, 117, 124, 125, 188.
- [2] G.GUENIN- *Technique de l'Ingénieur*, 1989, M530.
- [3] B. SOLIMAN : *ELABORATION ET CARACTERISATION LEBON FREDERIC MODELISATION DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME*, PP 14, 15, 19, 21, 24.  
620.1 LEB.
- [4] *Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques*, 2001, ME3, M2240, p :2.
- [5] M. Bouabdallah, *Contribution à l'étude des alliages à mémoire de forme à base de cuivre-aluminium-nickel*. Thèse de Doctorat. Alger. ENP, 1998, 122p.
- [6]: G.GUENIN, and P.F.GOBIN: *Metal. Trans. A*, 1982, Vol. 13A, pp. 1127, 1134.
- [7] G.GUENIN, and P.F. GOBIN : *proc.fo the Int.Conf.on Martensitic Transformations*, ICOMAT 1979, M.I.T., Cambridge, MA, 1980, p.316.
- [8] N.NAKANISHI : *New aspects of Martensitic Transformation*, Jap. Inst. of Metals, Japan, 1976, p.211.
- [9] A.SEHISSEH, *Caractérisation de l'effet mémoire de forme des alliages Type Cu-Al-Ni*. Projet de Fin d'Etude. 1994, pp : 18, 22.
- [10] L.DELAEY, F.VAN DE VOORDE, and R.V. KRISHNAN: *International Symposium on " Shape Memory Effects and Applications "* J.PREKINS, TMS/AIME, 1975, pp.351-364.
- [11] Z.AMROUCHE: *Etude du comportement au vieillissement des alliages AMF type Cu-Al-Ni*. Projet de fin d'études. 1998, p. 10, 11, 12.
- [12] YUNG-FU HSU, WHEN-HSING WANG, and C.M.WAYMAN: *Metal. Trans. A*, 1991, Vol. 22A, pp. 1473-1478.
- [13] NAKATA, T.TADAKI, and K.SHIMIZU, *Materials Science Forum*, 1990, 56-58.
- [14] M. Bouabdallah and G. Cizeron: *Changements de phases dans un alliage Cu-Al-Ni*. The European Physical Journal Applied Physics, 1998, p :167.
- [15] : P. RODRIGUEZ : *Etude de la fatigue thermique et thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme haute température type Cu-Al-Ni*. Thèse de doctorat : Inst. Nat. Sc.Appl. (Lyon), France, 1989, p.197.
- [16] G.GUENIN, D.RIOS JARA, Y.MURAKAMI, L.DELAEY, and P.F.GOBIN : *Scripta. Met.*, 1979, Vol. 13, p. 289.
- [17] P.DUVAL, *Thèses de doctorat d'état*, Rouen, 1972.
- [18] J.W. KIM, D.W.ROH, E.S.LEE, and Y.G.KIM: *Metall. Trans. A*, 1990, Vol. 21A, pp. 741, 744.
- [19] J.V.WOOD, and P.H.SHINGU: *Metall. Trans., A*, 1984, Vol. 15A, pp.471-480.
- [20] K.MUKUNTHAN and L.C.BROWEN: *Metal. Trans.* 1998, Vol.19A, P.2921-2929.
- [21] W.O.ALEXANDER: *Inst. of Met.* 1938, p.163-89.
- [22] Y.S.SUN, G.W.LORIMER, and N.RIDLEY, *Metal. Trans. A*, 1990, Vol. 21A, pp. 575-588