

6/03

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

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en métallurgie

THEME

CARACTERISATION STRUCTURALE D'UN AMF TYPE

Cu-Al-Ni APRES TRAITEMENT

THERMOMECHANIQUE

PROPOSE ET DIRIGE PAR : M. M. BOUABDALLAH

ETUDIE PAR : KHIAR MOHAMED EL MEHDI

PROMOTION 2002/2003

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à :

- Ma douce maman qui m'a toujours soutenue dans les moments difficiles.
- Mon adorable papa qui m'a toujours prodigué courage et persévérance.
- Mes chères sœurs : Naila ,Amina et Selma.
- Mes deux grands mères.
- Mes cousins et cousines.
- Tous mes oncles et tantes.
- Ma très chère copine Kamelia.
- Tous mes camarades de promotion.
- Tous mes amis : Mounir, Samir, Lotfi, Harane, Malik, Nazim, Nabil
- Tous ceux qui me sont chers.

REMERCIEMENTS

La réalisation de ce modeste mémoire a été rendue possible grâce à plusieurs personnes qui de près ou de loin m'ont appuyé du début à la fin. Je tiens à les remercier.

Tout d'abord, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Mr BOUABDALLAH, mon encadreur, qui a bien voulu diriger ce travail et qui s'est montré très attentif et disponible pour de nombreuses séances de travail et de consultation.

Je tiens aussi à remercier les employés du CSC (centre de soudage de chéraga) où j'ai effectué quelques travaux. Ils m'ont été d'une aide précieuse.

Sans oublier bien sûr tout les membres de ma famille, sans exception, qui m'ont toujours soutenu quelle que soit la situation. Je leur dois tout.

Résumé :

on a essayé, à travers ce mémoire de traiter l'effet mémoire double sens (EMDS), conséquence de la transformation martensitique. Pour ce faire, on a éduqué une tige en alliage à mémoire de forme type Cu-Al-Ni en effet mémoire double sens en adoptant la méthode du cyclage thermique utilisant l'effet mémoire simple sens.

Après le traitement d'éducation, on a caractérisé la structure obtenue de l'état éduqué par une analyse des photos micrographiques prises.

Mots clefs : Alliage à mémoire de forme (AMF), effet mémoire, transformation martensitique, transformation thermoélastique, cyclage thermique .

ملخص:

حاولنا من خلال هذا العمل دراسة ظاهرة ذاكرة الشكل ثنائية الاتجاه، الناتجة عن التحول المرتنستيكي. وفي هذا الإطار، قمنا بترويض قضيب من صنف نحاس، الألمنيوم، نيكيل على ظاهرة الشكل ثنائية الاتجاه وذلك بتطبيق دورة حرارية باستعمال ظاهرة ذاكرة الشكل أحادية الاتجاه. بعد عملية الترويض، قمنا بتشخيص التركيبة المحصل عليها بتحليل الصور المكروغرافية المأخوذة.

المفاتيح :

خليط ذو ذاكرة الشكل، ظاهرة ذاكرة الشكل، تحويل مرتنستيكي، تحويل حراري الإستيكي، دورة حرارية.

Summery :

Through this work, we have tried to treat the double shape memory effect which is a consequence of the martensitic transformation. For this purpose, we educated a tige made from (Cu-Al-Ni) with double shape memory effect applying the thermic cycle method using the simple shape memory effect.

After the education treatment, we have characterized the obtained structure of the educated state by an analysis of the taken micrographic photos.

Key words : Shape memory alloys, memory effect, martensitic transformation, thermoelastic transformation, thermic cycle.

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE I : INTRODUCTION AUX ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME

1. LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE :	1
1.1 DÉFINITION :.....	1
1.2 LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE THERMOÉLASTIQUE :.....	2
1.3 ASPECT CINÉTIQUE DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE :.....	6
1.3.1 La germination :.....	6
1.3.2 Croissance :.....	7
2. PROPRIÉTÉS D'USAGE:	8
2.1 PROPRIÉTÉS THERMOMÉCANIQUES :.....	8
2.1.1 La superélasticité :.....	8
2.1.2 Effet caoutchoutique :.....	9
2.1.3 Effet amortissant :.....	10
2.1.4 Effet mémoire simple sens (EMSS) :.....	12
2.1.5 Effet mémoire double sens (EMDS) :.....	15
3. TRAITEMENT THERMOMÉCANIQUE DES AMF :	16
3.1 CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EMSS :.....	16
3.2 CYCLAGE THERMIQUE SOUS CONTRAINTE CONSTANTE :.....	16
3.3 CYCLAGE THERMIQUE AVEC DÉFORMATION IMPOSÉE :.....	16
3.4 CYCLAGE UTILISANT LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE ACTIVÉE PAR UNE CONTRAINTE AU DESSUS DE A _F :.....	17
4. ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME :	19
4.1 DIFFÉRENTS ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME :.....	19
4.1.1 Ni-Ti :.....	19
4.1.2 Les alliages cuivreux :.....	20
4.1.3. Les alliages ferreux :.....	20
4.1.4. Les autres matériaux à mémoire de forme :.....	20
4.2 COMPORTEMENT AU VIEILISSEMENT :.....	22
4.2.1 Phénomènes de vieillissement et stabilisation des alliages cuivreux :.....	22
4.2.2 Vieillissement et stabilisation des alliages Ti-Ni :.....	23
5. MÉTHODES DE CARACTÉRISATION DES TRANSFORMATIONS THERMOÉLASTIQUES :....	24
5.1 LA MÉTHODE THERMIQUE :.....	24
5.2 LA MÉTHODE PAR MESURE DE LA RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE :.....	24
5.3 LA DILATOMÉTRIE :.....	25
5.4 LE POUVOIR THERMOÉLECTRIQUE (PTE) :.....	25
5.5 L'ÉMISSION ACOUSTIQUE :.....	25
6. APPLICATION DES AMF :	26
6.1 DOMAINES D'UTILISATION DES TRANSFORMATIONS THERMOÉLASTIQUES :.....	26
6.1.1 Production de déplacement ou retour libre :.....	26
6.1.2 Production de force ou retour contraint :.....	27
6.1.3 Production d'un travail :.....	27
6.2 PRINCIPALES APPLICATIONS DES A.M.F. :.....	28
6.2.1 Capteurs- actionneurs :.....	29
6.2.2 Couplage, serrage, étanchéité :.....	29
6.2.3 Applications biomédicales :.....	29

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1. INTRODUCTION :	32
2. MATÉRIAU ÉTUDIÉ :	32
2.1 LES CARACTÉRISTIQUE DE LA TRANSFORMATION :	33
3. EDUCATION THERMOMÉCANIQUE :	35
3.1 LA MÉTHODE ADOPTÉE :	35
3.2 MESURE DES DÉFORMATIONS DUES À L'ÉDUCATION :	36
3.2.1 Saisie de la forme de l'échantillon :	36
3.2.2 Détermination des déformations :	38
3.3 CALCUL DU RAYON DE COURBURE :	39
4. MÉTHODES DE CARACTÉRISATION STRUCTURALE :	39
4.1 LA MÉTALLOGRAPHIE :	39
4.1.1 Introduction :	39
4.1.2 Echantillonnage :	39
4.1.3 Manipulation et enrobage de l'échantillon :	40
4.1.4 Polissage :	41
4.1.5 L'attaque chimique :	42
4.1.6 L'observation au microscope optique :	42
4.2 LA DURETÉ :	42

CHAPITRE III : RESULTATS ET INTERPRETATIONS

1. EVOLUTION DU RAYON DE COURBURE :	43
2. RENDEMENT À L'ÉDUCATION :	46
3. COMPORTEMENT STRUCTURALE :	47
3.1 MESURE DES MICRODURETÉS :	47
TABLEAU 3.2	48
3.2 ETAT BRUT DE TREMPÉ :	48
3.3 ETAT ÉDUQUÉ :	53
4. DISPOSITIF ÉLECTRIQUE :	53
4.1 INTRODUCTION :	53
4.2 FONCTIONNEMENT :	53
CONCLUSION :	55

BIBLIOGRPAHIE

INTRODUCTION GENERALE :

Les alliages à mémoire de forme (AMF) constituent, comme leur nom l'indique, une famille de matériaux possédant des propriétés tout à fait remarquables. La mémoire de forme a été découverte en 1938 sur un alliage Au-Cd.

Au début des années 60, lorsque furent développés les premiers Alliages à Mémoire de Forme, un bond technologique semblait avoir été réalisé. Ces matériaux aux propriétés originales ont rapidement suscité un vif intérêt chez les scientifiques, les industriels mais aussi auprès des médias.

Pourtant le Nitinol (nom donné à l'alliage nickel-titane faisant l'objet du premier brevet déposé), ne déboucha sur une application industrielle que près d'une décennie plus tard.

Cette application innovante concernait un manchon en alliage nickel-titane, utilisé en aéronautique, destiné à accoupler deux tubes de titane sans soudure.

Aujourd'hui, l'Institut International des Matériaux à Mémoire de Forme recense de nombreux secteurs d'application potentielle pour ces alliages aux propriétés étonnantes (effet mémoire simple sens, effet mémoire double sens, effet caoutchoutique, effet superélastique, effet amortissant).

Une étude réalisée en 1993 a permis de mettre en lumière sept secteurs d'applications potentielles pour les alliages à mémoire de forme et concernait l'électronique, l'aéronautique, l'électrique, la mécanique, l'automobile, l'électroménager, le médical, sur plus de soixante produits.

Nul doute que les AMF ont leur place dans une industrie variée et que les applications de demain ne seront pas réservées aux domaines qui leur sont traditionnellement réservés : le spatial, le nucléaire ou l'armement.

Il semble que, même si les applications industrielles semblent encore trop rares, les AMF aient de belles années en perspective.

Notre travail consiste en la caractérisation microstructurale d'un AMF de type Cu-Al-Ni après traitement thermomécanique.

Une première partie bibliographique est consacrée aux généralités concernant la transformation martensitique, les différentes propriétés des AMF ainsi que leur applications dans le secteur de l'industrie.

La seconde partie est réservée au dispositif mis en place et à la méthode utilisée pour effectuer l'éducation de l'échantillon en mémoire double sens (EMDS).

Enfin, la troisième et dernière partie est consacrée aux résultats expérimentaux concernant le traitement d'éducation de l'échantillon utilisé, les mesures de microduretés effectuées, ainsi que la structure en analysant les photos micrographiques prises.

CHAPITRE I

**INTRODUCTION AUX
ALLIAGES A MEMOIRE DE
FORME**

1. LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE :

1.1 Définition :

La définition admise de la transformation martensitique est la suivante :

« Une transformation displacive, du 1^{er} ordre, présentant une déformation homogène du réseau cristallographique, constituée principalement par un cisaillement » [1].

« displacive du 1^{er} ordre » veut dire que la transformation met en jeu des déplacements atomiques petits (de l'ordre de grandeur du dixième de la distance interatomique au maximum) mais finis et parfaitement corrélés pour un grand nombre d'atomes à longue distance, et ce type de transition peut se produire en principe à toute température et très rapidement sans modifier ni l'ordre atomique ni la composition chimique [2].

Contrairement aux réactions par diffusion dans les corps solides, la transformation de phase martensitique est donc une transformation qui se déroule sans diffusion par un processus de cisaillement de groupes entiers d'atomes.

« Sans diffusion » veut dire qu'au cours de la transformation, les atomes ne changent pas leurs places respectives. Un atome a toujours les mêmes voisins, ce qui est très important pour l'effet mémoire de forme et la superélasticité. Le déplacement des atomes est donc inférieur à la distance interatomique.

Les transformations par diffusion permettent la formation de nouvelles phases avec des compositions chimiques différentes. La migration des atomes sur de longues distances implique une dépendance en temps et en température. Par contre, dans le cas des transformations displacives, la composition ne change pas. Elles sont en principe indépendantes du temps [3].

La transformation de phase martensitique transforme une phase « haute température » ou austénite en une phase « basse température » ou martensite. Le passage de l'une vers l'autre se déroule par germination et croissance.

Quand la température d'un AMF est abaissée, la nouvelle phase n'est pas formée à une température précise, mais dans un intervalle de température pour lequel les deux phases coexistent .

L'interface qui sépare la martensite de la phase mère est appelée '**plan d'habitat**' [4]. Ce plan est invariant, il ne présente ni déformation ni rotation. Le déplacement des atomes se fait dans une direction donnée proportionnellement à la distance au plan d'habitat. Le plan et le déplacement sont entièrement déterminés à partir des données cristallographiques de la transformation.

Les interfaces entre austénite et martensite, mais aussi entre les grains ou entre les domaines de différente orientation cristalline de la martensite ont une grande influence sur les propriétés de la transformation de phase martensitique. Ces domaines d'orientation cristalline différente sont appelés '**variante de la martensite**'[3].

1.2 La transformation martensitique thermoélastique :

La différence entre les martensites thermoélastiques et les martensites non thermoélastiques s'opère au niveau des mécanismes de croissance de la martensite. Dans le cas de la martensite thermoélastique, la transformation se produit par une croissance continue de la phase martensitique pendant le refroidissement. Si le refroidissement cesse, la transformation et la croissance des plaquettes s'arrêtent également, dès que l'on reprenne le refroidissement, la croissance de la martensite reprend. Au chauffage, la transformation inverse est obtenue par un mouvement de retour inverse des interfaces, et la phase mère est totalement restaurée. Par contre, dans le cas non thermoélastique, aussitôt qu'une plaquette s'est développée jusqu'à une certaine taille suite au refroidissement (en général de façon athermique et pendant un temps très court), elle cesse alors de croître, même si le refroidissement est poursuivi, l'interface est devenue immobile. La transformation inverse ne se produit pas par mouvement de retour de l'interface, mais plutôt par germination de l'austénite au sein des plaquettes de martensite. Finalement, la phase mère ne retrouve pas nécessairement son orientation d'origine.

Dans les alliages à mémoire de forme, la transformation martensitique est généralement thermoélastique. La transformation se produit donc par croissance continue de plaquettes de martensite. Cette croissance étant étroitement contrôlée par les paramètres du chargement thermomécanique appliqué au matériau (température, contrainte). Les transformations thermoélastiques se rencontrent principalement dans le système nickel-titane, les alliages Cu-Zn-Al, Cu-Al-(Ni, Be) et quelques alliages à base de fer [4].

La force motrice pour l'apparition d'une nouvelle phase lors de la transformation est la diminution de l'énergie libre de Gibbs G du système, c'est à dire la phase qui possède l'énergie libre la plus basse est la plus stable. L'énergie de la phase martensitique G_M et celle de la phase austénitique G_A sont en équilibre à la température T_0 (voir la figure 1.1) [3].

Les transformations martensitiques dans les alliages à mémoire de forme sont caractérisées par les quatre points de transformation (voir la figure 1.2) : M_S , M_F , A_S , A_F , qui sont définis comme suit :

M_S : Température d'apparition de la première plaquette de martensite dans le réseau de l'austénite lors du refroidissement.

M_F : Température de fin de transformation pour laquelle on obtient 100% de martensite.

A_S : Température d'apparition du premier germe d'austénite dans les plaquettes de martensite lors du réchauffage.

A_F : Température de fin transformation pour laquelle on obtient 100% d'austénite.

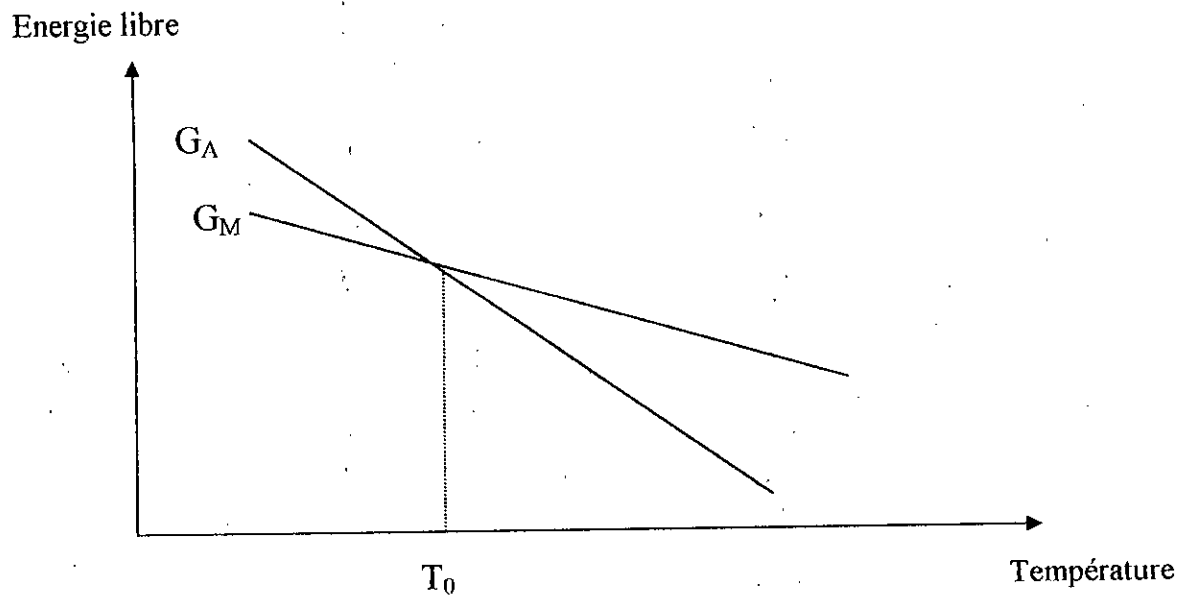


Figure 1.1 [3]: Energie libre G en fonction de la température T pour l'austénite(A) et la martensite(M).

Une première estimation de T_0 donne $T_0 = (M_S + A_F)/2$. La figure ci-dessous donne une représentation graphique de V_M (volume de martensite formée) en fonction de la température T .

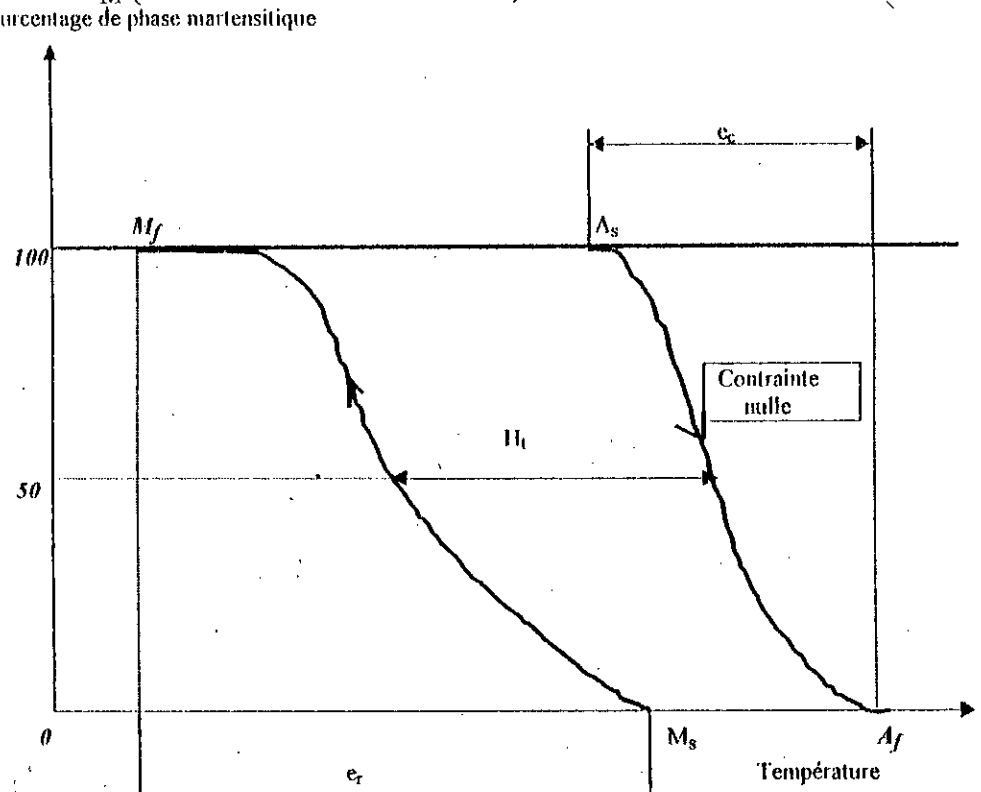


Figure 1.2 [5]: Fraction volumique transformée en fonction de la température pendant les transformations martensitiques directe et inverse.

A partir de cette courbe, on définit deux facteurs importants pour caractériser l'effet mémoire de forme :

Y L'étalement: qui est principalement due à l'énergie élastique stockée.

E_R : étalement au refroidissement, $E_R = M_S - M_F$.

E_C : étalement au chauffage, $E_C = A_F - A_S$.

Y L'hystérésis(H_T): qui représente l'énergie de frottement irréversible dissipée pendant la transformation.

Suivant l'allure des courbes et les valeurs prises par l'étalement, on distingue 3 grandes classes de transformation :

- Transformation thermoélastique de type I : $M_F < M_S < A_S < A_F$ (figure 1.3)
- Transformation thermoélastique de type II : $M_F < A_S < M_S < A_F$ (figure 1.3)
- Transformation par 'burst' (ou transformation explosive) où la germination et la croissance sont quasi- instantanées [6]. (figure 1.3)

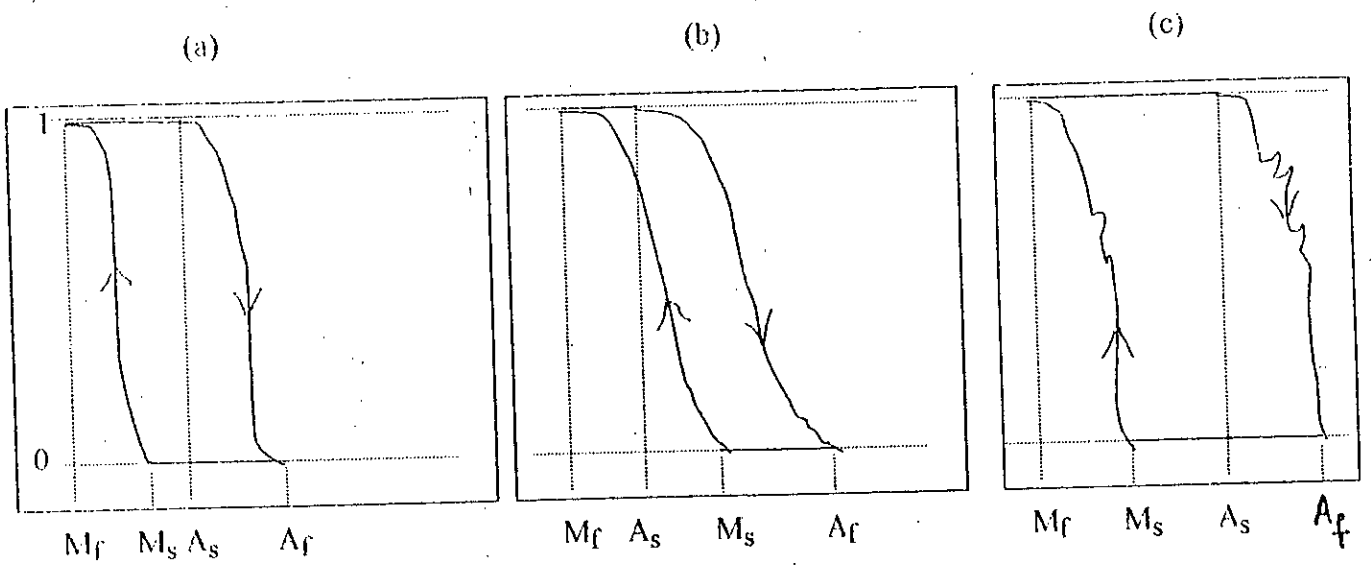


Figure 1.3 [5]: Les différents types de transformation martensitique.

1.3 Aspect cinétique de la transformation martensitique :

La transformation de phase martensitique étant une transformation du premier ordre, elle progresse par germination (nucléation) et croissance. Cette transformation est accompagnée d'un changement de forme basé sur une déformation du réseau.

1.3.1 La germination :

C'est l'étape pendant laquelle, il y a apparition des premiers germes de martensite au sein du réseau d'austénite (phase mère). Selon GUENIN et GOBIN, la germination de la martensite s'opère préférentiellement dans les zones où il y a une forte instabilité mécanique.

Le modèle de germination proposé par GUENIN et GOBIN se résume comme suit :

- Il existe des zones d'instabilité mécanique, autour des dislocations ou autres défauts dans le réseau austénitique.
- Le germe peut se développer dans ces zones et ce sans générer aucune énergie de contrainte. Cela conduit à la diminution de la taille critique des germes, qui même avec l'abaissement de la température continue à diminuer à cause de l'augmentation de l'énergie motrice de germination.
- Le premier germe fait son apparition lorsque la diminution de la taille critique des germes devient similaire à celle des zones instables [7].

La transformation de la martensite dans le réseau de l'austénite s'effectue au cours du refroidissement et ne commence que lorsque : $\Delta G^{A-M} = \Delta G^{A-M}(M_S)$. De même pour la transformation inverse; qui se fait par germination et croissance de l'austénite dans le réseau de la martensite au cours du chauffage et qui ne commence que lorsque

$\Delta G^{M-A} = \Delta G^{M-A}(A_S)$. Ce seuil énergétique est lié surtout à l'énergie dissipée par la germination et à des termes d'énergie non chimiques tel que celle liée à l'énergie d'interface.....[6].

1.3.2 Croissance :

La croissance de la martensite est régit par la formation de plusieurs variantes dont les cisaillements respectifs se compensent de telle manière que le matériau ne change pas de forme macroscopiquement. Cela veut dire que la déformation associée à chaque variante est compensée par celle des autres variantes, ce qui minimise l'énergie d'accommodation [5].

TONG et WAYMAN ont constaté qu'au cours du refroidissement, la première plaquette de martensite formée à $T = M_S$ est la dernière à disparaître lors du réchauffage ($T = A_F$) et que celle formée en dernier lieu au refroidissement à $T = M_F$ est la première à disparaître au réchauffage ($T = A_S$) [8].

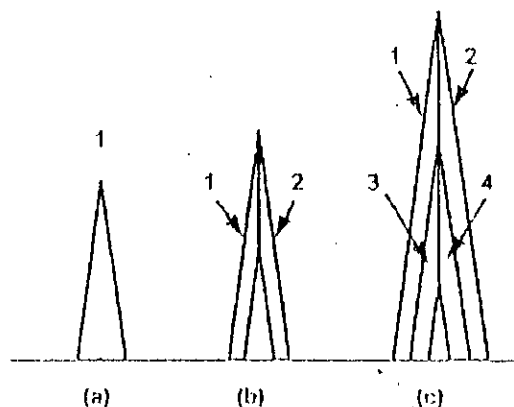


Figure 1,4 [9]: Croissance de plaquettes de martensite autour d'une plaquette initiale d'austénite.

- (a) :Plaquette initiale d'austénite.
- (b) :Début de formation des plaquettes de martensite (1 et 2).
- (c) :Fin de formation des plaquettes martensitiques.

2. PROPRIETES D'USAGE:

2.1 Propriétés thermomécaniques :

2.1.1 La superélasticité :

Il est possible dans un AMF en phase austénitique, d'induire la martensite en appliquant une contrainte externe σ . Cette transformation isotherme sous contrainte permet d'effectuer une déformation réversible importante du matériau. Si la contrainte externe est relâchée, l'AMF reprend sa forme initiale. Ce phénomène est appelée **superélasticité**[3].

La superélasticité a été observée pour la première fois sur un alliage cuivre-zinc en 1952, elle est obtenue en appliquant une contrainte croissante à une température donnée supérieure à la température de transformation martensitique M_s . Elle se caractérise par une contrainte seuil σ_s fortement dépendante de la température et produit une déformation ϵ^{AM} recouvrable à la décharge, largement supérieure à la déformation élastique usuelle des métaux. Un essai de traction uniaxiale (figure 1.5.a) met en évidence trois domaines distincts :

- Au contraintes inférieures à σ_s , l'austénite se déforme élastiquement ;
- A partir de la contrainte seuil σ_s , la transformation de phase austénite \rightarrow martensite s'effectue sous une contrainte approximativement constante jusqu'à une déformation ϵ^{AM} qui est la déformation maximale réversible que l'on peut obtenir par transformation de phase.
- Au-delà d'une contrainte σ_F , la martensite se déforme élastiquement.

Un phénomène d'hystérésis se produit lors de la décharge. Dans les monocristaux, la superélasticité est associée à la formation sous contrainte d'une variante unique de martensite, celle pour laquelle la contrainte résolue est maximale. Une élévation de la température de l'essai augmente la contrainte seuil (figure 1.5.b), tout en affectant peu les autres caractéristiques (figure 1.5.a)[4].

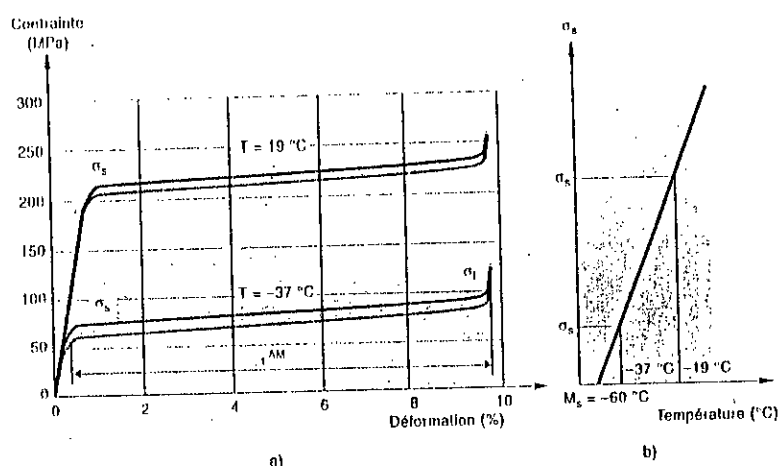


Figure 1.5 [4] :

- (a) : Comportement superélastique d'un AMF monocristallin.
- (b) : Influence de la température sur le seuil de transformation σ_s .

2.1.2 Effet caoutchoutique :

Cet effet, observé pour la première fois en 1932 sur un alliage or-cadmium, constitue la première manifestation étudiée de l'effet mémoire de forme. Ce comportement, caractéristique de la phase martensitique ($T < M_F$), est similaire à la superélasticité, mais en l'absence de tout changement de phase. Le mécanisme de base est un mouvement d'interfaces entre domaines martensitiques d'orientation différentes; ces interfaces étant mobiles, une contrainte même faible permet de les déplacer. Ce déplacement n'est en général que partiellement réversible [4].

La déformation obtenue à la décharge se compose de la déformation élastique et de la déformation associée au retour partiel des interfaces. Pour une contrainte donnée, la déformation réversible ainsi obtenue est nettement supérieure aux déformations élastiques usuelles. Le module de rigidité est donc largement inférieur au module d'élasticité. Cet effet

est désigné par **effet caoutchoutique**, ou dans certains cas (par analogie avec la superélasticité) par **pseudoélasticité par réorientation**. La température ne joue qu'un rôle secondaire dans ce comportement puisqu'il n'y a pas de changement de phase[4].

2.1.3 Effet amortissant :

Une troisième propriété particulière des AMF est leur grande capacité d'amortissement, notamment celle des AMF à base de Cu et du Ni-Ti. L'hystérésis dans les courbes de transformation indique une perte d'énergie lors d'un cycle thermomécanique. Ceci reflète la capacité d'un AMF à dissiper l'énergie d'une excitation mécanique externe. Cette propriété, appelée aussi frottement interne Q^{-1} , présente aussi un grand intérêt pour des applications techniques. Q^{-1} peut être étudiée à l'aide d'un pendule de torsion inversé, en déterminant le rapport entre l'énergie dissipée ΔW et l'énergie W fournie lors d'un cycle d'oscillation :

$$Q^{-1} = (2\pi)^{-1} \Delta W/W [3].$$

En même temps que la diminution de l'amplitude des oscillations associée au frottement intérieur, on observe une variation du module de rigidité associée au même phénomène physique. Le frottement intérieur dépend de la température de la fréquence du niveau de déformation et, bien sur, du matériau et de son état interne[10].

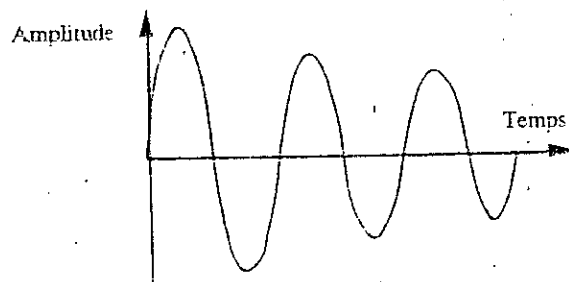


Figure 1.6 [10]: Diminution d'une amplitude d'une oscillation mécanique due au frottement interne dans un solide [10].

On distingue généralement trois domaines d'amortissement dans les AMF :

- Pour les températures largement supérieures à M_S et des sollicitations mécaniques faibles, le matériau reste à l'état austénitique pendant toute la durée du cycle. La capacité d'amortissement est alors comparable à celle des métaux dans leur domaines d'anélasticité.
- Pour les températures inférieures à M_F , la capacité d'amortissement est nettement plus importante, liée à la grande quantité d'interfaces présentes en phase basse température.
- L'amortissement maximal est obtenu pour les températures proches de la température de transformation; il est alors associé à la formation et au déplacement des interfaces austénite/martensite [4].

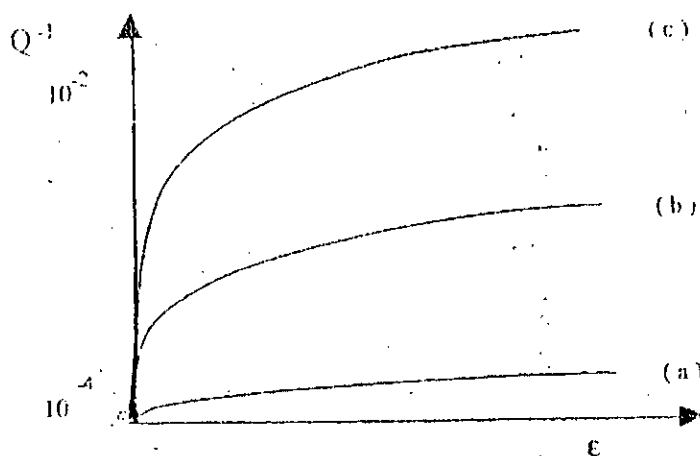


Figure 1.7 [10] : Variations du frottement interne en fonction de la déformation pour différents états du matériau. a) austénite, b) martensite, c) austénite+martensite.

Le traitement thermique de l'AMF joue un rôle important pour ses propriétés d'amortissement. Par exemple, une trempe après un recuit génère une grande concentration de lacunes qui limitent la mobilité des interfaces par piégeage. Par conséquent, l'amortissement est peu élevé pour un tel matériau [3].

Le contrôle des vibrations étant un problème important dans de nombreux secteurs industriels (construction aéronautique, espace, équipements sportifs de haut niveau...), cette propriété constitue une source de développement potentiel pour les alliages à mémoire de forme [4].

2.1.4 Effet mémoire simple sens (EMSS) :

Un matériau à simple mémoire de forme se souvient d'une seule forme : le matériau peut être déformé d'une façon permanente à basse température, par chauffage il retrouve sa forme initiale, mais un refroidissement ne lui redonne pas sa forme déformée [11]. (voir figure 1.8)

Cet effet apparaît lors d'un chargement séquentiel correspondant à la figure 1.8.a:

- Un refroidissement A-B sans contrainte qui produit un état totalement martensitique sans déformation macroscopique, car seuls des groupes de variantes auto- accommodantes se sont développés;
- L'application d'une contrainte croissante B-C en phase basse température ($T < M_F$) produisant une déformation inélastique par réorientation. Les variantes de martensite réorientées par la contrainte appliquée sont généralement stables, (trajet C-D de la figure 1.8.a)
- Un retour en austénite par un chauffage D-E sous contrainte nulle (jusqu'à $T > A_F$) qui ramène le solide dans sa forme initiale lors de la transformation inverse martensite-austénite .

Ce phénomène est appelé mémoire de forme simple sens ,car la recouvrance de forme se réalise uniquement au chauffage (figure 1.8.b) [4].

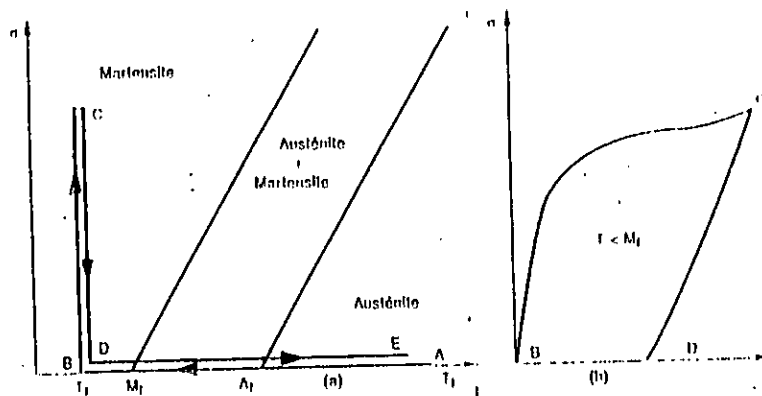


Figure 1.8 [4] :

- (a) : Chargement séquentiel permettant d'obtenir l'effet mémoire simple sens
- (b) : Comportement de la phase basse température lors d'un cycle charge- décharge.

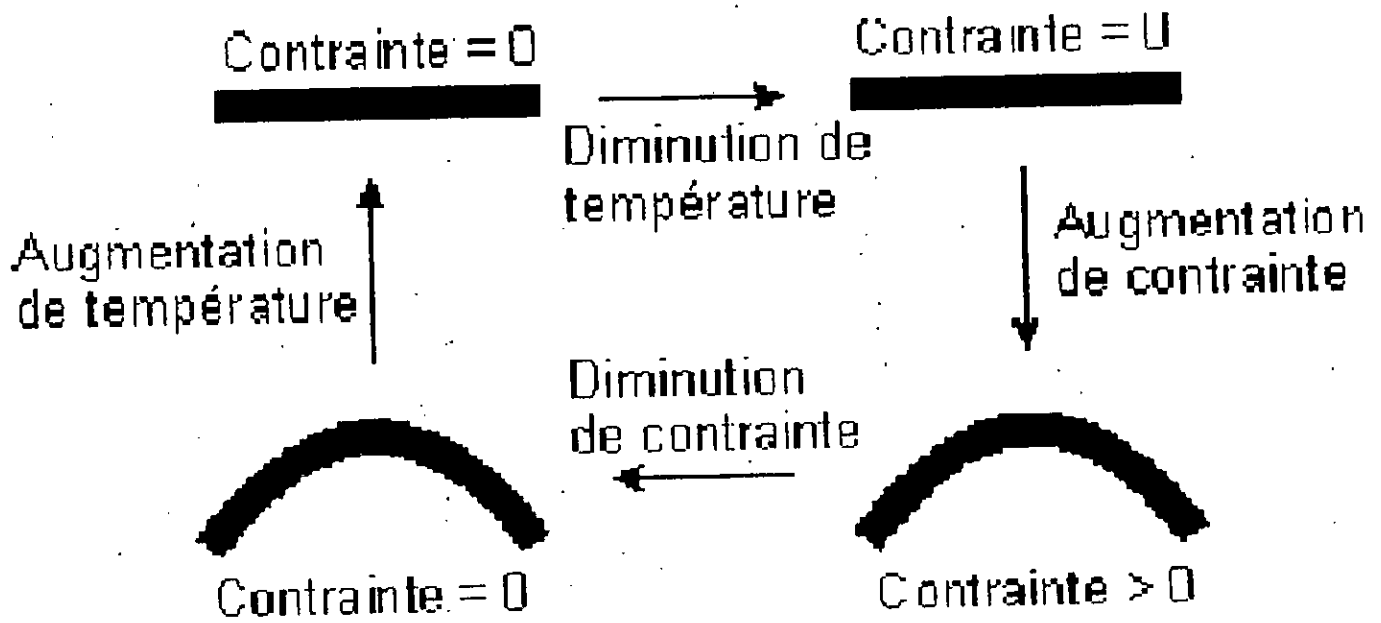


Figure 1.9 [12]: Schématisation de l'effet mémoire simple sens.

2.1.5 Effet mémoire double sens (EMDS) :

Un matériau à double mémoire de forme se souvient de deux formes, une à basse température, une autre à haute température. Il passe de l'une à l'autre en suivant les variations de température. Le phénomène de double mémoire de forme est obtenu par éducation d'un matériau à simple mémoire. L'éducation est un traitement thermique et mécanique qui fait que dans le mélange d'austénite et des martensites qui constituent le matériau, une des martensites est favorisée. Elle est beaucoup plus présente alors que les autres le sont moins [11].

En réalité, on observe, après un cycle, une recouvrance incomplète de la déformation maximale du cycle. Une déformation résiduelle ϵ_r subsiste après décharge thermomécanique complète. Si on effectue plusieurs cycles thermomécaniques, on constate que la déformation résiduelle cumulée augmente puis se sature. On dit que le matériau a été éduqué.

Dans l'effet mémoire double sens, la recouvrance de la forme s'effectue dans les deux sens: au chauffage et au refroidissement. Le solide possède alors deux formes stables: une forme dite haute température (austénite) et une forme basse température (martensite). Le passage de l'une vers l'autre s'effectue sans l'assistance de contrainte appliquée. Contrairement aux propriétés de superélasticité (SE) et EMSS qui sont intrinsèques aux alliages à mémoire de forme, l'EMDS est une caractéristique acquise du matériau.

3. TRAITEMENT THERMOMECHANIQUE DES AMF :

Il existe différents modes d'éducation qui sont :

3.1 Cyclage thermique utilisant l'EMSS :

On fait subir à un échantillon AMF initialement à l'état martensitique une déformation. Ensuite, on effectue un chauffage à hautes températures ($T > A_F$), suivi d'un refroidissement rapide ($T < M_F$). Après une dizaine de cycles appliqué à l'échantillon, ce dernier 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.

3.2 Cyclage thermique sous contrainte constante :

On fait subir au matériau AMF un nombre suffisant de cyclages thermiques sous contrainte constante entre deux températures; l'une à $T < M_F$ et l'autre à $T > A_F$

On observe une évolution rapide lors des premiers cycles, puis une stabilisation au bout d'une dizaine de cycles. Après le traitement, il y a établissement de l'effet mémoire double sens.

L'éducation par le cyclage thermique sous contrainte constante s'avère être la plus efficace. Ce type d'éducation met en jeu des contraintes relativement faibles et engendre une déformation plastique vraie faible de l'austénite. La forme haute température est alors très proche de la forme initiale, ce qui peut être important pour les applications. La forme basse température peut être prédite avec une bonne précision par l'application d'une contrainte adéquate (relation linéaire).

3.3 Cyclage thermique avec déformation imposée :

L'échantillon utilisé, à l'état austénitique, est soumis à une déformation telle que la contrainte élastique correspondante soit insuffisante pour engendrer les variantes de martensite. Au refroidissement, la contrainte appliquée provoque l'apparition de variantes privilégiées dans le sens de la déformation. Ceci a pour effet de relaxer la contrainte et

d'augmenter la déformation au dessus du seuil imposé, ce qui prouve que les variantes privilégiées, une fois formées continuent à croître lors du refroidissement même en l'absence de contrainte appliquée. Un tel cycle répété un certain nombre de fois conduit à l'effet mémoire double sens.

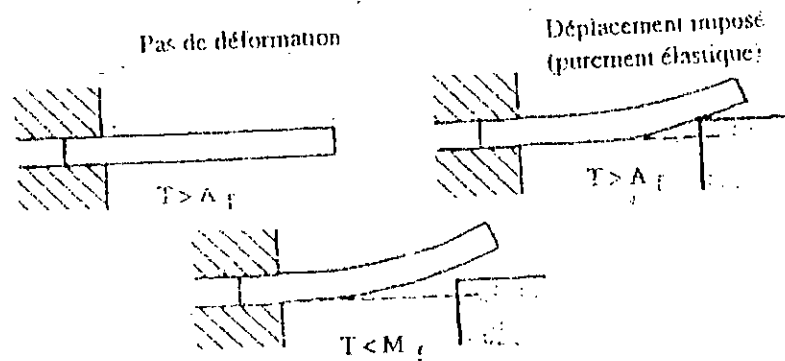


Figure 1.10 :Processus d'éducation avec déformation imposée[9].

- (a) : déformation nulle ($T < A_F$)
- (b) : déformation élastique imposée ($T > A_F$)
- (c) : déformation obtenue au refroidissement ($T < M_F$)

3.4 Cyclage utilisant la transformation martensitique activée par une contrainte au dessus de A_F :

Ce type de traitement d'éducation est illustré dans la figure 1.10. On applique à l'alliage un cycle sous contrainte à température constante. La température choisie est comprise entre A_F et M_D (M_D étant la température au dessus de laquelle le phénomène de superélasticité n'est plus observé).

Un cycle d'éducation comprend une déformation de l'échantillon conduisant un effet superélastique (transformation martensitique activée par la contrainte appliquée), suivie d'une décharge, toujours à la même température. Il en résulte, après chaque cycle appliqué, une petite déformation permanente qui diminue régulièrement avec le nombre de cycle appliqués. Après plusieurs cycles de traitement, on observe une stabilisation du comportement de l'échantillon éduqué, et ainsi l'apparition de l'EMDS.

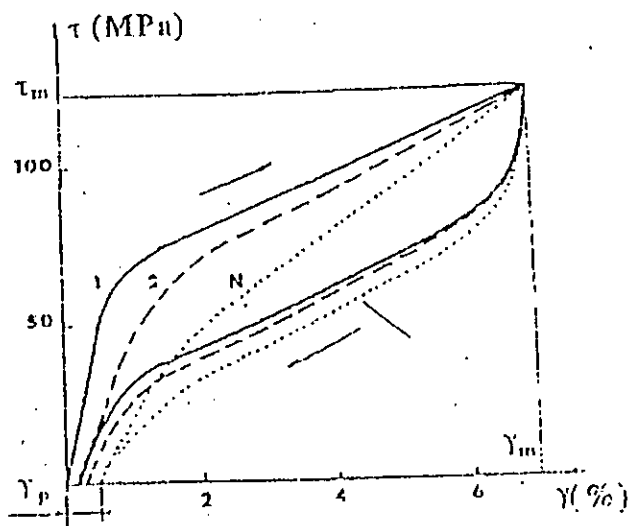


Figure 1.11 [9]: Evolution de la courbe contrainte- déformation avec le nombre de cycle N.

4. ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME :

Lorsqu'on parle de matériaux à mémoire de forme, on considère presque exclusivement les alliages métalliques Nickel-Titane, cuivreux ou ferreux. Il est cependant à noter que d'autres familles de matériaux (polymères ou céramiques) peuvent aussi être le siège d'une transformation martensitique, responsable des propriétés de mémoire [10].

4.1 Différents alliages à mémoire de forme :

4.1.1 Ni-Ti :

Les alliages Ni-Ti sont les premiers alliages à mémoire de forme découverts et à avoir donné une application industrielle. Ils ont les caractéristiques suivantes :

- élongation relative maximale de 8 %
- bonne résistance à la fatigue
- structure à grains très fins
- bonne tenue à la corrosion
- cher

4.1.2 Les alliages cuivreux :

Il existe de nombreux alliages à base de cuivre susceptibles de présenter l'effet mémoire de forme : Cu-Al-Ni, Cu-Zn-Al, Cu-Al-Be, Cu-Al-Mn..... etc. Tous ces alliages possèdent des structures et des comportements proches.

4.1.2.1 Cu-Al-Zn :

- élongation relative maximale de 4 % pour un polycristal à 10 % pour un monocristal
- sensibles au vieillissement
- moins chers que les alliages Ni-Ti

4.1.2.2 Cu-AL-Ni :

- élongation relative maximale de 4 % pour un polycristal à 10 % pour un monocristal
- sensibles au vieillissement
- sensibles à la fatigue
- moins chers que les alliages Ni-Ti

4.1.2.3 Cu- Al- Be :

- apparu plus tardivement(1982)
- composition proche de l'eutectoïde
- grande stabilité thermique
- le béryllium en faible proportion permet d'ajuster les températures de transformation de -200°C à +150°C

4.1.3. Les alliages ferreux :

Ce sont principalement les alliages Fe-Mn-Si. La transformation martensitique, considérée comme non thermoélastique (martensite produite par une transformation du type CFC→HPC) conduit à un effet mémoire simple incomplet. La superélasticité est faible ou inexistante. Les performances développées par ces alliages sont très sensibles aux traitements thermomécaniques. Pour éviter la corrosion, on ajoute par fois du chrome et du nickel au détriment de l'effet mémoire.

On peut envisager de les utiliser dans des dispositifs de couplage « un seul coup »[4].

4.1.4. Les autres matériaux à mémoire de forme :

Les polymères se déforment sous contrainte et retrouvent leur forme initiale à la décharge. Si, lors de l'application de la contrainte, le matériau est refroidi au dessous de son point de transition vitreuse et que la contrainte est relâchée, celui - ci ne retrouvera sa forme initiale qu'au réchauffement. La température de transition vitreuse est généralement basse pour les polymères classiques [12].

Les céramiques montrent un effet mémoire significatif bien que limité (0.5%) associé à une transformation martensitique. L'avantage des céramiques est d'autoriser des

températures de transformation élevées tout en conservant une bonne stabilité à hautes températures [4].

tableau récapitulatif :

		Cu-Zn-Al	Cu-Al-Ni	Ni-Ti
Propriétés physiques générales				
Masse volumique	Kg/m ³	7800 – 8100	7100 – 7300	6500
Coefficient de dilatation thermiques	10 ⁴ . °C ⁻¹	17	17	11
Chaleur de transformation	J/Kg	8000	8000	25000
Module d'élasticité de la phase Austénite	GPa	70 - 110	70 – 110	90 – 100
Propriétés liées à la transformation martensitique				
Température de transformation	°C	-200 / +130	-200 / +200	-200 / +120
Etalement de la transformation	°C	15 à 30	15 à 30	20 à 40
Déformation maximale pour un effet mémoire simple sens	%	3 à 6	3 à 6	8
Déformation maximale pour un effet mémoire double sens	%	1 à 2	1 à 2	6
Amortissement	SDC%	30	10	15
Température maximale d'utilisation	°C	140	250	300

Tableau 1.1 [12] : Propriétés des différents AMF.

4.2 Comportement au vieillissement :

Le vieillissement d'une structure hors équilibre provoque graduellement la dégradation des propriétés physiques de la transformation et surtout les propriétés de l'effet mémoire de forme.

Les phénomènes mis en jeu sont différents selon que le vieillissement a été effectué en phase martensitique ou en phase mère [13].

4.2.1 Phénomènes de vieillissement et stabilisation des alliages cuivreux :

4.2.1.1 Vieillissement en phase martensitique :

Le vieillissement en phase martensitique, conduit essentiellement à une stabilisation de la martensite. Les différents travaux menés sur les alliages Cu-Zn-Al ont montré que la stabilisation de la martensite se traduit par le fait que :

- La transformation martensite \rightarrow austénite (points A_S et A_F) est déportée vers des températures plus élevées. Ce phénomène se traduit par des irrégularités enregistrées sur les courbes de transformation [7].
- La quantité de martensite transformée en austénite diminue en fonction du temps de vieillissement. La stabilisation peut être partielle ou totale. Lorsque, la stabilisation est totale, aucune transformation n'est observée, et l'échantillon reste à l'état martensitique même à une température relativement élevée par rapport au point M_S .

Deux causes sont à l'origine du phénomène de stabilisation :

- L'évolution structurale de la martensite : mise en ordre différente de celle héritée de la phase mère.
- Le piégeage des interfaces par les défauts de trempe type lacunaire.

D'après G. SCARSBROOK et Al, pour éviter le phénomène de stabilisation, il faut réaliser un bref revenu en phase mère juste après la trempe [7].

4.2.1.2 Vieillissement en phase mère :

A température moyenne, la phase mère (austénite) se transformant en martensite est métastable. Un maintien prolongé à une température suffisamment élevée provoquera l'apparition d'un phénomène de diffusion atomique (même à courte distance), donc évolution vers un équilibre thermodynamique, c'est à dire tendance à la précipitation.

Dans le cas des alliages Cu-Al-Ni, un vieillissement prolongé au dessus de A_F conduit à la formation soit de la phase γ_2 (Cu_9Al_4), soit de la phase β_2 (NiAl). Ces précipités, riches en Al, appauvrissent la phase mère en cet élément modifiant ainsi ses points de transformation en les déplaçant vers les hautes températures. D'autre part, les précipités formés constituent un obstacle au déplacement réversible des interfaces austénite/martensite. Ce vieillissement est la cause directe de la dégradation de l'effet mémoire.

4.2.2 Vieillissement et stabilisation des alliages Ti-Ni :

Les alliages Ti-Ni résistent bien au vieillissement jusqu'à des températures de l'ordre de 300°C lorsqu'il sont proches de la stœchiométrie.

La stabilisation de la martensite peut apparaître en particulier lorsqu'on maintient un échantillon à une température où il est biphasé (β + martensite).

5. METHODES DE CARACTERISATION DES TRANSFORMATIONS

THERMOELASTIQUES :

5.1 La méthode thermique :

Cette méthode consiste à mesurer la différence instantanée de température entre un échantillon et un étalon inerte lorsque ces derniers sont soumis à la même loi de chauffage ou de refroidissement. Elle a connu un énorme progrès lorsque fut associé à la différence de température, une variation de l'enthalpie de réaction.

Cette technique est connue sous le nom de « Analyse Calorimétrique Différentielle » (DSC)[9].

5.2 La méthode par mesure de la résistivité électrique :

Cette technique a pour objet la mesure des variations de résistivité électrique entre la phase austénitique et la phase martensitique. Elle permet l'enregistrement du cycle de transformation martensite-austénite, soit après un traitement de cyclage en température, soit directement après trempe [5].

5.3 La dilatométrie :

On distingue deux types de dilatométrie :

La dilatométrie à faible vitesse, dite « classique » qui s'avère assez performante, permettant le suivi des évolutions associées aux changements de phases accompagnés d'importantes variations en volume.

Tandis que la dilatométrie à grande vitesse, elle est souhaitable pour l'application de traitements dits « rapides » jusqu'à des températures élevées (supérieures à 1000°C)[7].

5.4 Le pouvoir thermoélectrique (PTE) :

L'échantillon à étudier étant fixé entre deux blocs métalliques (blocs de référence), ces derniers sont soumis à un gradient de température (un bloc à une température T et l'autre à une température $T+\Delta T$). Cette différence de température va créer une différence de potentiel électrique entre les deux extrémités de l'échantillon.

La sensibilité du PTE aux petites variations structurales se développant au sein du matériau rend cette technique efficace. Elle est utilisée aussi pour détecter les phénomènes de remise en ordre ou de précipitation [7].

5.5 L'émission acoustique :

Lors de la transformation martensitique, le cisaillement s'accompagne d'une émission acoustique caractéristique. cette méthode est particulièrement utilisée pour la mise en évidence des phénomènes de saccades (burst) qui apparaissent au cours de la transformation[7].

6. APPLICATION DES AMF :

6.1 Domaines d'utilisation des transformations thermoélastiques :

A l'exception de l'amortissement, les différentes propriétés des alliages à mémoire de forme peuvent être mises à profit pour produire un déplacement, un effort ou un travail, c'est à dire une **fonction**.

6.1.1 Production de déplacement ou retour libre :

C'est une application directe de l'effet mémoire obtenu lors du retour libre en phase austénitique d'un échantillon prédéformé à l'état martensitique (trajet 1 de la figure 1.12). Il existe très peu d'applications industrielles de cette fonction[4].

6.1.2 Production de force ou retour contraint :

Le retour contraint est à l'origine des plus anciennes applications industrielles des alliages à mémoire de forme. L'alliage, prédéformé en phase martensitique, est placé dans un dispositif qui l'empêche de reprendre sa forme à haute température (trajet 2 de la figure 1.12). Pendant le chauffage, le retour en phase austénitique s'accompagne de la production d'un effort important (tableau 1.2).

	M_s (°C)	$T_{dér}$ (°C)	Pré-déformation (%)	Contrainte (Mpa)
NI-Ti	-200	-200	8,0	500-900
Cu-AL-Ni	+70	+25	2,0	300-400
Cu-Zn-Al-Mn	-40	-90	3,5	550-650

Tableau 1.2 [4] – Valeurs typiques des contraintes générées en retour contraint;

$T_{dér}$ désigne la température de déformation à basse température

6.1.3 Production d'un travail :

Lorsque les efforts développés produisent également un déplacement, la reprise de forme partielle s'accompagne de la production d'un travail ou d'une puissance mécanique (trajet 3 de la figure 1.12). Au début des années 1970, de nombreux prototypes de moteurs ont été développés. Cependant, le très faible rendement fourni par ces dispositifs a fait échouer ces tentatives (le rendement de Carnot est de quelques pour-cent). Cette capacité de production de travail s'avère par contre très intéressante pour la mise au point de micromécanismes, la puissance spécifique développée par les AMF étant comparable à celle des moteurs thermique[4].

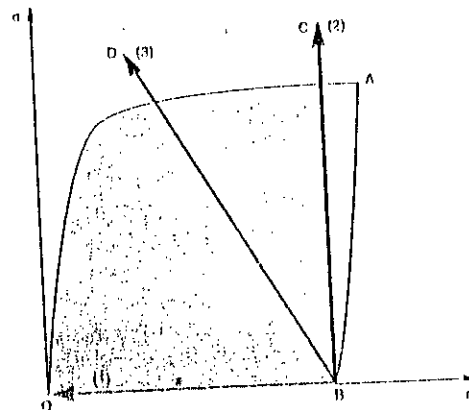


Figure 1.12 [4]: Retour libre (trajet 1 suivant B-O), retour contraint (trajet 2 suivant B-C) et production d'un travail (trajet 3 suivant B-D) lors du chauffage d'un échantillon prédéformé en phase martensitique (trajet 0-A-B à $T < M_F$).

6.2 Principales applications des A.M.F :

Au tout début, les alliages à mémoire de forme étaient une solution avant le problème, on a du chercher et créer des problèmes pour ces alliages et leurs propriétés [6].

Les applications des AMF sont multiples et il en apparaît sans arrêt de nouvelles. Aujourd'hui, l'institut international des matériaux à mémoire de forme recense de nombreux secteurs d'application potentielle pour les AMF. Ces alliages aux propriétés étonnantes trouvent des applications dans la plupart des domaines industriels (automobile, aéronautique, robotique, biomédical, nucléaire...).

Leurs propriétés particulières permettent de concevoir des dispositifs originaux où leurs fonctions multiples apportent à la fois une simplification et un gain de place ou de poids (connexion, capteur- activateur, amortissement...). Plus de 3000 brevets ont été déposés à ce jour [4].

6.2.1 Capteurs- actionneurs :

La possibilité de développer un travail contre une force résistive au cours de la transformation martensite-austénite permet d'utiliser les AMF pour concevoir des actionneurs originaux capables d'assurer simultanément les fonction de capteur et d'actionneur. On distingue 3 catégories d'actionneurs utilisant les alliages à mémoire de forme :

6.2.1.1 Les activateurs thermiques :

Qui fonctionnent par échange thermique avec le milieu extérieur, permettant ainsi de détecter une température de consigne et d'assurer le rôle d'actionneur. De nombreux dispositifs ont été réalisés sur ce principe dans le petit électroménager, l'industrie automobile et la domotique: ouverture automatique de serre, trappes escamotables pour phares antibrouillard, fusibles thermiques, robinets thermostatés, valves de sécurité incendie, compteurs de cycle pour friteuses ...ets [4].

6.2.1.2 Les activateurs électriques :

Pilotés par un chauffage par effet joule au dessus de la température A_F . Cette classe d'activateurs présente l'avantage de développer un travail important sous un faible volume et s'applique principalement à des domaines comme la micromécanique et la robotique. L'absence de chocs et de vibrations au cours de la transformation a été mise à profit dans l'expérience russe RAPANA pour déployer à partir de la station MIR une structure de 5 mètres de longueur assemblée sur terre [4].

6.2.1.3 Les activateurs différentiels :

Composés de deux éléments à mémoire de forme précontraints et assemblés en phase austénitique; le travail est alors produit dans un sens ou dans l'autre par chauffage successif

successif de ces deux éléments. Ce type d'assemblage est très performant dans la réalisation de micromécanismes; il permet de s'affranchir des variations de la température extérieure et augmente la fréquence maximale d'utilisation.

6.2.2 Couplage ,serrage, étanchéité :

Ces applications utilisent l'effort considérable développé par les AMF quand on interdit la reprise de forme au cours du retour par chauffage en phase austénitique.

L'application type est le manchon de raccordement et d'étanchéité pour tuyauteries réalisé à la fin des années 1960 par la société Reychem (états- unis) pour les avions F14. Cette application constitue la première utilisation industrielle de l'effet mémoire de forme. Jusqu'à la fin des années 1980, elle représentait à elle seule près de 80% du marché commercial des AMF en Ni-Ti .

Cette technologie a également été développée en parallèle par les chercheurs russes et utilisée pour assembler dans l'espace une structure de 10 mètres de longueur (un record) en 1991. Cette poutre en treillis relie actuellement la station MIR à un moteur de stabilisation.

La réalisation d'une connexion comporte deux étapes: un conditionnement du manchon d'accouplement en phase basse température, suivi d'une phase de chauffage pour développer l'effort d'assemblage.

Comparée aux assemblages par soudage, cette solution est particulièrement intéressante pour les industries chimiques et pétrolières, car l'absence de zone thermiquement affectée réduit fortement les problèmes de corrosion sous contrainte[4].

6.2.3 Applications biomédicales :

Les propriétés superélastiques des AMF ont suscité peu d'applications jusqu'au milieu des années 80. Cependant, après avoir été à l'origine de plusieurs dispositifs biomédicaux (une centaine de millions de fils dentaires ont été commercialisés), cette propriété a permis de réaliser les produits les plus simples et les plus proches du grand public (antennes de téléphone mobile, montures de lunettes superélastiques.....).

Le biomédical est devenu l'un des domaines majeurs d'application des alliages à mémoire de forme. Ces applications se divisent en deux grandes catégories :

- Les implants (agrafe, stent, orthodontie, prothèse),
- L'instrumentation pour la chirurgie non invasive .

Les implants utilisent généralement les larges forces développées en retour contraint, alors que l'instrumentation médicale exploite l'effet superélastique. C'est un domaine où les alliages de Ni-Ti sont les seuls alliages à mémoire à être utilisés.

Les agrafes à mémoire utilisées en médecine, sont ouvertes à température ambiante, ce qui permet de les placer facilement autour d'une fracture. Une fois posées, les agrafes prennent alors la température du corps, supérieure à leur température de transformation, et se referment donc sur la fracture, qui se répare beaucoup plus rapidement qu'à l'aide des méthodes classiques.

Alors que pendant plusieurs années, la question de biocompatibilité du nickel-titane était controversée, elle semble désormais acquise, et le problème principal est devenu celui du dimensionnement des dispositifs.

APPLICATIONS ODONTOLOGIQUES

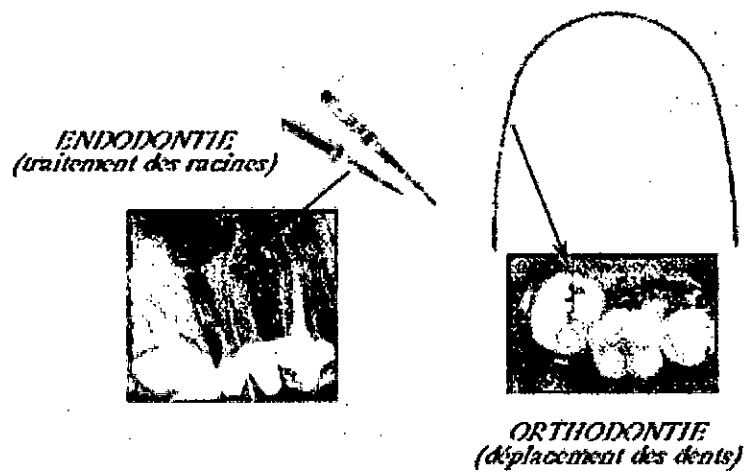


Figure 1.13[12] : Application odontologiques

CHAPITRE II

TECHNIQUES

EXPERIMENTALES

CHAPITRE II : METHODES EXPERIMENTALES

1. INTRODUCTION :

La partie expérimentale de ce mémoire consiste en la caractérisation de l'effet mémoire de forme pour un alliage de type Cu-Al-Ni. Pour cela, on effectuera l'éducation de l'alliage en question avec la méthode du cyclage thermique utilisant l'effet mémoire simple sens.

Après l'éducation (60 cycles de chauffage – refroidissement), on a suivi l'évolution du rayon de courbure de l'échantillon après chaque cycle. Ensuite, on a étudié les caractéristiques de la structure martensitique obtenue par métallographie et mesure des microduretés.

2. MATERIAU ETUDIE :

L'échantillon étudié est un alliage ternaire à base de cuivre, c'est le Cu-Al-Ni. Sa composition chimique nominale est la suivante : 4%Ni, de 9,5 à 15% Al.

Cet alliage peut être considéré comme un dérivé du Cu-Al dont le diagramme d'équilibre est représenté dans la figure ci dessous (figure 2.1).

La phase β stable à haute température se transforme à l'équilibre de façon eutectoïde à 570°C en une phase α malléable et une phase γ_2 très fragile.

Un refroidissement rapide de la phase β depuis la zone de stabilité peut la conserver à l'état métastable et la transforme ainsi en martensite à des températures relativement élevées.

L'adjonction du nickel déplace le domaine de stabilité β vers les concentrations plus élevées en aluminium (voir les traits discontinus sur la figure 2.1) et modifie très peu la courbe de température M_S . Par exemple, la composition eutectoïde passe à 13,2% en poids d'aluminium pour une concentration de 4% en nickel, la température M_S correspondante est de l'ordre de 150°C.

Quand la concentration de nickel dépasse les 5%, de nouveaux précipités de type Ni-Al fragiles apparaissent. Pour les alliages usuels, on se limite alors à 3-4 % de nickel. Les alliages utilisés industriellement se situent pour 4% de nickel, entre 13 et 14% d'aluminium et correspondent respectivement à des températures M_S de 200°C et 50°C environ [10].

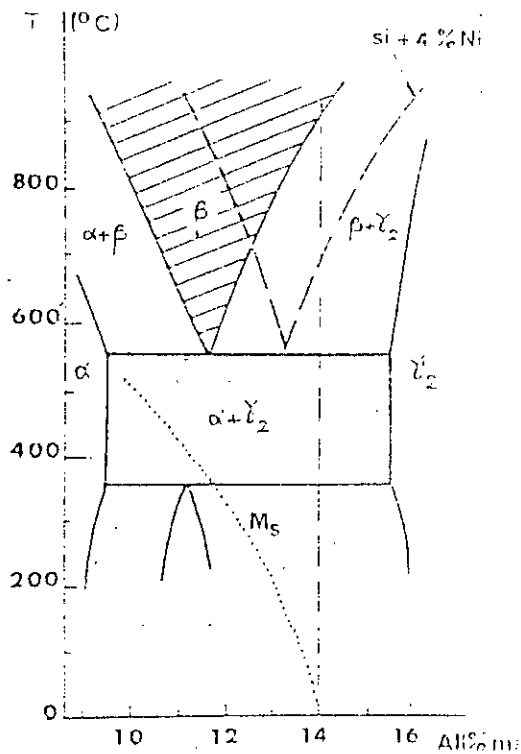


Figure 2.1 [10] : Diagramme d'équilibre Cu-Al

2.1 Les caractéristique de la transformation :

Grâce aux courbes DSC (figure 2.2), on peut définir les différents points caractéristiques de la transformation martensitique (points de transformation, enthalpie de transformation).

Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau (2.1) [9].

Points caractéristiques	M_S	M_F	A_S	A_F	$E_C = A_F - A_S$	$E_R = M_S - M_F$
Valeurs (°C)	50,82	23,607	40,65	71,148	29,18	28,66

Tableau 2.1[9] : Les points caractéristiques de la transformation martensitique

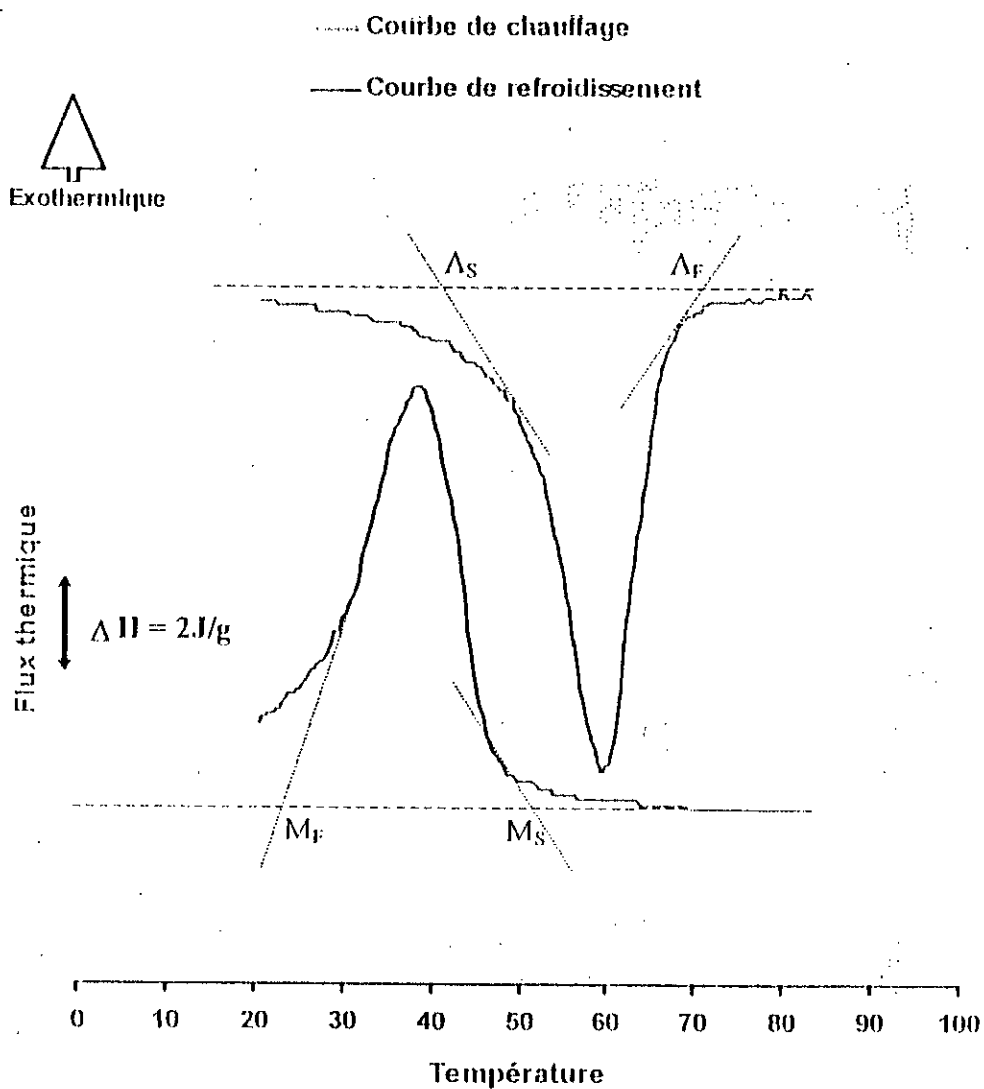


Figure 2.2 [9] :Diagramme DSC relatif à l'alliage Cu-Al-Ni .

3. EDUCATION THERMOMECHANIQUE :

3.1 La méthode adoptée :

La méthode adoptée pour effectuer l'éducation de l'échantillon est celle utilisant l'effet mémoire simple sens.

On effectue des cycles de chauffage- refroidissement avec une déformation constante.

L'échantillon utilisé a les dimensions suivantes : longueur : 5,7mm , largeur : 3mm, épaisseur : 0,5mm.

L'échantillon à l'état austénitique est sous forme d'une plaquette rectiligne. Il est courbé autour d'un cylindre et serré par un collier à vis jusqu'à ce que cette dernière ne tourne plus, et cela pour que la déformation soit constante pour chaque cycle d'éducation, (figure 2.4).

Le cylindre a un diamètre de : 48mm

Il est muni d'une rainure ayant une largeur légèrement supérieure à celle de l'échantillon afin que ce dernier ne bouge pas pendant son serrage.

Dés lors l'échantillon est partiellement martensitique. L'échantillon, maintenu courbé de façon rigide, est alors chauffé à l'aide d'un sèche-cheveux ($T=70^{\circ}\text{C}$), puis refroidi par une trempé dans un bac d'eau ($T^{\circ}=20^{\circ}\text{C}$) et laissé libre de mouvement par la suite. Il reste alors (température ambiante) légèrement déformé, et après répétition de ce cycle un certain nombre de fois (au environ de 60), il y a apparition de l'effet mémoire double sens.

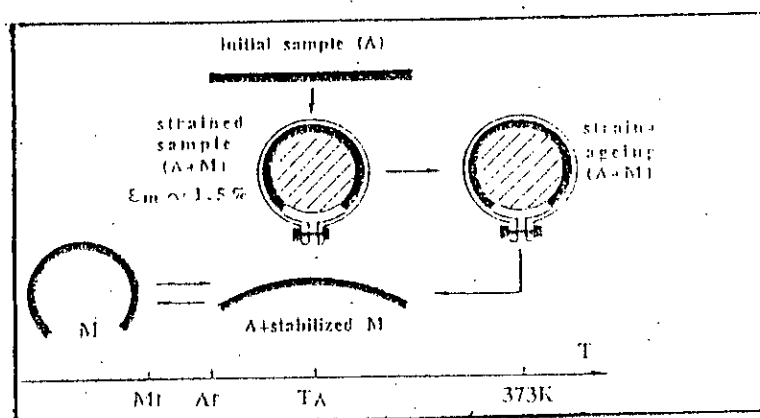


Figure 2.3 [10] : Traitement thermomécanique conduisant à l'EMDS.

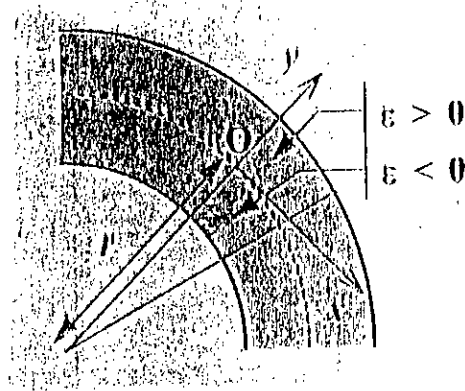


Figure 2.4 [15] : Représentation schématique de la déformation associée à la flexion de l'éprouvette à éduquer

D'après la figure 2.4, un point de coordonnées (x , y) subit lors de la flexion un déplacement h tel que :

$$h = \frac{xy}{r} \implies \epsilon_{xx} = \frac{dh}{dx} = \frac{y}{r}$$

r : rayon de courbure de l'éprouvette.

ϵ_{xx} : déformation associée à la flexion de l'éprouvette.

3.2 Mesure des déformations dues à l'éducation :

3.2.1 Saisie de la forme de l'échantillon :

Afin de mesurer l'évolution du rayon de courbure de l'échantillon, on a tracé la forme obtenue, après chaque cycle d'éducation, sur une feuille de papier.

Grâce au logiciel WINDIGIT, on a procédé à la numérisation de toutes les formes prises point par point, pour obtenir les X et les Y correspondants.

Les fichiers traités sur WINDIGIT sont sous format « .dat », ils sont ensuite transférés pour un traitement avec MICROSOFT EXCEL.

3.2.2 Détermination des déformations :

Grâce toujours au logiciel MICROSOFT EXCEL, on a ajouté une courbe de tendance pour chaque forme tracée. Pour ce faire, on a utilisé deux méthodes :

3.2.2.1 Méthode de l'arc de cercle :

Au début, on a assimilé la forme prise par l'échantillon à un arc de cercle d'équation $x^2 + y^2 = R^2$ avec R : rayon du cercle.

Mais ,on a constaté que la forme prise ne coïncidait pas vraiment avec l'arc du cercle et que le coefficient de corrélation était assez faible(de l'ordre de 0,8).

3.2.2.2 Méthode de la parabole :

En assimilant la forme prise par l'échantillon à une courbe polynomiale du second ordre, les deux formes se superposent presque l'une sur l'autre, et le coefficient de corrélation R^2 était bon, de l'ordre de 0,99 (comme illustré dans la figure 2.4).

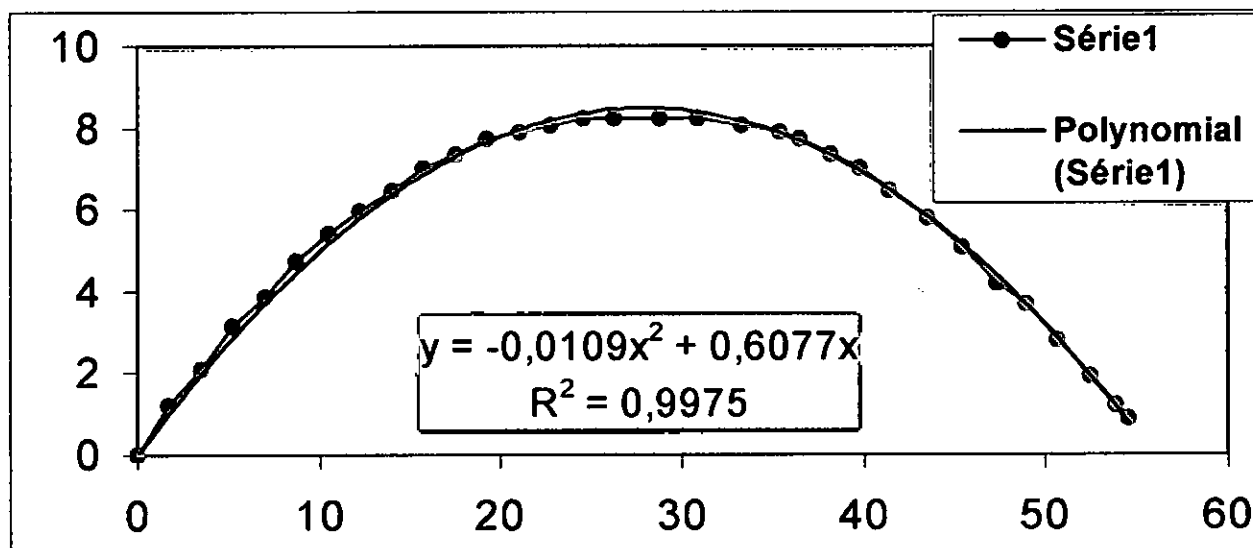


Figure 2.5 : Exemple : Forme associée à la déformation résiduelle (déformation permanente)

CHAPITRE II : METHODES EXPERIMENTALES

3.3 Calcul du rayon de courbure :

L'équation de la courbe polynomiale est sous la forme suivante:

$$y = -ax^2 + bx \dots (1), \text{ avec } a > 0 \text{ et } b > 0.$$

On calcule le rayon de courbure r de la parabole.

En assimilant l'équation précédente au cas d'un projectile dans la cinématique:

On pose $x = vt$

En remplaçant x dans (1) :

$$y = -av^2t^2 + bvt \dots (2)$$

En dérivant ,on obtient :

$$\frac{dy}{dt} = -2av^2t + bv$$

$$\frac{dy}{dt} = 0 \Rightarrow t_0 = \frac{b}{2av}$$

en remplaçant t_0 dans (2), on obtient :

$$y_0 = -av^2\left(\frac{b^2}{4a^2v^2}\right) + bv\left(\frac{b}{2av}\right)$$

$$y_0 = -\frac{b^2}{4a}$$

donc le sommet de la forme a une ordonnée $y_0 = (-b^2/4a)$.

On sait aussi que $\frac{d^2y}{dt^2} = \gamma_N$ (accélération normale).

$$\text{Et que : } \gamma_N = \frac{v^2}{r}$$

$$\text{D'où : } \frac{d^2y}{dt^2} = -2av^2 = \gamma_N$$

$$\text{Donc : } -2av^2 = \frac{v^2}{r}$$

$$\text{Finalement : } r = \frac{-1}{2a}$$

Le rayon de courbure correspondant à l'allure de l'équation (1) est : $r = \frac{-1}{2a}$

4. METHODES DE CARACTERISATION STRUCTURALE :

4.1 La métallographie :

4.1.1 Introduction :

La micrographie a pour objectif, à l'aide d'examens des caractéristiques de la structure, l'appréciation de certaines propriétés, le plus souvent mécaniques, des échantillons étudiés .

La microscopie optique est une des techniques de caractérisation microstructurale des matériaux. Elle peut permettre une observation des phases en présence, de la taille des grains et des défauts éventuels. A condition qu'on puisse provoquer la transformation martensitique sous microscope, on peut aussi réaliser des observations phénoménologiques concernant l'apparition et la disparition des variantes de martensite dans un alliage à mémoire de forme [10].

4.1.2 Echantillonnage :

Un échantillon métallographique n'a de valeur que dans la mesure où il représente bien la pièce dont il est issu au point de vue composition et structure.

4.1.3 Manipulation et enrobage de l'échantillon :

Dans la plupart des cas, l'enrobage des échantillons est nécessaire avant l'opération de polissage. Il permet en effet de polir les échantillons trop petits pour être manipulés et d'assurer une bonne préparation des bords [14].

L'échantillon à caractériser est assez petit en dimension, l'enrobage de celui-ci est primordial.

CHAPITRE II : METHODES EXPERIMENTALES

Dans notre cas l'enrobage est effectué à froid, une poudre appropriée est mélangée avec une solution spécifique. On introduit l'échantillon étudié et le mélange obtenu dans un moule cylindrique en plastique et on laisse le tout se solidifier à l'air libre.

Après solidification totale, une résine est obtenue, l'échantillon est enrobé et est prêt à toute manipulation.

4.1.4 Polissage :

Le but du polissage, est de réaliser sur une coupe de l'échantillon, une surface plane spéculaire afin d'obtenir une image représentative de sa structure [14].

La micro-géométrie souhaitée de l'échantillon étudié peut être obtenue par enlèvement mécanique des microcopeaux en utilisant des outils très fins, appelés :abrasifs.

Le principe de base du polissage est d'usiner l'échantillon avec des abrasifs de granulométrie de plus en plus fine. Chaque étape doit éliminer l'endommagement produit par la précédente.

Le polissage d'un alliage à mémoire de forme en phase martensitique ou austénitique ne pose pas de difficultés particulières par les méthodes classiques.

Certains problèmes peuvent apparaître à l'occasion d'un polissage à une température proche de la température de changement de phase.

Le polissage d'un échantillon austénitique possédant une température de transformation proche de l'ambiante va induire des contraintes internes et de la martensite de surface. Par contre, le polissage d'un échantillon martensitique se transformant légèrement au dessus de la température ambiante doit être réalisée de façon à éviter tout échauffement, car ce dernier provoque un passage partiel en austénite et il en résulte l'apparition d'un relief de surface dû à la transformation austénite –martensite lors du refroidissement [10].

Pour des raisons de rendement (vitesse de polissage), on a utilisé d'abord les abrasifs grossiers (granulométrie: 240, 400) puis les abrasifs les plus fins (granulométrie: 600, 800, 1000).

La finition est réalisée grâce à la pâte d'alumine étalée sur feutre, et cela pour l'obtention de surfaces lisses et brillantes.

CHAPITRE II : METHODES EXPERIMENTALES

Cette pâte d'alumine est préparée à partir d'une poudre très fine (deux types : 0,05 μm puis 0,3 μm) mélangée à de l'eau distillée.

4.1.5 L'attaque chimique :

Une fois que les opérations de polissage et de traitements de finition sont achevés, et que l'état 'miroir' de la surface est obtenu, on procède à l'attaque chimique de l'échantillon en question. C'est l'étape qui précède l'observation microscopique, elle est indispensable pour relever la structure du matériau considéré.

L'opération s'effectue par immersion de l'échantillon fraîchement poli et sec dans le réactif. L'attaque est arrêtée en rinçant abondamment à l'eau ou à l'alcool. On prend soin d'éliminer toute trace d'auréole au séchage qui gênerait l'observation.

A moins d'une application spécifique, on cherche en général à avoir une vue globale de la structure; visualisation et répartition des différentes phases, taille du grain ou plus généralement de la structure On cherche donc le réactif en fonction du type de matériau étudié.

Dans notre cas, le réactif utilisé est préparé selon les proportions suivantes :

- ϕ 1 gramme de FeCl_3 (tetra chlorure de fer).
- ϕ 20 ml d' HCl (acide chloridrique).
- ϕ 100 ml de H_2O (eau distillée)

La durée de l'attaque chimique est 35 à 40 secondes.

4.1.6 L'observation au microscope optique :

Après l'attaque chimique, l'échantillon est nettoyé, séché par un sèche cheveux, puis envoyé au microscope optique pour effectuer l'observation métallographique.

4.2 La microdureté :

La dureté caractérise la résistance à l'enfoncement (déformation). On mesure la profondeur de pénétration d'une bille, d'un cône ou d'une pyramide appliquée sur le métal avec une force déterminée, les duretés des métaux différents ne pouvant être comparées que si elles sont déterminées suivant la même méthode et avec la même charge.

Pour notre cas, nous avons effectué des microduretés Vickers, car la méthode Vickers est appropriée pour des couches très fines ou des petites pièces, comme c'est le cas de notre échantillon .

La formule qui donne la valeur de la dureté vickers Hv est la suivante :

$$Hv = 1854 \frac{P}{0,159 \times n}, [6]$$

Avec :

n [μm] : diagonal moyenne de l'empreinte.

CHAPITRE III

RESULTATS

ET

INTERPRETATIONS

1. EVOLUTION DU RAYON DE COURBURE :

Après avoir déterminé le rayon de courbure de l'échantillon après chaque cycle d'éducation, on a suivi l'évolution de ce rayon pour les cycles suivant : 1^{er} cycle, 10^{ème} cycle, 20^{ème} cycle, 30^{ème} cycle, 40^{ème} cycle, 50^{ème} cycle et le 60^{ème} cycle (figure 3.1). Les rayons de courbure correspondants au nombre de cycles d'éducation effectués sont reportés sur le tableau ci dessous (tableau 3.1).

Cycles d'éducation	Rayon de courbure(mm)
1 ^{er}	312,5
10 ^{ème}	131,57
20 ^{ème}	82,2
30 ^{ème}	65,78
40 ^{ème}	60,97
50 ^{ème}	57,47
60 ^{ème}	55,55

Tableau 3.1

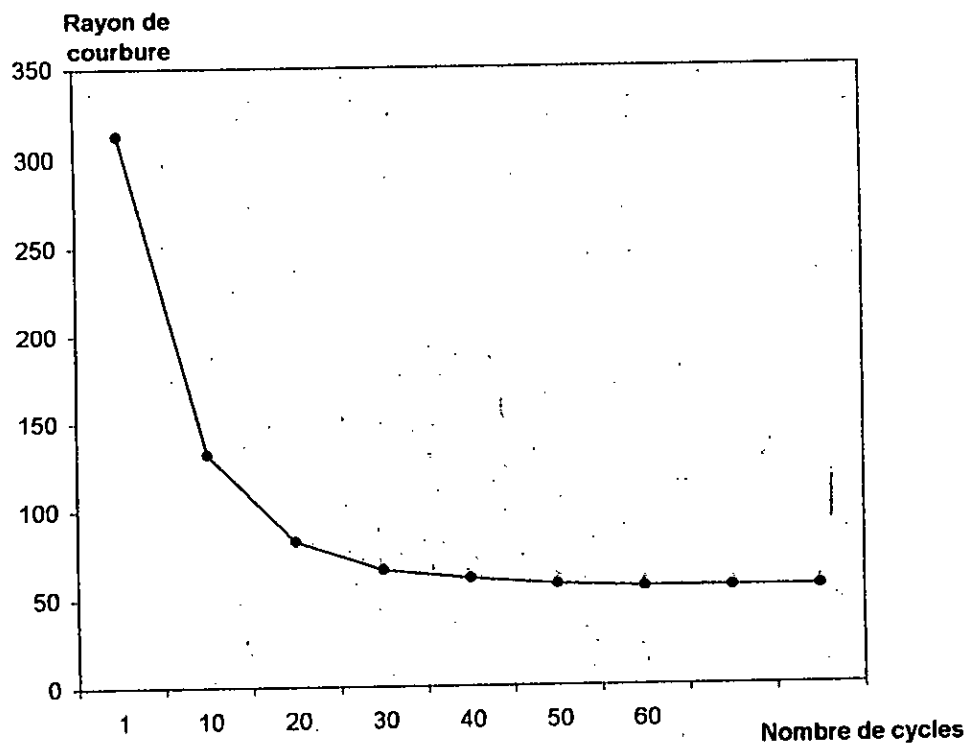


Figure 3.1 : Variation du rayon de courbure de l'échantillon en fonction du nombre de cycles d'éducation effectués

D'après la figure 3.1, on peut définir deux parties dans la courbe :

- La première partie montre qu'au fur et à mesure que le nombre de cycle d'éducation augmente, le rayon de courbure de l'échantillon diminue, ce qui veut dire que la déformation augmente, et donc il y a évolution vers l'effet mémoire double sens.
- La deuxième partie, où il y a stabilisation du rayon de courbure, donc de la déformation, d'où on peut dire que l'EMDS est atteint.

Au cours de l'éducation, on remarque que l'échantillon commence à présenter un effet mémoire double sens aux environs du 10^{ème} cycle. Puis, la forme se stabilise vers le 60^{ème} cycle.

L'évolution de la forme de l'échantillon est représentée dans la figure 3.2.

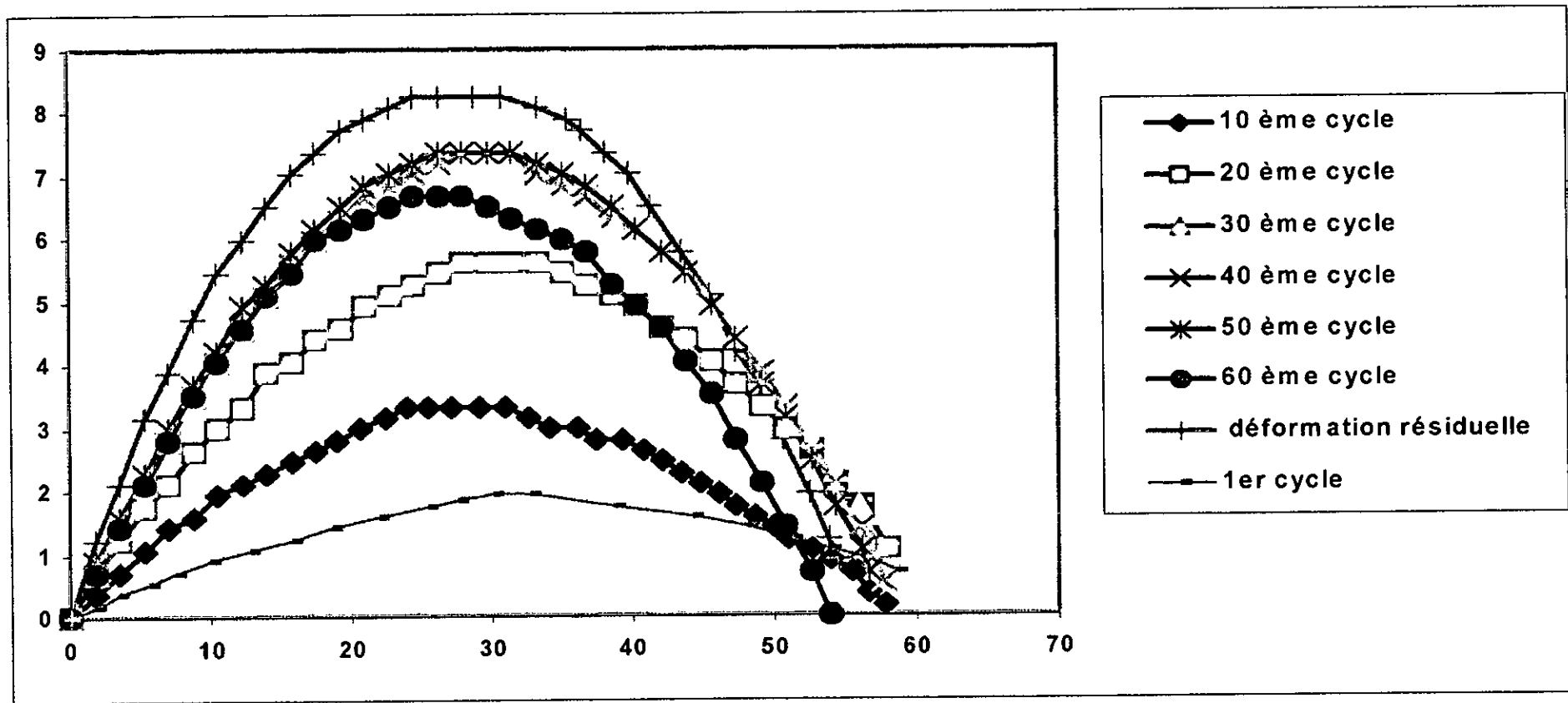


Figure 3.2 : Evolution de la forme de l'échantillon en fonction du nombre de cycle d'éducation effectués.

2. RENDEMENT A L'EDUCATION :

On définit le rendement à l'éducation par la relation suivante :

$$\eta = \frac{r_P}{r_M}$$

r_P : rayon de courbure de l'échantillon associé à la déformation permanente.

r_M : rayon de courbure mesuré après stabilisation de l'EMDS.

$$r_M = 55,55\text{mm}$$

A partir de la figure 2.4 du chapitre II, on peut calculer le rayon de courbure r_P correspondant à la forme obtenue.

L'équation de la forme est : $y = -0,0109x^2 + 0,8077x$

On a déjà vu que : $r_P = \frac{-1}{2a}$

$$a = -0,0109 \Rightarrow r_P = 45,87\text{mm}$$

$$\text{Et donc : } \eta = 45,87/55,55$$

$$\text{D'où : } \eta = 0,825 = 82,5\%$$

Et finalement, le rendement à l'éducation est : $\eta = 82,5\%$.

3. COMPORTEMENT STRUCTURALE :

3.1 Mesure des microduretés :

Les mesures de microduretés ont été effectuées au Centre de Soudage de Chéraga (CSC). L'appareil utilisé a les références suivantes : MICROMET 3 MICRO HARDNER TEST , BUHLER LTD. LAKE BLUFF ILLINOIS 60044 USA .

On a utilisé deux charges différentes :50 gF (gramme force) et 100 gF.

Le résultat des mesures est reporté sur le tableau 3.2 :

Charges(gF)	Microdureté(Hv)
50	229,4
	279,3
100	231,5
	239
	246,1
	230,7
	216,7
	215,2
	208,1
	242,5
	207,4
	234
	208,8
	230,7
222	
242	

Tableau 3.2

On obtient donc une microdureté moyenne de l'échantillon en question de :226,76 Hv.

3.2 Etat brut de trempe :

La structure du matériau à l'état brut de trempe est illustrée dans la figure (3.3).

En analysant bien la micrographie, on remarque :

- structure est grossière
- un empilement de la martensite en latte.

3.3 Etat éduqué :

La prise des photos micrographiques a été effectuée au sein du Centre de Soudage de Chéraga, sur un microscope optique ZEISS. AXIOPLAN, muni d'une caméra numérique ZEISS AXIOCAM MRC.

Le logiciel utilisé pour le traitement d'images est MRGrab 1.0

Nous avons utilisé le grossissement X1000.

Après analyse des micrographies prises (figure 3.4), on peut retenir les remarques suivantes :

- Il y a réorientation préférentielle des variantes de martensite due à l'éducation et à la déformation du matériau.
- La structure est fibreuse, et cela est dû à la mise en forme par laminage ou filage.
- Il y a formation de fins précipités dans les joints de grains de la structure, cela est synonyme d'un début de vieillissement de l'alliage.

Les précipités formés sont soit le Cu_9Al_4 qui est très fragile à basse température, soit le NiAl qui est stable à $T > 600^\circ\text{C}$, donc difficile à dissoudre. Les deux constituent un obstacle au déplacement réversible des interfaces austénite/martensite et provoquent ainsi, la dégradation de l'effet mémoire.

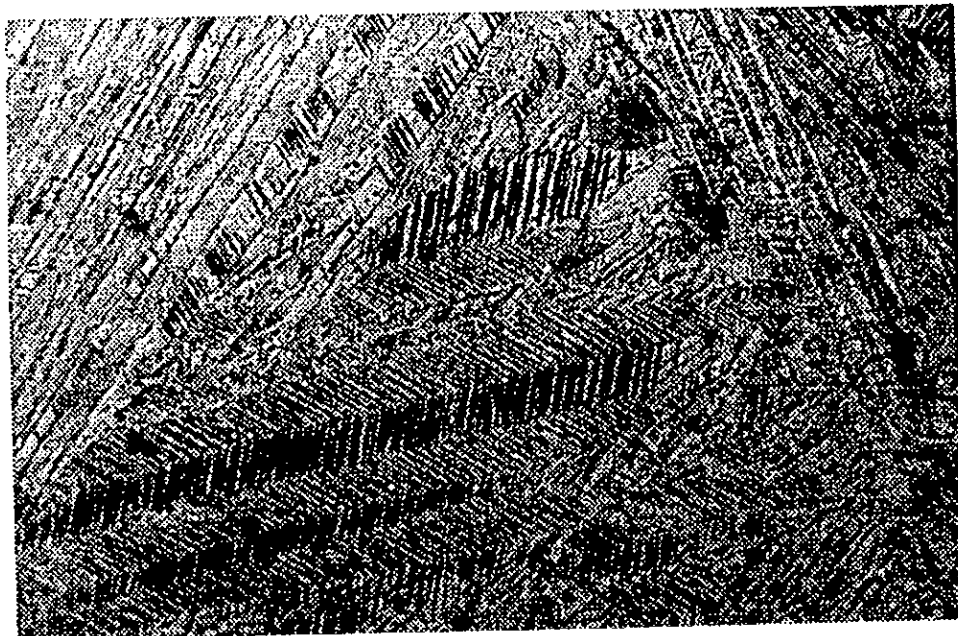
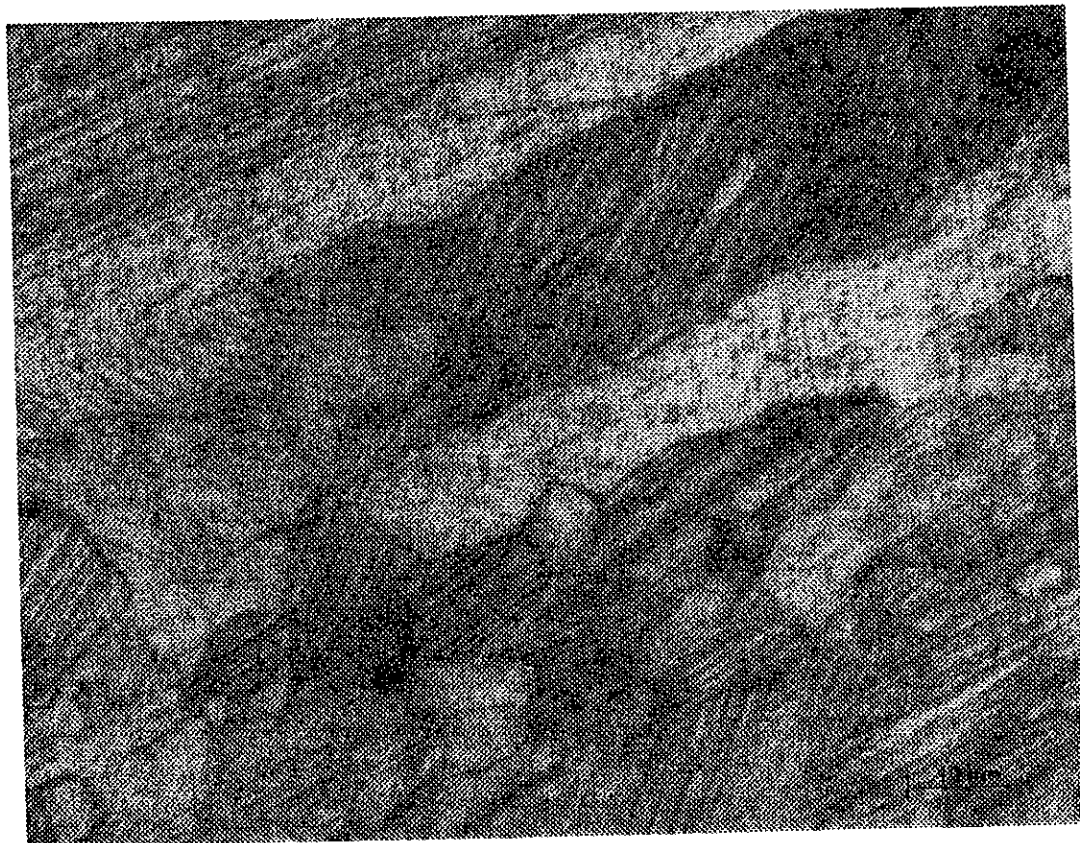


Figure 3.3 : Micrographie de l'état brut de trempe





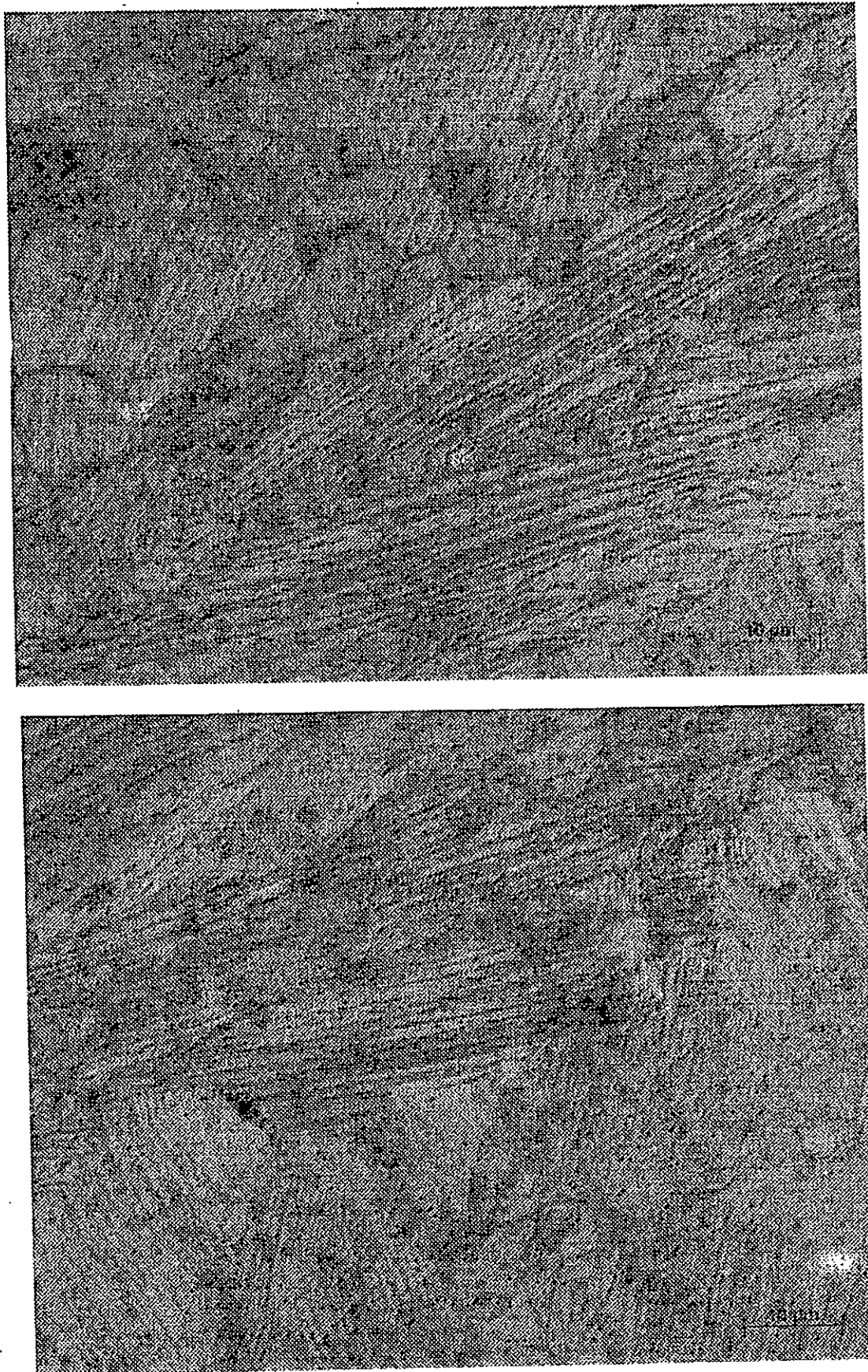


Figure 3.4 : Micrographies de l'état éduqué de l'échantillon

CHAPITRE III :RESULTATS ET INTERPRETATIONS

4. DISPOSITIF ELECTRIQUE :

4.1 Introduction :

Un connecteur électrique en AMF a été réalisé [9]. Ce dispositif a été exploité, pour vérifier l'éducation en mémoire double sens de l'échantillon en question.

Ce dispositif est en fait un circuit électrique qui comporte: une batterie qui est la source d'énergie, une lampe qui joue le rôle de témoin, et l'échantillon en AMF éduqué qui sera l'interrupteur du circuit.

La figure3.5 montre le dispositif mis en place.

4.2 Fonctionnement :

Lorsque l'échantillon étudié est à température ambiante, il est déformé par effet mémoire, ce qui le met en contact avec le fil électrique, d'où passage de courant, et ainsi la lampe témoin s'allume.

Lorsqu'il y a chauffage de l'échantillon (par un sèche cheveux), la transformation martensite- austénite s'effectue, et l'échantillon reprend ainsi sa forme initiale: il redevient rectiligne. Donc, il y a plus contact avec le fil électrique et la lampe s'éteint.

Après le chauffage, l'échantillon se refroidit au contact de l'air ambiant en lui cédant sa chaleur emmagasinée. La formation de variantes de martensite privilégiées va le déformer à nouveau, et on assistera à l'allumage de nouveau de la lampe témoin.

On a effectué deux expériences en utilisant le dispositif précédant: une au chauffage et l'autre au refroidissement, et on a pris le soin de prendre un film de quelques secondes qui montre clairement le changement de forme de l'échantillon en question suivant la température à laquelle il est soumis, et cela en utilisant une caméra numérique de marque SONY.

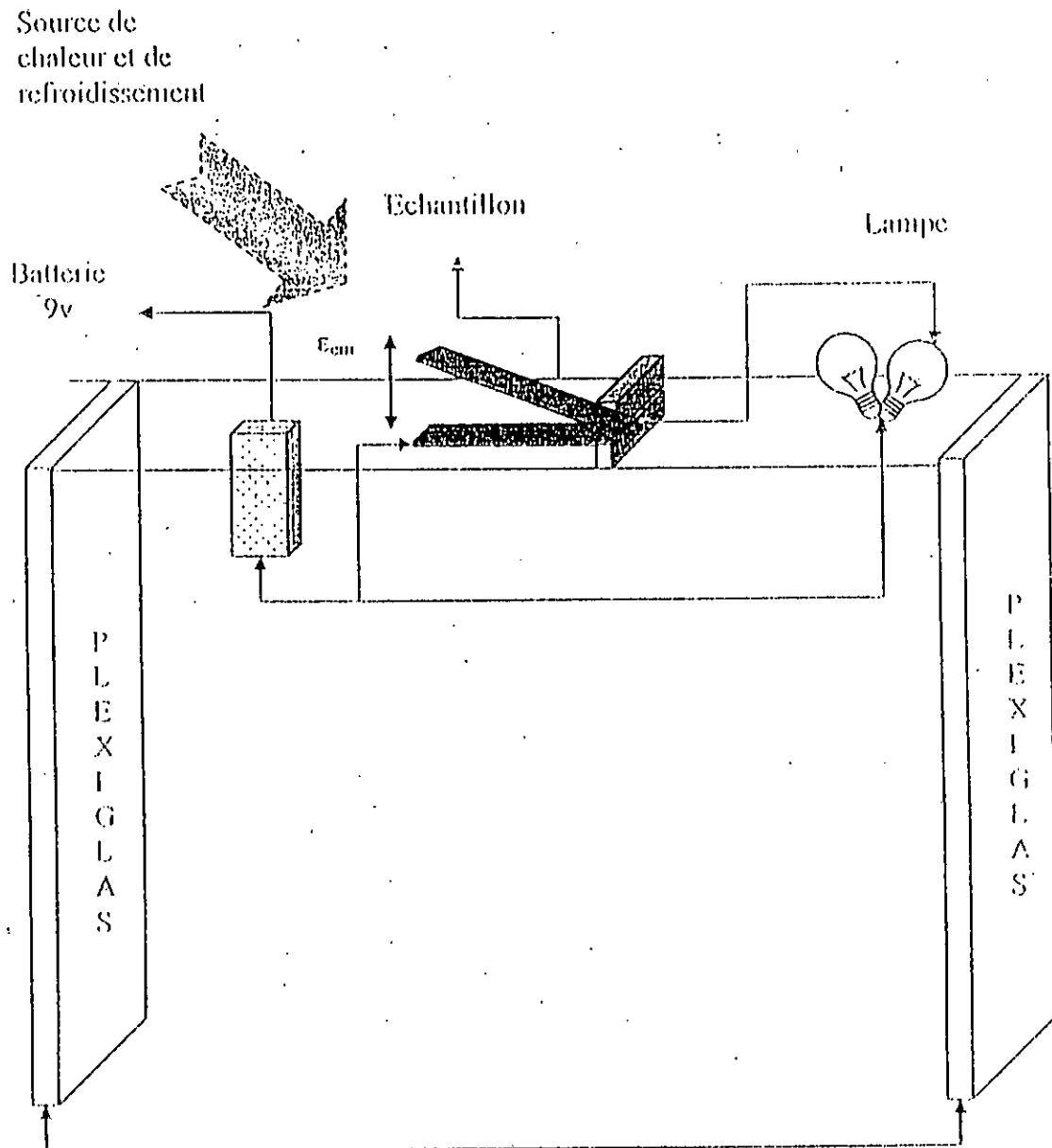


Figure 3.5: Schéma du connecteur électrique en AMF [8].

Conclusion générale :

L'alliage à mémoire de forme utilisé (Cu-Al-Ni) a été éduqué par la méthode du cyclage thermique utilisant l'effet mémoire simple sens.

Les résultats obtenus nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

- ◆ La facilité de mise en œuvre du processus d'éducation pour atteindre l'effet mémoire double sens.
- ◆ Le rendement à l'éducation obtenu est plus que satisfaisant, de l'ordre de 82,5%. L'effet mémoire double sens se stabilise à partir du 60^{ème} cycle.
- ◆ L'analyse métallographique nous montre une réorientation préférentielle des variantes de martensite due au processus d'éducation, avec la formation de fins précipités dans les joints de grains synonyme d'un début de vieillissement du matériau.
- ◆ Les mesures de microduretés sur l'échantillon éduqué ont donné une moyenne de 226,76 Hv.

En comparant cette méthode d'éducation à celle du cyclage thermique avec déformation imposée, on voit que le rendement à l'éducation est supérieur, ce qui nous montre la fiabilité de ce mode d'éducation.

Enfin, rappelons que le dispositif électrique mis en place pourrait être amélioré, en contrôlant deux circuits électriques. Quand l'un se ferme, l'autre s'ouvre et l'opération s'enchaîne.

Bibliographie:

- [1] Congrès international sur les transformations martensitiques. Icomat 1979. Combridge. USA.
- [2] G.Guenin : Techniques de l'ingénieur, 1989, M530
- [3] Christian Janot et Bernhard Lischner. Traité des matériaux. Matériaux émergents. P :373-396.
- [4] Michel Comombié et Coll. Matériaux Industriels ,Matériaux Métalliques. Dunod. P :823-847.
- [5] Z. Amrouche : Etude du comportement au vieillissement des alliages AMF type Cu-Al-Ni. Projet de fin d'études. 1998, p : 5, 7.
- [6] A.Sehisseh. Caractérisation de l'effet mémoire de forme des alliages type Cu-Al-Ni. Projet de fin d'étude.1994.
- [7] M.Bouabdallah, contribution à l'étude des alliages à mémoire de forme à base de cuivre-aluminium-nickel. Thèse de doctorat. Alger. ENP, 1998.
- [8] Pascale Rodriguez. Thèse de doctorat, INSA. France 1989.
- [9] H.Bachir Bouiadjra. Application d'une tige de type Cu-Al-Ni éduquée en effet mémoire double sens dans un connecteur électrique. Projet de fin d'études. Alger ENP. 2002.
- [10] E. Patoor et M. Berveiller : Technologie des alliages à mémoire de forme (comportement mécanique et mise en œuvre), édition Hermes. Paris, 1994, P: 51-56, 228-255 118, 124, 125.
- [11] Frédéric Lebon. Modélisation des alliages à mémoire de forme. Hermes. P : 36.
- [12] Internet, site web :<http://www.enscp.jussieu.fr/labs/LMS/AMF.html>
- [13] Mezdour, Education d'un alliage à mémoire de forme (Cu-Al-Ni). Projet de fin d'étude. Alger ENP.1996.
- [14] Métallographie et techniques d'analyse. Collection Campus. Par un collectif d'auteurs. Préface d'Alain Guimier.