

REPUBLIQUE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT DE METALLURGIE

4/94

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDE S

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT EN METALLURGIE

THEME

CARACTERISATION DE L'EFFET
MEMOIRE DE FORME DES
ALLIAGES AMF TYPE CU-AL-NI

PROPOSE ET DIRIGE PAR : Mr M. BOUABDELAH

ETUDIE PAR : S'HISSEH ABDELAZIZ

1993/1994

DEDICACES

JE DIDIE CE TRAVAIL A MA CHERE MERE ET MON CHER PERE
AINSI QU'A MES CHERS FRERES ET SOEURS.

ET JE NOUBLIERAI JAMAIS LES MEILLEURS AMIS SURTOUT:
MESSAOUD, SALIM, ABDEL-GHANI, MADANI, TOUFIC, DEHMENE, MADI
ET NOTRE CHER HOCINE.

ET SANS OUBLIER LES AMIS DE TRONC-COMMUN: EL HADDI,
TAFER, SAHEB, SNNOUNE, SAID, ...ET NOTRE AMI DEFUNT MOHAMED
SEGHIR.

SEHISSEH ABDELAZIZ.

REMERCIEMENTS

JE TIENS A TEMOIGNER A Mr M. BOUABDALLAH QUI A ENCADRE CE TRAVAIL AVEC ATTENTION, MA PROFONDE RECONNAISSANCE. J'APPRECIERAI PARTICULIEREMENT SA DISPONIBILITE POUR DE NOMBREUSES SEANCES DU TRAVAIL ET DE CONSULTATION.

JE REMERCIE Mr BENBRAIKA QUI MA BEAUCOUP AIDE AU COURS DE MA PRESENCE DANS L'ATELIER DE GENIE MECANIQUE. AINSI QUE Mrs MOUSTAPHA, RACHID, QUABDESSALEM, ALI...

CE TRAVAIL A ETE REALISE AU SEIN DU LABORATOIRE DU DEPARTEMENT DE METALLURGIE. JE TIENS A REMERCIER Mrs ABDENNOUR, KHALED ET AHMED.

UNE PARTIE DU TRAVAIL DE CARACTERISATION A ETE EFFECTUE AU H.C.R. JE REMERCIER Mr BOUDAMOUSSE AINSI QUE Mr BENMRIDJA.

ET SANS OUBLIER DE REMERCIER LES EMPLOYES DE LA BIBLIOTHEQUE DE L'ECOLE, SURTOUT SALAH ET KARIM.

LE TRAITEMENT DU TEXTE EST REALISE AU SEIN DU CENTRE DE CALCUL DE L'ASSOCIATION SCIENTIFIQUE EL-KHAWARIZMI. JE REMERCIE Mrs HICHEM, NAIM, SALIM, AZEDDINE, LYES,...

SEHISSEH ABDELAZIZ

INTRODUCTION GENERALE



Les alliages à mémoire de forme sont bien connus pour leurs propriétés thermomécaniques remarquables, plus précisément l'effet mémoire simple et double sens.

Une première partie bibliographique se rapporte aux généralités concernant la transformation martensitique des AMF et le comportement de ces thermomécanique de ces alliages (Cu-Al-Ni) ainsi qu'à l'étude de diagramme d'équilibre et en fin à certain exemples d'applications dans différents domaines.

L'étude expérimentale a porté sur l'étude de la cellule de mesure DSC ainsi qu'à la mise au point de deux dispositifs mécaniques le premier permet de déformer des tolles en forme de (V) et en forme de (C) en vu de faire le traitement d'éducation utilisant l'effet mémoire simple, le second est réalisé à fin de faire le traitement d'éducation par cyclages thermiques avec déformation imposée.

En fin la dernière partie est consacrée aux résultats expérimentaux concernant la DSC, le traitement d'éducation et l'essai de vieillissement. Des interprétations seront proposés pour chaque phénomène observé.

TABLE DES MATIERES



INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE I :PARTIE THEORIQUE

I.	INTRODUCTION.	
II.	TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DES AMF.	
II.1.	DEFINITION	6
II.2.	CARACTERISTIQUES ET CLASSIFICATION DES TRANSFORMATIONS	7
II.3.	PROPRIETES DES AMF	11
II.3.1.	PROPRIETE SUPER-ELASTIQUE	11
II.3.2.	PROPRIETE CAOUTCHOUTIQUE	13
II.4.	THERMODYNAMIQUE DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DES AMF	13
II.4.1.	LA GERMINATION	18
II.4.2.	LA CROISSANCE	18
II.4.3.	L'ETALEMENT	18
II.4.4.	L'HYSTERESIS DE LA TRANSFORMATION	19
II.4.5.	TRANSFORMATION INDUITE SOUS CONTRAINTE	19
II.5.	L'ANALYSE MICRO-CALDRIMETRIQUE DIFFERENTILLE (DSC)	21
II.6.	L'ANALYSE PAR MESURE DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE	21
III.	L'EFFET MEMOIRE ET LES TRAITEMENTS THERMO-MECANQUES DES AMF.	
III.1.	L'EFFET MEMOIRE SIMPLE (EMS)	24
III.2.	EFFET MEMOIRE DOUBLE (EMD)	24
III.3.	DIFFERENTS MODES D'EDUCATION	26
III.3.1.	CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EMS	26
III.3.2.	CYCLAGE THERMIQUE SOUS CONTRAINTE CONSTANTE	26
III.3.3.	TRANSFORMATION AU DESSUS DE A_c PAR SUPER-ELASTICITE	26
III.3.4.	CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFORMATION IMPOSEE	28

VI.	LES PHENOMENES DE VEILLISSEMENT ET DE STABILISATION.	
VI.1.	MAINTIEN EN PHASE β_1 OU VEILLISSEMENT	28
VI.2.	MAINTIEN EN MARTENSITE OU STABILISATION	29
VI.3.	EVOLUTION DES POINTS DE TRANSFORMATION	29
V.	LE SYSTEME CU-AL-NI.	
V.1.	LES PHASES D'EQUILIBRE	31
V.1.1.	PHASE β	31
V.1.2.	PHASE γ_2	31
V.1.3.	PHASE α	31
V.1.4.	PHASE k	32
V.2.	LES PHASES HORS D'EQUILIBRE	34
V.3.	L'INTERET DE L'ALLIAGE Cu-Al-Ni	34
V.4.	INFLUENCE DE LA TENEUR EN Ni	34
V.5.	INFLUENCE DE LA TENEUR EN Al	34
VI.	LIMITES ET CONTRAINTES D'UTILISATION DES AMF.	
VII..	QUELQUES APPLICATIONS DES AMF.	
VII.1.	SYSTEME DE CONNECTION POUR TUBES	36
VII.2.	CONNEXION ELECTRIQUE	37
VII.3.	REGULATION THERMIQUE	37
VII.4.	APPLICATION MEDICALE	37
 CHAPITRE II: PARTIE EXPERIMENTALE 		
I.	MATERIAUX ETUDIES	41
II.	METHODES MICRO-CALORIMETRIQUE	42
II.1.	LE MICRO-CALORIMETRE UTILISE	42
II.2.	DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES DE LA TRANSFORMATION	45
II.2.1.	DETERMINATION DE L'ENTHALPIE DE TRANSFORMATION	46

II.2.2.	DETERMINATION DES FRACTIONS	
	TRANSFORMATIONS	46
II.2.3.	DETERMINATION DES POINTS DE	
	LA TRANSFORMATION	47
III.	TRAITEMENTS THERMO-MECANQUES	47
III.1.	CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EFFET MEMOIRE SIMPLE ..	47
III.1.1.	DISPOSITIF EXPERIMENTAL	47
III.1.2.	MODE OPERATOIRE	48
III.2.	CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFORMATION IMPOSEE	53
III.2.1.	DISPOSITIF EXPERIMENTAL.....	53
III.2.3.	MODE OPERATOIRE	53
IV.	VEILLESSEMENT	55
IV.1.	MODE OPERATOIRE	55
IV.2.	LA MICRO-DURETE	55
IV.3.	L'OBSERVATION MICROSCOPIQUE	56

CHAPITRE III: RESULTATS ET INTERPRETATIONS

I.	RESULTATS DE LA D.S.C	59
I.1.	ENTHALPIE DE LA TRANSFORMATION	59
I.2.	CARACTERISTIQUES DE LA TRANSFORMATION	60
	o CONCLUSION	65
II.	EDUCATION DES ALLIAGES AMF	66
II.1.	PREMIER MODE UTILISE: CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EMS ..	66
II.1.1.	DEFORMATION EN FORME DE (V)	66
II.1.2.	DEFORMATION EN FORME DE (C)	66

II.1.3. RESULTATS DE L'EDUCATION	66
□ CONCLUSION	67
II.2. DEUXIEME MODE UTILISE: CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFORMATION IMPOSEE	70
III. RESULTATS RELATIFS AU VEILLISSEMENT	70
III.1. ETUDE DE VEILLISSEMENT DE LA NUANCE (B)	70
□ CONCLUSION	72
III.2. VEILLISSEMENT DE LA NUANCE (A)	73
□ CONCLUSION	76
III.4. CARACTERISATION MICROGRAPHIQUE	76
VI. CONCLUSION GENERALE	78

ANNEXE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

المدسة الوطنفة المتمددة التففففات
BIBLIOTHEQUE — المكككبة
Ecole Nationale Polytechnique

CHAPITRE I

PARTIE THEORIQUE

TABLE DES MATIERES-PARTIE THEORIQUE

I.	INTRODUCTION.	
II.	TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DES AMF.	
II.1.	DEFINITION	6
II.2.	CARACTERISTIQUES ET CLASSIFICATION DES TRANSFORMATIONS	7
II.3.	PROPRIETES DES AMF	11
II.3.1.	PROPRIETE SUPER-ELASTIQUE	11
II.3.2.	PROPRIETE CAOUTCHOUTIQUE	13
II.4.	THERMODYNAMIQUE DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DES AMF	13
II.4.1.	LA GERMINATION	18
II.4.2.	LA CROISSANCE	18
II.4.3.	L'ETALEMENT	
II.4.4.	L'HYSTERESIS DE LA TRANSFORMATION	18
II.4.5.	TRANSFORMATION INDUITE SOUS CONTRAINTE	19
II.5.	L'ANALYSE MICRO-CALORIMETRIQUE DIFFERENTIELLE (DSC)	19
II.6.	L'ANALYSE PAR MESURE DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE	21

III. L'EFFET MEMOIRE ET LES TRAITEMENTS THERMO-MECANIQUE DES AMF.

III.1. L'EFFET MEMOIRE SIMPLE (EMS) 24

III.2. EFFET MEMOIRE DOUBLE (EMD) 24

III.3. DIFFERENTS MODES D'EDUCATION 26

 III.3.1. CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EMS 26

 III.3.2. CYCLAGE THERMIQUE SOUS CONTRAINTE
 CONSTANTE 26

 III.3.3. TRANSFORMATION AU DESSUS DE A_c
 PAR SUPER-ELASTICITE 26

 III.3.4. CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFORMATION
 IMPOSEE 28

VI. LES PHENOMENES DE VEILLISSEMENT ET DE STABILISATION.

VI.1. MAINTIEN EN PHASE β_1 OU VEILLISSEMENT 28

VI.2. MAINTIEN EN MARTENSITE OU STABILISATION 29

VI.3. EVOLUTION DES POINTS DE TRANSFORMATION..... 29

V. LE SYSTEME CU-NI.

V.1. LES PHASES D'EQUILIBRE 31

 V.1.1. PHASE β 31

 V.1.2. PHASE γ_2 31

 V.1.3. PHASE α 31

 V.1.4. PHASE k 32

V.2.	LES PHASES HORS D'EQUILIBRE	32
V.3.	L'INTERET DE L'ALLIAGE CU-AL-NI	34
V.4.	INFLUENCE DE LA TENEUR EN NI	34
V.5.	INFLUENCE DE LA TENEUR EN AL	34
VI.	LIMITES ET CONTRAINTES D'UTILISATION DES AMF	34
VII..	QUELQUES APPLICATIONS DES AMF.	
VII.1.	SYSTEME DE CONNECTION POUR TUBES	36
VII.2.	CONNEXION ELECTRIQUE	37
VII.3.	REGULATION THERMIQUE	37
VII.4.	APPLICATION MEDICALE	37

CHAPITRE THEORIQUE

1. INTRODUCTION :

Les alliages à mémoire de forme ont souvent retenu l'attention du grand public par l'intermédiaire des médias. En effet, ces alliages ont la capacité de changer de forme spontanément, lorsqu'ils passent d'une température froide à une température chaude (figure-I.1) (1). Cet effet est appelé "effet mémoire simple (EMS)". D'autre part on peut éduquer ces matériaux par un traitement thermo-mécanique de telle sorte qu'ils parviennent à reprendre spontanément deux formes différentes, l'une à température froide l'autre à température chaude (1). Ce dernier effet est appelé "effet mémoire double (EMD)" (2). Un autre effet très intéressant appelé "effet super-élastique" (ou pseudo-élastique), offre la possibilité de stocker de l'énergie dans le matériau en AMF. En effet, lorsqu'on soumet ce dernier à une contrainte extérieure, à température chaude, ce dernier subit une déformation apparemment plastique qui disparaît lors de la suppression de la contrainte et le matériau retrouve sa forme d'origine. En plus de tout ce qui est dit, ces alliages présentent une capacité d'amortissement de la phase martensitique; certains de ces alliages montrent une capacité d'amortissement vingt fois plus élevée que celle des matériaux classiques (1).

Bien que les alliages AMF connaissent un développement très important depuis les années quatre-vingt; deux brevets par jours en moyenne, l'intérêt industriel est resté tout un temps relativement faible, ce manque d'intérêt est dû à des raisons techniques et à des raisons économiques. Au début, il n'a pas été facile de transposer un

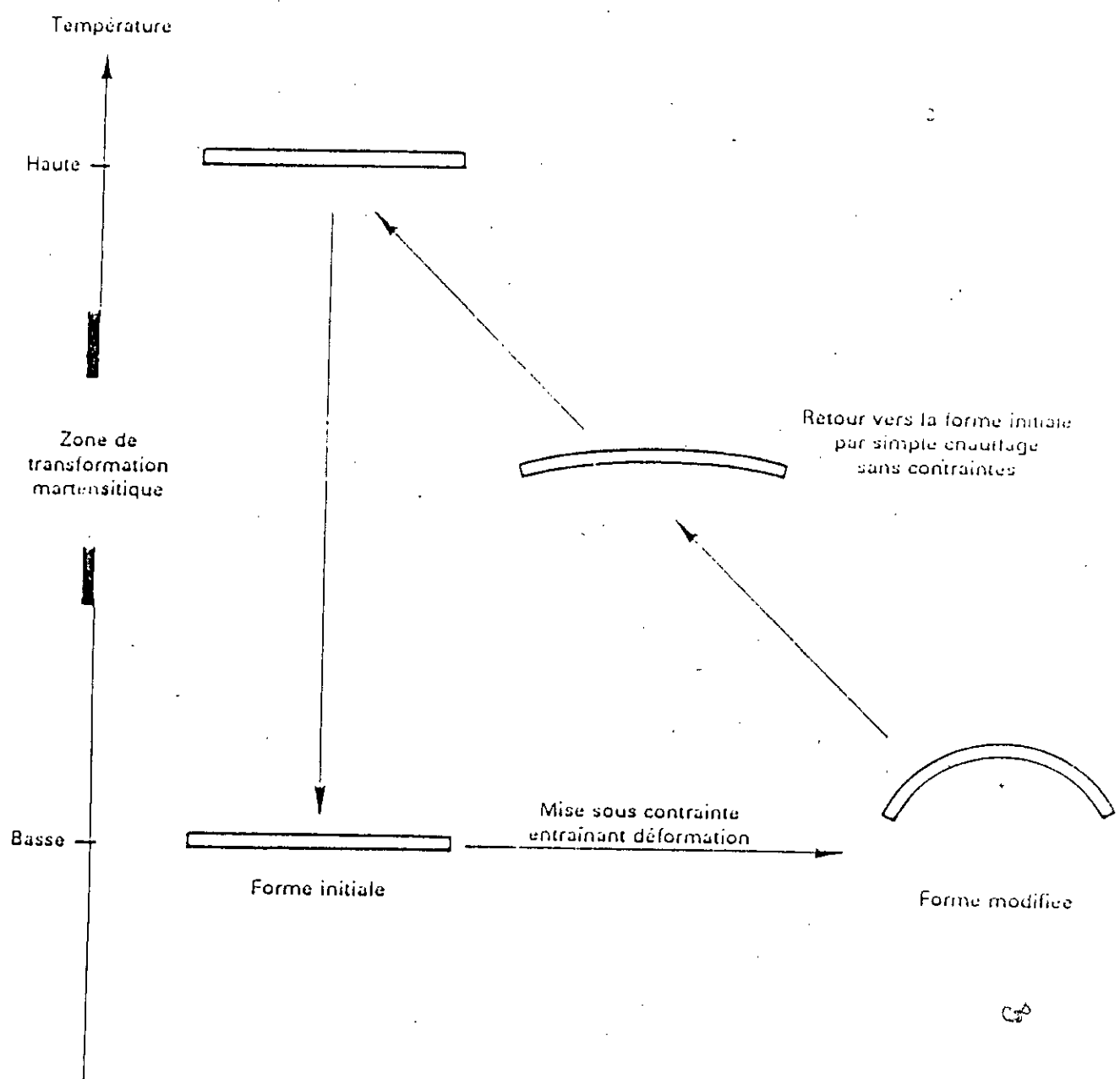


FIG-I. 1 : SCHEMATISATION DE L'EFFET MEMOIRE SIMPLE.

résultat spectaculaire de laboratoire vers un produit industriel fiable. Toute l'histoire thermo-mécanique nécessaire pour arriver à un matériau qui se comporte comme il faut est relativement compliquée et a due être optimisée; ces alliages ont aussi leurs limites et un comportement fiable dépend aussi de l'environnement lors de l'optimisation (1).

A l'heure actuelle, les alliages les plus développés industriellement (Cu-Zn-Al et le Ti-Ni) limitent les possibilités d'utilisation de l'alliage à mémoire de forme à la gamme de température de -200°C à $+100^{\circ}\text{C}$;

- Le Cu-Zn-Al présente une dégradation thermique rapide au-dessus de 100°C .
- Le Ti-Ni ne peut plus avoir une température de transformation supérieure à 100°C .

Seul l'alliage Cu-Al-Ni est envisageable en vue de développer des applications hautes température de 50°C jusqu'à 250°C (3).

II. LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DES AMF :

L'origine de l'effet mémoire est dû à l'existence d'une certaine transformation martensitique : phase bêta (haute température) \longleftrightarrow phase martensitique (basse température). Cette transformation est très connue dans le cas des aciers et se passe sans diffusion d'atomes (1).

II.1. DEFINITION :

"C'est une transformation displacive du premier ordre présentant une déformation homogène du réseau cristallographique, constituée essentiellement par un cisaillement" - *Congré International sur les transformations martensitique 1979 à CAMBRIDGE-USA* (4).

Le terme displacive du premier ordre signifie que la transformation met en jeu des déplacements petits; de l'ordre du dixième de la distance inter-atomique et parfaitement corrélés pour un très grand

nombre d'atomes. Il n'y a donc aucune diffusion à longue distance et ce type de transformation se produit très rapidement sans modifier ni l'ordre atomique ni la composition chimique. Un changement de forme peut se produire mais il est très faible (4).

Une transformation martensitique thermo-élastique est une transformation directe; austénite (phase mère) \rightarrow martensite qui se fait par germination et croissance de la martensite dans le réseau austénitique. La croissance des germes martensitiques est contrôlée par l'évolution de la température; à température constante les interfaces austénite-martensite sont immobiles. de la même manière la transformation inverse: martensite \rightarrow austénite se fait par germination de l'austénite et régression des interfaces austénite - martensite jusqu'à disparition de la dernière plaquette de martensite. TONG et WAYMAN ont observé que la première plaquette de martensite qui se forme lors du refroidissement est la dernière à disparaître au réchauffage et que la dernière qui se forme au refroidissement est la première qui se transforme en austénite au réchauffage (3).

II.2. CARACTERISTIQUES ET CLASSIFICATION DES TRANSFORMATIONS :

Les transformations martensitiques dans les AMF sont caractérisées par les quatre points de transformation (figure-I.2.a) : M_s ; M_f ; A_s ; A_f qui sont définis comme suit :

point M_s "martensite start", température d'apparition du premier germe de martensite dans le réseau d'austénite au cours du refroidissement;

point M_f "martensite finish" , température à laquelle l'alliage devient entièrement martensitique;

point A_s "austénite start" , température d'apparition du premier germe d'austénite dans les plaquettes de martensite lors du réchauffage.

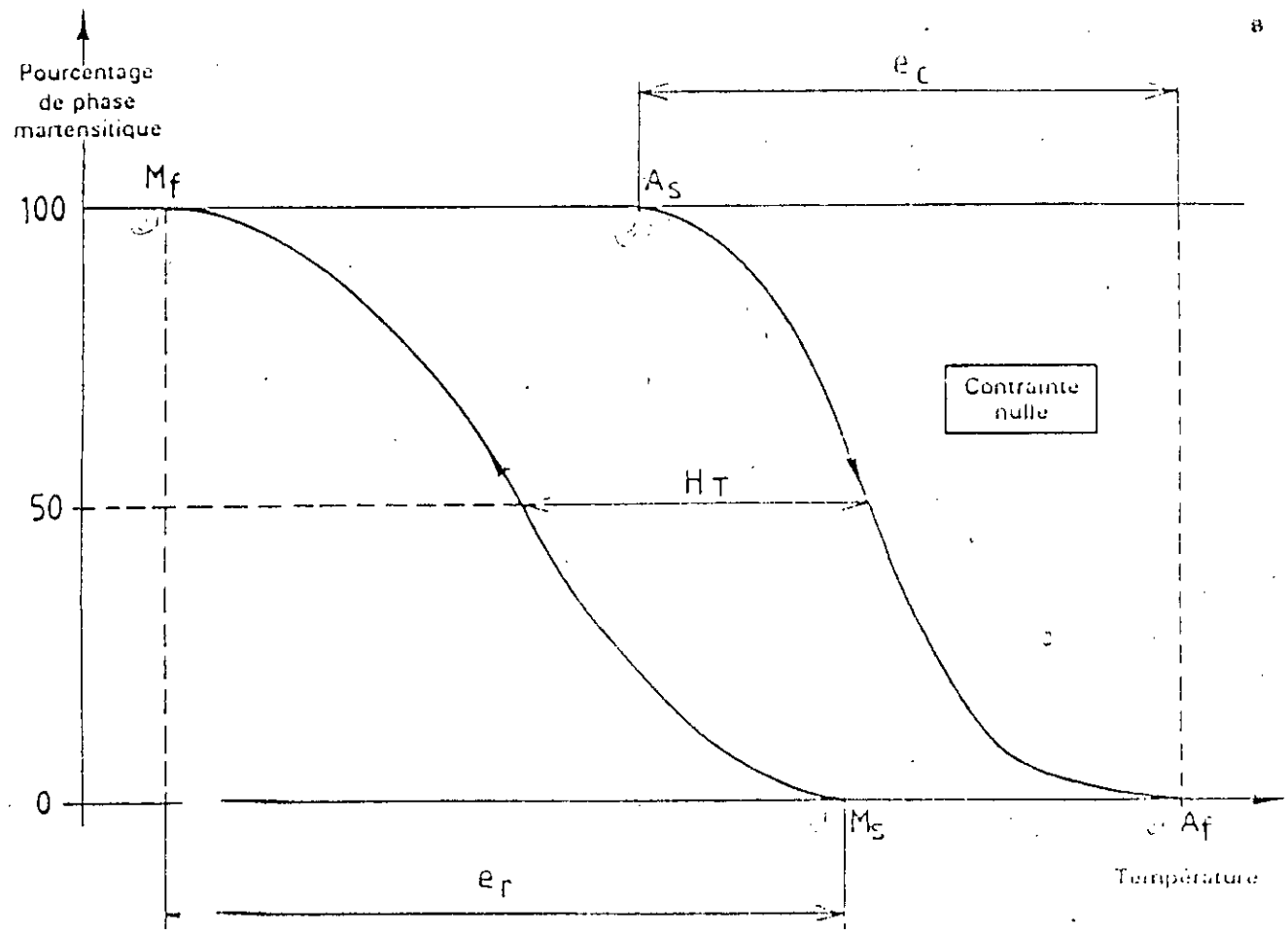


FIG I. 2. a : EVOLUTION - SCHEMATIQUE DE LA FRACTION TRANSFORMEE DE MARTENSITE TRANSFORMEE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE POUR UN (AMF).

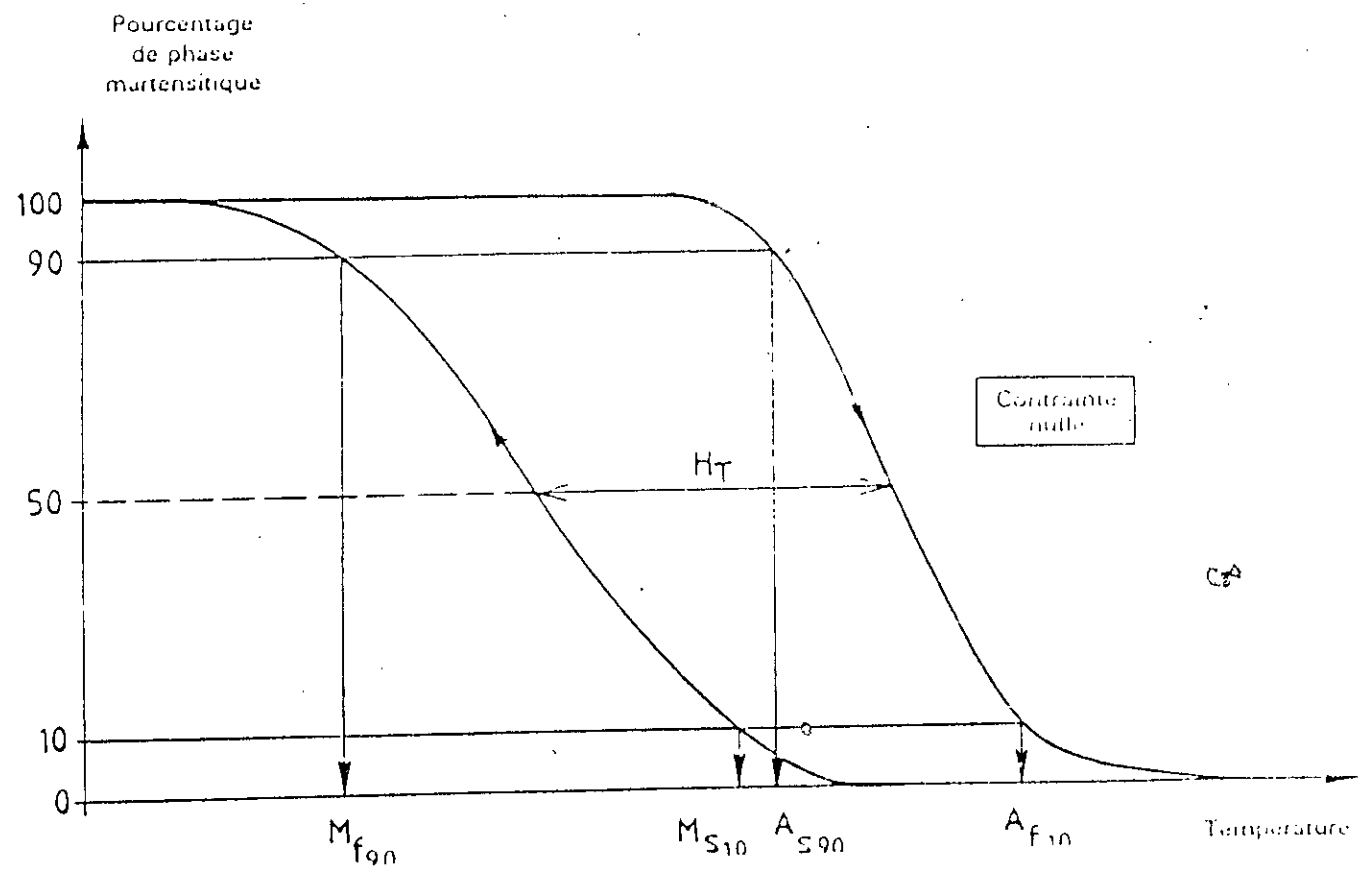


FIG-I. 2. b : DEFINITION DES POINTS DE TRANSFORMATION CONVENTIONNELS.

Point A_f "austénite finie" , température pour laquelle l'alliage devient entièrement austénitique.

En pratique , on définit des points de transformation conventionnels (figure-I.2.b) facilement accessibles par les méthodes de mesure usuelles et se substituant aux définitions théoriques. Les points conventionnels " M_s " et " A_f " sont fixés à 10% ; de martensite respectivement à la descente et à la montée de température. tandis que les points conventionnels " M_r " et " A_s " à 90% de martensite respectivement à la descente et à la montée en température. Ils seront notés respectivement M_{s10} , A_{f10} , M_{r90} , A_{s90} (figure-I.2.b) (2).

NOTE: les points de transformations M_s , M_r , A_s , A_f sont définis à -contrainte nulle ($\sigma = 0$) . dans le cas d'application d'une contrainte extérieure ces points évoluent et on les note respectivement: $M_{s\sigma}$, $A_{f\sigma}$, $M_{r\sigma}$, $A_{s\sigma}$ (2).

La transformation martensitique thermo-élastique est aussi caractérisée par : (figure-3)

L'hystérésis " H_t " largeur du cycle à mi-hauteur ;

L'étalement au chauffage: " $E_c = A_f - A_s$ " ;

L'étalement au refroidissement: " $E_r = M_s - M_r$ "

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

Transformation thermo-élastique de type I :

$$M_r < M_s < A_s < A_f \text{ (figure-3.a)}$$

Transformation thermo-élastique de type II :

$$M_r < A_s < M_s < A_f \text{ (figure-3.b)}$$

Transformation par " burst " (ou transformation explosive) où la germination et la croissance sont quasi-instantanées, l'hystérésis est importante (figure-3.c) (2,5).

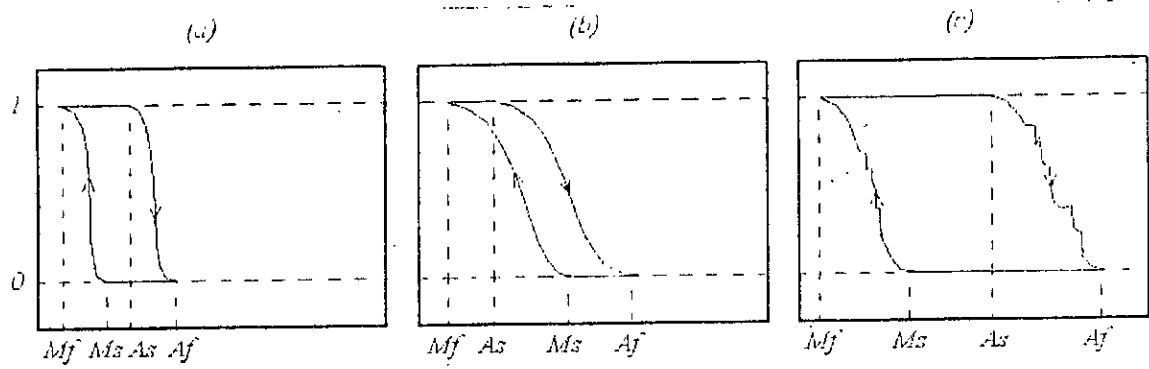


FIG-1.3 : Les différents types de transformation martensitiques

II.3. PROPRIÉTÉS DES AMF :

Un matériau en AMF trempé peut avoir deux propriétés très intéressantes qui sont à l'origine de l'effet mémoire :

la propriété super-élastique;

la propriété caoutchoutique.

II.3.1. PROPRIÉTÉ SUPER-ÉLASTIQUE :

Dans un diagramme effort-déformation enregistré à température supérieure à A_r on peut distinguer trois domaines différents figure-I.4:

lorsque " $\sigma < \sigma_c$ ", domaine (OA): la contrainte appliquée provoque une déformation purement élastique de l'austénite;

lorsque " $\sigma = \sigma_c$ ", segment (ab) on assiste à une déformation importante apparemment plastique dans le sens de la contrainte appliquée due à la germination et la croissance des variantes particulières de martensite induite sous contrainte. En supprimant la contrainte appliquée, le grain austénitique est régénéré par un mouvement inverse des plans de jonction austénite-martensite entraînant la suppression de la déformation. Ce phénomène est appelé "effet super-élastique". Si on augmente la température au-delà d'une certaine valeur critique " M_d " (voir thermodynamique de la transformation) le phénomène n'est plus remarqué. Les études montrent l'existence d'une certaine relation de linéarité entre la température d'essai et la contrainte critique σ_c (2). La figure-I.4 en pointillés montre le cas d'un polycristal où on remarque que le palier (AB) n'est pas tout à fait horizontal. Ceci est la conséquence de phénomène de consolidation ;

au-delà de la contrainte " σ_c " la déformation est plastique (2,6,4,7).

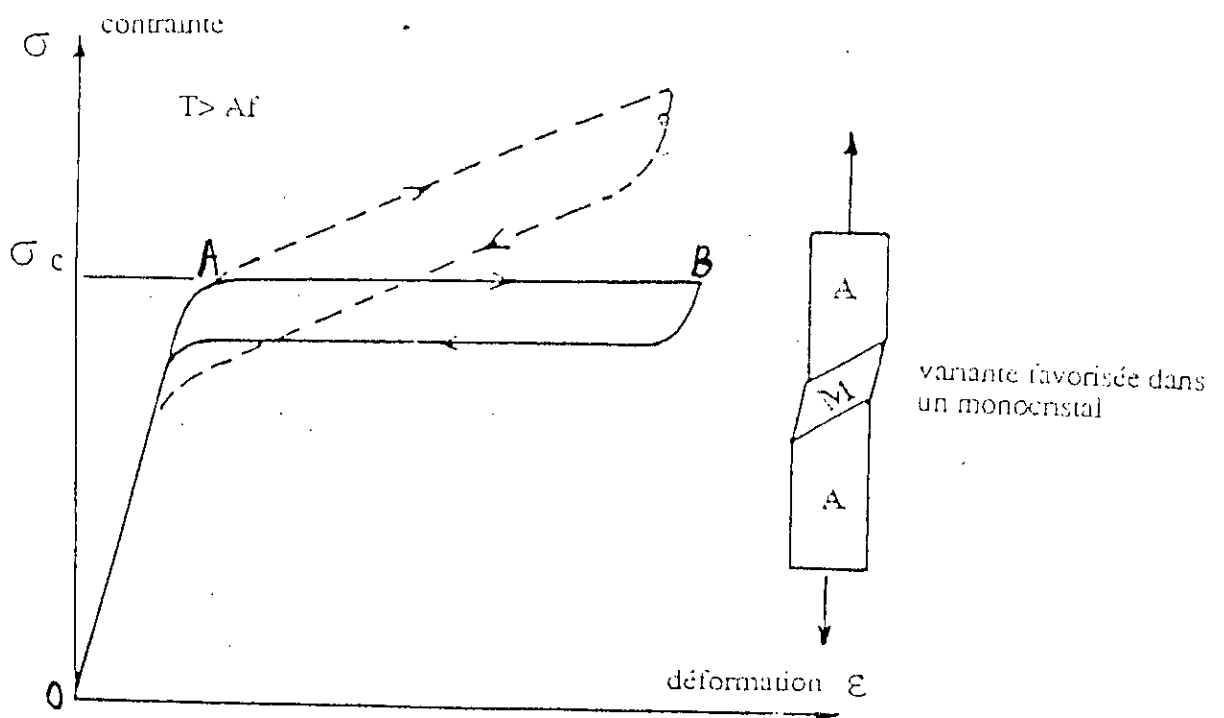


FIG-1. 4 : représentation schématique de l'effet superélastique dans un monocristal (———) et dans un polycristal (- - - -)

II.3.2. PROPRIÉTÉ CAOUTCHOUCIQUE :

A température " $T < T_r$ ", si l'alliage en AMF est soumis à une contrainte extérieure, il doit subir une déformation plastique " $\xi_c = \xi_r + \xi_e$ ": forme (2) de la figure-I.5 dont une grande partie " ξ_r " subsistera après cessation de la contrainte forme (3), la déformation " ξ_r " est essentiellement due au mouvement des interfaces des variantes martensitiques favorisées par la contrainte appliquée, au détriment des autres variantes (voir la figure-**I.6**) (2, 4).

II.4. THERMODYNAMIQUE DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DES AMF:

Comme la transformation martensitique thermo-élastique se fait sans diffusion, dans les deux sens: transformation directe et transformation inverse, on peut considérer les phases d'un tel matériau comme des systèmes à un seul composant (23). La relation entre les enthalpies libres de la phase martensitique (M) et celle de la phase austénitique (A) peut être représentée par la courbe de la figure-I.7.

La fonction ΔG^{A-M} de la transformation directe peut être définie par:

$$\Delta G^{A-M} = G^M - G^A = \Delta H^{A-M} - T \cdot \Delta S^{A-M}$$

tels que: G^m : enthalpie libre de la phase martensitique;
 G^A : enthalpie libre de la phase austénitique;
 T : température en ($^{\circ}K$);
 ΔH^{A-M} : enthalpie de la transformation directe;
 ΔS^{A-M} : entropie de la transformation directe.

D'autre part le terme ΔS^{A-M} représente le désordre et peut être calculé de la manière suivante

$$\text{à } T=T_0 \quad \text{on a } \Delta G^{A-M}(T_0) = 0$$

$$\text{ou bien } \Delta H^{A-M} - T \cdot \Delta S^{A-M} = 0$$

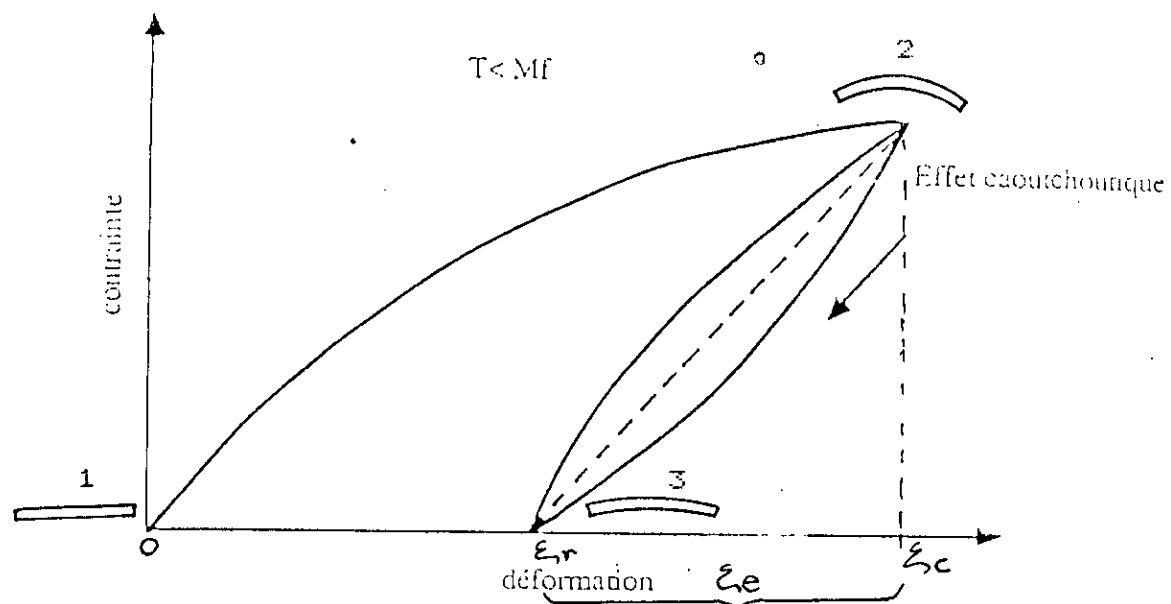


FIG-I. 5 représentation schématique de l'effet caoutchoutique

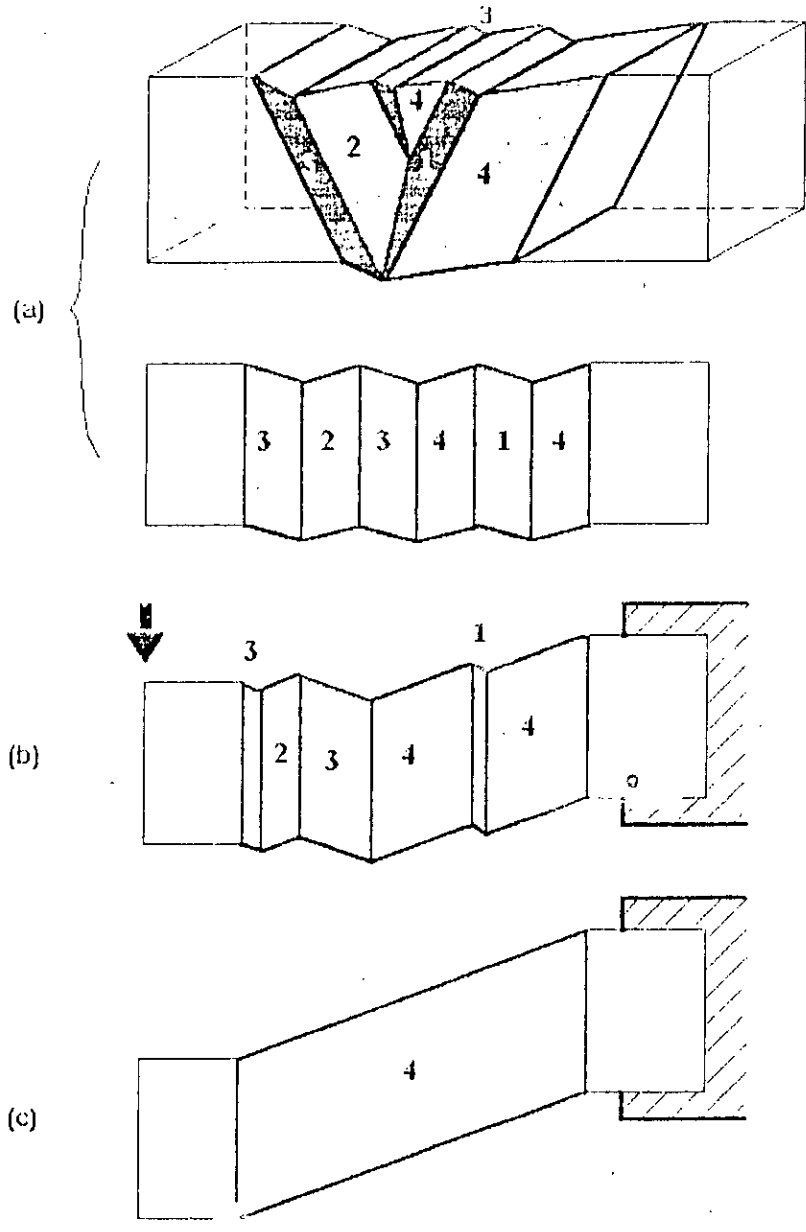


FIG-I. 6 : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DES 4 VARIANTES DE MARTENSITE D'UN MONOCRISTAL EVOLUANTS SOUS L'ACTION D'UNE CONTRAINTE VERS UNE STRUCTURE MONOVARIANTE (VARIANTE 4).

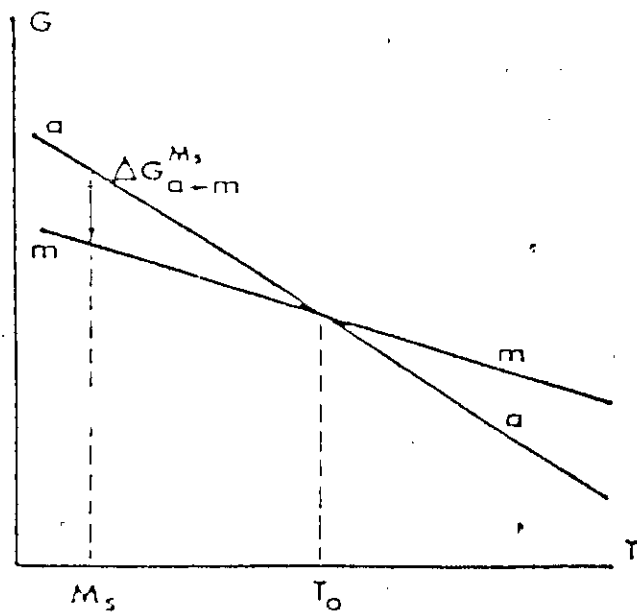


FIG-1. 7 : représentation schématique des densités d'énergie libre de l'austénite et de la martensite en fonction de la température

$$\text{d'où } \Delta S^{A-M} = \frac{\Delta H^{A-M}}{T_0}$$

C₅

ΔG^{A-M} : peut être calculée par l'analyse calorimétrique différentielle D.S.C.

T_0 : peut être évaluée avec plus ou moins de précision dans les deux cas:

lorsque la transformation est du type-I, T_0 est évaluée par:

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

lorsque la transformation est du type-II:

$$T_0' = \frac{1}{2} (A_f + M_s) \quad \text{et} \quad T_0'' = \frac{1}{2} (A_s + M_f)$$

avec T_0' et T_0'' sont respectivement les températures pour les quelles ΔG^{A-M} et ΔG^{M-A} s'annulent. Cette hypothèse est fondée sur le fait que la première plaquette de martensite qui se forme à $T = M_s$ lors du refroidissement est la dernière à disparaître (elle ne disparaît qu'à $T > A_f$) lors du réchauffage et que la dernière plaquette qui se forme au refroidissement à $T = M_f$ est la première à disparaître à $T = A_s$ (3, 8)

D'après la figure-I.7, on peut remarquer que ΔG^{A-M} est négative pour " $T < T_0$ " et donc la martensite est thermodynamiquement plus stable que l'austénite mais en réalité la martensite ne commence à apparaître qu'au-dessous de la température $M_s < T_0$, de même pour la transformation inverse: l'austénite n'apparaît qu'au-dessus de $A_s > T_0$ malgré que ΔG^{M-A} est négative (voire la figure-I.7); ceci est dû surtout au fait qu'une partie de l'énergie de la transformation est fournie pour la création d'interface et le déplacement de ce dernier.

II.4.1. LA GERMINATION:

La transformation directe se fait par germination et croissance de la martensite dans le réseau d'austénite, au cours de refroidissement et ne commence que lorsque $\Delta G^{A \rightarrow M}$ soit égale à $\Delta G^{A \rightarrow M}(M_s)$ quelque soit sa valeur. De même pour la transformation inverse; elle se fait par germination et croissance de l'austénite dans le réseau de martensite, au cours de réchauffage et elle ne commence que lorsque $\Delta G^{M \rightarrow A}$ soit égale à $\Delta G^{M \rightarrow A}(A_s)$. Cette barrière énergétique est liée surtout à l'énergie dissipée par la germination et à des termes d'énergie non chimique tel que celle liée à la création d'interfaces... (9,10).

II.4.2. LA CROISSANCE:

La croissance de la martensite thermo-élastique est régie par la formation de plusieurs variantes dont les cisaillements respectifs se compensent de façon à ce que le matériau ne change pas de forme macroscopiquement, ceci signifie que la déformation associée à chaque variante est compensée par celle des autres variantes, ce qui minimise l'énergie totale d'accommodation (3).

II.4.3 L'ÉTALEMENT:

L'étalement est due principalement à:

- l'énergie d'interface liée à la création d'interfaces;
- l'énergie de friction due aux mouvement d'interfaces et aux interaction interfaces défauts (dislocattions, défauts d'empilement, précipités...) (4).

II.4.4. L'HYSTERISIS DE LA TRANSFORMATION :

L'hystérésis de la transformation est principalement due à :

- l'énergie dissipée par friction;
- changement d'énergie libre due aux défauts introduits par la transformation tels que les défauts d'empilement et les macles;

- l'accommodation plastique partielle;
- l'énergie de friction liée au déplacement d'interfaces, elle est dissipée sous forme d'ondes mécaniques sonores (4).

II.4.5. TRANSFORMATION INDUITE SOUS CONTRAINTE :

Si on applique au cristal d'austénite une contrainte extérieure de manière à neutraliser les contraintes internes qui naissent pendant la transformation directe, les transformations martensitiques peuvent se produire au-dessus du point M_s .

Plus la température est élevée au-dessus de M_s plus la contrainte doit être importante pour provoquer la transformation.

Il existe une température " M_d " au-dessus de laquelle la contrainte ne peut plus provoquer la transformation.

La température M_d , qui doit être inférieure à T_0 (température d'équilibre thermodynamique entre la phase mère et la phase martensitique) est donc la température à laquelle la contrainte appliquée nécessaire pour amorcer la transformation est justifiée égale au champ de contraintes de la phase mère. A température $T > M_d$ la phase mère se déforme plastiquement avant que la contrainte appliquée n'atteigne une valeur suffisante pour déclencher la transformation (8).

II.5. L'ANALYSE MICRO-CALORIMETRIQUE DIFFERENTIELLE (DSC) :

Cette technique comme d'autres méthodes telle que la technique d'analyse par mesure de la résistivité électrique et celle d'analyse par mesure du pouvoir thermo-électrique, est très utilisée et sert à déterminer :

- les points de transformation A_s , A_f , M_s et M_f ;
- l'étalement et l'hystérésis de la transformation;
- l'enthalpie de la transformation;
- les fractions de martensite transformées;
- et donc le tracé des courbes de transformation $Y=f(\theta)$.

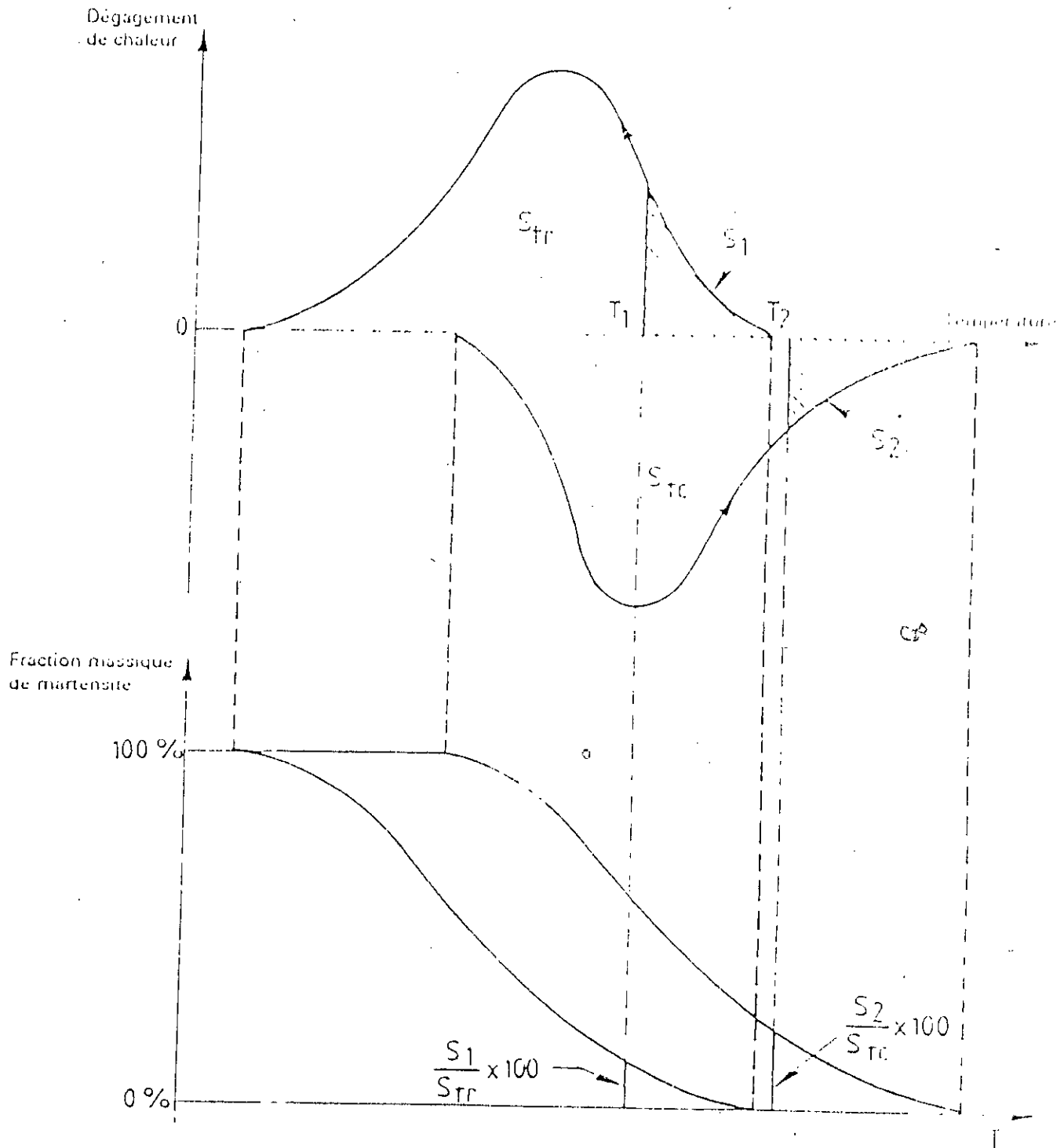


FIG-1. 8 : COURBE TYPIQUE REPRESENTANT LE SIGNAL CALORIMETRIQUE CORRESPONDANT A UN CYCLE DE CHAUFFAGE-REFROIDISSEMENT AVEC LA COURBE $Y=f(\theta)$ CORRESPONDANTE.

Cette technique est basée sur le fait que la transformation thermo-élastique s'accompagne au refroidissement d'un dégagement de chaleur correspondant à l'enthalpie de transformation et au chauffage d'une absorption de chaleur.

La figure-I.8 représente les courbe typique enregistrées par calorimétrie " $\frac{\delta Q}{\delta \theta} = f(\theta)$ ".

Pour construire les courbe $Y=f(\theta)$ à partir des courbes enregistrées il faut d'abord noter que la quantité de matière transformée au cours de refroidissement à une température T_1 ($M_r < T_1 < M_s$) est proportionnelle à la quantité de chaleur dégagée. Par exemple cette quantité de chaleur est proportionnelle à S_1 , l'air compris entre le pic de la transformation et la ligne de base et limité entre M_s et T_1 (figure-I.8). Si l'air total du pic au refroidissement est " S_r " la fraction d'austénite transformée en martensite à la température T_1 est égale au rapport " $\frac{S_1}{S_r}$ ". De même la fraction de martensite transformée ~~par refroidissement~~ à la température T_2 ($A_s < T_2 < A_r$), est égale au rapport " $\frac{S_2}{S_c}$ " avec S_c est l'air total du pic au chauffage (figure-I.8) (2,11). (2)

II.6. L'ANALYSE PAR MESURE DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE :

Cette méthode s'applique lorsque l'évolution de la résistivité électrique en fonction de la température est bien définie pour chacune des deux phases. C'est en particulier le cas des alliages à base cuivre où la courbe résistivité-température a l'allure correspondante à la figure-I.9.

A une température T_1 , les résistivités respectives de l'austénite et de la martensite sont R_{a1} et R_{m1} de la même manière à T_2 , on a R_{a2} et R_{m2} .

Dans l'hypothèse de l'application de la loi des mélanges, à la température T_1 , une fraction X de martensite donnera une résistivité :

$$R_{a1} + (R_{m1} - R_{a1}) \cdot X$$

représenté par le point R_{1x} .

A la température T_2 , la même fraction X donne la résistivité

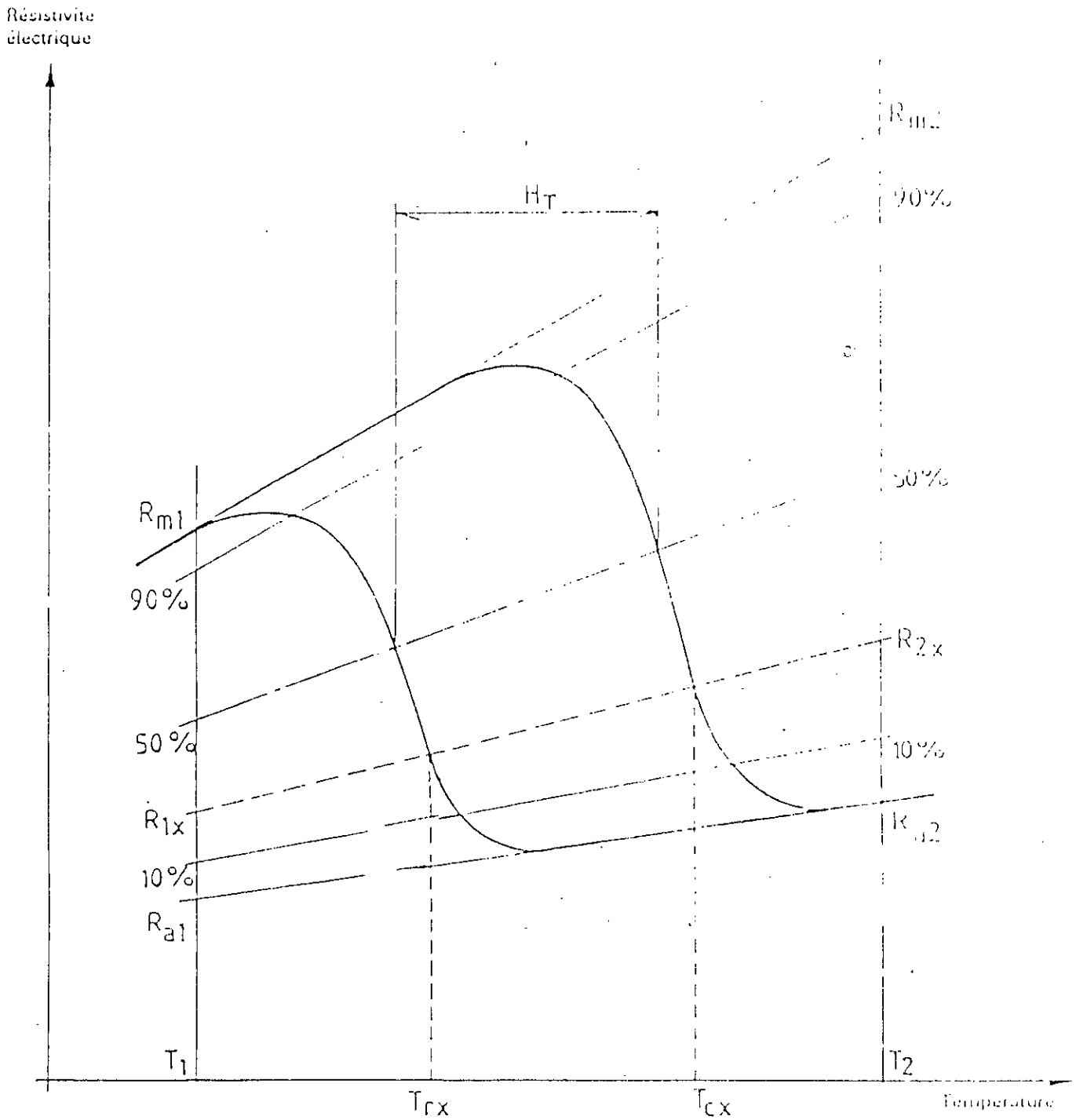


FIG-I. 9 : COUPLE TYPIQUE ENREGISTREE RESISTIVITE-TEMPERATURE. ^{CS}

représenté par le point R_{2x} .

Le lieu des points correspondant à la fraction X est la droite: $R_{1x}R_{2x}$.

Les températures pour lesquelles on a effectivement cette fraction X sont donc T_{rx} au refroidissement et T_{cx} au chauffage.

une telle construction permet l'obtention de la courbe $Y=f(\theta)$ (2).

III. L'EFFET MÉMOIRE ET LES TRAITEMENTS THERMO-MÉCANIQUES DES AMF :

III.1. L'EFFET MÉMOIRE SIMPLE (EMS) :

Si on part de l'état austénitique (état-0 de la figure-1.10) on obtient par simple refroidissement au-dessous de M_r une structure martensitique (état-1) sans changement de forme du fait de l'auto-accommodation; c'est la compensation mutuelle des cisaillements des différentes variantes martensitiques.

A la température $T < M_r$ l'application d'une contrainte extérieure réoriente les variantes de martensite et une déformation macroscopique en résulte (état-2). Après suppression de la contrainte, il subsiste une certaine déformation permanente (état-3). Par simple réchauffage à contrainte extérieure nulle au dessus de A_f l'alliage retrouve sa structure austénitique et sa forme de départ (état-0). (1,2, 4...)^{C30}

III.2. EFFET MÉMOIRE DOUBLE (EMD) :

L'effet mémoire double est une propriété qui permet au matériau en AMF l'échange réversible entre deux formes différentes sans application de la contrainte extérieure, l'une à basse température à $T < M_r$ (état-1 de la figure-1.11) et l'autre à $T > A_f$ (état-2).

Ce comportement s'obtient après avoir effectué un certain traitement thermo-mécanique appelé " éducation ". Après l'éducation on observe une faible déformation permanente " ξ_p " provoquée par cette dernière. la différence entre la déformation à haute température et celle à basse température " ξ_r " est l'effet mémoire proprement dit.

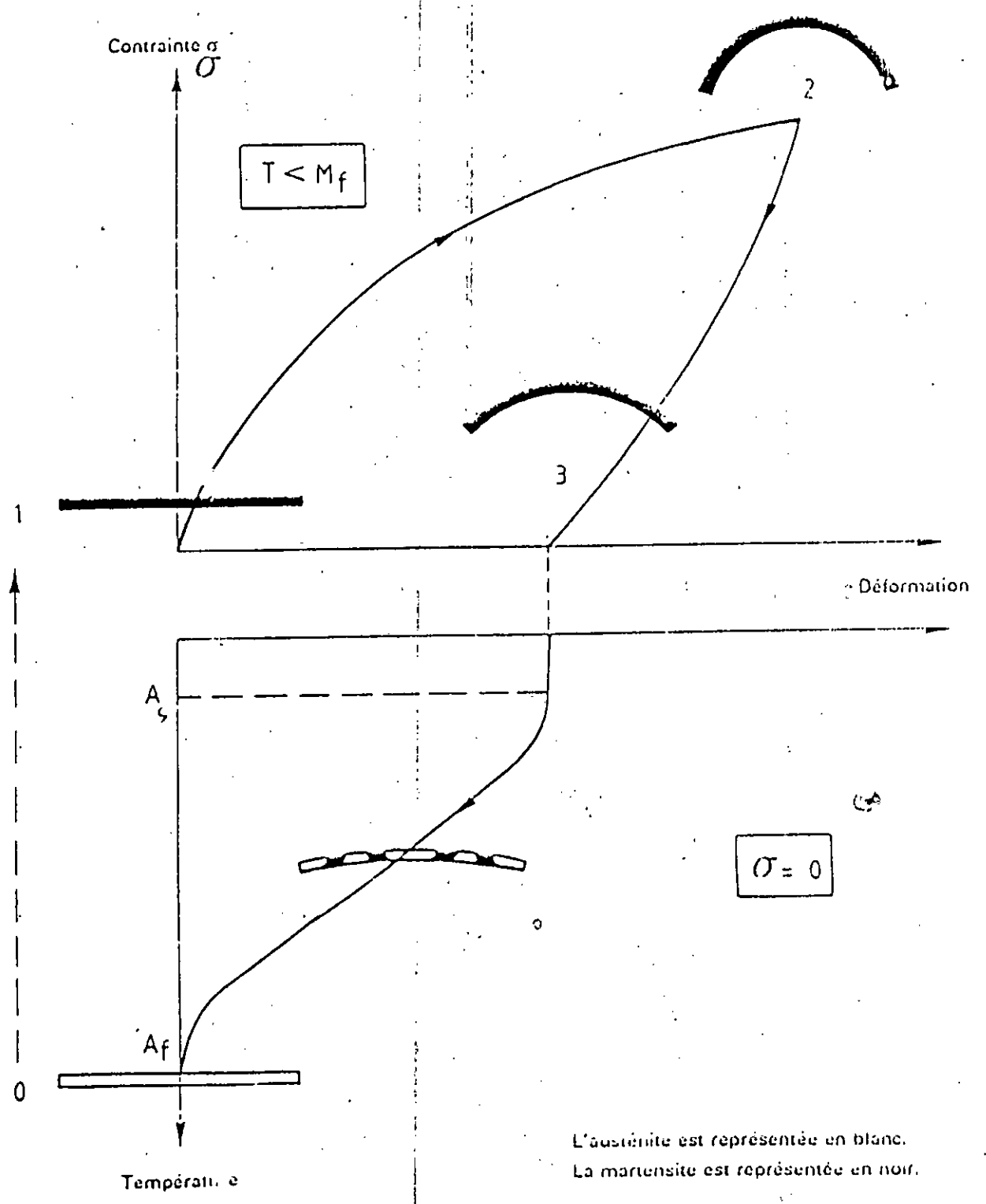
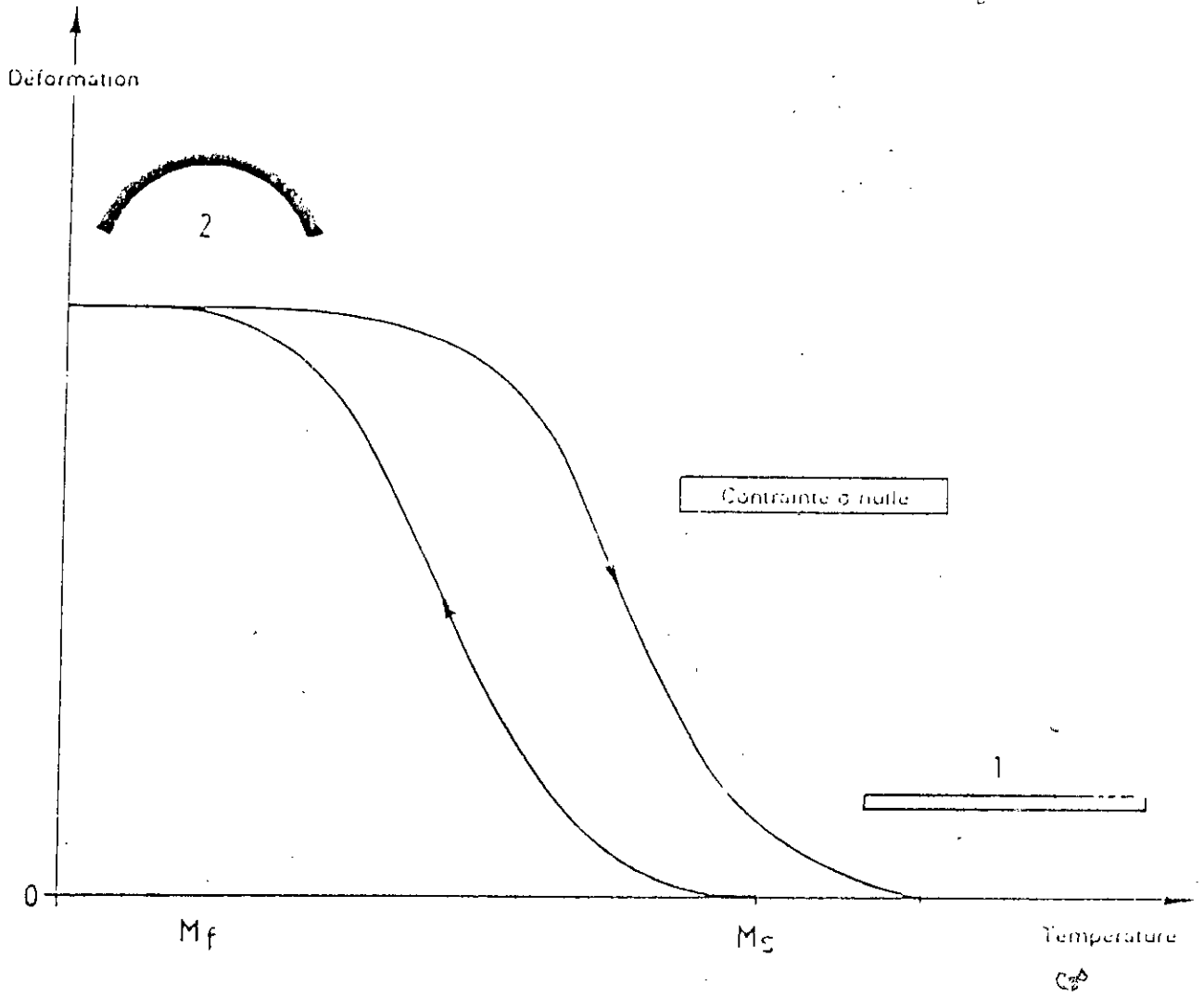


FIG I.10 : COURBE ILLUSTRANT L'EMS.



Lors du refroidissement on a nucléation et croissance de certaines variantes privilégiées de martensite qui doivent être engendrées par la présence d'une certaine dissymétrie dans l'austénite qui peut être à la l'origine de " débris " (ou vestiges) de variantes particulières de martensite subsistant au dessus de A_f . (2,3,5).

III.3.. DIFFERENTS MODES D'EDUCATION :

III.3.1. CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EMS :

Ce traitement consiste à répéter l'opération décrite dans la figure-I.1 relative à l'effet mémoire simple plusieurs fois en appliquant toujours la même déformation à l'état martensitique puis une fois que la contrainte est supprimée on réchauffe à la température $T > A_f$, après un certain nombre de cycles on remarque que l'échantillon reprend sa forme (2) (cas de flexion par exemple figure-I.11) au refroidissement et la forme (1) à haute température (figure-I.12) (3, 4,6).

III.3.2. CYCLAGE THERMIQUE SOUS CONTRAINTE CONSTANTE :

On fait subir au matériau en AMF un nombre suffisant de cyclages thermiques sous contrainte constante entre deux températures; l'une à $T < M_s$ l'autre $T > A_f$ (figure-I.14). (3)

On observe une évolution rapide lors des premiers cycles, puis stabilisation au bout d'une dizaine de cycles. Après le traitement on observe l'établissement de l'effet mémoire double (3, 4,6).

III.3.3. TRANSFORMATION AU DESSUS DE A_f PAR SUPER-ELASTICITE :

On fait subir au matériau en AMF à une température $A_f < T < M_d$ un cyclage tel que celui schématisé par la figure-I.13. Un tel cycle doit comporter : une déformation de l'échantillon en super-élasticité suivie d'une détente (3, 5,12).

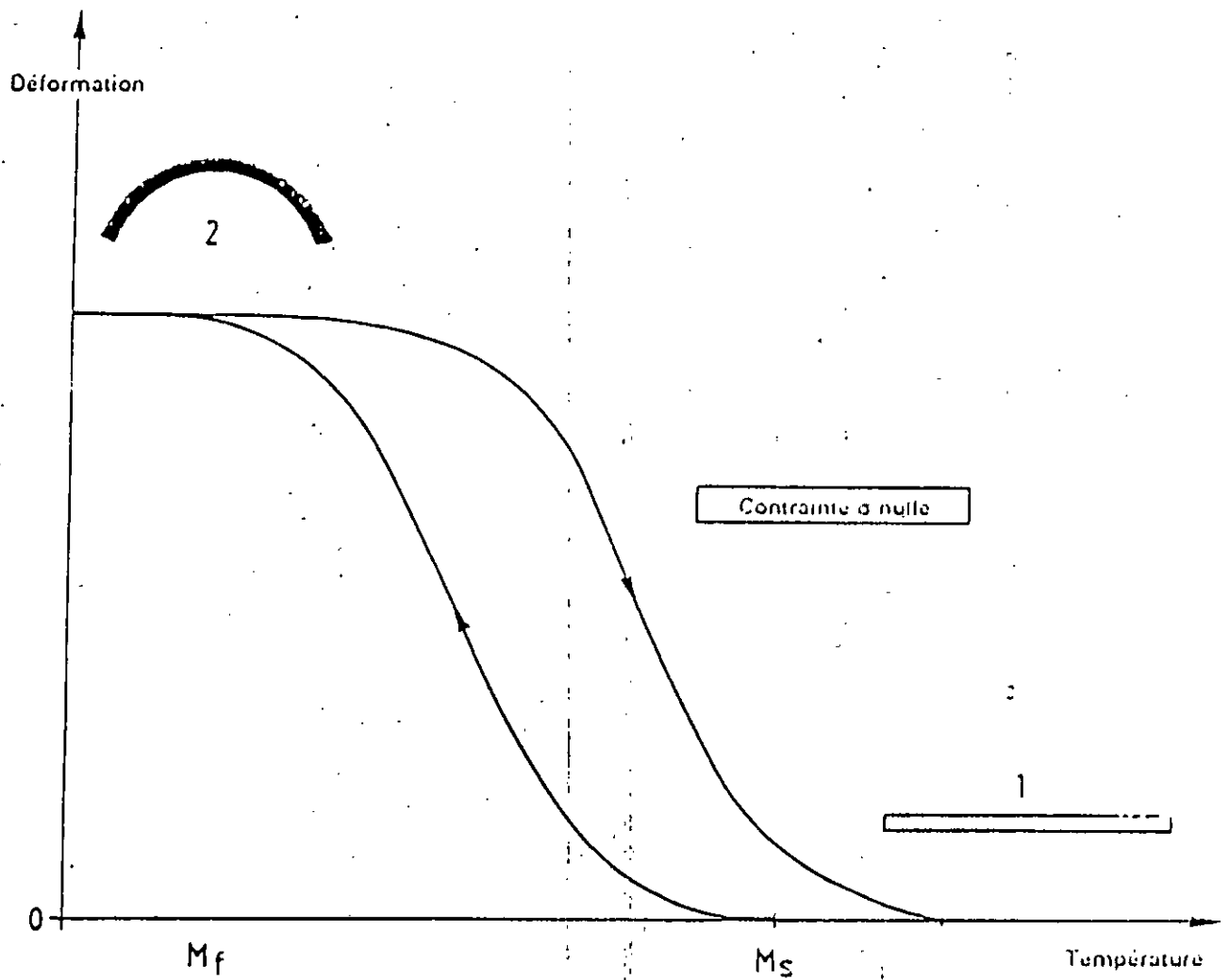


FIG I.11 : COURBE DEFORMATION-TEMPERATURE D'UN MATÉRIEL EN AMF ÉDUQUÉ.

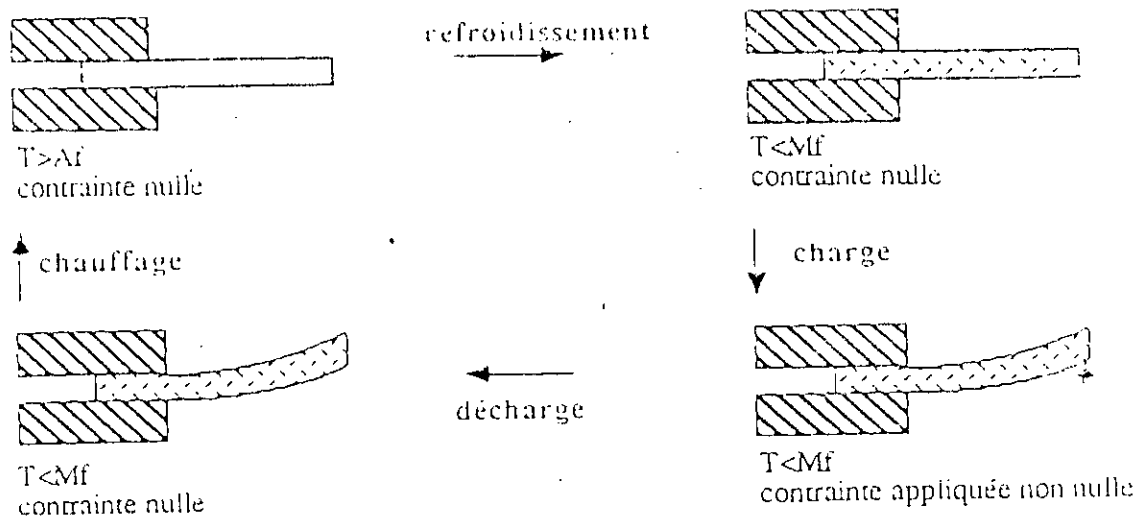


FIG-I. 12 : cycle d'éducation utilisant l'effet mémoire simple

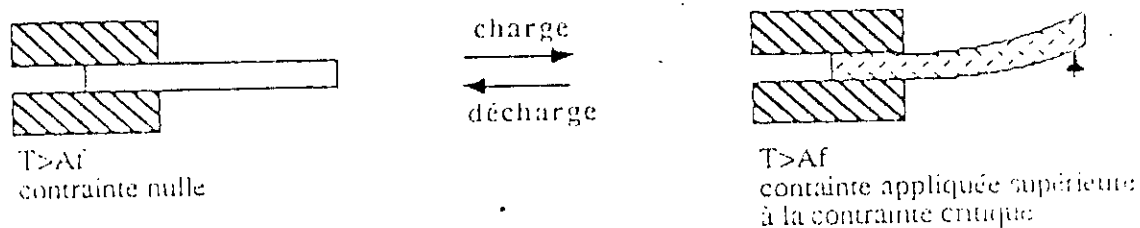


FIG-I. 13 : cycle d'éducation utilisant l'effet superélastique

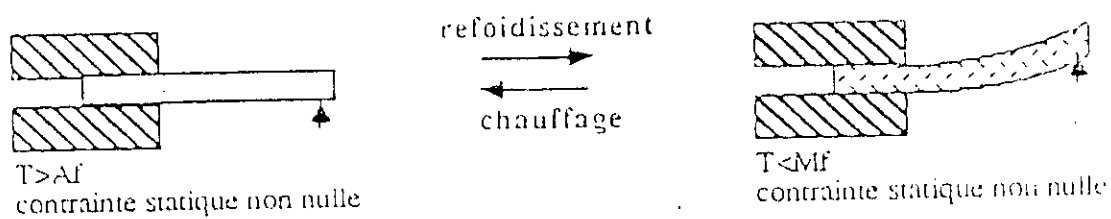


FIG-I. 14 : cycle en température sous contrainte

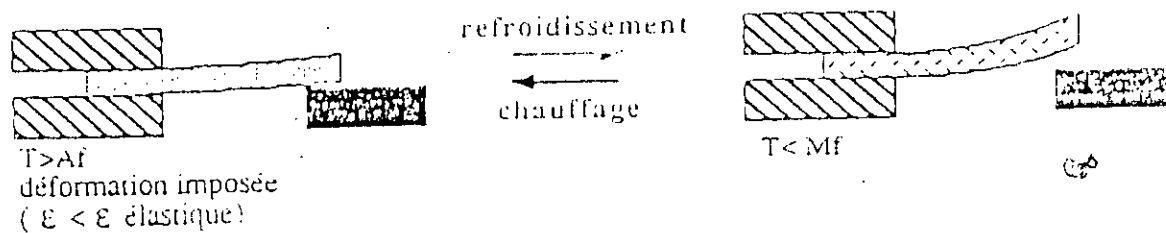


FIG-I. 15 : cycle en température avec déformation imposée

III.3.4. CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFORMATION IMPOSEE :

On soumet le matériau à une déformation élastique tel que la contrainte appliquée (σ) soit insuffisante pour créer de la martensite à température $T > A_s$. Lors du refroidissement, la contrainte provoque l'apparition de variantes de martensites favorisées par cette dernière, ce qui la relaxe et on constate aussi que la déformation produite s'est amplifiée et va au-delà de celle imposée. Au réchauffage, l'échantillon retrouve sa forme initiale et se trouve de nouveau soumis à la contrainte (figure-1.15) (3, 51, 12).

VI. LES PHENOMENES DE VEILLISSEMENT ET DE STABILISATION :

La transformation martensitique responsable de phénomène d'effet mémoire est susceptible d'être perturbée notamment par des phénomènes contrôlés par diffusion, dont les cinétiques sont importantes pour l'utilisation. On distingue les phénomènes de vieillissement et ceux de stabilisation (5, 13).

VI.1. MAINTIEN EN PHASE β_1 OU VEILLISSEMENT :

A température moyenne la phase β_1 est métastable. La diffusion peut devenir sensible et donc il y aura évolution vers l'équilibre thermodynamique; c'est-à-dire décomposition de l'austénite β_1 en phase α et phase γ_2 . L'apparition de la phase γ_2 riche en Aluminium provoque un appauvrissement local de la phase mère en cet élément. Ce phénomène a pour conséquence l'augmentation sensible des points de transformation M_s et M_f .

A l'échelle microscopique les précipités gênent la transformation martensitique en formant un obstacle contre le déplacement des plans d'accrolement.

Le stade ultime du vieillissement est la disparition de toute transformation et donc d'effet mémoire (5, 14).

VI.2. MAINTIEN EN MARTENSITE OU STABILISATION :

Pour les température M_s assez élevées (nettement supérieur à l'ambiante), on observe soit un décalage des points de transformation A_s et A_f vers les hautes températures avec toujours 100% de transformation, soit on observe que A_s augmente et la transformation inverse n'est que partielle (martensite résiduelle stabilisée).

Deux causes sont responsable du phénomène de stabilisation:

- l'évolution structurale de la martensite (mise en ordre);
- piégeage des interfaces par des défauts de trempe (5/9, 15).

VI.3. L'EVOLUTION DES POINTS DE TRANSFORMATION :

L'augmentation des points de transformation est surtout dû à l'appauvrissement de la matrice (phase β_1) en aluminium lors de la formation de la phase Ni-Al aux vieillissements ainsi que la phase γ_2 .

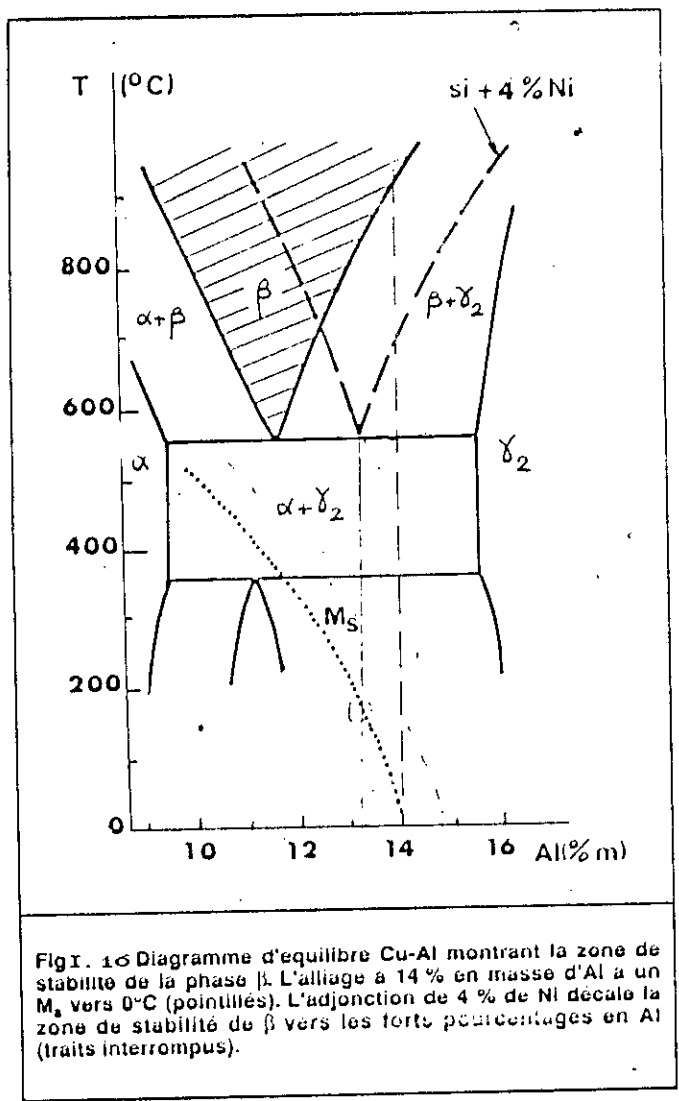
L'abaissement des points de transformation peut parfois intervenir et est dû à l'un des phénomènes suivants:

- formation des précipités qui interviennent lors de la nucléation ou lors de la croissance de la martensite, et qui abaissent les points M_s , M_f , A_s , A_f ;

- formation d'une solution de précipitation qui enrichi la matrice et donc abaissement des points de transformation M_s , M_f , A_s , A_f ;

- diminution de la taille des grains et changement de la distribution des embryons dans la totalité des grains, donc abaissement des points de transformation à cause de la diminution de l'énergie de friction;

- changement dans le degrés ou le type d'ordre de la phase β_1 et donc changement des propriétés^o thermodynamiques du système et donc évolution des points de transformation (15).



V. LE SYSTEME CU-AL-NI :

La possibilité d'avoir une transformation martensitique dans certains cupro-aluminiums simples ou complexes résulte de l'existence d'un changement de phases par réaction eutectoïde à environ 570° c dans les alliages Cu-Al-4%Ni renfermant près de 9.5%Al jusqu'à 15.5%Al (figure-I.16)(16).

V.1. LES PHASES D'EQUILIBRE :

Dans un diagramme d'équilibre du système Cu-Al-4%Ni (figure-I.16), on peut rencontrer les phases suivantes : β , α , γ_2 et K (3,16, 17).

V.1.1. PHASE β :

C'est une phase primaire, de concentration voisine de la composition stochiométrique Cu_3Al , stable seulement au-dessus de 580° c. La phase β cubique centrée ($a = 5.82 \text{ \AA}$) est désordonnée (20,8).

V.1.2. PHASE γ_2 :

La phase γ_2 de composition stochiométrique Cu_9Al_4 se caractérise par une structure cubique complexe, à maille géante. C'est une phase dure, fragile et peu conductrice. Elle confère à l'alliage des propriétés mécaniques peu intéressantes (10, 16 18).

V.1.3. PHASE α :

Elle peut se former soit directement au refroidissement la phase liquide pour de faibles teneurs en Aluminium, soit par décomposition de la phase β .

Cette solution solide qui cristallise suivant le système cubique à faces centrées possède un paramètre de réseau variant en fonction de la teneur en aluminium; à la température ambiante pour des teneurs en aluminium variant de 0 à 9% en poids il varie de 3.61 jusqu'à 3.66 Å.

Cette solution solide est malléable à chaud et à froid et sa résistance croit avec la teneur en aluminium tandis que sa conductibilité électrique diminue. Il faut noter la forte influence bénéfique de la phase α sur l'aptitude au formage à froid de ces alliages (10,18).

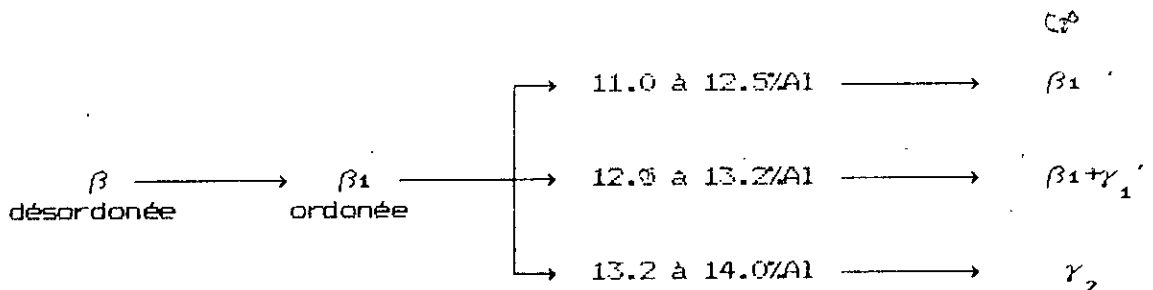
V.1.4. PHASE κ :

C'est un composé de structure cubique centrée ordonnée, type Ni-Al (16,18).

V.2. LES PHASES HORS D'EQUILIBRE :

La réaction eutectoïde ne s'effectue que si la vitesse de refroidissement de l'alliage est très lente, surtout lorsque la teneur en aluminium est remarquable. Lorsque on effectue un refroidissement rapide, la décomposition eutectoïde ne peut plus se produire. Toute fois la phase β n'est pas conservée telle qu'elle jusqu'à l'ambiante. A partir d'une température critique il subit une transformation du type ordre-désordre. Au dessous de cette température il s'établit un ordre D0₃ à grande distance: phase β_1 de structure cubique centrée ($a = 5.82 \text{ \AA}$), (voir la figure-I.16).

lorsque la phase β_1 est refroidie rapidement elle peut donner deux types de martensite selon la teneur en aluminium, par exemple dans le système binaire Cu-Al trois zones ont été définies:



Pour le cas du système Cu-Al-4% Ni, une étude systématique a permis de définir les zones d'existence des deux types de martensite β_1' et

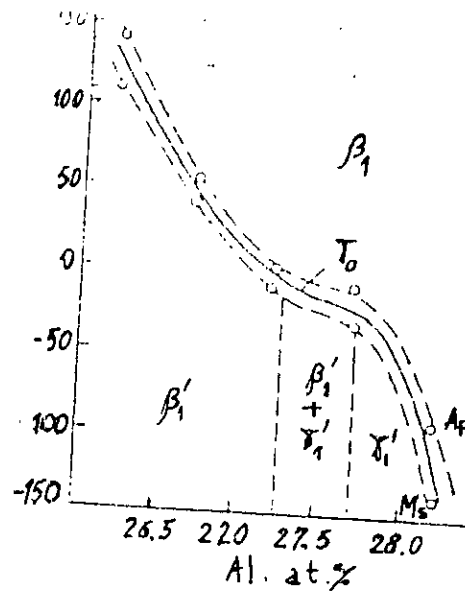


FIG-I. 17 : DIAGRAMME DE PHASES MARTENSITIQUES EN FONCTION DE LA TENEUR EN AL (NI=5%).

γ_1' (voir figure-I.17) (3,16).

V.3. L'INTERET DE L'ALLIAGE Cu-Al-Ni:

Actuellement les alliages les plus avancés industriellement sont le Ti-Ni et le Cu-Zn-Al. Ces derniers ouvrent un grand nombre d'applications dans un domaine de température variant de -200°C jusqu'à 100°C . Le système Cu-Al-Ni présente deux avantages essentiels:

des températures de transformation élevées (de 50 jusqu'à 250°C).

et une bonne stabilité thermique dans le domaine d'utilisation (3).

V.4. INFLUENCE DE LA TENEUR EN Ni :

Lorsque la teneur en Ni est assez élevée, l'alliage Cu-Al-Ni devient fragile à cause de la phase Ni-Al (phase K); inévitable même par une trempe rapide. Pour éviter cet inconvénient on limite la teneur en cet élément entre 3 et 4% en poids (3,5), (FIG-I.17.2) .

V.5. INFLUENCE DE LA TENEUR EN Al :

La teneur en Aluminium présente une grande influence sur les températures de la transformation martensitique (figure-I.18.1). Cependant, lorsque la teneur en aluminium dépasse 13.2% en poids (composition eutectoïde), l'alliage présente deux inconvénients majeurs:

- la formation d'une martensite 2H (γ_2) de caractère moins thermo-élastique, peu importante lors de la trempe. Ceci se traduit par une transformation martensitique à forte hystérésis;

- l'existence de phénomène de stabilisation ou blocage⁽³⁾ conduisant à une transformation par saccades (burst) (3,5).

0

VI. LIMITES ET CONTRAINTES D'UTILISATION DES AMF :

L'inconvénient majeur limitant l'utilisation des alliages AMF est le phénomène de vieillissement. Du fait que ces alliages sont

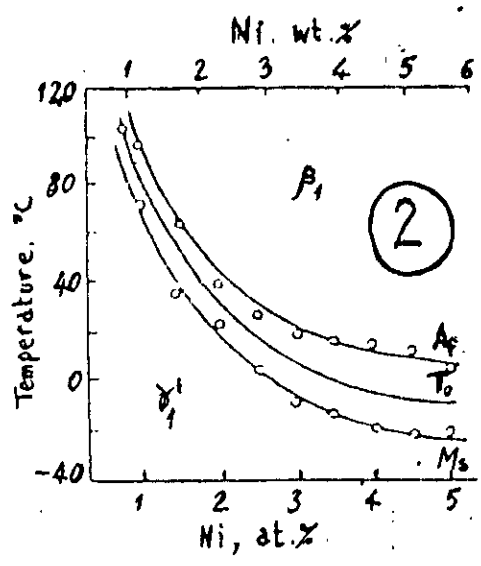
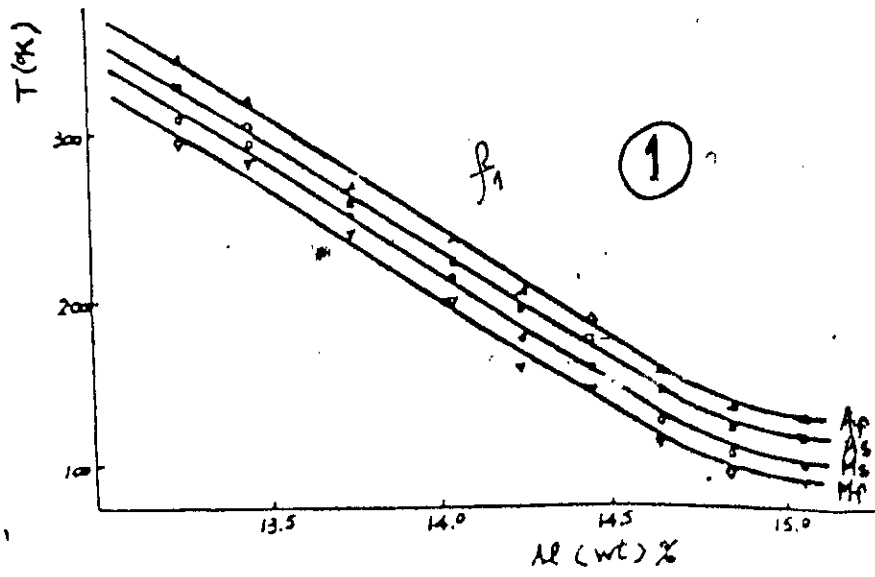


FIG-1. 18 : INFLUENCE DE LA TENEUR EN AL ET EN NI SUR LES POINTS DE TRANSFORMATION.

- 1- INFLUENCE DE AL, NI=4.5%
- 2- INFLUENCE DE NI, AI=14%

utilisés dans un domaine de température où les deux phases austénite et martensite peuvent coexister, on assiste alors à des phénomènes de vieillissement soit en phase martensitique soit en phase austénitique.

Le vieillissement en phase austénitique peut conduire aux effets suivants :

- la stabilisation de la martensite conduisant à une transformation incomplète;
- l'évolution de l'ordre atomique qui peut aboutir à une évolution des température de transformation;

Le vieillissement en phase austénitique conduit essentiellement à la précipitation de la phase γ_2 riche en Al. Ce phénomène a pour effet d'appauvrir la phase mère (austénite) en Al conduisant inévitablement à une évolution des points de transformation vers les hautes températures.

D'autre part, comme les alliages AMF sont utilisés souvent sous contrainte utile il peut apparaître un phénomène de contre-éducation engendrant une perte d'effet mémoire (19).

VII.. QUELQUES APPLICATIONS DES AMF :

D'abord les AMF étaient une solution avant le problème, on a dû chercher et créer des problèmes pour ces alliages et leurs propriétés. A présent ces problèmes existent et on trouve de nombreuses utilisations de ces matériaux dans différents secteurs de l'économie. Ces alliages sont utilisés sous forme de tubes, de fils, de plaquettes, de ressorts... etc

A l'heure actuelle, les AMF conquèrent des places industrielles de plus en plus importantes. Par exemple : l'aéronotique, l'espace, l'hydraulique, la chaîne de froid, l'industrie automobile... etc. A titre d'exemple, nous pouvons citer quelques exemples (4,10,18,20) :

VII.1. SYSTEME DE CONNECTION POUR TUBES :

Un manchon en alliage à mémoire de forme usiné à l'état austénitique, peut être utilisée pour raccorder deux tubes. Pour cela on prend un manchon dont la côte est légèrement inférieur au diamètre

externe des tubes, et on lui fait subir une expansion de telle sorte que les tubes peuvent glisser dedans. On réchauffant l'ensemble, le manchon se retrécit par effet de mémoire, rendant l'ensemble étanche. La température du fin de transformation M_f doit être largement au-dessous de la température d'utilisation.

VII.2. CONNEXION ELECTRIQUE :

On utilise le même principe que le précédent, mais cette fois la connexion est démontable. Ce système est constitué d'une douille femelle fondue en alliage AMF éduquée de telle sorte qu'elle soit fermée à température ambiante (état austénitique), et assure le contact électrique sur la partie mâle. A basse température, la douille s'ouvre spontanément (état martensitique) et permet la séparation de la partie mâle. Ce système permet d'envisager des connecteurs à très grand nombre de contacts à force nulle ou très faible.

VII.3. REGULATION THERMIQUE :

On utilise soit un ressort, soit une lame, soit une spirale,...etc éduqué pour assurer la régulation thermique; le courant qui alimente le système à travers le ressort chauffe ce dernier, lorsque la température dépasse une certaine valeur (A_s), le ressort commence à se retrécir pour ouvrir le circuit et le courant ne passe plus. Ainsi, la température du système s'abaisse jusqu'à atteindre une certaine valeur (A_r) et le ressort se dilate pour assurer du nouveau le passage de courant. L'inconvénient de ce genre d'application réside dans l'existence d'hystérésis ce qui donne une large plage de régulation.

VII.4. APPLICATION MEDICALE :

L'alliage Ti-Ni présente une bonne résistance à la corrosion et semble bien accepté par les tissus vivants.

Une équipe de chercheurs ont proposé l'utilisation d'une barre de Harrington en Ti-Ni pour le traitement de la " Scoliose " (déviation latérale de la colonne vertébrale) en remplaçant les barre d'aciers inox.

Le problème qui se pose en effet avec les barres classiques est la chute par relaxation de la force de redressement appliquée par la barre.

Cette chute de 70% environ, une quinzaine de jours après l'implantation, pourrait être compensée par effet mémoire du Ti-Ni.

Lors de l'implantation, la barre est comprimée en forme de "S" et se trouve à l'état semi-martensitique à 37°C ($A_f=37$ plus ou moins 5°C à la contrainte d'implantation). Au bout d'une quinzaine de jours, on chauffe localement de manière externe de quelques degrés, ce qui la rallonge de quelques pour-cents restaure la force initiale. :

CHAPITRE II

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

SOMMAIRE

I.	MATERIAUX ETUDIES	41
II.	METHODES MICRO-CALORIMETRIQUE	42
II.1.	LE MICRO-CALORIMETRE UTILISE	42
II.2.	DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES DE LA TRANSFORMATION	45
II.2.1.	DETERMINATION DE L'ENTHALPIE DE TRANSFORMATION	46
II.2.2.	DETERMINATION DES FRACTIONS TRANSFORMATIONS	46
II.2.3.	DETERMINATION DES POINTS DE LA TRANSFORMATION	47
III.	TRAITEMENTS THERMO-MECANIQUES	47
III.1.	CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EFFET MEMOIRE SIMPLE ..	47
III.1.1.	DISPOSITIF EXPERIMENTAL	47
III.1.2.	MODE OPERATOIRE	48

III.2.	CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFORMATION IMPOSEE	53
III.2.1.	DISPOSITIF EXPERIMENTAL.....	53
III.2.3.	MODE OPERATOIRE	53
0		
IV.	VEILLESSEMENT	55
IV.1.	MODE OPERATOIRE	55
IV.2.	LA MICRO-DURETE	55
IV.3.	L'OBSERVATION MICROSCOPIQUE	56

METHODES EXPERIMENTALES

I. MATERIAUX ETUDIES :

Ce travail est axé sur l'étude et la caractérisation de deux nuances d'alliages à mémoire de forme cupro-aluminium complexes nuances (A) et (B) (voire le tableau-II.1). Notre étude consiste à :

déterminer les caractéristiques générales de la transformation martensitique; points de transformation, étalements, hystérésis et enthalpie de la transformation.

effectuer l'éducation par deux modes différents; cyclage thermique avec déformation imposée et cyclage thermique utilisant l'effet mémoire simple (avec deux formes de déformation: en forme de "V" et en forme de "C").

étudier le comportement au vieillissement de ces nuances à une température supérieur à A_f .

ECHAN- TILLON	Ms (°c)	composition chimique			traitement thermique	dimen- ssions (mm)
		% Cu	% Al	% Ni		
A	175	82.8	13.2	4	trempé à l'air depuis 800°c maintien 15 min	13x5 x0.5
B	50	82.4	13.6	4		32x5x1

TABLEAU-II.1 : nuances et traitements thermiques des matériaux utilisés

II. METHODES CALORIMETRIQUES :II.1. LE MICRO-CALORIMETRE UTILISE :

L'appareil utilisé est du type " METTLER TA 4000 " .

L'analyse calorimétrique différentielle (D.S.C) est une technique visualisant les changements de phases. Lors du balayage en température, un signal proportionnel à la différence entre la chaleur fournie à l'échantillon et la chaleur fournie à l'étalon de référence est enregistré.

En effet, on introduit l'échantillon et l'étalon de référence dans la cellule calorimétrique (figure-II.1). L'échantillon et l'étalon de référence sont placés dans deux creusets identiques dont les températures sont (T_s) et (T_r) respectivement. La mesure de l'écart de température (ΔT) entre (T_s) et (T_r) est assurée à l'aide d'une tête de mesure placée sur les deux creusets. On exige que la température de référence (T_r) soit soumise à un programme de température linéaire prédéterminé. Ceci n'est possible qu'avec un creuset de référence vide. Les éléments thermo-électriques montés sur la sonde de mesure D.S.C mesurent la différence de la température (ΔT) (figure-II.2).

$$\Delta T = T_s - T_r$$

Il apparait clairement en considérant la figure-II.1 que le flux de chaleur (ΔH) en direction de l'échantillon est pour des raisons de symétrie, identique à la différence des deux flux de chaleur Q_s et Q_r

$$\Delta H = Q_s - Q_r$$

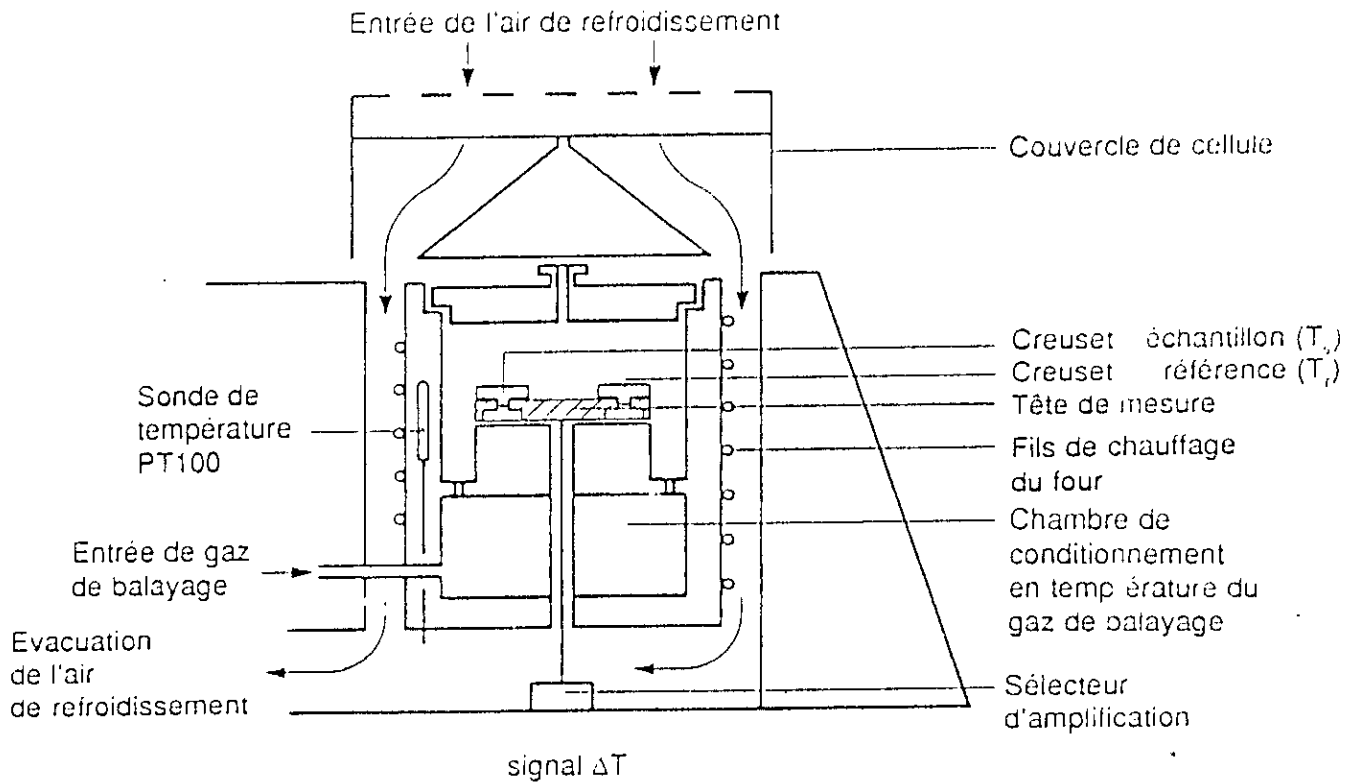


FIGURE 1 : Schéma en coupe à travers la cellule de mesure DSC.

C*

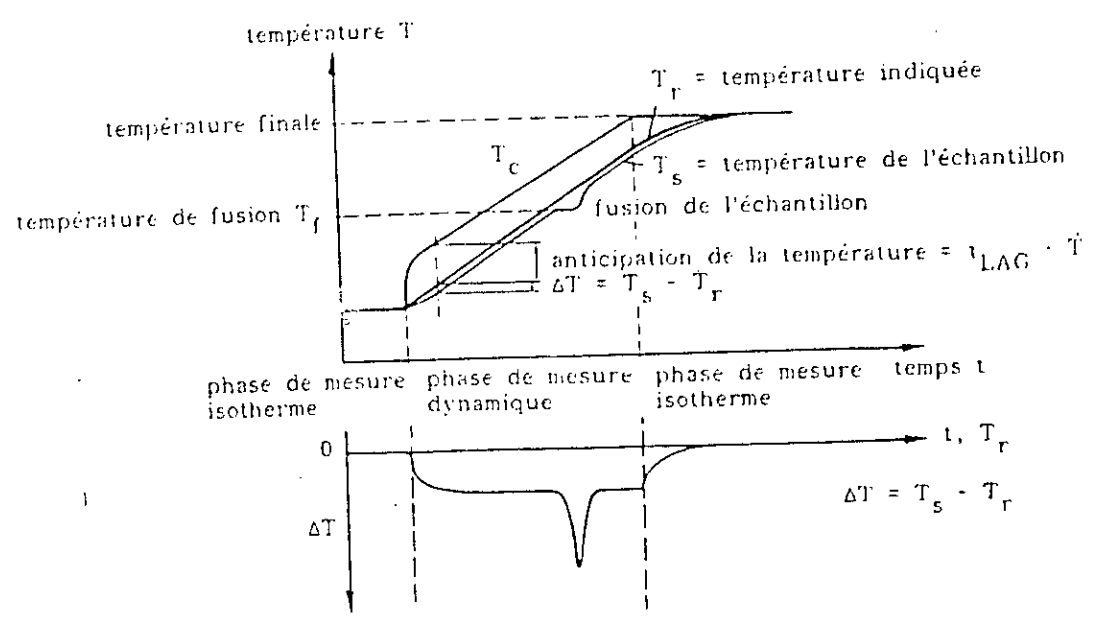


FIG-I. 2] : a- TEMPERATURE EN FONCTION DU TEMPS
 DANS LA CELLULE DE MESURE DSC.
 b- SIGNAL (ΔT) EN FONCTION DU TEMPS (t)
 OU DE TEMPERATURE DE REFERENCE (T_r),
 CROISSANT PROPORTIONNELLEMENT AU TEMPS

C-0

Et selon la loi d'OHM également applicable sur le plan thermique (c'est la loi de FOURIER), $Q = (T_2 - T_1) / R_{th}$, c'est- à- dire que le flux de chaleur est proportionnel à la chute de température ($T_2 - T_1$) et inversement proportionnel à la résistance thermique R_{th} . Il s'en suit, après application à la cellule de mesure D.S.C :

$$\Delta H = Q_s - Q_r = \frac{T_c - T_s}{R_{th}} - \frac{T_c - T_r}{R_{th}}$$

Les deux T_c , de même les deux R_{th} , sont identiques pour des raisons de symétrie. Il en résulte :

$$\Delta H = - \frac{T_s - T_r}{R_{th}}$$

Etant donné que la différence de température $\Delta T = T_s - T_r$ est mesurée au moyen d'une pile thermo-électrique, il s'en suit, en tenant compte de l'équation des thermo-couples : $\Delta U = \Delta T.S$

$$\Delta H = \frac{\Delta U}{R_{th}.S}$$

ou bien

$$\Delta H = \frac{\Delta U}{E}$$

E: est la sensibilité calorimétrique.

Il existe une correction automatique lors de la lecture du signal pour mettre en évidence la variation de (E) en fonction de la température (21).

II.2. DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES DE LA TRANSFORMATION :

Nous avons reproduit la construction des signaux (courbe) enregistrés par la DSC par prélèvement d'une trentaine de points de

CS

chaque pic (voir figure-III.1 et III.2). La fonction intégrale (c'est la fonction qui représente l'évolution de la fraction de martensite transformée en fonction de la température voire figure-III.3 et III.4) est calculée par la méthode des trapèzes à l'aide d'un logiciel que nous avons élaboré pour ce fait (voir annexe).

II.2.1 DETERMINATION DE L'ENTHALPIE DE LA TRANSFORMATION :

La transformation martensitique s'accompagne au refroidissement d'un dégagement de chaleur correspond à l'enthalpie de transformation et au chauffage d'une absorption de chaleur correspondante à cette même enthalpie.

La méthode utilisée pour mesurer l'enthalpie de la transformation ΔH_r et ΔH_c consiste à calculer l'air compris entre le pic du signal calorimétrique correspondant et la ligne de base (figure-I.9):

$$\Delta H_r = \int_{M_s}^{M_f} \frac{\delta Q_r}{\delta T} dT \qquad \Delta H_c = \int_{A_f}^{A_s} \frac{\delta Q_c}{\delta T} dT$$

II.2.2. DETERMINATION DES FRATIONS DE MARTENSITE TRANSFORMEES :

On peut déterminer la fraction transformée à une température donnée, de la manière suivante :

A la température T_1 , la fraction de martensite apparue est donnée par le rapport S_1/S_r tels que S_1 est l'air compris entre le point M_s et la température T_1 et S_r est la surface totale du pic de transformation au refroidissement (voire la figure-I.9).

De même au chauffage, la fraction de martensite restante à la température T_2 est donnée par le rapport S_2/S_{10} ; S_2 est l'aire comprise entre le point A_s et la température T_2 et S_{10} est la surface du pic de transformation au chauffage.

II.2.3. DETERMINATION DES POINTS DE LA TRANSFORMATION :

C₃

A partir des courbes de transformation on peut déterminer les points de transformation conventionnels " $M_{s10}, M_{f90}, A_{f10}, A_{s90}$ " qui sont fixés à 10% et à 90% de martensite transformée, ainsi que l'hystérésis "Hr" et l'étalement au chauffage et au refroidissement "Ec" et "Er".

III. TRAITEMENTS THERMO-MECANQUES :

III.1. CYCLAGE D'EDUCATION UTILISANT L'EFFET MEMOIRE SIMPLE :

III.1.1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL :

Nous avons conçu et réalisé un assemblage mécanique (figure-II.6) permettant de déformer de petites tôles minces de dimensions $13 \times 5 \text{ mm}^2$, soit en forme de "V" soit en forme de "C" (comme l'indique la figure-II.3).

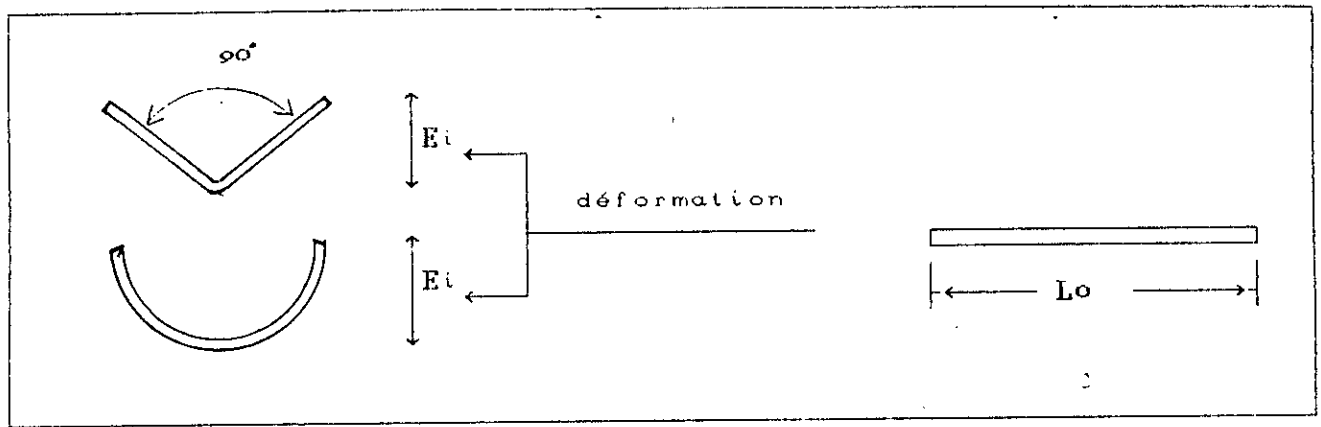


fig-II.3: déformation de l'échantillon en forme de (C) et en forme de (V).

Le chauffage est assuré par un four vertical (figure-II.4) contrôlé par un régulateur de type "REGUIN" muni d'un bloc de puissance (voir schéma de la figure-II.5).

La température de l'échantillon est contrôlée par un thermo-couple qui lui est attaché. Après déformation l'échantillon est introduit dans le four initialement chauffé à la température de consigne " $T > T_f$ ". une fois que cette température est atteinte, on procède à un refroidissement à l'air.

III.1.2. MODE OPERATOIRE:

Un cycle d'éducation comprend les étapes suivantes:

- Déformation de l'échantillon à l'état martensitique $T < M_f$,
- porter l'échantillon déformé à une température $T > A_f$, on doit remarquer que l'échantillon récupère sa forme initiale.

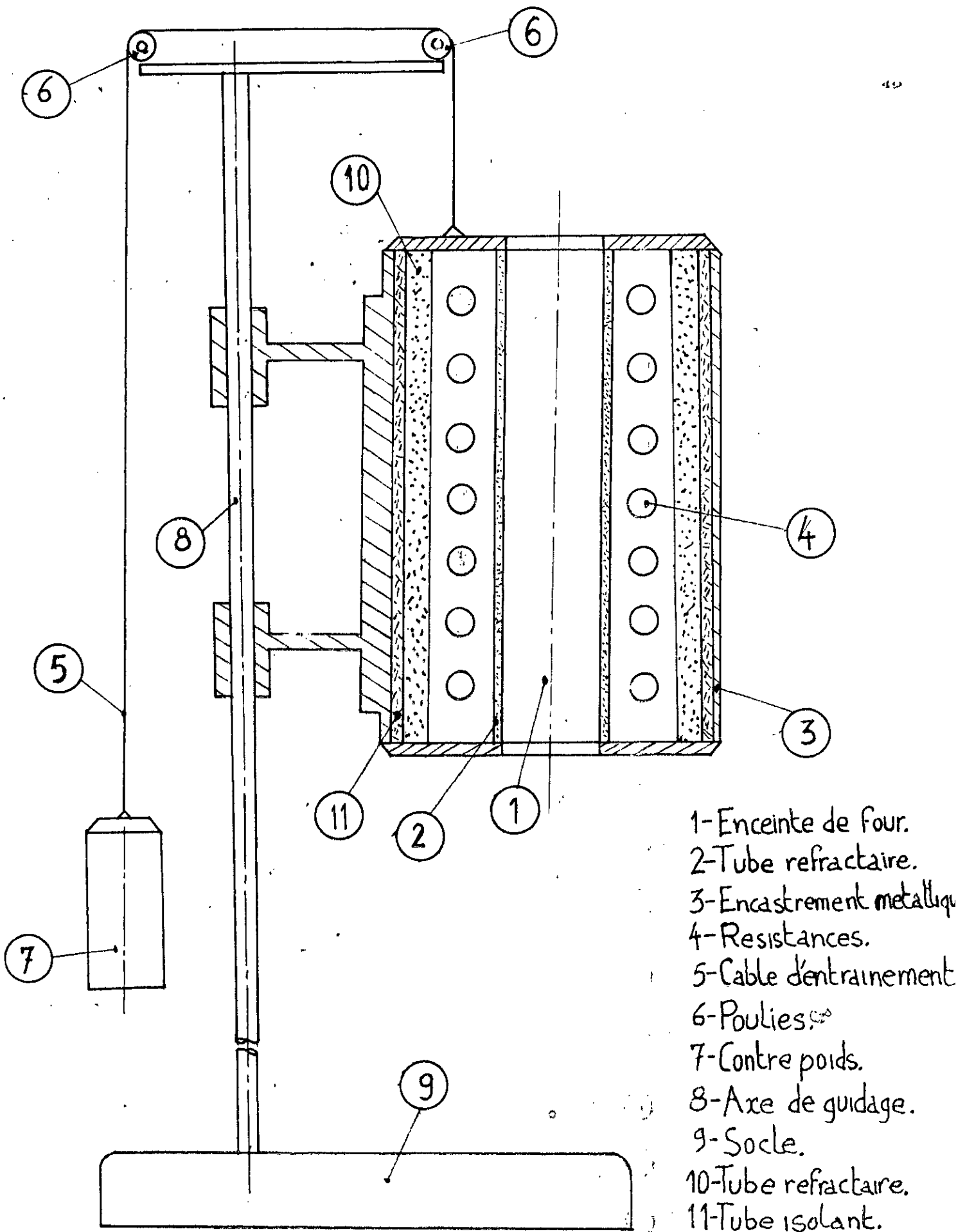


FIGURE-II.4 : SCHÉMA DU FOUR VERTICAL UTILISÉ

— Refroidir l'échantillon à l'air ou à l'eau jusqu'à une température $T < M_f$. On doit remarquer que l'échantillon ne change pas de forme (1^o cycle).

— Répéter le même cycle: déformation, chauffage, refroidissement pendant un certain nombre de fois (N). Le nombre (N) est

l'indice du cycle pour le quel l'effet mémoire double est établi. A partir du N^{ième} cycle, la déformation ξ n'évolue plus.

A chaque fin du cycle, on mesure le rapport $\xi = \frac{(E_0 - E_i)}{E_0} \times 100$ avec :

E_0 : amplitude de la déformation avant le tracé figure-II.3;

E_i : amplitude de la déformation après refroidissement au cycle (i);

ξ : représente la déformation en (%).

Nous avons utilisé le pied à coulisse pour mesurer la déformation. Cet instrument présente une précision de plus ou moins un dixième de millimètre.

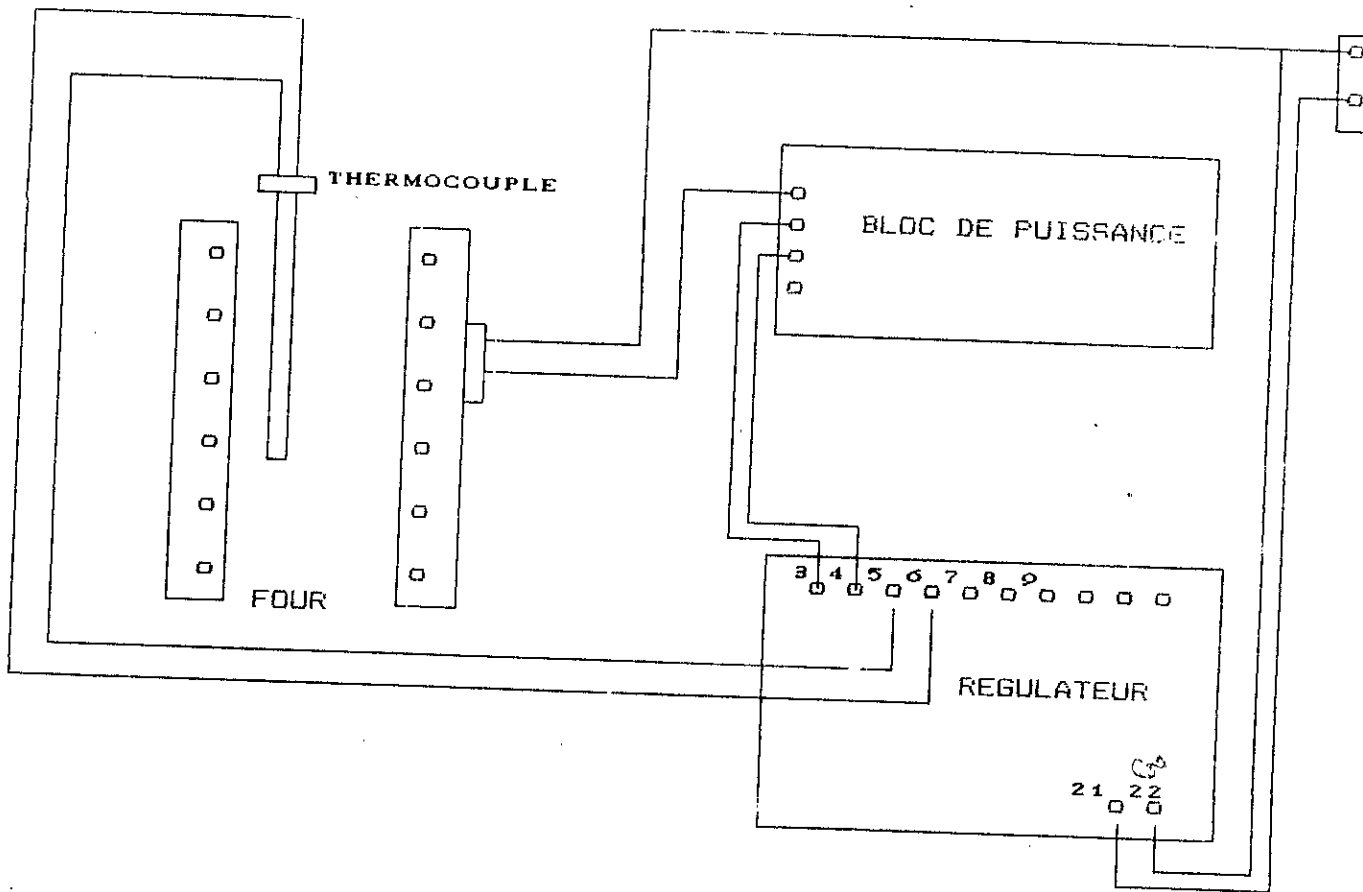
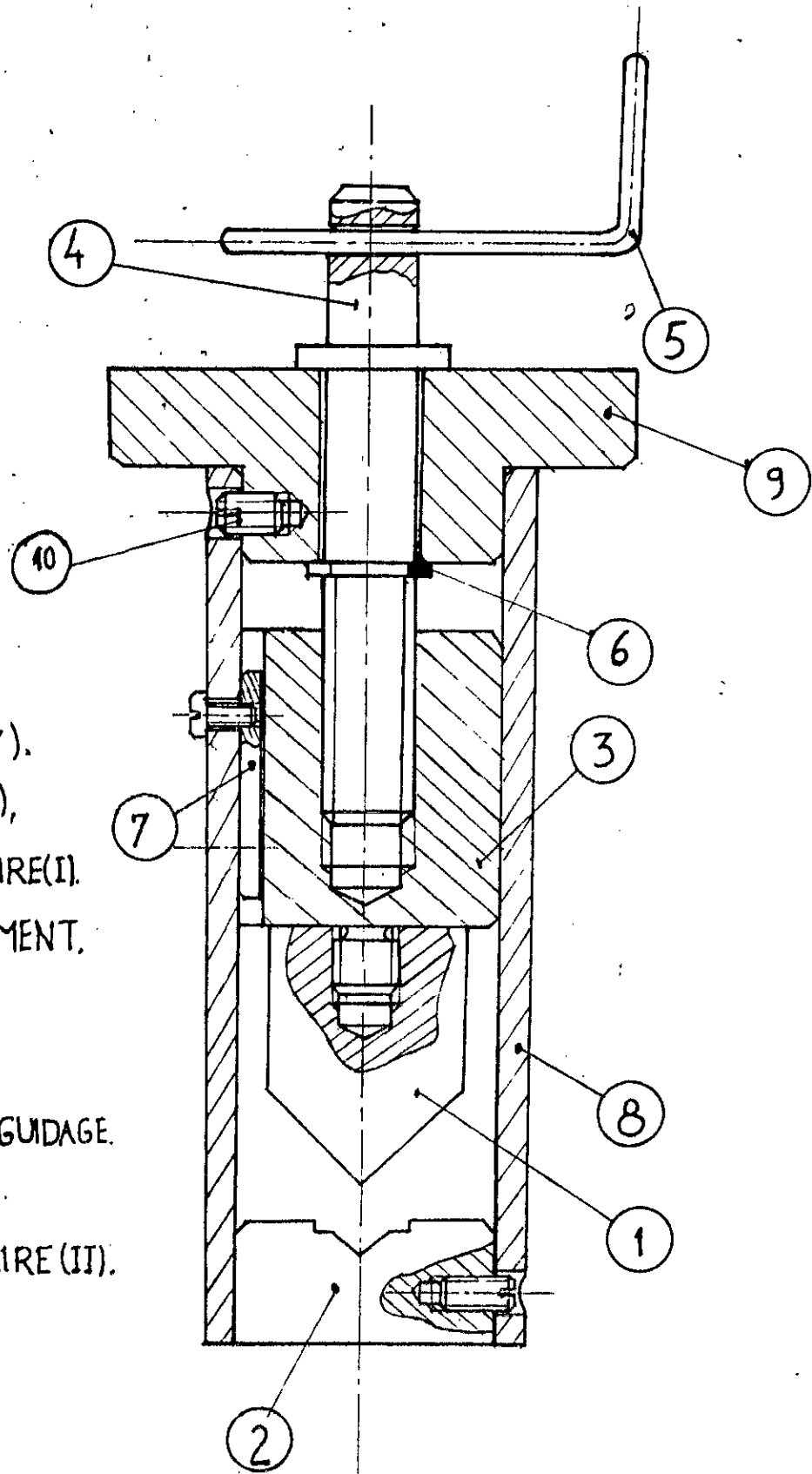


fig-II.5 : schéma d'installation du système de régulation



- 1- POINÇON. EN (V).
 2- MATRICE. EN (V),
 3- PIÈCE INTERMÉDIAIRE (I).
 4- VIS D'ENTRAÎNEMENT.
 5- MANIVELLE.
 6- CIRCLIPS.
 7- CLAVETTE POUR GUIDAGE.
 8- ENCASTREMENT.
 9- PIÈCE INTERMÉDIAIRE (II).
 10- VIS SANS TÊTE

FIGURE-IL.6: ASSEMBLAGE MECANIQUE POUR DEFORMER EN (V) ET EN (C)

Afin de réussir l'éducation, le temps du chauffage doit être le plus court possible pour éviter le vieillissement rapide. De même la déformation doit être la même et appliquée au même endroit pour tout les cycles.

(c)

III.2. CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFORMATION IMPOSEE :

III.2.1. DISPOSITIF EXPERIMENTAL :

Ce mode consiste à faire des cyclages thermiques au-dessus de (A_f) à l'alliage de la nuance (B) avec déformation imposée. Pour cela nous avons conçu et réalisé un petit assemblage mécanique qui peut déformer l'échantillon à température ($T > A_f$) figure-II.7.

L'échantillon (6) est serré contre les deux plaques (3) et (2) à l'aide d'un boulon qui les traversent (4);

La vis (5) peut tourner à l'intérieur de la pièce (1) pour déformer la tôle (6) .

III.2.2. MODE OPERATOIRE :

nous portons l'échantillon à une température supérieure à A_f par chauffage à la flamme d'un bec benzène (car le four ne nous permet pas d'avoir une basse température, rappelons que $M_s = 50^\circ\text{C}$). Puis une fois que la température est atteinte: ($T > A_f$) nous tournons la vis (5) pour appliquer la contrainte (fig-II.7).

La contrainte appliquée à haute température, par la vis (5) doit

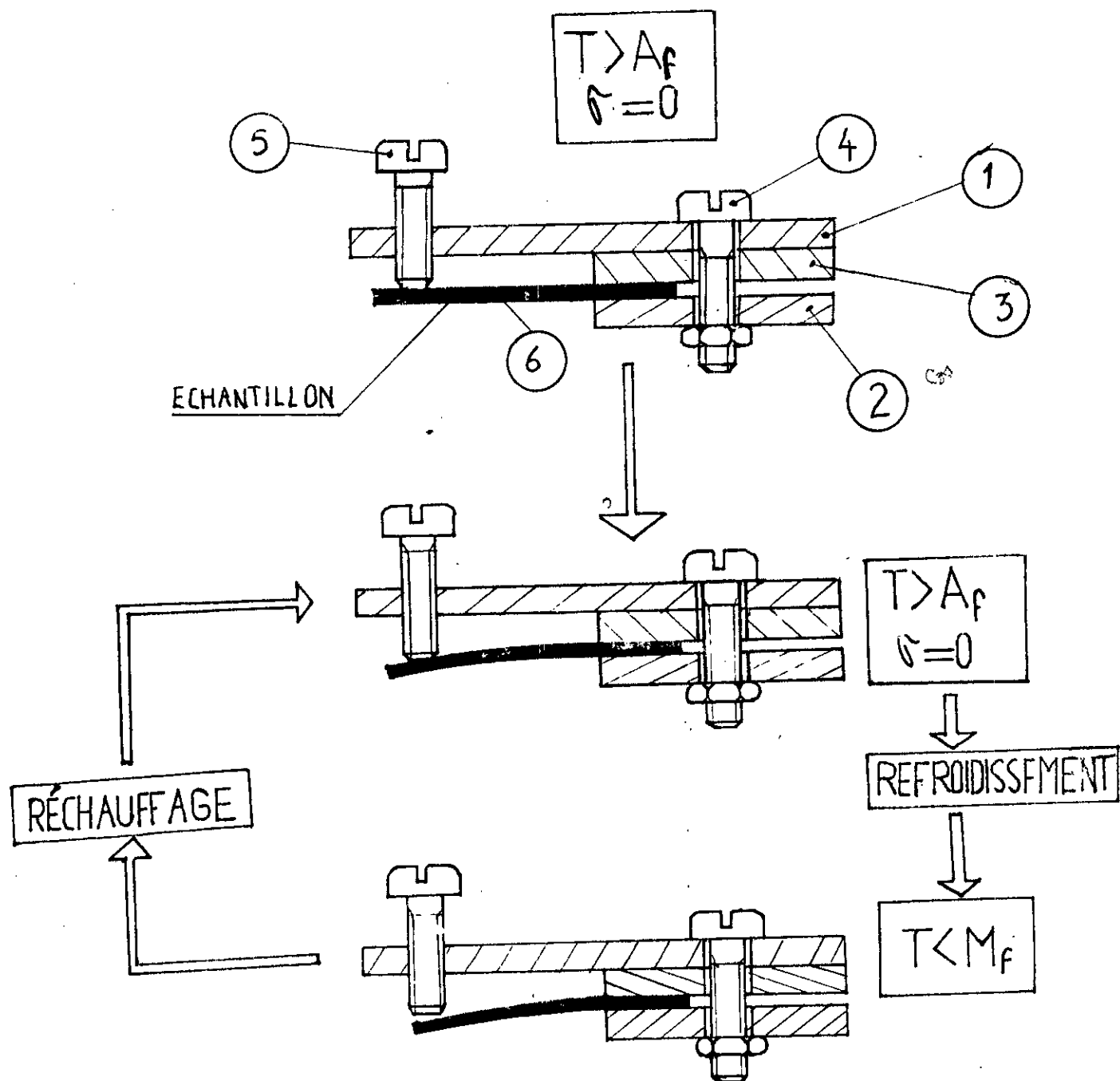


FIGURE-II.7: MONTAGE UTILISÉ POUR LE CYCLAGE THERMIQUE AVEC DÉFORMATION IMPOSÉE

être insuffisante afin de ne permettre de créer que la déformation purement élastique sinon on a création de la martensite induite sous contrainte (effet super-élastique).

Une fois la déformation est appliquée, on fait subir à l'échantillon placé dans le dispositif, des cycles de chauffage et de refroidissement jusqu'à l'établissement de l'EMD.

IV. VEILLISSEMENT :

IV.1. MODE OPERATOIRE :

Nous avons utilisé un four muni d'un régulateur du type électro-mécanique, qui présente une assez bonne régulation (plage de régulation égale à 1°C). La température fixée est de l'ordre de 260°C .

IV.2. LA MICRO-DURETE :

Nous avons effectué la mesure de la micro-dureté sur une machine de type CONTROLAB à platine inversée.

L'échantillon est fixé sur la table (platine), le pénétrateur et l'objectif sont placés simultanément contre l'échantillon sur un même bloc; une manette sert à interchanger entre la position de l'objectif et celle du pénétrateur sur l'échantillon. La charge est calculée à partir d'une échelle graduée qui figure sur l'oculaire; il existe en effet une table de conversion entre le nombre de graduations et la charge appliquée par le pénétrateur (en grammes), l'empreinte de pénétrateur est mesurée par comparaison avec une empreinte qui lui est

superposée, dont les dimensions sont réglées à l'aide d'une vis micrométrique placée sur l'oculaire.

La formule qui permet de calculer la micro-dureté Vickers (Hv) est donnée par :

$$Hv = 1854. \frac{P}{(0,159.n)^2}$$

Tel que :

P:- charge appliquée (gr);

n:- diagonal moyenne de l'empreinte (μm).

IV.3. L'OBSERVATION MICROSCOPIQUE :

Pour l'observation en microscope optique, les échantillons sont polis selon une voie classique (polissage au papier abrasif, finition à l'alumine sur feutre).

Le réactif d'attaque chimique est préparé selon les proportions suivantes:

-100ml H_2O ;

-1gr de Fe_3Cl ;

-2ml de HCl .

Parfois on a recours à une série de cycles: polissage-attaque afin de révéler la structure martensitique.

CHAPITRE III

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

TABLE DES MATIERES PARTIE INTERPRETATION

I. RESULTATS DE LA D.S.C	59
I.1. ENTHALPIE DE LA TRANSFORMATION	59
I.2. CARACTERISTIQUES DE LA TRANSFORMATION	60
□ CONCLUSION	60
II. EDUCATION DES ALLIAGES AMF	66
II.1. PREMIER MODE UTILISE: CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EMS ..	66
II.1.1. DEFORMATION EN FORME DE (V)	66
II.1.2. DEFORMATION EN FORME DE (C)	66
II.1.3. RESULTATS DE L'EDUCATION	66
□ CONCLUSION	67
II.2. DEUXIEME MODE UTILISE: CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFURMATION IMPOSEE.	70

III. RESULTATS RELATIFS AU VEILLISSEMENT	70
III.1. ETUDE DE VEILLISSEMENT DE LA NUANCE (B)	70
□ CONCLUSION	72
III.2. VEILLISSEMENT DE LA NUANCE (A)	73
□ CONCLUSION	76
III.4. CARACTERISATION MICROGRAPHIQUE	76
VI. CONCLUSION GENERALE	78

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

I. RESULTATS DE LA D.S.C :

L'échantillon a été soumis à un traitement de deux cycles consécutifs en DSC. La température maximale programmée est de 300°C. La vitesse de chauffage ainsi que celle du refroidissement est fixée à 10 °C/min. L'expérience a été réalisée sous atmosphère neutre d'argon.

I.1. ENTHALPIE DE LA TRANSFORMATION :

Nous avons obtenu les valeurs de l'enthalpie relatives à la transformation martensitique directe et inverse ΔH_r et ΔH_c respectivement pour les deux cycles. Ces valeurs sont regroupées dans le tableau-III.1 :

	ΔH_c (J/g)	ΔH_r (J/g)
premier cycle	-6.85	5.52
second cycle	-6.72	6.25

TABLLEAU III.1 : LES ENTHALPIES DE TRANSFORMATION RELATIVES AU PREMIER ET AU SECOND CYCLE DE LA NUANCE (A).

Nous remarquons une légère évolution de l'enthalpie de transformation au cours de refroidissement : $|\Delta H_c| > |\Delta H_r|$. Ceci est dû à l'accommodation plastique partielle. ainsi nous remarquons un changement de la valeur de l'enthalpie au cours de second cycle, mais ceci n'a pas de signification; une étude de recherche montre qu'il n'existe pas d'évolution. Probablement, ce changement est lié à l'imprécision des mesures et des calculs numériques. (12).

I.2. CARACTERISTIQUES DE LA TRANSFORMATION :

Après intégration des signaux calorimétriques des figures-III.1 et III.2 nous avons obtenu les courbes de transformation: fraction d'évolution de la martensite transformée en fonction de la température (figure-III.3 et III.4) L'ensemble des caractéristiques déduites sont regroupées dans le tableau-III.2 :

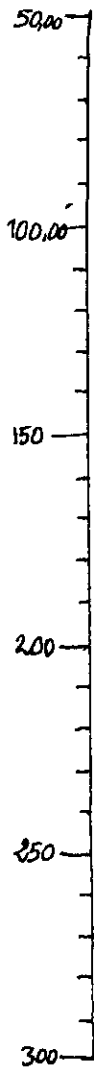
	Af	Ms	As	Mf	Ec	Er	Hr
PREMEIER CYCLE	190.3	175.8	135.5	120.2	54.5	55.6	9.3
SECOND CYCLE	207.4	182.0	146.3	130.2	61.1	51.8	43.9

TABLEAU III.2 : CARACTERISTIQUES GENERALES DE LA TRANSFORMATION DE LA NUANCE (A).

FLUX DE CHALEUR
EXOTHERMIQUE →

10.000 mW

TEMPERATURE °C



CHAUFFAGE

TEMPERATURE °C



REFROIDISSEMENT

Ligne de base

Ligne de base

FIG-III.1 : SIGNAL CALDRIMETRIQUE ENREGISTREE AU PREMIER CYCLE.

FLUX DE CHALEUR
EXOTHERMIQUE →

10.000 mV

62

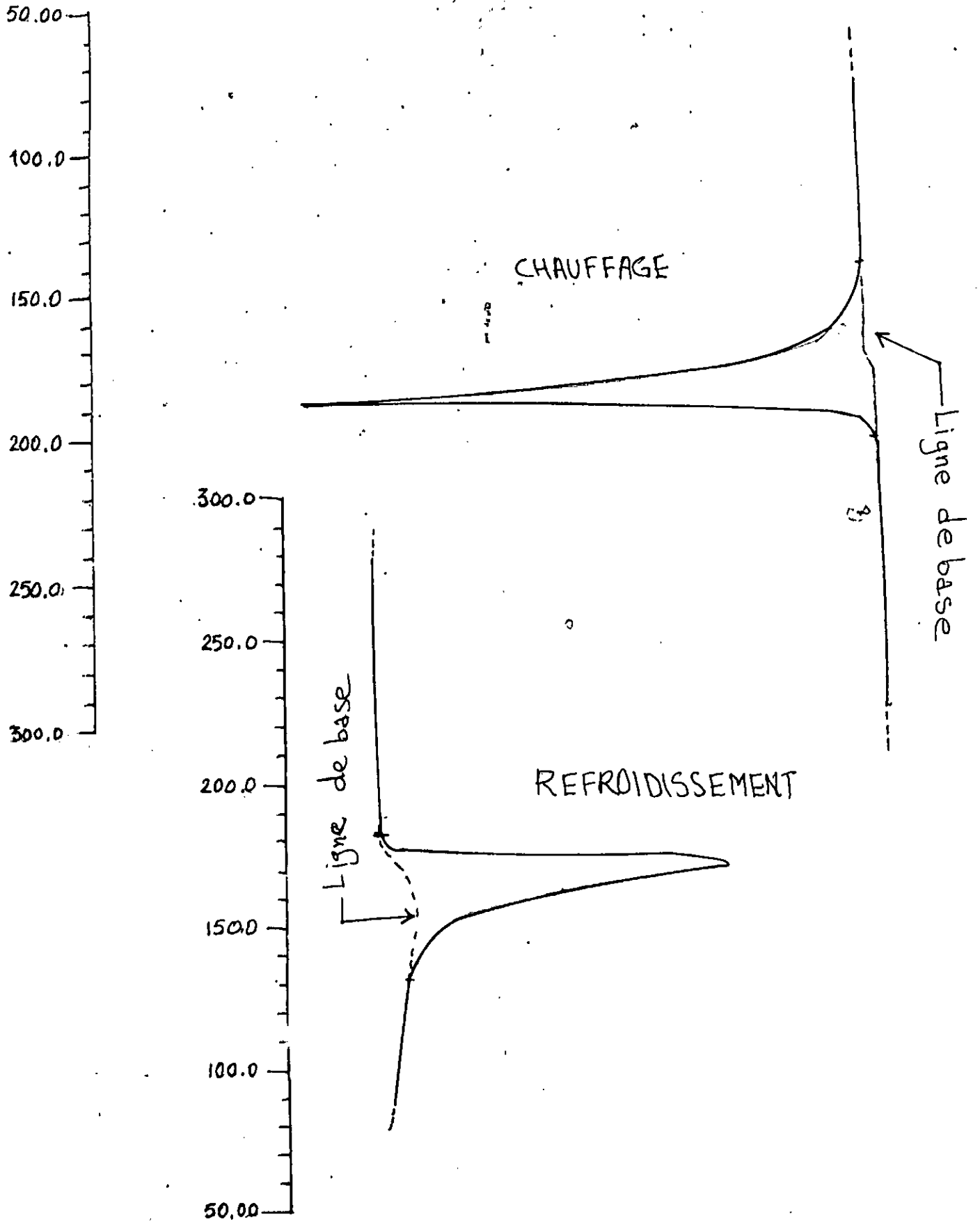


FIG-III.2 : SIGNAL CALORIMETRIQUE ENREGISTREE AU SECOND CYCLE.

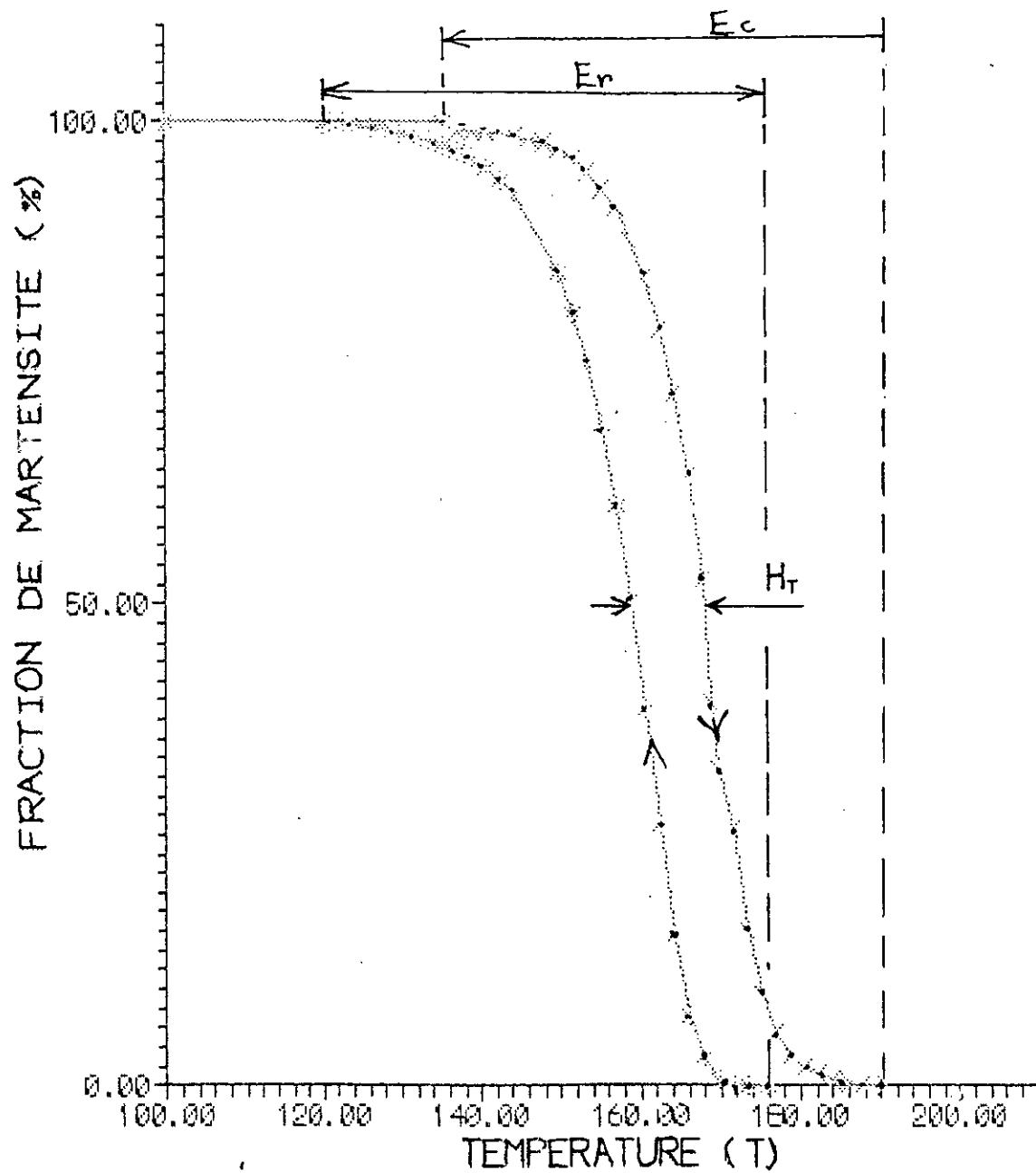


FIGURE-III.3 :- COURBE DE TRANSFORMATION $Y=f(T)$
(1° CYCLE),

D'après le tableau-III.2 nous pouvons faire les remarques suivantes :

o Evolution des points de la transformation martensitique: M_s , M_f , A_s , A_f vers les hautes températures lors du second cycle. Cela est dû au phénomène de précipitation lors du chauffage au premier cycle; en effet la précipitation de la phase d'équilibre γ_2 provoque un appauvrissement de la matrice en aluminium. Ceci est confirmé par une étude au microscope électronique à transmission(12).

o l'hysteresis (dans le premier cycle) est assez faible. ce qui indique que la martensite qui a apparue est du type β_1' . Effectivement ceci a été confirmé par la diffraction des rayons X.

o Evolution brutale de la valeur d'hysteresis (de 9.3 jusqu'à 43.9) qui est dû au même phénomène de précipitation.

o CONCLUSION:

La D.S.C est un moyen intéressant et très utile pour déterminer les caractéristiques de la transformation y compris l'enthalpie de la transformation et permet d'étudier l'effet du cyclage thermique sur ces caractéristiques. Mais comme nous avons déjà vu, cette technique doit être complétée par d'autres méthodes de caractérisation. Par exemple pour détecter une telle précipitation il faut utiliser le

microscope électronique à transmission et la diffraction des rayons X pour déterminer la nature de la martensite apparue.

II. EDUCATION DES ALLIAGES AMF :

II.1. PREMIER MODE UTILISE: CYCLAGE THERMIQUE UTILISANT L'EMS :

II.1.1. DEFORMATION EN FORME DE (V):

La déformation en (V) (d'un angle de 90°) est impossible car tous les échantillons utilisés sont cassés lors des premiers cycles. La déformation en (V) est alors déconseillée car l'alliage a une structure martensitique fragile.

II.1.2. DEFORMATION EN FORME DE (C):

Nous avons constaté que la cinétique du four au chauffage et au refroidissement n'est pas assez rapide (car nous devons effectuer plusieurs dizaines de cycles) de plus la régulation du four d'une

basse température ($T=150^{\circ}\text{C}$ pour l'échantillon de la nuance (B): Cu-13.6 %Al-4 % Ni) est difficile. Dans ce cas nous avons opté ^{pour} le bec benzène avec quelques précautions : par exemple nous avons placé l'échantillon loin de la flamme de bec benzène pour avoir une température moyenne de 150°C (mesuré à l'aide d'un thermocouple). Aussi nous avons choisi un temps de chauffage de 5 secondes (pour éviter un vieillissement rapide).

II.1.3. RESULTATS DE L'EDUCATION :

Après 290 cycles nous avons obtenu la courbe $E = f(N)$ figure-III.5. cette courbe nous renseigne sur le comportement de l'alliage de nuance (B) Cu-13.6 % Al-4 % Ni pendant un cyclage d'éducation utilisant l'EMS entre une température $T=150^{\circ}\text{C}$ et l'ambiante. La courbe peut être partagée en quatre stades :

Premier stade; segment (DA): l'évolution de l'effet mémoire double est assez rapide; il se stabilise au bout de $N=20$ cycles.

Deuxième stade; palier (AB): l'évolution de l'effet mémoire est terminée et nous observons l'EMD le long de tout le segment. La déformation mesurée à ce stade est $E_A=2.1$ mm ou bien $\xi_A=(E_A-E_0)/E_0 \times 100=44.8\%$. ξ_A est la déformation due à l'effet mémoire double.

ϵ (mm)
déformation

-50

EVOLUTION
de L'EMD

-30

-25

-20

0,15

10

-95

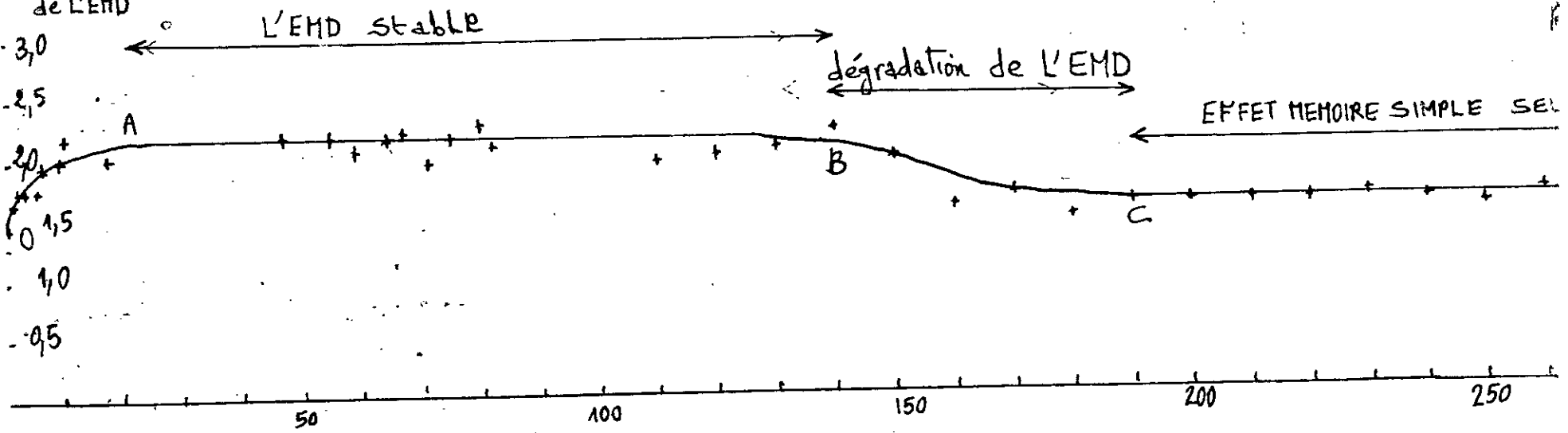


FIG-III.5 : COURBE DEFORMATION-NOMBRE DE CYCLE ENREGISTREE P
CYCLAGE D'EDUCATION UTILISANT L'EMD POUR LA NUAN

Troisième stade; segment (BC): à partir de cycle $N=140$ nous observons une dégradation progressive de l'EMD qui présente une allure sigmoïdale qui se termine à $N=190$. Cette dégradation est liée à la précipitation des phases d'équilibre α et γ_2 .

Quatrième stade; palier (CD): l'effet mémoire double disparaît totalement, l'effet mémoire simple subsiste mais la déformation mesurée est légèrement supérieure à celle du premier cycle: $\Delta E = E_c - E_o = 0.15$ mm ou bien $\xi = \Delta E / E_o \times 100 = 10$ %. Cette déformation est due à l'éducation (déformation plastique). L'échantillon est rompu au bout de $N=290$ cycles la rupture est due surtout à la fragilisation de l'alliage par précipitation aux joints des grains (voir la micrographie-II).

Cette courbe peut également nous renseigner sur le comportement de l'alliage au vieillissement isotherme à $T=150^\circ\text{C}$ que nous allons étudier plus loin.

o CONCLUSION:

L'éducation par cyclage thermique entre $T=150^\circ\text{C}$ et l'ambiante utilisant l'EMD de la nuance Cu-13.6 %-4 % Ni est terminée après 20 cycles.

L'effet mémoire double n'est pas durable; il peut disparaître sous l'effet du vieillissement. La durée de vie de l'effet mémoire double d'un alliage d'une telle nuance éduquée par cyclage entre $T=150^\circ\text{C}$ et

l'ambiante est égale à $\Delta N = N_B - N_A = 120$ cycles.

La dégradation de l'effet mémoire de cet alliage commence à $N=190$ cycles et se termine à $N=240$ cycles. Cette dégradation est sigmoïdale.

II.2. DEUXIEME MODE UTILISE: CYCLAGE THERMIQUE AVEC DEFORMATION IMPOSEE:

Nous avons essayé ce mode pour l'alliage de la nuance (A); Cu-13.2 % Al-4 % Ni mais il n'a pas donné de résultats car il exige une connaissance précises de ces propriétés pour le réussir. Par exemple, il est nécessaire de connaître la limite élastique à la température de l'essai ($T > A_f$) et la température critique M_d . Il exige également une bonne régulation de la température (il faut que la plage de régulation soit comprise dans l'intervall du température (A_f, M_d)).

III. RESULTATS RELATIFS AU VEILLISSEMENT :

III.1. ETUDE DE VEILLISSEMENT DE LA NUANCE (B) :

Comme nous avons déjà signalé, la courbe de la figure-III.5 peut être exploitée pour construire la courbe déformation-temps de vieillissement. Cela est possible si nous supposons que la température $T=150^\circ \text{C}$ est la même pour tous les cycles et que la durée de vieillissement cumulée pour chaque cycle est la même également ($t_i=5$ secondes). Ainsi nous obtenons la courbe de la figure-III.6.

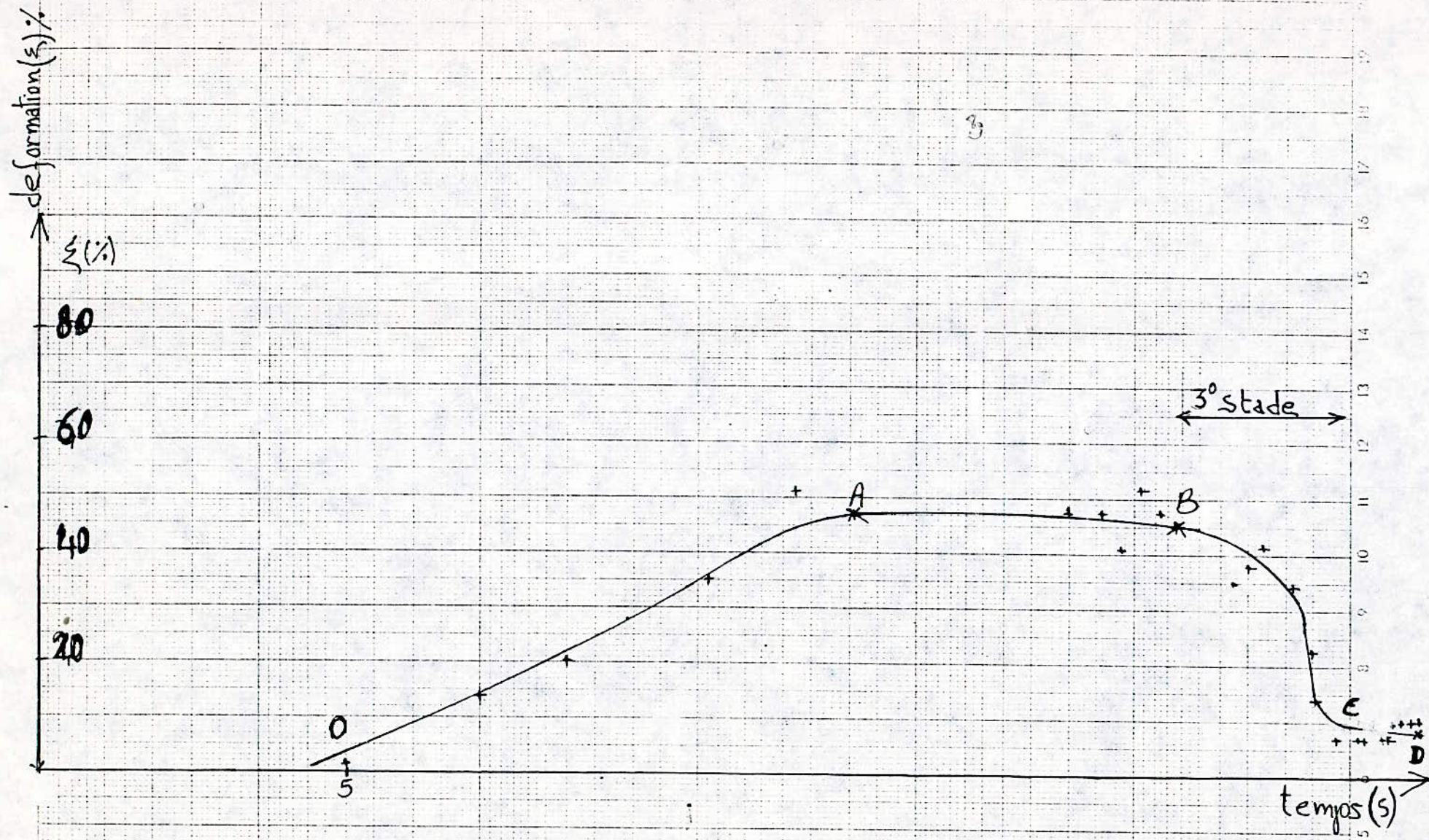


FIG-III.6 : COURBE DEFORMATION-TEMPS DE VEILLISSEMENT CUMMULE DEDU DE LA COURBE DE LA FIGURE-III.5.

Cette courbe est représenté à l'échelle semi-logarithmique et a presque la même allure que celle de graphe-V et peut être divisée en quatre stades qui correspondent aux mêmes stades que ceux de cette dernière. Le stade qui nous intéresse dans cette étude est le troisième stade.

Troisième stade; segment (BC) :

Commence de l'instant $t_b=700$ s et se termine à $t_c=950$ s; il représente la loi de la cinétique du vieillissement. L'allure est presque sigmoïdale; au début, la vitesse de vieillissement est progressivement croissante jusqu'à une valeur critique puis elle devient progressivement décroissante jusqu'à atteindre une valeur nulle. Au point (C), la transformation est gênée par la précipitation, d'où atténuation des propriétés liées à la transformation. Le phénomène responsable est la précipitation des phases d'équilibre α et γ_2 ; la précipitation constitue un obstacle contre le déplacement des plans d'interface martensite-phase mère. Si nous référons à la micrographie-II nous pouvons constater une forte précipitation dans les joints des grains et l'intérieur même des grains.

o CONCLUSION :

La dégradation des propriétés de l'alliage AMF de la nuance (B) est effectué par recuit (ou bien cyclage) pendant une durée de vieillissement cumulée $t_c=15.8$ mn (correspondant à un nombre de cycles $N=190$ cycles) d'où cet alliage présente une mauvaise stabilité thermique à $T=150^\circ\text{C}$. Remarque $T=150^\circ\text{C}$ représente une haute température pour cet alliage $M_s=50^\circ\text{C}$.

III.2. VEILLISSEMENT DE LA NUANCE (A) :

Nous avons établi une courbe de vieillissement à $T=260^{\circ}\text{C}$ à partir de quatre points car on dispose seulement de quatre échantillons de la nuance (A), ce qui nous a amené à choisir les valeurs indiquées dans le tableau-III.3.

ECHAN TILLON	DUREE DU VEILLESSEMENT(s)	HISTOIRE THERMIQUE	NUANCE
1	900	TREMPE A L'AIR DE $T=800^{\circ}\text{C}$ MAINTIEN $t=15\text{mn}$	NUANCE (A) Cu-13.2%Al-4%Ni
2.	87300		
3	328500		
4	666900		

TABLEAU-III.3:- préparation des échantillons qui vont subir le vieillissement.

Le vieillissement des quatre échantillons de la nuance (A) Cu-13.2 % Al-4 % Ni à différentes durées cummulées et la mesure de la micro-dureté correspondante nous a permis de construire la courbe de

la figure-III.7.1 " $H_v=f(t)$ ". Nous avons choisi la micro-dureté car les échantillons que nous disposons sont très minces.

Une courbe typique de vieillissement est parfaitement sigmoïdale figure-III.7.2 D'où la courbe que nous avons obtenu est assez représentative malgré, qu'elle est représentée seulement à partir de quatre points (à cause du manque de la matière première);

de t_i à t_r aucune évolution n'est constatée et la vitesse de vieillissement (V) est nulle, avec $V = \frac{dH_v}{dt}$ et t_r est le temps d'incubation. t_r est de l'ordre de quelques secondes (19);

de t_r à t_c la vitesse (V) augmente progressivement jusqu'à une valeur maximale ($V_c = V_{MAX}$). Le point (C) est le point d'inflexion.

de t_v à t_s la microdureté évolue progressivement vers une valeur constante, donc la vitesse (V) décroît progressivement jusqu'à atteindre une valeur nulle ($V_s = 0$).

au-delà du point (S) la microdureté est pratiquement inchangée.

La courbe de la figure-III.7.1 que nous avons obtenu n'est pas complète; les points (I) et (S) ne figurent pas. Mais elle est assez représentative puisque elle présente une allure qui est bien sigmoïdale. On trouve $t_c = 2500$ s environ. L'évolution de la micro-dureté traduit la dégradation de l'effet mémoire puisque l'augmentation de la micro-dureté est causé par la précipitation des phases d'équilibre α et γ . Les micrographie des échantillons vieillis

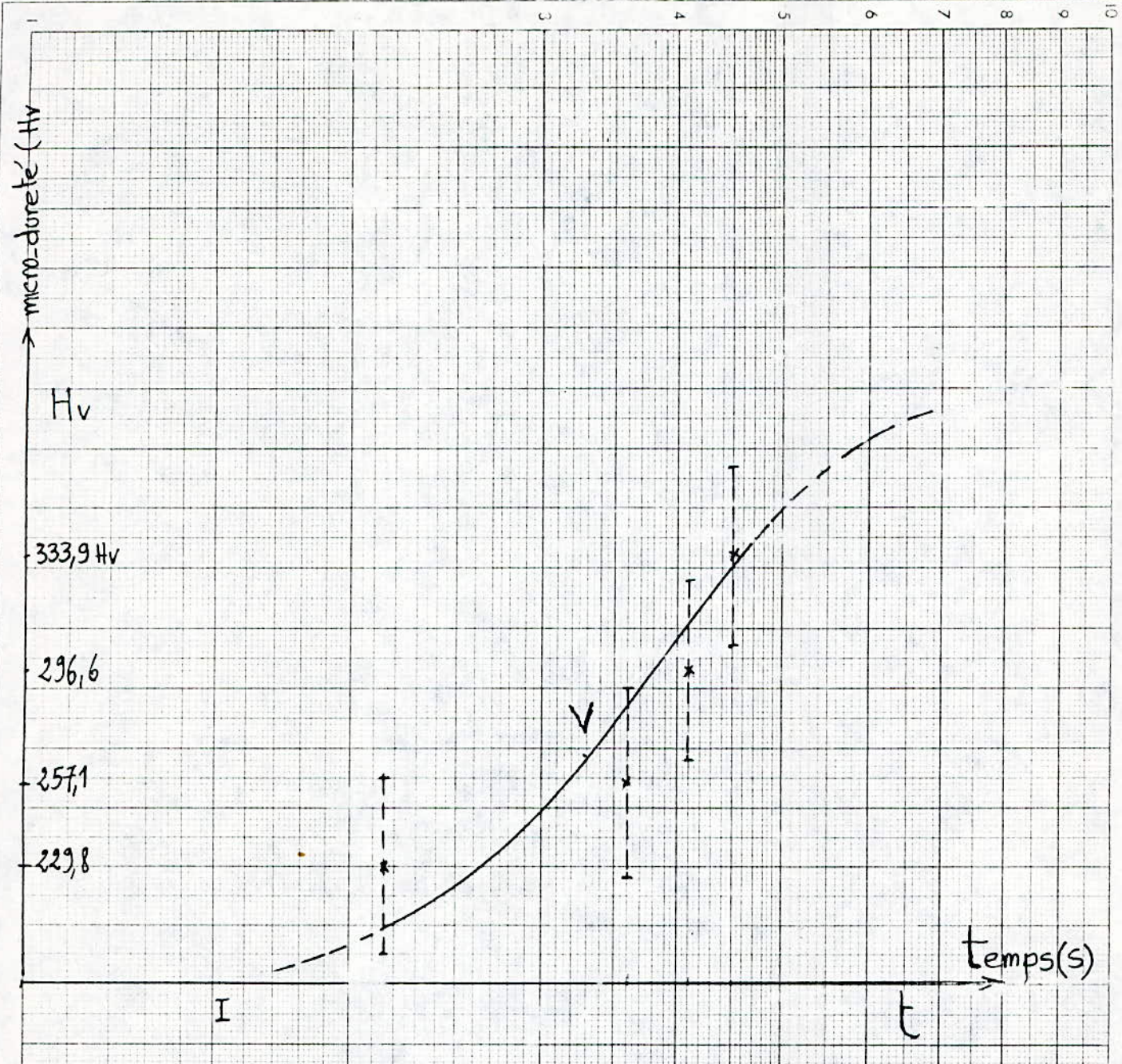


FIG-III.7.1 : COURBE MICRODURETE-TEMPS DE VEILLISSEMENT CUMMULE CORRESPONDANT A LA NUANCE (A).

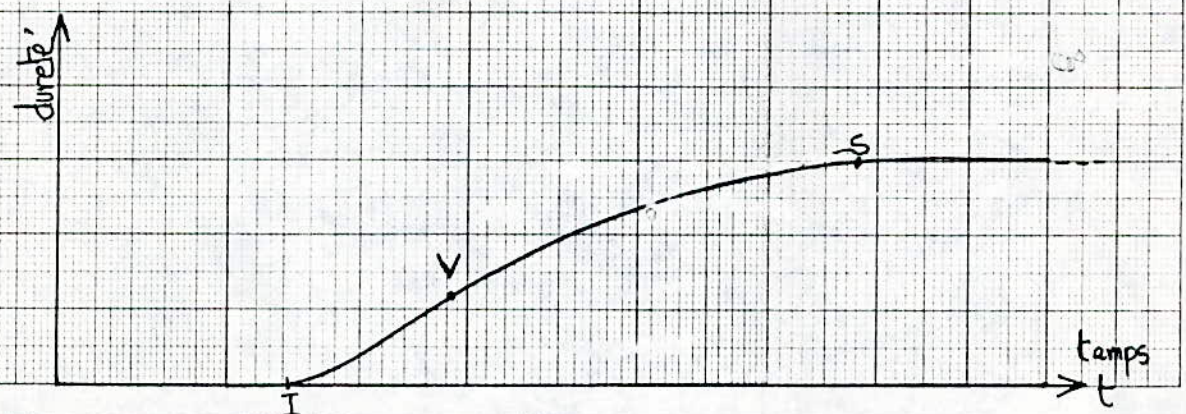


FIG-III.7.2 : COURBE TYPIQUE DE VEILLISSEMENT $H_v=f(t)$.

confirme les résultats de la microdureté.

□ CONCLUSION:

Le vieillissement de l'alliage AMF de la nuance (A) à $T=260^{\circ}\text{C}$ dont $M_s=175^{\circ}\text{C}$ présente une cinétique assez faible en comparant avec celle de la nuance (B) vieillie à $T=150^{\circ}\text{C}$ dont $M_s=50^{\circ}\text{C}$.

III.4. CARACTERISATION MICROGRAPHIQUE :

MICROGRAPHIE-I :x600

Echantillon d'équilibre de la nuance (A) ($M_s=175^{\circ}\text{C}$), austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ refroidi dans le four pendant un jour.

Cette micrographie montre une structure composée de deux phases; la phase γ en forme de rosètes dans les joints de grains et même à l'intérieur du grain. La phase eutectoïde $\alpha\gamma_2$ n'est pas parfaitement lamellaire et forme de gros grains.

MICROGRAPHIE-II :x400

Echantillon de la nuance (B) ($M_s=50^{\circ}\text{C}$),veilli à $T=150^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=24$ mn. Austénisé à $T=800$ c pendant 15 mn.

Cette micrographie représente une structure martensitique avec une forte précipitation aux joints des grains et dans le grain également. La martensite restante est stabilisée par la présence des précipités. De ce fait, il faut un temps de vieillissement plus long pour réaliser une précipitation complète.

MICROGRAPHIE-III : X120

Echantillon de la nuance (A) veilli à $T=260^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=15$ mn. Austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ pendant 15 mn et refroidi à l'air.

La micrographie présente une structure purement martensitique. Dans un même grain on observe plusieurs variantes auto-accomodantes. Aucun effet de précipitation n'est constaté.

MICROGRAPHIE-IV : X580

Echantillon de la nuance (A) veilli à $T=260^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=24.25$ h. Austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ pendant 15 mn et refroidi à l'air.

Cette structure est presque complètement martensitique. La précipitation est observée particulièrement aux joints des grains.

MICROGRAPHIE-V : x630

Echantillon de la nuance (A) veilli à $T=260^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=91.25\text{h}$
Austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ pendant 15 mn et refroidi à l'air.

On observe une martensite altérée par le vieillissement. La précipitation envahi les joints des grains et également le coeur du grain. remarque la micrographie présentée correspond à un seul grain.

MICROGRAPHIE-VI : x630

Echantillon de la nuance (A) veilli à $T=260^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=125\text{h}$.
Austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ pendant 15 mn et refroidi à l'air .

La structure est martensitique avec une forte précipitation aux seins des grains et aux joints des grains. La martensite restante a été stabilisée, il faudra un traitement plus prolongé à cette température pour l'éliminée.



MICROGRAPHIE-I : Echantillon d'équilibre de la nuance (A) ($M_s=175^{\circ}\text{C}$), austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ refroidi dans le four pendant un jour, X600.

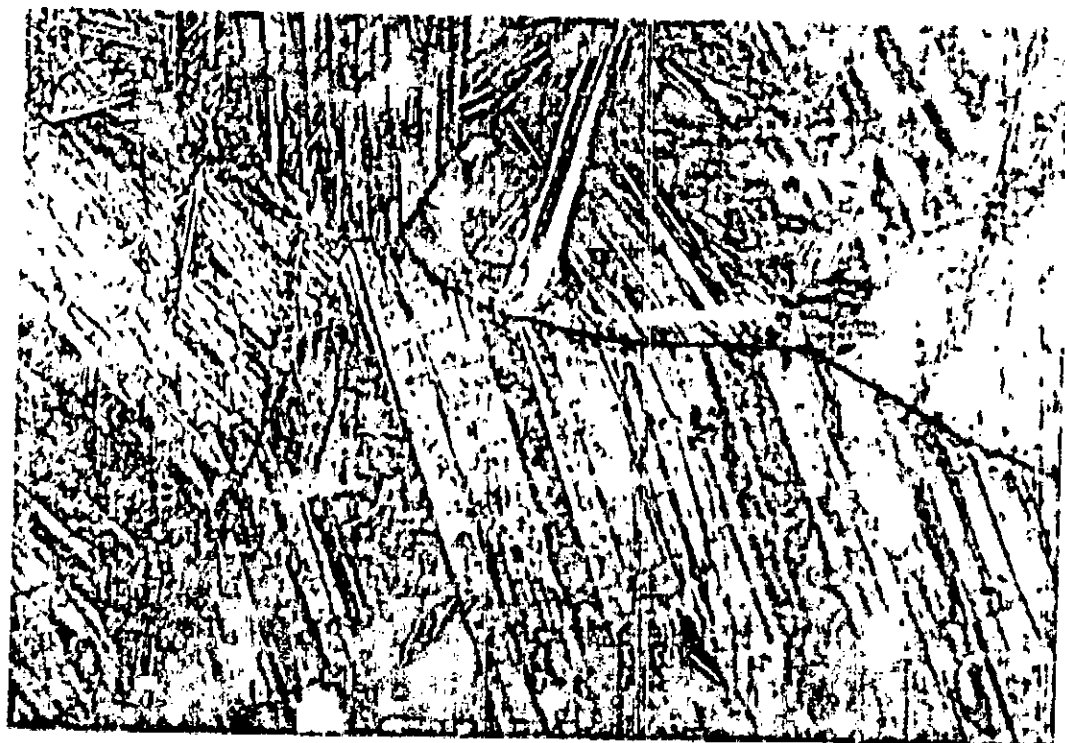


MICROGRAPHIE-II : Echantillon de la nuance (B) ($M_s=50^{\circ}\text{C}$), veilli à $T=150^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=24$ mn. Austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ pendant $t=15$ mn, X400.



0

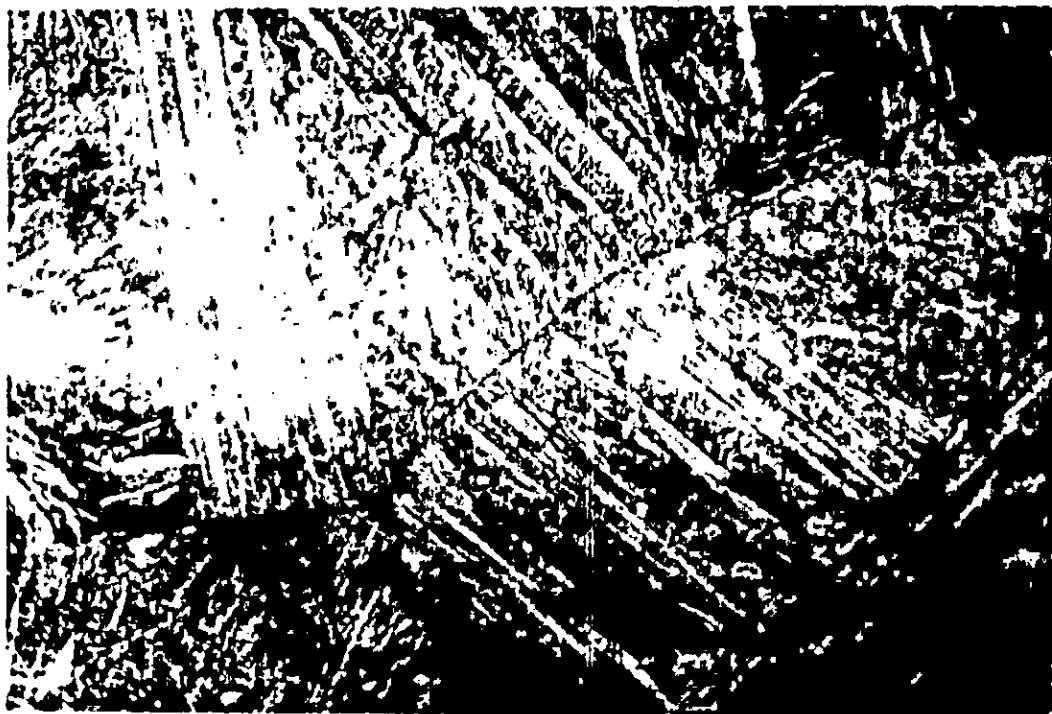
MICROGRAPHIE III : Echantillon de la nuance (A) veilli à $T=260^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=15$ mn. Austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ pendant 15 mn et refroidi à l'air, X120.



MICROGRAPHIE IV : Echantillon de la nuance (A) veilli à $T=260^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=24.25$ h Austénisé à $T=800^{\circ}\text{C}$ pendant 15 mn et refroidi à l'air, X580.



MICROGRAPHIE V : Echantillon de la nuance (A) veilli à $T=260^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=91.25$ h Austénisé à $T= 800^{\circ}\text{C}$ pendant 15 mn et refroidi à l'air, X630.



MICROGRAPHIE VI : Echantillon de la nuance (A) veilli à $T=260^{\circ}\text{C}$ pendant $t_v=125$ h. Austénisé à $T= 800^{\circ}\text{C}$ pendant 15 mn et refroidi à l'aire, X630.

CONCLUSION GENERALE

Les alliages AMF étudiés (Cu-Al-Ni) se caractérisent par des températures de transition très différentes (50°C pour l'alliage (A) et 176°C pour l'alliage (B)).

Par contre la structure d'équilibre obtenue après un refroidissement lent depuis le domaine monophasé (β) est similaire (sensiblement eutectoïde " $\alpha + \gamma_2$ " avec une très faible proportion de la phase γ_2).

Après la trempe la métallographie montre aussi une structure martensitique dont la morphologie est similaire (plaquette de variantes autoaccomodantes de martensite).

Au réchauffage dans la cellule DSC, la transformation martensitique présente des caractères de thermoélasticité proches de celle de la phase β_1 (18R).

Au cours de deuxième cycle de réchauffage nous constatons une nette évolution des points de transformation due essentiellement à un phénomène de précipitation des phases d'équilibre particulièrement la phase (γ_2).

Nous avons constaté dans l'éducation par cyclage en température utilisant l'EMS que l'effet mémoire double s'établit après 20 cycles de traitement, et le début de dégradation de cet effet est observée au terme de 120 cycles et se produit progressivement jusqu'à la rupture au bout de 290^{ème} cycles.

La cinétique de vieillissement de l'alliage (nuance (A)) est très lente lorsque la température maximale de traitement est juste au-dessus de A_f (260°C). la courbe de microdureté en fonction de la durée de maintien a une allure sigmoïdale caractéristique. L'évolution de la microdureté peut être expliquée par l'apparition des précipités des phases d'équilibre particulièrement la phase γ_2 dure et fragile.

ANNEXE

PROGRAMME PERMETTANT LA FONCTION S(T) INTEGRALE
DE LA FONCTION (H(T)-B(T)).

```
10 DIM H(30), B(30), T(30), x(30), S(30)
30 CLS
40 FOR I = 1 TO 30
50 PRINT "T("; I; ")="; : INPUT T(I)
60 NEXT I
70 LOCATE 12, 30
80 PRINT "?ERREURES= O/N="; : INPUT REP$
90 IF REP$ = "O" THEN GOTO 15
100 CLS
110 FOR I = 1 TO 30
120 PRINT "H("; I; ")="; : INPUT H(I)
130 NEXT I
140 LOCATE 12, 30
150 PRINT "?ERREURES O/N="; : INPUT REP$
160 IF REP$ = "O" THEN GOTO 35
170 CLS
180 FOR I = 1 TO 30
190 PRINT "B("; I; ")="; : INPUT B(I)
200 NEXT I
210 LOCATE 12, 30
220 PRINT "?ERREURES= O/N="; : INPUT REP$
230 IF REP$ = "O" THEN GOTO 55
240 S(1) = 0
250 x(1) = 0
260 FOR I = 1 TO 29
270 x(I + 1) = (T(I + 1) - T(I)) * (H(I + 1) + H(I) - B(I + 1) - B(I)) / 2
280 S(I + 1) = S(I) + x(I + 1)
290 NEXT I
300 OPEN "CO4.dat" FOR OUTPUT AS #1
310 FOR I = 1 TO 30
320 S(I) = S(I)
330 PRINT #1, S(I), T(I)
340 NEXT I
350 END.
```

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- (1) J.Van Humbeeck - Trait Ther N° 234, P20, 1990.
- (2) Norme Française NF A51-080, Avril 1991.
- (3) Pascale Rodreguez - Thèse de Doctorat, INSA-France, 1989.
- (4) G.Guinin - Thech De L'ing, M530, 1989.
- (5) G.Guenin - Trait Ther N° 234, P21, 1990.
- (6) E.Patoor, A.Eberhardt et M.Bervellier - Trait Ther N° 234, P43, 1990.
- (7) K.Shimizu and K.Otsuka - "International Symposium On Shape Memory effect and Applications", The Spring Meeting in Toronto, CANADA, MAY 1975.
- (8) J.Burke - Cinétique des changements de phases dans les métaux, 1968
- (9) P.Rodríguez et G.Guénin - Mémoire Et Etudes scientifiques de la revue de Metallurgie, P500, Sept 87.
- (10) J.D.Harrisson et D.E.Hodgson - "International Symposium On Shape Memory effect and Applications" The Spring Meeting in Toronto, CANADA, MAY 1975.
- (11) V.Torra et H.Tachoire - Trait Ther N° 234, P35, 1990.
- (12) M.Bouabdlah - Thèse à apparaître.
- (13) L.Buffard, P.charbonnier, L.Vincent, M. Morin, G.Guénin et G.Barreau - Trait Ther N° 234, P49, 1990.

- (14) V.Agafonov, N.Pinto, R.Bejaï, P.Noudot, A.Dubert et B.Dubois - Mémoire Et Etudes scientifiques de la revue de Métallurgie, P493, Sept 87.
- (15) N.F.Kennon, D.P.Dunne L.Middleton - Met Trans 13A, P551,1982.
- (16) François Reverchon - Traitements Termiques Des Alliages Du Cuivre Et De Ses Alliages, P44.
- (17) Techniques de l'ingénieur - M.Guénin, M430,1979.
- (18) Ridgway Banks - "International Symposium on Shape Memory effect and Applications " The Spring Meeting in Toronto, CANADA, MAY 1975.
- (19) E.Weynant et G.Barreau - Trait Ther N° 234, P57, 1990.
- (20) Horace Pops - "International symposium On Shape Memory effect and Applications" The Spring Meeting in Toronto, CANADA, MAY 1975
- (21) Bernard dubois et Guillermo Ocampo - Fonderie, fondeur d'aujourd'hui-12, P33.
- (22) Y.S.Sun, G.W.Lorimer and N.Ridley - Met Trans 21A, P575, 1990.
- (23) B.Dubois - Trait Ther N°234, P27, 1990.
- (24) Fiche Technique Sur un Calorimètre " METLER TA4000 ".