

***République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche
scientifique***

***Université M'Hamed Bougara Boumerdès
Faculté des sciences de l'ingénieur
Département de génie mécanique***



***Post Graduation Commune (UMBB, USTHB, EMP, ENP).
Mémoire de Magister en Génie Mécanique.
Option: Systèmes Mécaniques.***

Thème

***Caractérisations structurale et mécanique
des alliages à mémoire de forme ternaires
de types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al élaborés
par fusion.***

Soutenu par Chérif SAIB

le: / / 2003 devant le jury suivant:

<i>- Mr. A. ATTI</i>	Pr, Université de BÉJAÏA,	Président.
<i>- Mr. K. NECIB</i>	M.C, E.M.P,	Encadreur.
<i>- Mr. M.AZZAZ</i>	Pr, U.S.T.H.B,	Examineur.
<i>- Mr. M.BOUABDALLAH</i>	M.C, E.N.P,	Examineur.
<i>- Mme AIT-SAADA</i>	C.C, U.M.B.B,	Examinatrice.

ملخص:

إن الهدف من هذا البحث هو تصنيع مزيج ثلاثي من المواد ذات ذاكرة من نوع Cu-Zn-Al ; Cu-Al-Ni بالصهر ، ملاحظة دقيقة أعطيت للتحويلات الحرارية المرنة الممكن أن تحدث حسب كميات عناصر المزيج و المعالجات الحرارية المتبناة.

في هذا الإطار، تمييز بنيوي قد انتهج من خلال قياس درجات الحرارة للتحويل المرتزي مع قياسات للميكروصلادة.

نوع آخر من التمييز أخذ في الاعتبار ، من خلال إختبارات ميكانيكية : إختبار المد، إجهاد دوري ، تشويه بطيء و الإسترخاء حسب شروط خاصة.

النتائج الأساسية تبين التأثير الفعال لكميات العناصر المضافة القليلة على التحويل المولد للمرتزيت ، و الترسبات (غير معرفة) من نوع β على مستوى الإجهادات و التشوهات المتحصل عليها.

كلمات مفتاحية:

مزيج ثلاثي من المواد ذات ذاكرة – تمييز – التحويلات الحرارية المرنة – مرتزيت – الترسبات – تشويه بطيء – الإسترخاء.

RÉSUMÉ :

Le présent travail porte sur la Caractérisation des Alliages à Mémoire de Forme Ternaires de types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al élaborés par Fusion. Une attention particulière est prêtée aux transformations thermoélastiques susceptibles de se produire selon les teneurs en éléments d'alliage et les traitements thermiques adoptés. Dans ce cadre, des mesures de températures de transformation ont été menées en corrélation avec des mesures de micro dureté.

Un autre volet de la caractérisation a été considéré ; il porte sur des essais mécaniques de Traction, de Relaxation et de Fluage menés selon des conditions appropriées.

Les principaux résultats montrent l'influence prépondérante de la teneur en oligo-éléments sur la transformation induite (martensite), les précipités (non identifiés) de type β et les niveaux de contraintes et/ou de déformation atteints.

Mots Clés :

Alliages à Mémoire de Forme Ternaires – Caractérisation - Transformations Thermoélastiques – Martensite - Précipités – Relaxation - Fluage.

ABSTRACT:

This work concerns the Characterization of Ternary Shape Memory Alloys of types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al worked out by fusion.

A detailed attention is lent to the Thermoelastic Transformations likely to occur according to the contents of alloy elements and heat treatments' adopted.

Within this framework, temperature measurements of transformation were carried out in correlation with measurements of micro hardness.

The principal results show the dominating influence of the trace element content on the induced transformation (martensitic one) and the Precipitates (not identified) of type β and the reached stresses – strains levels.

Key words :

Ternary Shape Memory Alloys - Characterization – Thermoelastic Transformations – Martensite – Precipitates - Relaxation – Creep.

REMERCIEMENTS

Le présent travail a été réalisé au sein du Laboratoire Génie des Matériaux de l'Ecole Militaire Polytechnique sous la direction du Lieutenant Colonel NECIB Kamel, Maître de Conférences - Directeur du Laboratoire, à qui j'exprime mes remerciements pour avoir accepté de diriger et de suivre cette étude avec bienveillance. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour son soutien constant et ses précieux conseils!

J'adresse mes sincères remerciements au Commandant BRITAH Abdelmalek, Maître Assistant Chargé de Cours (Laboratoire Génie des Matériaux/EMP) pour l'intérêt manifesté à ce travail et surtout d'avoir contribué à son aboutissement ; ses conseils, suggestions et critiques m'ont été très bénéfiques.

Que Monsieur A. ATI, Professeur à l'Université de Béjaïa, trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour l'intérêt manifesté à ce travail et pour l'honneur qu'il me fait en présidant ce Jury.

Que Messieurs M. BOUABDALLAH (Maître de Conférences ; Département de Métallurgie – ENP) et M. AZZAZ (Professeur ; Faculté de Génie Mécanique et de Génie des Procédés – USTHB) trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance pour avoir accepté de se joindre à ce Jury.

J'exprime toute ma reconnaissance à Madame A. AIT SAËDA, Chargée du cours - Université de Boumerdès pour sa disponibilité à se joindre à ce Jury.

Je ne saurais oublier tous ceux qui de près ou de loin ont contribué grandement à la concrétisation de cette Post-Graduation Commune «Systèmes Mécaniques» ; en particulier Monsieur le Général Commandant l'EMP, Madame la Rectrice (U. Boumerdès), Monsieur le Recteur (USTHB), Monsieur le Directeur (ENP), Monsieur le Colonel Directeur de la Recherche et de la Formation Post-Graduée (EMP), les membres du Comité Pédagogique de cette Post-Graduation Commune (Messieurs S. RECHAK ; M. BOUAZIZ - ENP, A. SERIDI ; I. BELAIDI - U. Boumerdès, T. BOUKHAROUBA ; N. MILOUDI - USTHB, M. A. BELOUCHRANI - EMP).

Enfin, je tiens à exprimer ma gratitude à mes collègues et amis (Cdt A. X. HOVAS, Cdt BOUCHEFFA, Cdt KHIMECHE, Cdt MEDJAOUI, Cne F. ABERKANE, Lt A. BOUDIAF, le personnel du Centre des Réalisations Mécaniques - EMP, le personnel de l'Unité Recherche Développement ; Maintenance Aéronautique - CFA) pour leur participation et leur soutien dans toutes les phases de préparation matérielle de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

*A mes chers parents
A mes frères et sœurs
A tous mes proches
A tous mes amis.*

Nomenclature des abréviations utilisées

AMF	Alliage à Mémoire de Forme
Phase mère	désigne la phase Austénite (phase β)
σ_e	Limite élastique (MPa)
ϵ_p	Déformation plastique
T_1	Température initiale (°C)
T_2	Température finale (°C)
EMSS	Effet mémoire de forme à simple sens
EMDS	Effet mémoire de forme à double sens
σ_{Ms}	Contrainte de début de transformation de la martensite (MPa)
σ_{Mf}	Contrainte de fin de transformation de la martensite (MPa)
σ_{As}	Contrainte de début de transformation de l'austénite (MPa)
σ_{Af}	Contrainte de fin de transformation de l'austénite (MPa)
M_s	Température de début de transformation de la martensite (°C)
M_f	Température fin de transformation de la martensite (°C)
A_s	Température de début de transformation de l'austénite (°C)
A_f	Température de fin de transformation de l'austénite (°C)
ϵ_r	Déformation résiduelle
N	Nombre de cycle
ϵ_{rc}	Déformation résiduelle cumulée
ϵ_M	Déformation lors du refroidissement en EMDS
E_σ	Etalement en contrainte (MPa)
H_σ	Hystérésis en contrainte (MPa)
E_T	Etalement en température (°C)
H_T	Hystérésis en température (°C)
Md	Température limite de transformation sous contrainte (°C)
ϵ^{re}	Déformation réversible
ϵ^e	Déformation élastique
Q	Pouvoir amortissant (%)
T_{c1}	Haute température de transition d'ordre $A2 \rightarrow B2$ (°C)
T_{c2}	Deuxième haute température de transition d'ordre $B2 \rightarrow L2_1$ (°C)

Liste des figures

CHAPITRE I

Etude Bibliographique

Figure	Titre	Page
I.1	Représentation schématique de la formation de la martensite	3
I.2	Représentation schématique du déplacement des atomes lors de la formation de la martensite.	4
I.3	Formation de plaquette de martensite en croissance autour d'une plaquette	4
I.4	Les deux morphologies de la martensite	5
I.5	Représentation schématique de l'effet mémoire de forme	6
I.6	Comportement en traction de la phase martensitique	7
I.7	Transformations martensitiques à caractère thermoélastique et explosif	8
I.8	Chargement thermomécanique séquentiel permettant l'obtention de l'effet mémoire simple sens	10
I.9	Point de vue microscopique du processus de mémoire de forme	10
I.10	Déformation résiduelle due à la recouvrance partielle de la déformation de transformation lors d'un cycle de chargement	11
I.11	Évolution de ϵ_{rc} la déformation résiduelle cumulée en fonction du nombre de cycles N d'éducation	11
I.12	Effet mémoire double sens, sans contraintes externes appliquées; une déformation ϵ_M de transformation lors d'un simple refroidissement est observée	11
I.13	Diagramme d'état pour la transformation Austénite $\rightarrow$ Martensite	12
I.14	Courbe de traction d'une éprouvette mono cristalline pendant la transformation sous contrainte à température constante.	12
I.15	Effet de la température sur le comportement super-élastique	13
I.16	Comparaison de l'effet super élastique sur un échantillon Poly cristallin et Mono cristallin	14
I.17	Effet super-thermique à contrainte constante	14
I.18	Evolution de la déformation maximale de transformation au refroidissement avec la contrainte appliquée	15
I.19	Représentation de l'effet caoutchoutique	15
I.20	Dénomination des plans compacts selon leur position relative A, B, C	16
I.21	Variation du frottement interne en fonction de l'état du matériau	17
I.22	Représentation cristallographique de la phase β	18
I.23	Dénomination des plans compacts selon leur position relative A, B, C	18
I.24	Représentation d'une martensite dérivée de l'ordre B2	20
I.25	Séquences d'empilement des plans compacts du réseau des différentes martensites observées -dérivées de l'ordre L2 ₁ -	20
I.26	Différentes phases d'équilibre et phases martensitiques accessibles dans un alliage Cu-Zn-Al, par changement de température ou par application d'une contrainte $\sigma_{tr}(T)$	22
I.27	Représentation schématique de la stabilisation	27
I.28	Coupes du diagramme Cu-Zn-Al pour 4% et 6% d'Al	29
I.29	Représentation des domaines de la phase β ordonnées	32
I.30	Condition d'existence des différentes structures cristallines d'un alliage Cu-Zn-Al en fonction de la contrainte σ et de la température	33
I.31	Diagramme d'équilibre Cu-Al	34
I.32	Coupe verticale du diagramme d'équilibre Cu-Al-Ni (pour 3% Ni)	36
I.33	Diagramme de phase du système Cu-Al	37
I.34	Domaines d'existence des martensites induites sous contrainte en fonction de la température T et de la contrainte appliquée σ pour un alliage Cu 14 % Al 4.2 % Ni	38

CHAPITRE II

Approches Expérimentales et Résultats

II.1	Schéma de l'Étude	40
II.2	Procédure schématique de l'élaboration des alliages	41
II.3	Structures brutes des alliages Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni (Mise en évidence de la structure martensitique)	42
II.4	Profils d'évolution de la microdureté des échantillons à l'état initial	43
II.5	Structures obtenues après TTH des alliages en Cu-Zn-Al et en Cu-Al-Ni. (Chauffage à 850°C ; 10 mn - Mise en évidence des plaquettes de martensite)	44
II.6	Structures obtenues après Tréfilage	45
II.7	Schéma de mesure de la variation de résistance électrique par la méthode des quatre fils	46
II.8	Résultats des mesures de résistance (alliages en Cu-Zn-Al et en Cu-Al-Ni)	48
II.9	Résultats de l'essai de traction (Alliage en Cu-Zn-Al Tréfilé).	49
II.10	Faciès de rupture des échantillons sollicités en traction	50
II.11	Schéma de l'éprouvette massive sollicitée en traction	50
II.12	Schéma de l'éprouvette massive sollicitée en traction	51
II.13	Faciès de rupture des échantillons massifs sollicités en traction	52
II.14	Courbes de relaxation obtenues (alliage en Cu-Zn-Al massif)	53
II.15	Courbes de cyclage en contrainte (Alliage en Cu-Zn-Al massif)	55
II.16	Schéma de l'éprouvette utilisée en fluage	56
II.17	Courbes de fluage obtenue	57

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
I.1	Différentes structures de martensite en fonction du type de leur séquence d'empilement et de l'ordre de la phase	19
I.2	Caractéristiques des phases d'équilibre et hors équilibre du diagramme Cu-Al-Ni pour des compositions voisines de Cu ₉ Al ₄ .42	35
II.1	Récapitulatif des tailles de grains et des duretés obtenues	44
II.2	Récapitulatif des tailles de grains et des duretés obtenues (Cu-Zn-A)	46
II.3	Points de transformation caractéristiques	48

SOMMAIRE

Introduction	1
CHAPITRE I	
Etude Bibliographique	
I.1 Définitions	3
I.2 La Transformation martensitique thermoélastique	3
I.2.1 La transformation martensitique	3
I.2.2 Mécanisme de formation de la martensite thermoélastique	4
I.2.3 Les deux morphologies de la martensite	5
I.2.4 Description des deux morphologies de la martensite	5
I.2.5 Processus de formation des deux types de martensite	5
I.3 Caractéristiques de la transformation martensitique thermoélastique	7
I.4 Classification des transformations martensitique thermoélastique	7
I.5 Méthodes de caractérisation des alliages à mémoire de forme	8
I.6 Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme	9
I.6.1 Effet mémoire simple sens	9
I.6.2 Effet mémoire à double sens EMDS	10
I.6.3 Effet super thermoélastique	12
I.6.4 Effet caoutchoutique	15
I.6.5 Effet amortissant	16
I.7 Métallurgie et traitements thermiques des alliages à mémoire de forme à base de cuivre	17
I.7.1 Structures de la martensite des alliages à mémoire de forme à base de cuivre	17
I.8 Elaboration, mise en forme et traitements thermiques des alliages à mémoire de forme à base de cuivre	23
I.8.1 Elaboration des alliages à mémoire de forme	23
I.8.2 Mise en forme	23
I.8.3 Traitements thermiques	24
I.9 Dégradation de l'effet mémoire de forme	24
I.10 Diagrammes d'équilibre de Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni	29
I.10.1 Diagramme de phase des alliages Cu-Zn-Al	29
I.10.2 Etude du diagramme d'équilibre de l'alliage Cu-Al-Ni	34

CHAPITRE II

Approches Expérimentales et Résultats

II.1 Conduite de l'étude	39
II.2 Elaboration des Alliages (Axe 1)	40
II.2.1 Choix de la composition	40
II.2.2 Elaboration par fusion	41
II.2.3 Analyse de composition	42
II.3 Caractérisation structurale (Axe 2)	42
II.3.1 Observations au microscope optique	42
II.3.2 Mesures de microdureté	43
II.3.3. Traitements thermiques adoptés	43
II.3.4 Affinement du grain des alliages	45
II.3.5 Détermination des températures de transformation par mesure de résistance	46
II.4 Caractérisation mécanique (Axe 3)	49
II.4.1 Essais de traction	49
II.4.2 Essais de Relaxation	53
II.4.3 Cyclage en contrainte	54
II.4.4 Essais de fluage	55
III Conclusions et perspectives	58
IV Bibliographie	60
V Annexes	

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Les alliages à mémoire de forme présentent deux types de structure cristalline en fonction de la température et la contrainte imposée :

- à basse température, leur cristal est du type "martensite thermoélastique",
- à une température élevée (bien définie), ils se transforment en type austénitique.

Au cours de cette transformation, toute déformation subie à froid (pliage, compression, étirage, torsion,...) est automatiquement annihilée.

La déformation mise en jeu correspond à la réorganisation des variantes de martensite par mouvement des interfaces ; le retour à la forme initiale est associé à la réversion de ces variantes de martensite en austénite.

Dans ce cas, la transformation thermoélastique est caractérisée par l'effet mémoire de forme simple sens.

Un autre type de transformation peut être obtenu ; il s'agit de l'effet mémoire double sens connu sous le terme "éducation" ou "maturation".

La transformation thermoélastique peut aussi, être caractérisée par l'effet caoutchoutique, l'effet superélastique et l'effet amortissant.

Parmi les nombreux alliages à mémoire de forme, les alliages ternaires de types Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni tendent à être de plus en plus utilisés dans de nombreuses applications industrielles (Aéronautique, automobile, spatial,...) de par leur facilité de mise en œuvre associée à un coût non prohibitif.

Le présent travail porte sur la caractérisation des alliages à mémoire de forme ternaires de types Cu-Zn-Al ; Cu-Al-Ni élaborés par fusion. Une attention particulière est prêtée aux transformations thermomécaniques susceptibles de se produire selon les teneurs en éléments d'alliage et les traitements thermiques adoptés (conditions de chauffage et de refroidissement choisies) ; les caractéristiques mécaniques en sont largement tributaires.

Dans ce cadre, l'affinement du grain est recherché à travers les traitements thermiques et/ou les procédés de déformation mécanique conventionnels (laminage, tréfilage,...).

Par ailleurs, des mesures de températures de transformation ont été menées en corrélation avec des mesures de microdureté. Elles ont concerné des alliages bruts de coulée et des alliages ayant subi une déformation mécanique (tréfilage à chaud).

Un autre volet de la caractérisation a été considéré ; il porte sur des essais mécaniques de traction, de relaxation et de fluage menés selon des conditions appropriées. Les principaux résultats montrent l'influence prépondérante de la teneur en oligo-éléments sur la transformation induite (martensite), les précipités (non identifiés) et les niveaux de contraintes et/ou de déformation atteints.

Ce mémoire comprend deux parties essentielles :

- une première partie est consacrée aux concepts bibliographiques régissant la métallurgie des alliages étudiés ; des rappels sur les transformations de phases et les caractéristiques mécaniques qui en découlent sont donnés en corrélation avec les modes d'élaboration et les traitements thermiques adoptés. Une première approche de la démarche envisagée laisse entrevoir des perspectives à court et moyen termes sur les types de comportement (selon les teneurs en éléments d'alliage) pouvant faire l'objet de modélisation ultérieure eu égard aux nombreux paramètres mis en jeu (température, caractéristiques mécaniques, types de déformation,...)
- la deuxième partie du mémoire est volontairement consacrée à la présentation des approches expérimentales adoptées pour cette étude et des principaux résultats obtenus ; des liens entre les deux approches sont établis. Les résultats sont discutés au fur et à mesure de leur présentation et, parfois, confrontés à ceux de la bibliographie pour des alliages de compositions voisines des nôtres, soumis à des conditions de sollicitation similaires.

CHAPITRE I
ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Définitions

Quand un métal ou un alliage ordinaire est soumis à une sollicitation mécanique supérieure à sa limite élastique σ_e , il subit une déformation plastique ϵ_p qui persiste après cessation de la contrainte. La forme obtenue n'évolue pratiquement plus si l'on soumet ensuite l'alliage à un traitement thermique quelconque.

Les alliages à mémoire de forme semblent échapper à ce comportement familier aux métallurgistes et aux physiciens : dans une certaine gamme de température, un échantillon d'un tel alliage peut subir une déformation apparemment plastique de quelques pour-cent (jusqu'à 8% en traction dans certains cas) et récupérer intégralement sa forme initiale par un simple chauffage.

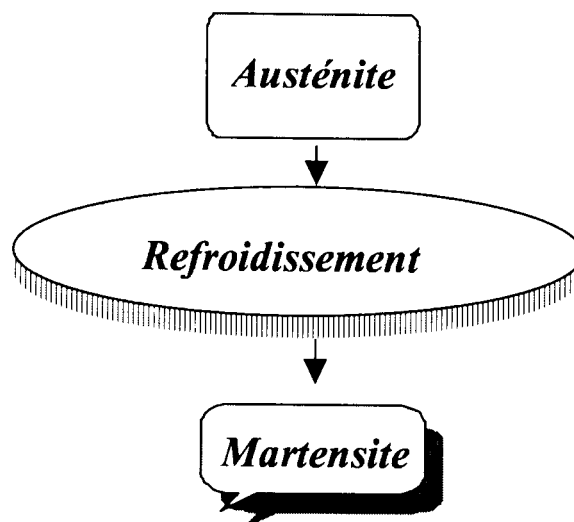
Ce phénomène, appelé «*mémoire de forme*», est l'une des propriétés thermomécaniques étonnantes associées à une transformation structurale réversible de type *martensitique thermoélastique* qui se produit entre la température T_1 à laquelle on a déformé l'échantillon et la température T_2 supérieure à T_1 , atteinte pour qu'il retrouve sa forme [1].

I.2 La Transformation martensitique thermoélastique

I.2.1 La transformation martensitique

La transformation martensitique est une transformation de phase à l'état solide, displacive du premier ordre, présentant une déformation homogène du réseau cristallographique, constituée principalement par un cisaillement [1].

La formation d'une aiguille de martensite résulte d'un double cisaillement de la maille de l'austénite.



- * *Sans diffusion (pas de modification de la composition*
- * *Cisaillement de l'austénite (une faible variation de volume)*

Figure I.1 Représentation schématique de la formation de la martensite.

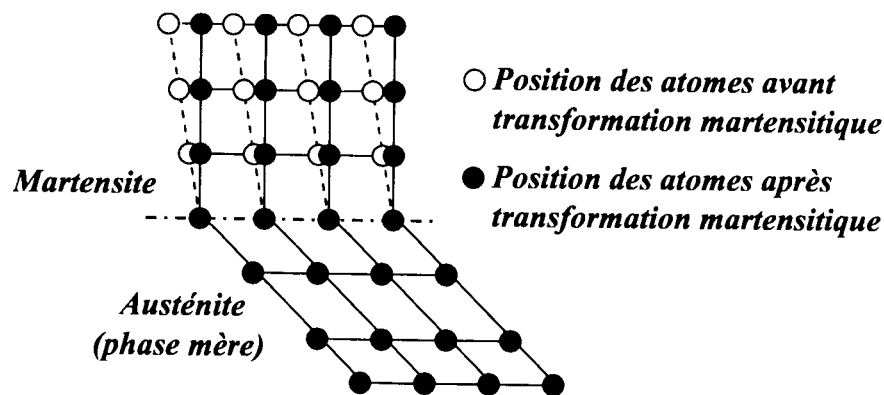


Figure I.2 Représentation schématique du déplacement des atomes lors de la formation de la martensite.

Sachant qu'il est nécessaire d'avoir une cohérence entre les phases et que le changement du volume dû à la transformation de l'austénite en martensite, cette dernière se trouve fortement déformée par cisaillement.

I.2.2 Mécanisme de formation de la martensite thermoélastique

Dans les alliages à base de cuivre présentant une transformation martensitique thermoélastique, la germination de la martensite est en relation avec les zones d'instabilité mécanique autour des dislocations ou autres défauts dans la phase austénitique. Les zones d'instabilité sont des volumes délimités par les dislocations créant des germes ; leurs tailles critiques diminuent aussi lorsque la température est abaissée à cause de la force motrice de germination.

La croissance se fait dès l'apparition de la première aiguille de martensite (figure I.3). Ceci est dû à l'énergie chimique provenant de la différence d'enthalpie qui fait apparaître deux variantes auto-accommodantes (1 et 2). Ces dernières s'épaississent par déplacement de l'interface austénite-martensite. Le caractère de thermoélasticité implique l'existence d'un équilibre à une température donnée entre la martensite formée et l'austénite restante. L'évolution de la transformation vers l'une de ces deux phases s'effectue uniquement par déplacement du plan de l'interface sous l'effet de la température ou de la contrainte appliquée. Les plaquettes de "martensite-orientées" s'accroissent selon une distribution particulière dans une direction préférentielle. Cette distribution est responsable du changement spontané de forme.

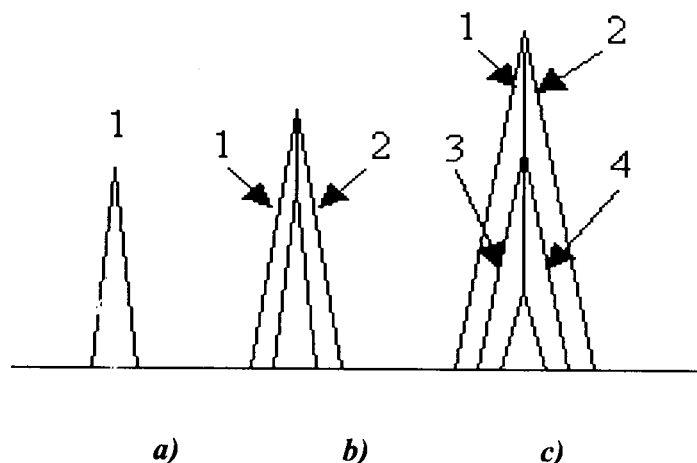


Figure I.3 Formation de plaquette de martensite en croissance autour d'une plaquette [4].

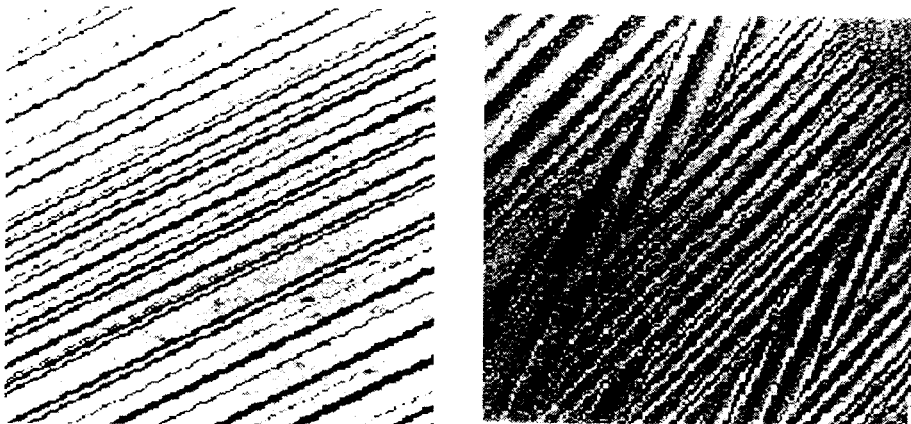
La transformation martensitique thermoélastique est quasi-instantanée (il peut y avoir *coexistence des deux phases à un état d'avancement donné*) ; alors différentes variantes d'orientations équivalentes sont formées.

La transformation martensitique correspond à un réarrangement des atomes par un mouvement coopératif égal à une fraction de distance interatomique. Alors que la structure de l'austénite est cubique centrée, celle de la nouvelle phase (martensite) est quadratique centrée (orthorhombique).

I.2.3 Les deux morphologies de la martensite

A l'échelle micrographique, la martensite existe sous deux morphologies différentes :

- une martensite en lattes ou en plaquettes, (figure I.4 a), contenant une haute densité de dislocations. Dans le cas des alliages à mémoire de forme elle est nommée martensite monovariante, généralement induite mécaniquement,
- une martensite aciculaire ou en aiguilles, (figure I.4 b), possédant une structure lenticulaire finement maclée. Dans le cas des alliages à mémoire de forme, surtout les alliages polycristallins, cette martensite est appelée martensite polyvariante. En général, elle est induite thermiquement.



a) Martensite en lattes(monovariante)

b) Martensite aciculaire (polyvariante)

Figure I.4 Les deux morphologies de la martensite [2].

I.2.4 Processus de formation des deux types de martensite

I.2.4.1 Martensite induite thermiquement

Considérons un système en phase austénitique, soumis à une contrainte uniaxiale σ constante.

On diminue la température du système jusqu'à T_0 (σ), température de transformation à l'équilibre dans le cas idéal. Cependant le système réel ne se transforme pas. Pour créer et faire croître la première plaquette de martensite, il faut vaincre les barrières d'énergie élastique et dissipative ; pour cela, il est nécessaire d'apporter au système une force motrice chimique supplémentaire en poursuivant le refroidissement. Quand le refroidissement sous la température T_0 d'équilibre est suffisant pour former la première plaquette, la croissance des plaquettes de martensite s'accompagne alors d'une augmentation de l'énergie élastique et d'une dissipation d'énergie.

Pour poursuivre la transformation thermoélastique il faut refroidir de plus en plus. La transformation ne s'effectue pas à une température constante $T_0(\sigma)$ unique, mais se réalise de façon continue sur un intervalle de température allant de $M_s(\sigma)$ à $M_f(\sigma)$ [2]. Les températures $M_s(\sigma)$ et $M_f(\sigma)$ sont inférieures à la température idéale d'équilibre thermodynamique $T_0(\sigma)$.

En l'absence de dissipation d'énergie pendant les transformations directe et inverse, toute l'énergie chimique consommée dans la transformation directe sera stockée sous forme d'énergie élastique dans le cristal de martensite et sera disponible pour aider à la retransformation [2].

La structure à arêtes de la martensite induite thermiquement se compose essentiellement des plaquettes jumelées et connectées, qui sont des variantes auto-accommodantes (figure I.5.b) [3].

I.2.4.2 Martensite induite mécaniquement

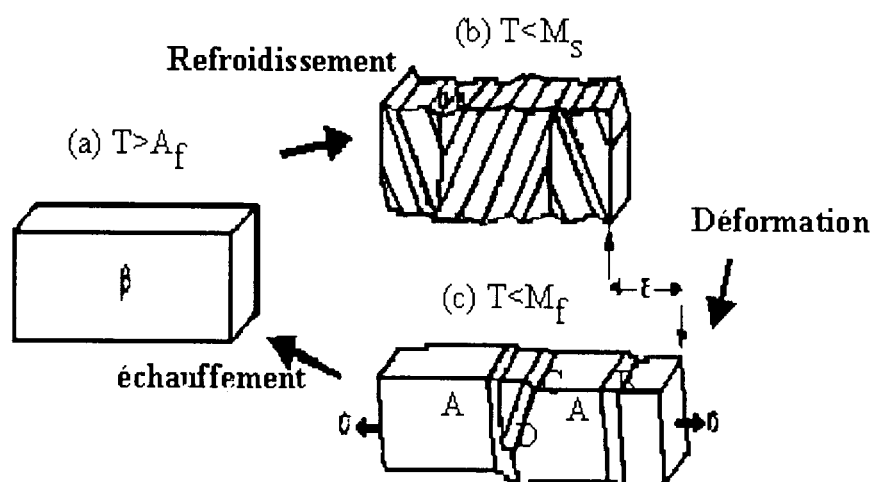
Soit à une température T constante une transformation induite par l'application d'une contrainte externe sur un cristal d'austénite.

Au chargement, le cristal atteint la contrainte $\sigma_0(T)$ de transformation à l'équilibre pour un système idéal à la température T . Cependant, comme nous l'avons vu précédemment, le cristal ne se transforme pas immédiatement à cause de la présence des termes résistifs dans le bilan thermoélastique ; il est nécessaire d'appliquer une charge plus importante pour que la première plaquette de martensite puisse apparaître et croître à σ_{Ms} .

A partir de là, la poursuite de la transformation nécessite une augmentation continue de la contrainte appliquée associée à un stockage d'énergie élastique et à une dissipation d'énergie, pour atteindre une valeur σ_{Mf} , à laquelle le cristal est complètement transformé en martensite.

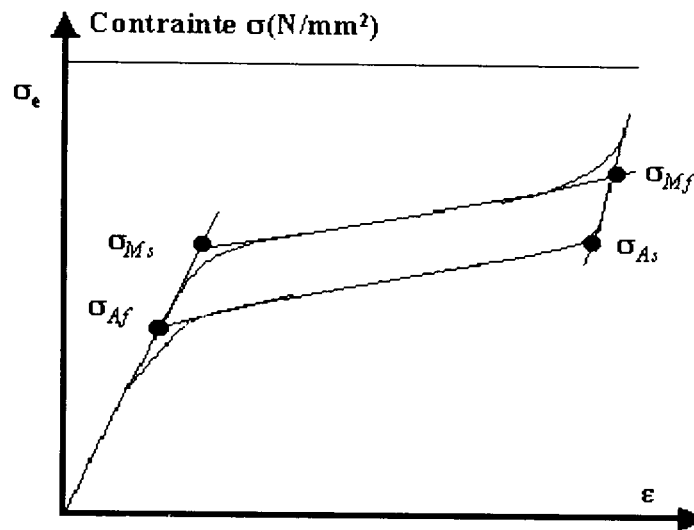
Le processus crée une déformation macroscopique qui peut être récupérée quand la structure cristalline retourne à l'état austénite pendant la transformation inverse (figure I.6) [3].

De façon analogue à la transformation induite thermiquement, on situe la contrainte de transformation à l'équilibre $\sigma_0(T)$ entre σ_{Af} et σ_{Ms} [2].



(a) Cristal à l'état β ; (b) les variantes A, B, C et D jumelées et auto accommodantes, après refroidissement et transformation au martensite ; (c) la variante A devient dominante en appliquant une contrainte, un échauffement, le matériau revient à l'état β et récupère sa forme originale.

Figure I.5 Représentation schématique de l'effet mémoire de forme [3].



σ_{Ms} : Contrainte début de la martensite. σ_{Mf} : Contrainte fin de la martensite.
 σ_{As} : Contrainte de début de l'austénite. σ_{Af} : Contrainte fin de l'austénite.

Figure I.6 Comportement en traction de la phase martensitique [2].

I.3 Caractéristiques de la transformation martensitique thermoélastique

Pour qu'un matériau ait un bon effet mémoire de forme, il faut que la transformation soit d'une part réversible et d'autre part que les effets hystérésis ne soient pas trop importants.

Les martensites thermoélastiques sont caractérisées par leur basse énergie et le glissement des interfaces, qui peuvent être guidés par un petit changement de température ou effort ; sont cristallographiquement réversibles.

Ainsi, le matériau a une forme géométrique conférée à basse température et une autre (différente) à haute température [2].

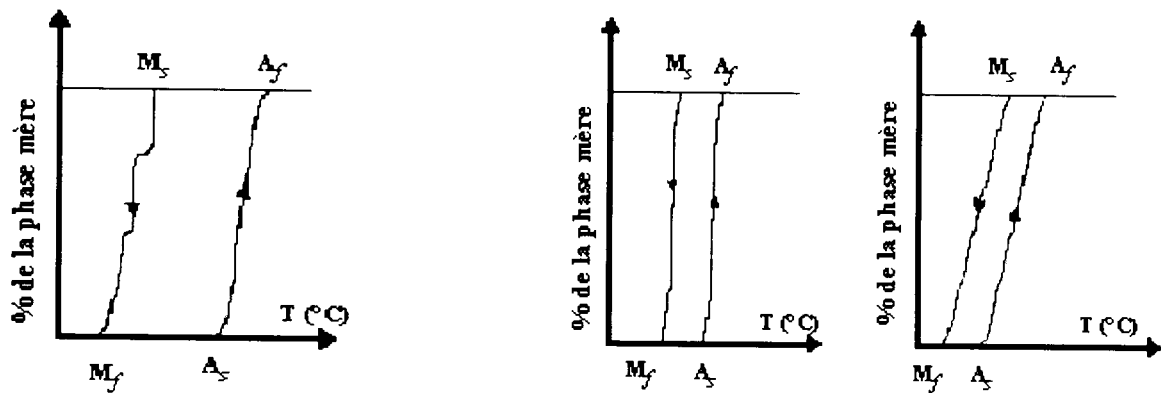
La transformation s'accompagne :

- d'un phénomène d'hystérésis, ayant une grande importance d'un point de vue technologique, définie comme étant le décalage de températures où de contraintes entre les courbes de chauffage et de refroidissement,
- d'un dégagement de chaleur (transition exothermique) et d'absorption de chaleur (transition endothermique).

Les variations thermodynamiques externes (température) et les contraintes mécaniques appliquées sur le matériau ont l'effet sur cette transformation martensitique ; c'est en particulier sur la maîtrise du dernier point que l'on peut observer ce phénomène [3].

I.4 Classification des transformations martensitiques thermoélastiques

On distingue deux catégories de transformations martensitiques suivant les positions relatives de M_s , M_f , A_s , A_f et les caractéristiques associées : les transformations à caractère explosif ou par brus et les transformations à caractère thermoélastique (figure I.7).



- a) Transformation martensitique à caractère explosif_ forte hystérésis ($>100^{\circ}\text{C}$), « Burst »
- b) Transformations martensitiques à caractère thermoélastique (type I et II).

M_s : température de début de la martensite.

M_f : température fin de la martensite.

A_s : température de début de l'austénite.

A_f : température fin de l'austénite.

Figure I.7 Transformations martensitiques à caractère thermoélastique et explosif [1].

I.5 Méthodes de caractérisation des alliages à mémoire de forme

La caractérisation dans les alliages à mémoire de forme passe par la détermination de la transformation martensitique caractérisée par les points de début et de fin de la transformation directe Martensite $\Rightarrow$ Austénite et inversement Austénite $\Rightarrow$ Martensite.

Dans ce contexte, plusieurs méthodes peuvent être utilisées :

a- Méthode thermique

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

b- Méthode par mesure de la résistivité électrique

Elle a pour principe la détermination continue des variations de résistivité électrique au cours de la transformation : du fait, la résistivité de la martensite est assez nettement différente de celle de l'austénite. Cette méthode permet en particulier d'enregistrer le cycle de transformation martensite-austénite, soit directement après trempe, soit après un traitement de cyclage en température [4]. Elle a été aussi utilisée pour déterminer les cinétiques de vieillissement dans le cas des alliages à mémoire de forme.

c- La dilatométrie

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

d- Le pouvoir thermoélastique (P.T.E)

Cette méthode consiste à mesurer la différence de potentiel électrique ΔV qui s'établit aux bornes de deux blocs métalliques (blocs de référence) auxquels on a préalablement fixé un échantillon. Lorsqu'un bloc se trouve à une température T , le bloc antagoniste est maintenu à une température $T + \Delta T$. Cette différence de température crée une différence de potentiel électrique entre les deux extrémités de l'échantillon. Bien que le niveau du PTE d'un matériau soit très faible (quelques $\mu V/^{\circ}C$), sa sensibilité aux petites variations structurales qui se développent au sein du matériau, rend la technique fiable, notamment lorsqu'on veut détecter des phénomènes de remise en ordre ou de précipitation [4].

e- L'émission acoustique

Le cisaillement responsable de la transformation martensitique s'accompagne d'une émission acoustique caractéristique. Du fait de sa sensibilité; cette méthode est particulièrement adaptée pour mettre en évidence les phénomènes de saccade «Burst» accompagnant la transformation [4].

f- Méthode de caractérisation mécanique

Cette méthode consiste à préparer un échantillon approprié, de le charger avec une contrainte constante et enregistrer la déformation résultante pendant la transformation.

Les valeurs obtenues pour les points de la transformation, tels que M_s et A_f , par cette méthode sont à compenser largement aux températures obtenues par DSC [3].

I.6 Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme

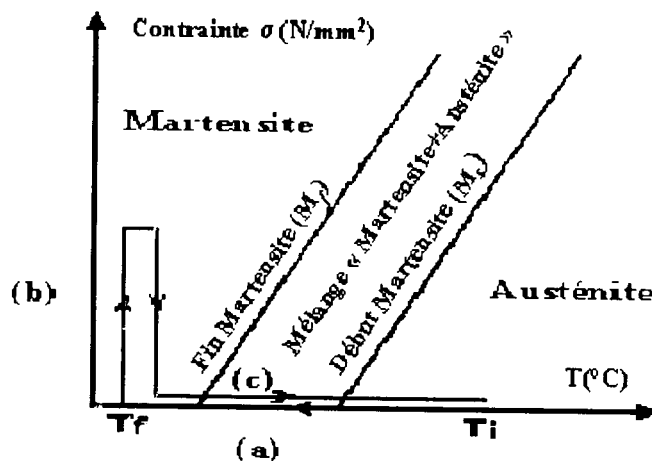
Les manifestations macroscopiques d'une transformation martensitique thermoélastique dans les alliages à mémoire de forme sont :

- 1/ Effet mémoire simple sens: (EMSS),
- 2/ Effet mémoire double sens: (EMDS),
- 3/ Super thermoélasticité,
- 4/ Effet caoutchoutique (Pseudo élastique),
- 5/ Effet amortissant.

I.6.1 Effet mémoire simple sens

Un alliage qui possède une transformation martensitique thermoélastique est appelé dans ce cas en possession de l'effet mémoire simple sens. Cette appellation est adoptée dans le but de faire la distinction avec la transformation martensitique thermoélastique éduquée ou à double sens, qui sera détaillée au prochain paragraphe.

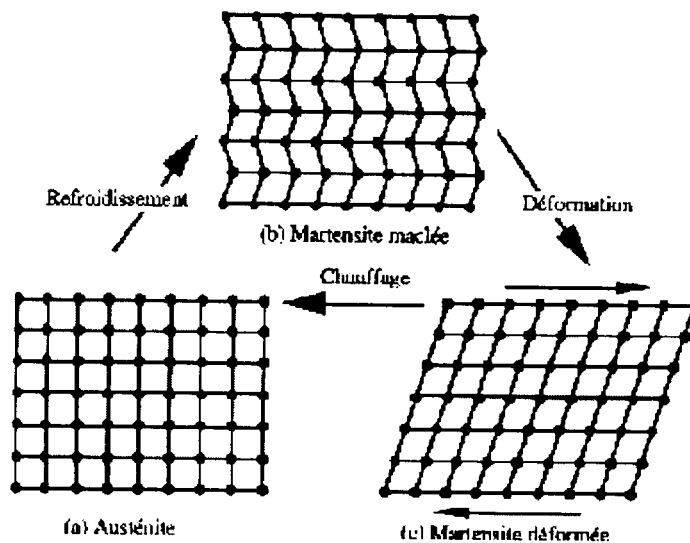
Le processus de l'effet mémoire simple sens (EMSS) est schématisé dans les figures suivantes :



T_i : température initiale ; T_f : température finale
 (a) Refroidissement ; (b) Chargement mécanique ; (c) Chauffage

Figure I.8 Chargement thermomécanique séquentiel permettant l'obtention de l'effet mémoire simple sens [2].

Il faut noter que si la structure de l'austénite est plus symétrique, la reprise de forme totale veut dire une disparition totale de la déformation.



L'austénite (a) est refroidie et forme de la martensite maclée ; (b) il ne se produit aucun changement de forme, ensuite elle est déformée par déplacements des joints de maclés ; (c) un chauffage à partir de l'état (a) ou de l'état (b) provoque le retour à la structure et à la forme originale.

Figure I.9 Point de vue microscopique du processus de mémoire de forme [2].

I.6.2 Effet mémoire à double sens EMDS

En réalité, après un cycle de chargement sur un alliage à mémoire de forme en phase austénitique, on observe une récupération incomplète de la déformation maximale du cycle (figure I.10) ; une déformation résiduelle ε_r subsiste après décharge thermomécanique complète.

Si on effectue plusieurs cycles thermomécaniques (à contrainte constante), on constate que la déformation résiduelle cumulée augmente puis se sature. On dit que le matériau a été éduqué (figure I.11). Cette déformation non réversible est associée à des chargements de l'état interne du matériau (martensite résiduelle, augmentation de la densité de dislocations..).

A cet état interne, hors d'équilibre thermodynamique, est associé un champ de contraintes internes spécifiques au traitement particulier d'éducation appliqué au matériau. Ce champ de contraintes internes a pour effet d'orienter les variantes qui se forment lors d'un refroidissement sans contraintes appliquées [2].

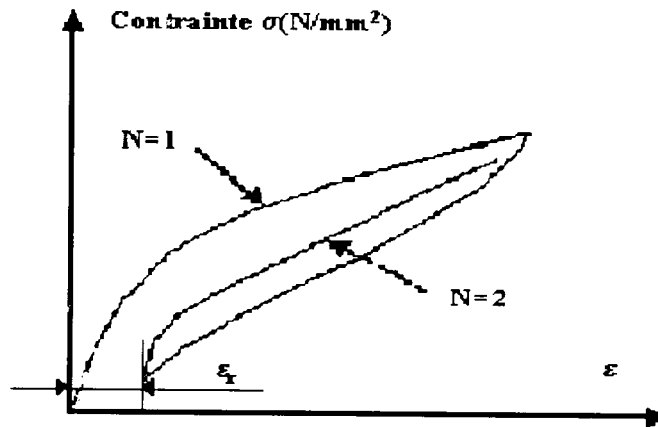


Figure I.10 Déformation résiduelle due à la recouvrance partielle de la déformation de transformation lors d'un cycle de chargement [2].

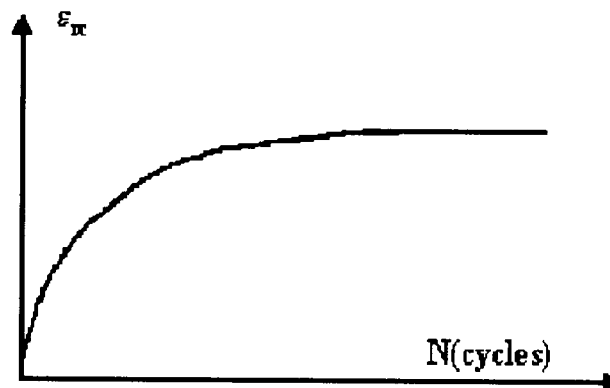


Figure I.11 Évolution de ε_r la déformation résiduelle cumulée en fonction du nombre de cycles N d'éducation [2].

Le principe d'un alliage à mémoire double sens est le suivant : suite à un certain nombre de cycles dits "d'éducation", on obtient un alliage ayant deux formes stables, une forme à haute température et une autre à basse température (figure I.12).

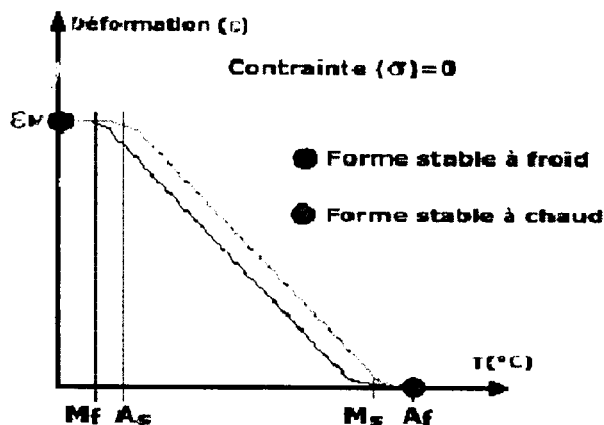


Figure I.12 Effet mémoire double sens sans contraintes externes appliquées ; une déformation ε_M de transformation lors d'un simple refroidissement est observée [2].

L'effet mémoire double sens correspond à un effet super-thermique dans lequel les contraintes appliquées sont remplacées par des contraintes internes provenant de l'éducation.

L'EMDS est dû à la germination et à la croissance d'un nombre limité de variantes favorisées et doit être engendré par une dissymétrie de l'austénite. Par de nombreux résultats expérimentaux, on a retenu que ceci se produit grâce à la présence de contraintes internes dont l'origine peut être un réseau de dislocations orientées [2].

I.6.3 Effet super thermoélastique

Le comportement peut également avoir pour nom la super-thermoélasticité ou pseudo-élasticité qui n'est autre que la martensite thermoélastique induite mécaniquement.

Les alliages à mémoire de forme possédant cette caractéristique peuvent subir une déformation bien plus importante qu'un alliage métallique conventionnel [3].

Ce comportement est observé lorsque la droite de chargement $\sigma(T)$ traverse le domaine biphasé (austénite+ martensite) ; différents cas particuliers sont possibles :

- a) Application d'une contrainte croissante dans des conditions isothermes ($T > M_f$) à partir d'un point (σ, T) initialement dans le domaine austénitique

Dans ce cas, on obtient un diagramme (σ, ε) rapporté par les figures (I.13 et I.14).

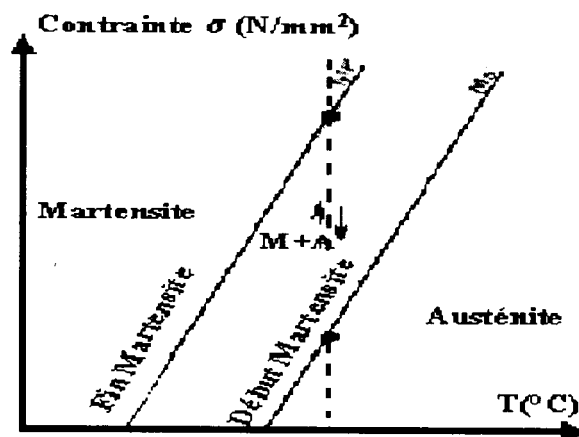


Figure I.13 Diagramme d'état pour la transformation Austénite --> Martensite [3].

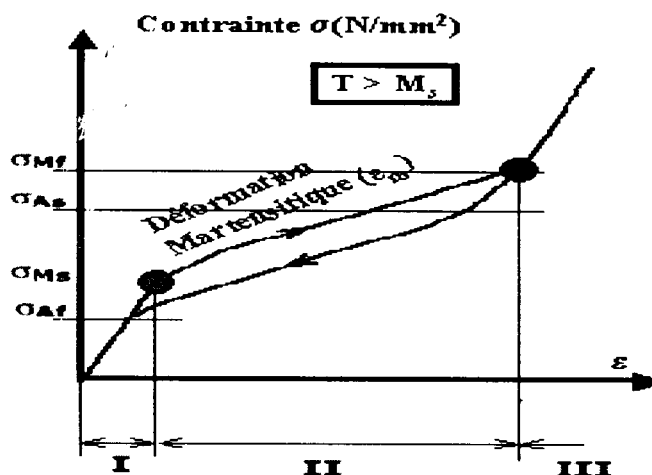


Figure I.14 Courbe de traction d'une éprouvette monocristalline pendant la transformation sous contrainte à température constante [2].

La courbe (figure I.14) laisse apparaître trois domaines :

- I. de l'origine à σ_{Ms} : élasticité de l'austénite,
- II. de σ_{Ms} à σ_{Mf} : déformation due à la transformation martensitique,
- III. à partir de σ_{Mf} : élasticité de la martensite.

A la décharge, l'allure générale de la courbe est analogue à celle de la charge avec cependant une hystérésis, puisque les contraintes de début de transformation inverse σ_{As} et de fin de transformation inverse σ_{Af} diffèrent de σ_{Ms} et σ_{Mf} .

Quatre caractéristiques essentielles peuvent être extraites de telles courbes :

- la déformation σ_{Ms} correspondant à la déformation maximale réversible que l'on peut obtenir par transformation de phase,
- l'étalement de la transformation (en contrainte) $\Rightarrow E_\sigma = \sigma_{Mf} - \sigma_{Ms}$,
- l'hystérésis de la transformation (en contrainte) : $H_\sigma = \sigma_{Ms} - \sigma_{Af}$,
- la contrainte seuil σ_{Ms} à partir de laquelle l'austénite ne présente plus le comportement élastique linéaire classique, cette contrainte seuil s'apparente à une limite d'élasticité classique, mais ici elle correspond à l'apparition de la transformation de phase austénite $\Rightarrow$ martensite [2].

La courbe présentée dans la figure I.14 n'est que peu altérée lorsque la température (constante) de l'essai est modifiée tout en restant dans un intervalle ($M_f < T < M_d$).

M_d définit la température à partir de laquelle, la contrainte d'écoulement plastique de la phase austénitique est inférieure à la contrainte de changement de phase.

On observe principalement dans la figure I.15 : la contrainte seuil σ_{Ms} croît avec la température ; les autres caractéristiques E_σ , H_σ , σ_{Ms} sont peu affectées par la température de l'essai.

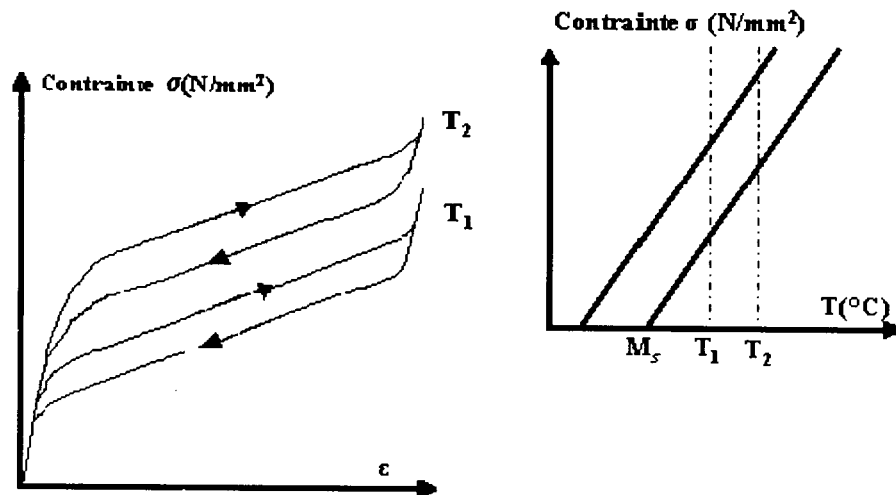


Figure I.15 Effet de la température sur le comportement super-élastique [2].

Les courbes présentées sur la figure I.16 correspondent à des éprouvettes monocristallines et polycristallines ; dans ces dernières, les transitions de phase sont moins nettes et les caractéristiques E_σ et H_σ ont tendance à augmenter, par contre, σ_{Ms} diminue en général.

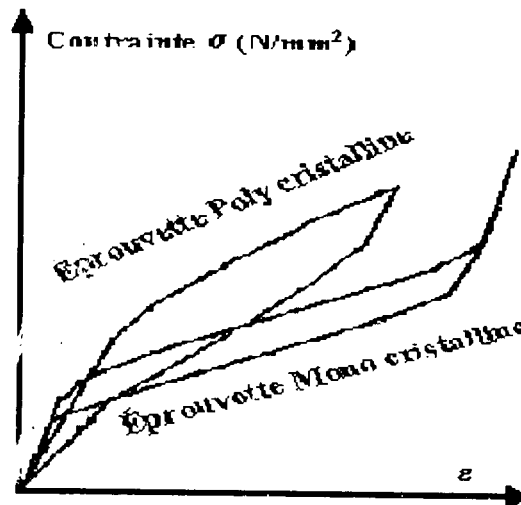


Figure I.16 Comparaison de l'effet super élastique sur un échantillon Polycristallin et Monocristallin [2].

b) Refroidissement sous contrainte constante à partir d'un point (σ, T) initialement dans le domaine austénitique

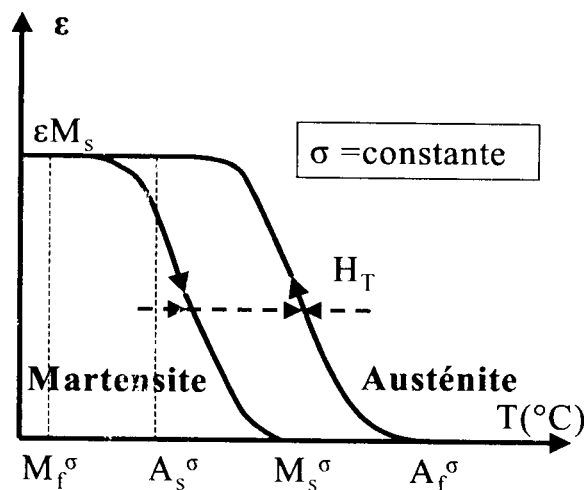


Figure I.17 Effet super-thermique à contrainte constante[2].

La courbe (ϵ, T) possède l'allure indiquée sur la figure I.17. On n'a porté ici que la déformation due à la transformation martensitique. La déformation par dilatation thermique (duale de la déformation élastique du cas précédent) a été retranchée de la déformation totale. Comme pour l'essai en contrainte on constate que la transformation austénitique $\Rightarrow$ martensitique commence à partir d'une température M_s^σ et finit à une température M_f^σ . La transformation inverse (au chauffage) démarre à une température A_s^σ et finit pour une température A_f^σ .

La déformation ϵ_{M_s} obtenue pour une transformation complète dépend de la valeur de la contrainte appliquée constante σ , mais pour des niveaux importants, ϵ_{M_s} est de plusieurs ordres de grandeurs supérieure à la déformation thermique usuelle des matériaux (d'où l'origine de la dénomination super-thermo (élasticité)).

Pour de telles courbes, on définit également l'étalement en température

$$E_T = M_s^\sigma - M_f^\sigma$$

et l'hystérésis en température

$$H_T = (A_s^\sigma - M_f^\sigma)$$

Evidemment, lorsqu'on change la contrainte constante de l'essai, les seuils de début et de fin de transformation A_s^σ , M_f^σ , M_s^σ , A_f^σ évoluent, mais les caractéristiques E_T et H_T restent peu affectées. Par contre, la déformation maximale ε_{Ms} que l'on peut obtenir par un refroidissement sous contrainte constante σ dépend fortement de σ (figure I.18). En particulier, lorsque $\sigma = 0$ (refroidissement sans contraintes appliquées (ou internes)), la transformation de phase austénitique $\Rightarrow$ martensitique a bien lieu, mais la déformation de transformation observée ε_{Ms} est nulle.

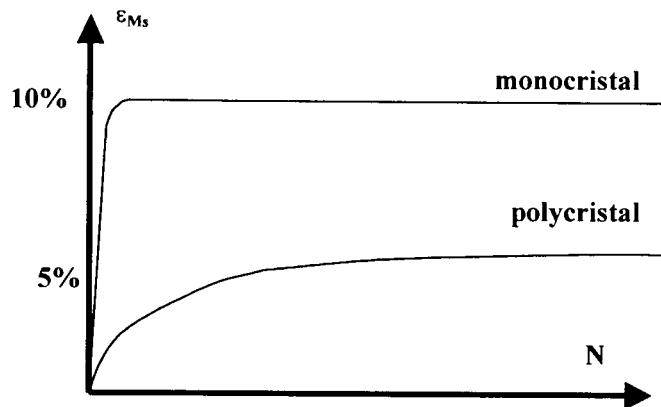
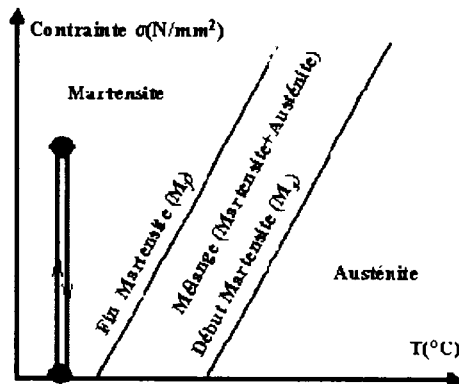


Figure I.18 Evolution de la déformation maximale de transformation au refroidissement avec la contrainte appliquée [2].

I.6.4 Effet caoutchoutique

Ce comportement est lié à un mécanisme interne à l'état martensitique, ce mécanisme n'est que partiellement réversible. Pour une contrainte donnée, la déformation réversible (ε) obtenue est nettement supérieure aux déformations élastiques usuelles (ε^e), ce qui donne un module de rigidité largement inférieur au module d'élasticité d'où cet effet caoutchoutique (figure I.19 a)[3].

a) Chargement mécanique



b) Résultat

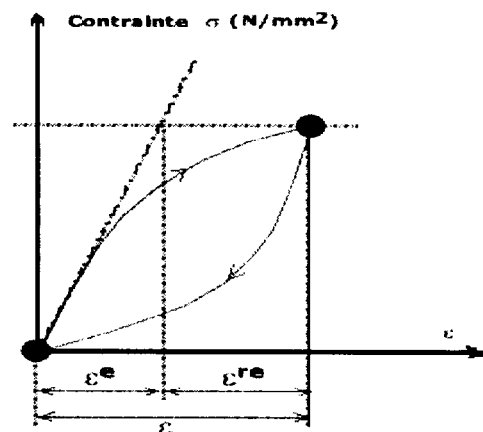


Figure I.19 Représentation de l'effet caoutchoutique [2].

Le déplacement des interfaces à l'intérieur de la martensite peut avoir un caractère soit réversible soit irréversible.

Lorsque le mouvement des interfaces est réversible (par exemple, lorsque les contraintes appliquées sont inférieures à leur seuil de réversibilité), la déformation macroscopique résulte d'une déformation élastique ε^e (en général linéaire en contrainte) et d'une déformation réversible ε^{re} associée au mouvement réversible des interfaces.

Pour une contrainte donnée σ , la déformation totale $\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{re}$ réversible est nettement supérieure à la déformation élastique ε^e ; le module sécant σ/ε est donc largement inférieur au module d'élasticité σ/ε^e . Cet effet caoutchoutique est désigné dans certains cas (par analogie avec super thermoélasticité), par pseudo élasticité par réorientation [2].

I.6.5 Effet amortissant

L'amortissement mécanique des matériaux, encore appelé frottement interne, est le résultat d'une transformation irréversible d'énergie mécanique en énergie thermique dissipée. On observe par exemple lors d'oscillations mécaniques libres, une diminution de l'amplitude des oscillations en fonction du temps (figure I.20).

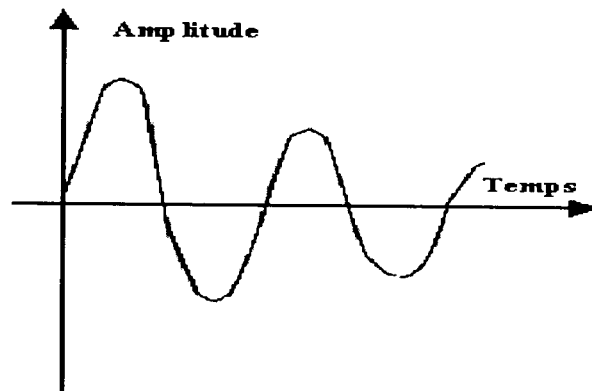


Figure I.20 Diminution de l'amplitude d'une oscillation mécanique due au frottement interne dans un solide [2].

Si ΔW représente la perte d'énergie par cycle et W l'énergie mécanique du système, on définit le frottement interne par :

$$F = \frac{1}{2\pi} \frac{\Delta W}{W}$$

Le frottement intérieur F est souvent caractérisé par le facteur de qualité Q égale à l'inverse de F ($F=Q^{-1}$).

En même temps que la diminution de l'amplitude des oscillations associées 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 sûr, du matériau et de son état interne.

Remarque : Ce frottement est souvent caractérisé par le facteur de qualité Q ou encore pouvoir amortissant.

Dans le cas des alliages à mémoire de forme, selon l'état du matériau et la déformation, on observe trois domaines dans lesquels le frottement intérieur prend des valeurs très différentes (figure I.21) :

- a) lorsqu'on est dans l'état austénitique, le frottement intérieur dû au mouvement réversible des dislocations et défauts ponctuels est faible ($Q^{-1} \sim 10^{-4}$),
- b) dans l'état martensitique, le frottement intérieur est associé au mouvement réversible des interfaces entre variantes de martensites ($Q^{-1} \sim 5 \cdot 10^{-3}$),
- c) c'est durant la transformation de phase que le frottement est le plus important ($Q^{-1} \sim 10^{-2}$) car il est associé au mouvement des interfaces entre austénite et martensite.

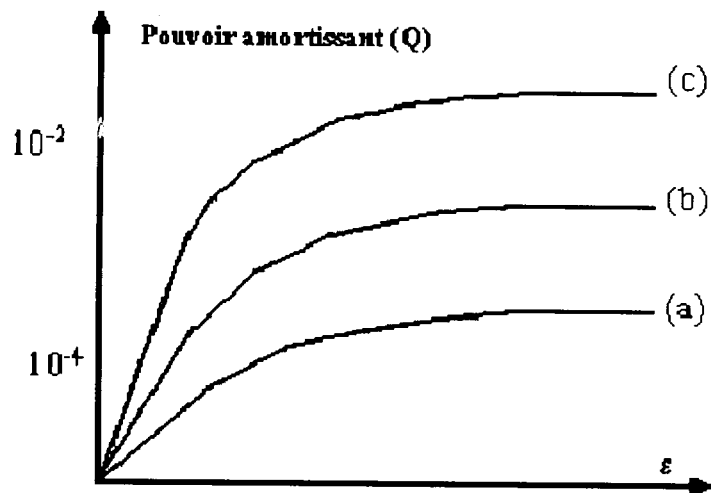


Figure I.21 Variation du frottement interne en fonction de la déformation pour différents états du matériau : (a) austénite, (b) martensite, (c) austénite + martensite [2].

I.7 Métallurgie et traitements thermiques des alliages à mémoire de forme à base de cuivre

I.7.1 Structures de la martensite des alliages à mémoire de forme à base de cuivre

De nombreux alliages à base de cuivre sont susceptibles de présenter l'effet mémoire de forme ; on citera, à titre d'exemple, les alliages binaires tels que Cu-Zn ou les ternaires tels que Cu-Zn-Al ; Cu-Sn ; Cu-Al-Ni ; Cu-Al-Mn ; Cu-Al-Be,....

Tous ces alliages possèdent des structures et des comportements proches ; nous nous limiterons, dans ce qui suit à la description des alliages ternaires Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni qui sont actuellement les principaux alliages industriels.

I.7.1.1 Structure à haute température (par rapport à la transformation martensitique) " la phase β - austénite "

C'est une phase intermétallique pour laquelle, si on ne tient pas compte de leur nature, les atomes se disposent suivant une structure cubique centrée.

Selon les alliages et leur composition, on peut avoir des ordres atomiques différents : A2 (C.C), B2 (type CsCl), DO₃ (Type Fe₃Al) ou L2₁ (type Cu₂AlMn) (figure I.22.) [2].

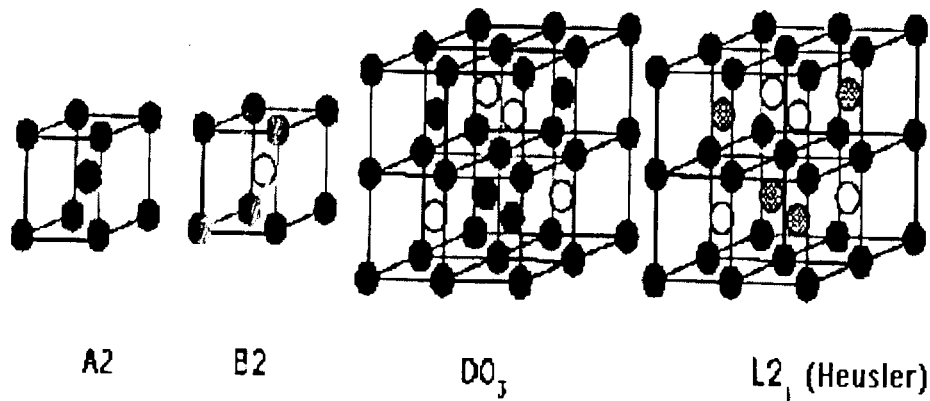


Figure I.22 Représentation cristallographique de la phase β [2].

Dans les alliages Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni, en phase austénitique, les atomes sont distribués de façon aléatoire sur les sites du réseau (on note ce type de structure A2) ; ensuite la phase β s'ordonne en structure B2 à une haute température de transition nommée T_{c1} , puis en une structure L₂₁ (où DO3) à une température de transition nommée T_{c2} [6].

La transformation martensitique se produit dans le domaine de composition où existe la phase β de structure cubique centrée. Dans la plupart des systèmes, la phase β n'est pas stable aux températures où la transformation martensitique peut apparaître. Pour conserver dans un état métastable cette phase à basse température, le matériau est chauffé au domaine de stabilité de l'austénite puis trempé [2].

La phase β des alliages Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni présente une transformation martensitique pour des températures inférieures à 150°C et 200°C, la composition de l'alliage ainsi que l'ordre influent sur le type de martensite formé [2].

I.7.1.2 Structure à basse température "martensite"

La martensite est une phase de structure compacte correspondant à des empilements de plans denses. Si l'on tient pas compte de la nature des atomes, trois types de plans compacts sont à envisager selon leur position relative (figure I.23) :

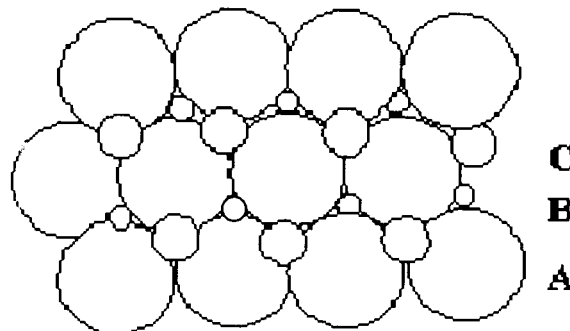


Figure I.23 Dénomination des plans compacts selon leur position relative A, B, C [2].

Deux structures principales de martensite sont rencontrées :

- Type AB AB : structure 2H (hexagonal compact),
- Type ABC BCA CAB : structure 9R (orthorhombique).

La structure cubique à faces centrées 3R ABC ABC ABC est peu rencontrée ; elle se produit quelquefois *sous contrainte* [2].

Et quelquefois on trouve la structure 4H AB'AC' (hexagonal) qui aussi peu être rencontrée ; l'apostrophe signifie que le plan possède une structure atomique différente du plan sans apostrophe [5].

L'ordre atomique DO3 ou L2₁ de la phase β est hérité par la martensite, de sorte qu'il existe alors deux types de plans denses *différentiés* par la nature des atomes par exemple A et A', B et B'; ceci engendre par exemple la séquence 18R AB'C BCA' CA'B A'BC BC'A C'AB' qui est géométriquement identique à 9R [2].

Le tableau (I.1) résume les différentes structures de martensite en fonction de leur séquence d'empilement et d'ordre de la phase β . On y trouvera aussi les notations désignant ces différentes structures.

	Type empilement CFC		Type empilement orthorhombique		Type empilement hexagonal			
	Normal	Modifié	Normal	Modifié	Normal	Modifié	Normal	Modifié
Martensite dérivée d'une phase mère ordonnée A2	ABC		ABCBCACAB		AB		ABAC	
	N3R- α'		N9R- β'		N2H- γ'		N4H- γ'	
Martensite dérivée d'une phase mère ordonnée B2	ABC		ABCBCACAB		AB		ABAC	
	N3R- $\alpha'2$	M3R- $\alpha'2$	N9R- $\beta'2$	M9R- $\beta'2$	N2H- $\gamma'2$	M2H- $\gamma'2$	N4H- $\gamma'2$	M4H- $\gamma'2$
Martensite dérivée d'une phase mère DO3	AB'CCA'BC'		AB'CB'CA'CA'BA'BC'BC'AC'AB'		AB'		AB'AC'	
	N6R- $\alpha'1$	M6R- $\alpha'1$	N18R- $\beta'1$	M18R- $\beta'1$	N2H- $\gamma'1$	M2H- $\gamma'1$	N4H- $\gamma'1$	M4H- $\gamma'1$
Martensite dérivée d'une phase mère L2 ₁	AB'CCA'BC'		AB'CB'CA'CA'BA'BC'BC'AC'AB'		AB'		AB'AC'	
	N6R- $\alpha'3$	M6R- $\alpha'3$	N18R- $\beta'3$	M18R- $\beta'3$	N2H- $\gamma'3$	M2H- $\gamma'3$	N4H- $\gamma'3$	M4H- $\gamma'3$
Microstructure (Sous -structure d'une aiguille de martensite)	Maclée		Fautée		Maclée		maclée	

Le préfixe M, pour modifier, signifiant que le cristal comporte une légère distorsion monoclinique, lorsqu'il n'en n'est rien, le préfixe est N pour normal, R:notation de Zhdanov Ramsdell.

Fautée :fautes d'empilement ou mélange de séquences d'empilement.

Tableau I.1 Différentes structures de martensite en fonction du type de leur séquence d'empilement et de l'ordre de la phase [5].

Sur les figures I.24 et I.25 sont représentées les différentes structures martensitiques dérivées des deux phases mères ordonnées B2 et L2₁ :

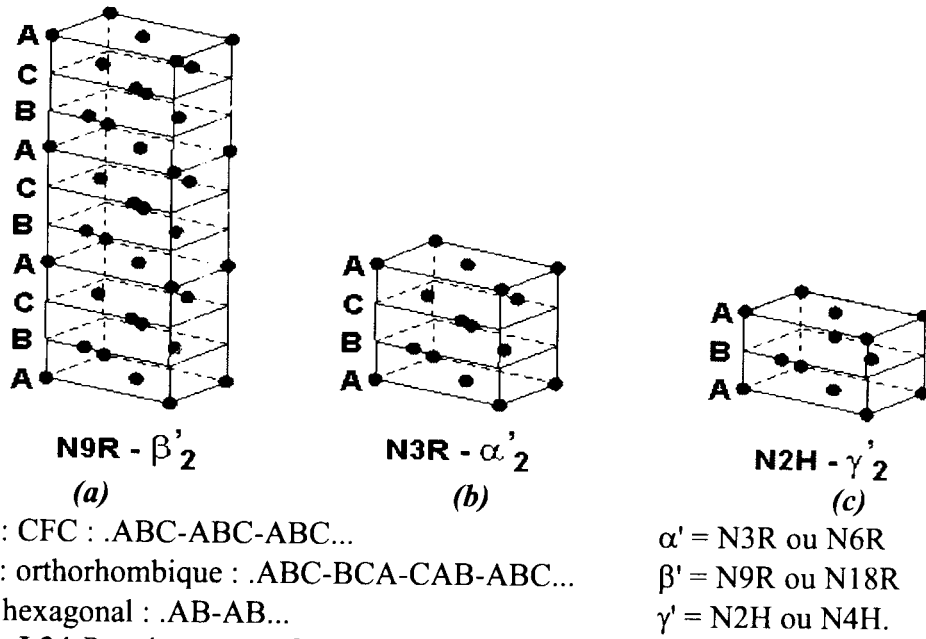


Figure I.24 Représentation des structures des martensites dérivées de l'ordre B2 [3].

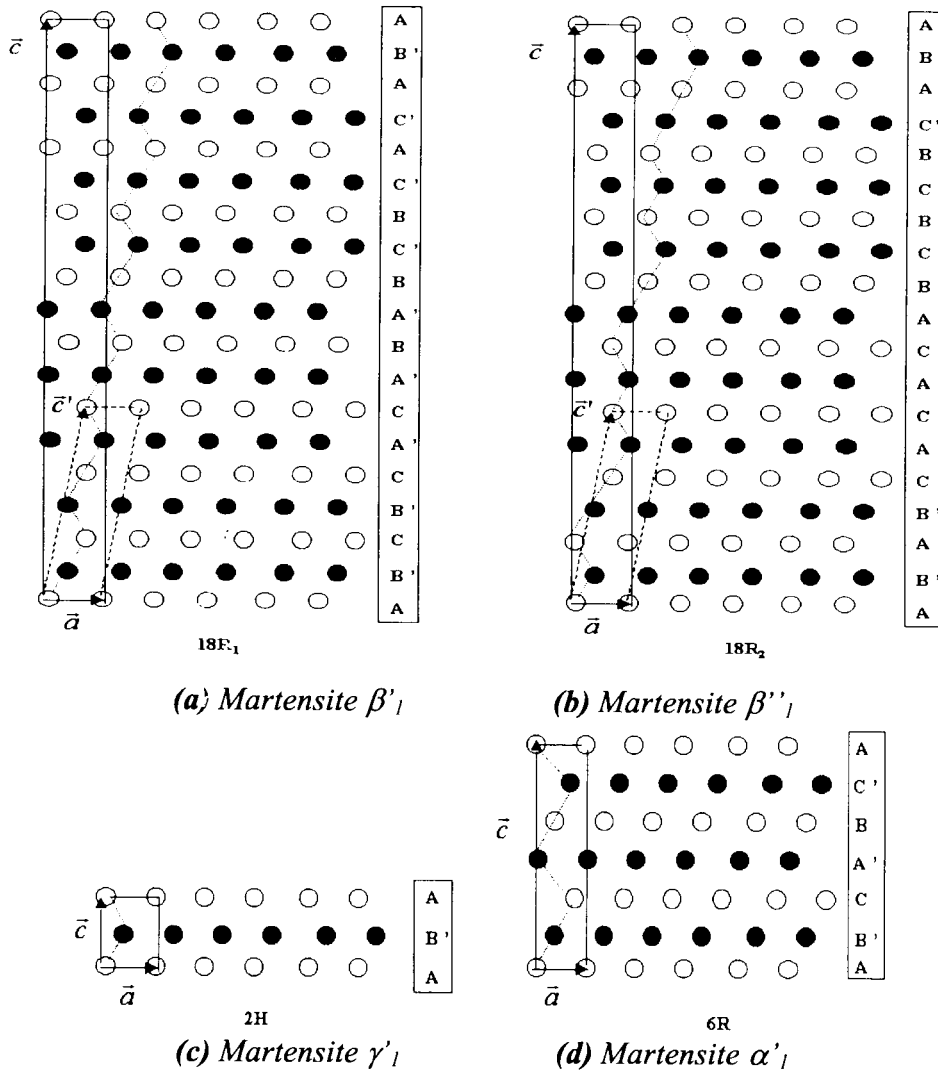


Figure I.25 Séquences d'empilement des plans compacts du réseau des différentes martensites observées –dérivées de l'ordre L2₁-[4].

Les phases α'

Ce sont des martensites de structure d'empilement cubique à faces centrées. Dans le cas où la phase mère est la phase β_2 (ordonnée B2), on obtient la maille élémentaire représentée en figure (I.24 b). La phase martensitique correspondante est appelée $\alpha'2$ ou M3R. Dans le cas d'un alliage ordonné L2₁, on obtient la maille élémentaire $\alpha'3$ ou M6R.

La maille $\alpha'2$ (M3R) contient trois plans denses notés A, B et C alors que $\alpha'3$ en contient six : A, B, C, A', B', C'. Cela est dû à la multiplicité double de la maille β_3 par rapport à celle de β_2 . Les phases α' ont une microstructure maclée [5].

Les phases β'

Ce sont des martensites monocliniques, figures (I.24 a et I.25 a,b). De même que pour la martensite α' , on obtient deux mailles de multiplicité double suivant l'état d'ordre de la phase mère :

- β'_2 pour une phase mère β_2 , on la note aussi M9R. Elle se compose d'un empilement de 9 plans compacts,
- β'_3 pour une phase mère β_3 . On la note aussi M18R. Elle comprend un empilement de 18 plans compacts.

Ces martensites ont un angle de monoclinicité de l'ordre de 87°.

Les martensites β' ne présentent pas un système de macles, comme les martensites α' ; par contre, elles présentent un cristal comportant des fautes d'empilement réparties tous les trois plans denses [5].

Les phases γ'

Ce sont des martensites à empilement hexagonal compact :

- $\gamma'2$ est obtenue pour une phase mère β_2 ; on l'appelle aussi M2H, figure (I.25 c),
- $\gamma'3$ est obtenue pour une phase mère β_3 ; on l'appelle aussi M4H.

Leur microstructure est comme celle des martensites α' : maclée [5].

La figure I.26 montre les différentes phases qui apparaissent dans un alliage en Cu-Zn-Al.

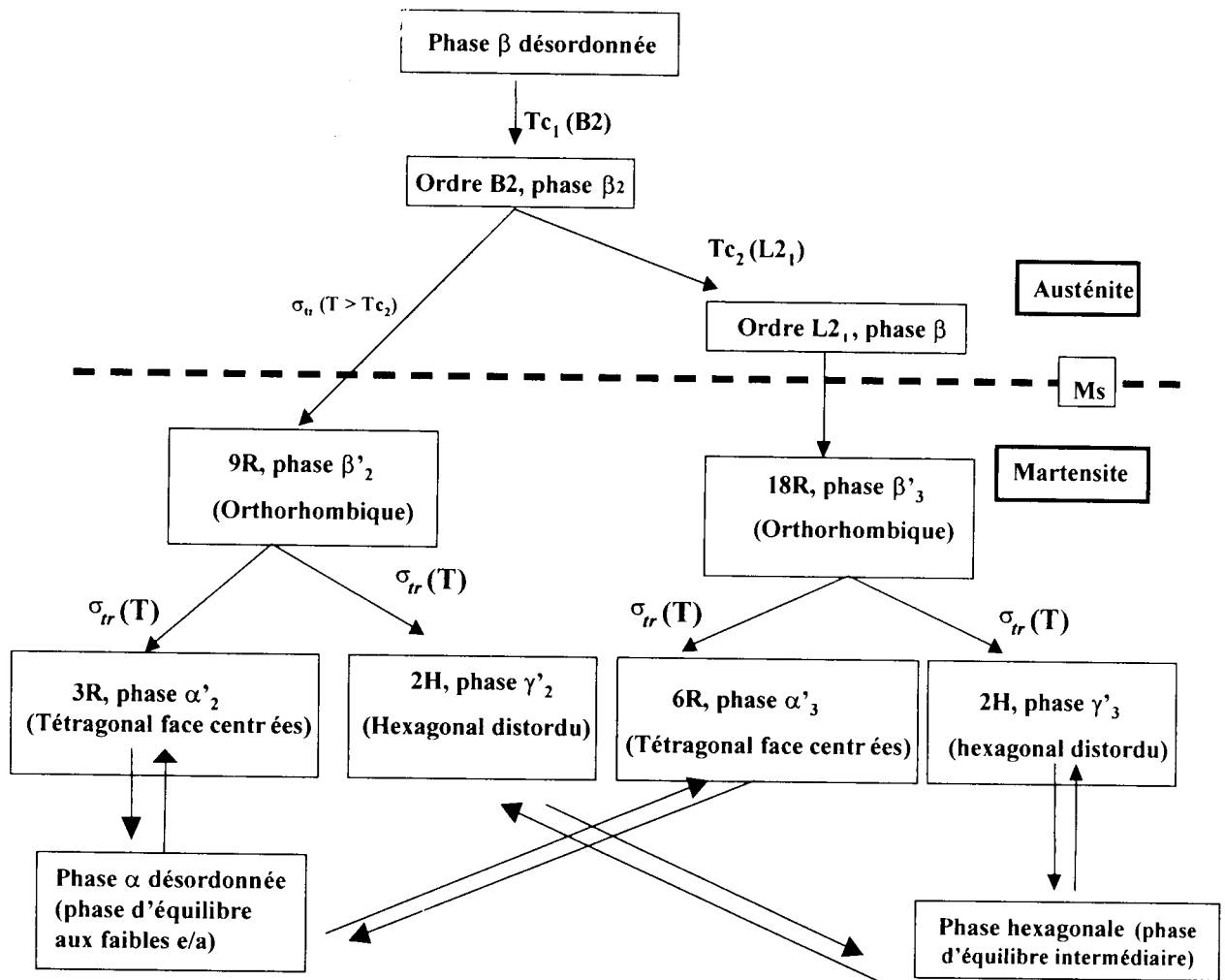


Figure I.26 Différentes phases d'équilibre et phases martensitiques accessibles dans un alliage Cu-Zn-Al, par changement de température ou par application d'une contrainte $\sigma_{tr}(T)$ [2].

Etablissement de l'ordre 32

Selon plusieurs auteurs [2,3,4,5] afin d'établir la phase β'_2 issue de l'ordre B2, il faut tenir compte du choix de la composition de l'alliage à mémoire de forme et des températures de transitions à l'état austénitique et enfin la contrainte qui sera appliquée.

Les compositions des alliages Cu-Zn-Al donnant une bonne martensite thermoélastique ont une composition en Al comprise entre 4 et 8 % (mass.) (Zn entre 10 et 30% [3]), la martensite est alors de type 9R (ordre B2) ce qui donne **une bonne réversibilité**, et des hystérésis de l'ordre de 5-15°C. Pour des compositions en aluminium plus importantes, la martensite devient 2H (dérivée de l'ordre $L2_1$) et la **réversibilité est moins bonne**.

Les compositions des alliages Cu-Al-Ni donnant **une bonne martensite thermoélastique** (ordre B2) sont; pour différentes applications se situent pour 3-4% Ni et entre 13-14% Al (mass.) et correspondent respectivement à des températures Ms de 200 °C et 50 °C environ [2].

L'intérêt porté à l'étude des températures de transition d'ordre dans les alliages à mémoire de forme à base de cuivre est relié à leur influence sur les températures de la transformation martensitique.

Il faut préciser qu'il y a *peu de travaux* qui ont été faits sur les températures de transition d'ordre $A2 \rightarrow B2$ (T_{c1}) et l'ordre $B2 \rightarrow L2_1$ (T_{c2}),- c'est à-dire sur les transitions dans la phase austénitique- et qui peuvent être déterminées par la méthode de mesure de résistivité [7].

Par contre, si une contrainte est appliquée à la phase β_1 (au-dessus du point M_s), on observe une transformation de type $\beta_1 \Rightarrow \beta'_1$ au refroidissement, mais si la température est maintenue fixe (toujours au-dessus du point T_{c2} - voir figure I.26), on observe une transformation de type $\beta_1 \Rightarrow \beta'_2$ de structure 9R [4].

I.8 Elaboration, mise en forme et traitements thermiques des alliages à mémoire de forme à base de cuivre

I.8.1 Elaboration par fusion

La fusion des alliages à mémoire de forme à base de cuivre est similaire à celle des bronzes aluminés, la plupart des alliages commercialisés sont à fusion. Un flux protecteur dans la fusion et l'utilisation de l'azote ou un gaz rare protégeant pendant la coulée est nécessaire afin d'éviter l'évaporation du zinc et l'oxydation de l'aluminium [2].

I.8.2 Mise en forme

La mise en forme à température modérée n'est pas un problème trivial. En effet, si un échantillon se trouve à l'état β , une contrainte (lors d'un laminage par exemple) provoquera l'apparition de la martensite si la température n'est trop supérieure à M_s et la déformation obtenue, du fait précisément de l'effet de mémoire, ne sera pas définitive ; si la température est très supérieure à M_s , l'échantillon restera en phase β mais celle-ci, fragile à température modérée, ne permettra pas de mise en forme, deux solutions sont possibles :

- la première consiste à mettre en forme à température élevée (supérieure à 600°C) pour disposer d'une bonne malléabilité de la phase β ,
- la seconde consiste à choisir un alliage tel qu'un traitement thermique approprié donne à température ambiante un produit déformable.

La mise en forme d'un objet pourra utiliser les deux procédés : pour le demi-produit (barre, plaque, fil) on pourra faire une mise en forme à chaud (700 à 800°C) ou à tiède (500 à 600°C), alors que pour la fabrication finale on pourra utiliser le second procédé : fabrication d'un ressort à partir du fil par exemple.

L'usinage par des procédés classiques ne pose pas de problèmes particuliers mais là aussi on a intérêt à travailler avec le mélange $\alpha+\beta$, la phase β ayant tendance à désaffûter rapidement les outils [1].

Les alliages à base de cuivre peuvent être traités à chaud (entre 700 et 800°C), avec moins d'Al ($<6\%$ mass.) ; les alliages Cu-Zn-Al peuvent être finis à froid avec un recuit intermédiaire.

Les alliages contenant plus d'aluminium ne sont pas faciles à traiter à froid. Les alliages Cu-Al-Ni, d'autre part, sont beaucoup fragiles à températures basses et peuvent seulement être finis à chaud. Le manganèse diminue les températures de transformation des alliages en Cu-

Zn-Al et en Cu-Al-Ni et décale l'eutectoïde à une grande quantité d'aluminium pour une meilleure ductilité [2].

I.8.3 Traitements thermiques

Lors de la mise en forme; l'alliage est à l'état $\alpha+\beta$ ou à l'état β déformé et mal défini. Pour obtenir la transformation martensitique correcte, il convient donc de faire le traitement de mise en solution puis de tremper pour obtenir la phase β métastable. Ce traitement consiste en un maintien de 15 à 30 min, une cinquantaine de degrés *au-dessus de la limite de solubilité (au-delà du liquidus)*, suivi d'une trempe à l'eau ou à l'air agité suivant l'alliage[1].

Deux cas – de traitements thermiques- se présentent suivant que M_s est au-dessous ou au-dessus de la température ambiante. Le premier cas est le plus simple ; l'alliage trempé est à l'état β mais désordonné DO_3 , un maintien de quelques heures à la température ambiante suffit pour acquérir l'ordre DO_3 d'équilibre et donc une température M_s stable. Lorsque la température M_s se trouve au-dessus de l'ambiante, il faut prendre des précautions pour éviter les phénomènes de stabilisation de la martensite. Lorsque l'on trempe directement en martensite, la transformation inverse (au chauffage) peut se trouver décalée vers les hautes températures ou même partiellement, ou complètement bloqué. L'origine de ces phénomènes est encore controversée, mais il ne fait aucun doute que les lacunes de trempe jouent un rôle prépondérant.

Le traitement à effectuer est le suivant :

- trempe au-dessus de la température M_s ,
- Maintien supérieur à une heure à cette température (en phase β), ce qui a pour effet d'éliminer les lacunes de trempe et d'établir l'ordre d'équilibre DO_3 ,
- Refroidissement à l'ambiante à l'état martensitique [1].

La stabilité thermique des alliages à base de cuivre finalement limitée avec la décomposition cinétique. Pour cette raison, l'exposition prolongée des alliages Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni, à des températures *au-delà* de 150°C et 200°C, respectivement; sont à éviter, risque de vieillissement.

Cependant; même des applications à des températures modérées, qui exigent un contrôle serré des températures de la transformation, ces effets doivent être évalués [2].

I.9 Dégradation de l'effet mémoire de forme

La transformation martensitique responsable des phénomènes de mémoire de forme est une transformation sans diffusion, mais elle peut être perturbée par des phénomènes contrôlés par diffusion, telles que :

- *précipitation des phases parasites,*
- *phénomènes de fatigue thermomécanique,*
- *stabilisation de la martensite ou de l'austénite (vieillissement).*

La dégradation de l'effet mémoire de forme se traduit par :

- *une absence de réaction de l'alliage à la température,*
- *diminution des propriétés spécifiques (superélasticité / capacité d'amortissement).*

a) Précipitation des phases parasites

La précipitation de phases parasites est généralement due à une surchauffe de la phase mère métastable retenu : par trempe. On assiste alors à l'apparition progressive de phases correspondant au diagramme d'équilibre à basse température.

Ces phénomènes mettent en jeu des mécanismes de diffusion et sont de ce fait fortement dépendant du couple temps- température.

Les alliages Cu-Zn-Al industriels commencent à présenter une dégradation de l'effet mémoire de forme pour des temps longs (plusieurs heures) de surchauffe à 150°C et précipitent de façon rapide à 250°C.

La précipitation, lorsqu'elle n'inhibe pas complètement la transformation martensitique, peut être à l'origine de plusieurs phénomènes :

- Diminution de l'enthalpie de transformation au fait de la diminution de la quantité de phase transformable,
- Modification des températures de transformation du fait de changement de composition chimique de la phase mère.

Pour restaurer les propriétés initiales dans un alliage à mémoire de forme précipité, il faut effectuer une reprise totale du traitement thermique.

b) Fatigue thermomécanique (au cours de cyclage)

Les phénomènes de fatigue thermomécanique sont attribués à une certaine fraction de martensite retenue (couramment expliqué par le rôle des contraintes internes) qui ne se transforme plus en austénite à la température de transition initiale mais à une température nettement supérieure.

Ces phénomènes de fatigue thermomécanique peuvent être réduits de façon considérable par une limitation de la déformation et de la contrainte.

c) Vieillissement

Ce genre de phénomène peut apparaître à la suite des traitements thermiques adaptés où des séjours très longs de l'échantillon dans un état austénitique ou martensitique. Selon la température de début de la martensite M_s et en fonction de la température ambiante on peut avoir :

1- Effet d'un maintien prolongé en phase β ; vieillissement en austénite ($M_s < \text{Température ambiante}$)

Comme on l'a vu, la phase β se transformant en martensite est malléable ; à température moyenne, la diffusion devenant sensible, il y aura évolution vers l'équilibre thermodynamique c'est-à-dire, tendance à la précipitation.

Dans le cas de l'alliage Cu-Zn-Al on a généralement tendance à la réaction $\beta \rightarrow \alpha + \beta$

Dans le cas du Cu-Al-Ni le problème est plus complexe compte tenu de l'existence de la transformation péritectoïde vers 350°C (phase α_2), cependant on observe généralement l'apparition des phases γ_2 et α . Lors de ces précipitations la phase β restante change de composition, ce qui modifie sa température de transformation martensitique [2].

Selon BOUABDALLAH et al., par chauffage, dans la gamme de température 220-350°C, les alliages A.M.F. Cu-Al-Ni sont caractérisés par une transformation exothermique correspondant à un phénomène de vieillissement. Certains précipités formés pendant le phénomène de précipités redissolvent aux températures dans la gamme approximative 380-440°C. Pour des températures appartenant à l'intervalle 440-510°C, une décomposition globale de la phase β_1 peut survenir [8].

Par exemple, le début de précipitation dans Cu-Zn-Al enrichit la phase β en Zn produisant une diminution de la température de transformation, cependant l'enrichissement n'est pas homogène dans l'échantillon et on observe plutôt un élargissement en température de la transformation alors que M_s reste à peu près constante (augmentation de l'étalement M_s-M_f). De plus, les précipités gênent la transformation conduisant à une augmentation de l'hystérésis. Le stade ultime de disparition de toute transformation martensitique et donc d'effet mémoire. Les cinétiques sont alors importantes à connaître pour l'utilisation.

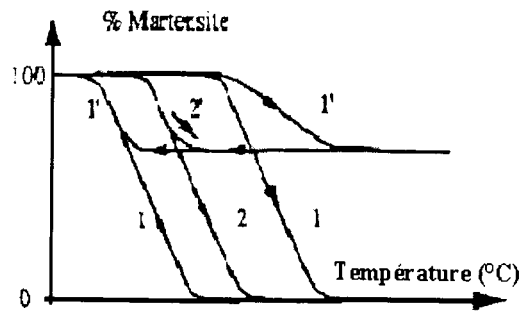
A titre d'exemple, un alliage Cu-Zn-Al à 4%, ayant une température M_s à l'ambiante présente une dégradation significative pour 25h à 150°C; un alliage Cu-Al-Ni à 4% Ni ayant une température M_s vers 200°C commence à se dégrader pour 25 h à 250°C [2].

2- Effet d'un maintien prolongé en martensite ; stabilisation ($M_s > \text{Température ambiante}$)

Pour des températures A_s assez élevées (nettement supérieures à la température ambiante), on observe après maintien prolongé en dessous de la température A_s une transformation inverse anormale, comme le schématise la (figure I.27). Soit les points A_s et A_f sont décalées vers les hautes températures avec toujours 100% de transformation inverse, soit A_s augmente et la transformation inverse n'est que partielle : il reste de la martensite stabilisée.

Deux causes sont à l'origine de ce phénomène appelé stabilisation :

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



1. Première montée décalée vers les hautes températures, il y a 100% de transformation inverse; la transformation directe qui suit est normale ainsi que les cycles suivants.
2. Première montée décalée vers les hautes températures et transformation inverse incomplète; les cycles suivants sont à température «normale» mais la transformation reste partielle.

Figure I.27 Représentation schématisée de la stabilisation [2].

Pour éviter ou réduire ce phénomène, il faut diminuer le taux de lacunes qui jouent dans les deux processus. Il faut donc procéder à un traitement thermique adapté qui consiste en général en une trempe étagée **au-dessus** de la température M_s .

Tous Ces problèmes guident les traitements thermiques ou thermomécaniques à mettre en œuvre pour réaliser des objets en alliages à mémoire de forme.

A titre d'exemple, considérons un ressort constitué par un fil en Cu-Zn-Al à 4% Al se transformant vers 50° . Examinons le diagramme à 4% Al: pour $M_s=50^\circ\text{C}$, la frontière $\beta \Rightarrow \alpha + \beta$ se situe vers 700°C , à 500°C on peut avoir un mélange $\alpha + \beta$ en proportions 50%-50% donc malléable. La température M_s étant supérieure à l'ambiante, il y a risque de stabilisation. Les traitements seront alors les suivants:

- $\frac{1}{2}$ h à 500°C conduisant à $\alpha + \beta$; le fil est alors malléable et se comporte comme un alliage normal avec environ 10-15% d'allongement ce qui permet de le mettre sous forme de ressort
- Traitement de mise en solution β : 10 min à 750°C
- Trempe étagée au-dessus de M_s , par exemple à 70°C maintien 1h (élimination des lacunes)
- Refroidissement à l'ambiante.

Le ressort ainsi obtenu aura la mémoire de forme simple effet (EMSS), c'est-à-dire que si on le comprime ou on le tend à température ambiante, il reprend sa forme initiale par chauffage au-dessus de A_f [2].

Selon D. Shi, J.Gui et al., pendant le vieillissement la martensite subit des changements structuraux dû à une remise en ordre atomique dans le même sous réseau, par échange des atomes de Zn et de Cu. Une diminution de densité des défauts d'empilement, et/ou une diminution du monoclinicité.

Ces changements structuraux dans la martensite causent une augmentation de la température de la transformation inverse[9].

D'après M. BENCHIHEUB et al., le phénomène de stabilisation d'un alliage de type Cu-Zn-Al peut être sensible à la contrainte appliquée.

Pour les faibles contraintes, la stabilisation de la martensite est peu visible. Une déformation résiduelle de faible amplitude apparaît lors de la transformation inverse qui est certainement due aux dislocations engendrées par le cyclage thermique.

Par contre, pour les fortes contraintes, la stabilisation peut devenir très importante, et il apparaît dans ce cas une déformation résiduelle dépendant fortement de la vitesse de balayage en température, qui est due non seulement à de la plasticité vraie mais également et surtout à de la martensite orientée stabilisée.

La stabilisation est due à un piégeage des interfaces lié au drainage des lacunes de trempe par les interfaces lors du mouvement de ces dernières. Il apparaît cependant que la contrainte agirait seulement de façon indirecte en augmentant les températures de transformation [10].

D'autre part ; selon A. BELFAR et al., le revenu à basse température ne favorise pas la formation de précipités par diffusion (dans le cas d'un alliage en Cu-Al-Ni), mais permet un réarrangement des plaquettes de martensite.

En outre, le chauffage avec une vitesse lente ($v = 2 \text{ }^{\circ}\text{C/min}$) *au-delà* de 300°C fait disparaître la structure martensitique responsable de l'effet mémoire de forme et laisse apparaître les phases d'équilibre de l'échantillon [12].

I.10 Diagrammes d'équilibre des alliages en Cu-Zn-Al et en Cu-Al-Ni

I.10.1 Diagramme de phase des alliages en Cu-Zn-Al

La mise au point des alliages ternaires de type Cu-Zn-Al a été réalisée dans un souci d'amélioration des propriétés des alliages Cu-Zn ou Cu-Al, peuvent présenter les propriétés associées à l'effet mémoire de forme, mais dont l'utilisation pose de graves problèmes. Comme dans la plupart des alliages à mémoire de forme, l'effet mémoire de forme est dû à une transformation de type martensitique de la phase β .

- Cu-Zn présente un effet mémoire de forme seulement à basses températures (inférieure à l'ambiante, donc interdisant un grand nombre d'applications).
- Cu-Al, bien que présente un effet mémoire de forme à hautes températures, il est difficile à élaborer du fait de l'apparition d'une phase γ , fragile, à partir de 565°C et qui rend nécessaire l'utilisation du laminage à chaud ou tréfilage à chaud.

D'une façon générale, l'utilisation de l'alliage ternaire de Cu-Zn-Al permet d'augmenter la température de transformation du Cu-Zn sans pour autant rendre nécessaire l'emploi de techniques coûteuses.

I.10.1.1 Etude du diagramme d'équilibre de l'alliage en Cu-Zn-Al

Sur la figure I.28 sont présentées les coupes du diagramme Cu-Zn-Al pour des concentrations massiques de 4% et 6% Al, on voit que le domaine intéressant, celui de la phase β , se situe dans la zone riche en cuivre, d'autant plus riche que la concentration en aluminium augmente. La limite du liquidus se situe entre 850 et 1048°C.

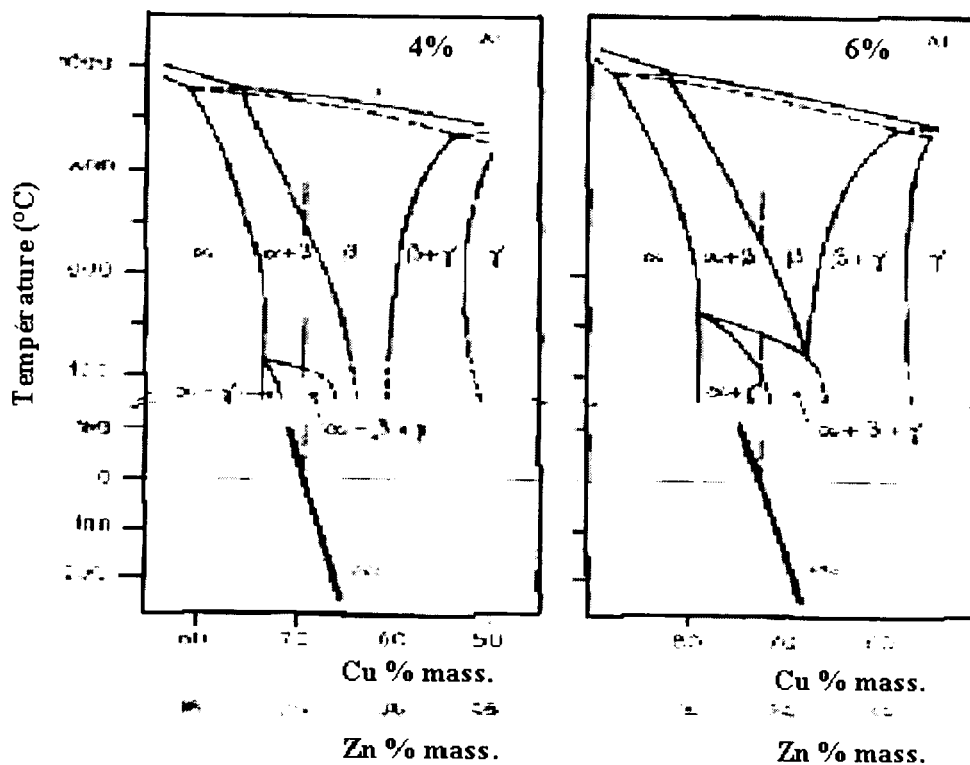


Figure I.28 Coupes du diagramme Cu-Zn-Al pour 4% et 6% d'Al [1].

Lors de la solidification, on obtient, pour une large gamme de compositions, la phase β cubique centrée (figure 1.1a. Annexe 1). Ce domaine β est entouré des domaines α , de structure cubique à faces centrées et γ , composé électronique qui présente des transformations allotropiques successives au cours du refroidissement.

Parmi ces trois structures, il existe une progression de comportements mécaniques : la phase α est ductile, la phase β est fragile mais est déformable par une transformation martensitique, alors que la phase γ est extrêmement fragile et non déformable.

Au fur et à mesure que la température s'abaisse, non seulement le domaine β se rétrécit, mais il se raccourcit, un domaine $\alpha+\beta$ le repoussant vers des régions plus riches en zinc, (figure 1.1b. Annexe 1).

A 200°C, le domaine β est devenu très étroit et confiné à des concentrations d'aluminium très faibles, moins de 2 à 3% d'aluminium en masse, (figure 1.1c. Annexe 1).

D'une façon générale, la phase β des alliages à mémoire de forme de Cu-Zn-Al, présentant la transformation martensitique n'est pas à l'équilibre à température ambiante. Il est donc souvent nécessaire pour l'obtenir, d'avoir recours à un traitement thermique à haute température suivi d'une trempe.

Ce type de traitement peut parfois poser quelques problèmes:

- ❖ risque de précipitation des phases d'équilibre.
- ❖ évolution de l'alliage dans le temps.

Les conséquences de ces divers points peuvent être de gravité plus ou moins importante suivant la composition de l'alliage.

Précipitation des phases d'équilibre

- Dans le cas d'un alliage pauvre en aluminium: on précipite la phase α

Lors de sa précipitation, la phase α influe sur la composition locale de l'alliage et donc sur la température de transformation. Ainsi; pour une précipitation réduite, on obtiendra un abaissement de la température de transformation par enrichissement en zinc de la matrice β [1]. Si la précipitation se poursuit, on a blocage de la transformation.

- Dans le cas d'un alliage riche en aluminium: on précipite vers la phase γ

La précipitation de la phase γ amène non seulement une variation de la température de transformation, mais aussi, malheureusement; une fragilité excessive de l'alliage. Cette fragilité provient de la fragilité intrinsèque de la phase γ .

On ne peut donner une forme bien définie à un objet en Cu-Zn-Al lorsque celui-ci se trouve en phase β . En effet, lorsque l'on tente de le déformer définitivement, on doit tenir compte de la superélasticité qui, lorsqu'on relâche la contrainte, ramène le matériau à sa forme initiale. Lorsqu'on tente d'appliquer des déformations encore supérieures afin de plastifier la martensite, on risque de rompre l'alliage.

Il faut donc utiliser un alliage où, par un traitement de recuit, on peut faire apparaître en forte proportion la phase α ductile. Par contre, on devra éviter l'apparition de précipités γ qui rendent cassant le matériau.

Un avantage certain présenté par les alliages à basse teneur en aluminium est leur faible coût relatif. Du fait de leur basse teneur en aluminium (<4% mass.), on peut par un traitement de recuit à 500°C, les amener dans le domaine $\alpha+\beta$, sous qu'aucune phase γ n'apparaisse.

Ainsi, le tréfilage ou le laminage de ces alliages est possible à froid, des recuits intermédiaires étant toutefois nécessaires. Dans l'état recuit $\alpha+\beta$, la mise en forme du produit final est ensuite possible par déformation plastique ou usinage. L'objet ayant sa forme finale, on peut alors le traiter.

Les phases β ordonnées

On l'appelle aussi phase austénitique, car elle présente une transformation martensitique. Cette phase est cubique centrée elle présente trois formes cristallines en fonction de la température.

Domaine A2: à haute température, la phase β est désordonnée, figure (I.29 a).

Domaine B2: vers 500-600°C, elle prend un arrangement ordonné de type B2, figure (I.29 b). C'est à dire que le site atomique central de la maille cubique centrée sera principalement occupé par Zn ou Al, on voit donc apparaître deux sous-réseaux d'atomes, les atomes de cuivre sur le sous-réseau I et les atomes de Zn ou Al sur le sous-réseau II.

Le cristal B2 du Cu-Zn-Al est présenté par un réseau cubique simple de même paramètre que le réseau cubique centré de la phase β désordonnée.

Mais le motif élémentaire est constitué de :

- 1 atome Cu sur le site (0,0,0)
- 1 atome de Zn ou Al sur le site (1/2,1/2,1/2).

Domaine L2₁: nous désignons par L2₁ l'ordre qui s'établit à basse température dans les alliages Cu-Zn-Al, ce terme permet de décrire un alliage ternaire, lorsque l'alliage est en dessous de 200-400°C, la phase β s'ordonne en L2₁, la maille élémentaire du réseau devient alors une maille quadruple de la maille B2 figure (I.29 c).

La différence entre B2 et L2₁ vient du fait que les atomes de Zn et d'Al s'ordonnent sur le sous-réseau II de la phase B2. On obtient ainsi quatre sous-réseaux.

Le cristal L2₁ est décrit par un réseau cubique à faces centrées, avec comme motif élémentaire :

- 1 atome Cu sur les sites (0,0,0) et (1/2,0,0) notés respectivement I et II sur la figure (I.29).
- 1 atome Zn sur (1/4,1/4,1/4) notés III.
- 1 atome Al sur (3/4,1/4,1/4) notés IV.

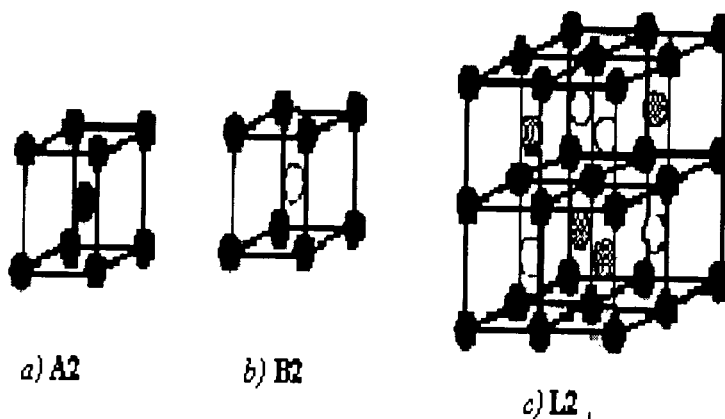


Figure I.29 Représentation des domaines de la phase β ordonnées [2].

Les phases martensitiques de l'alliage en Cu-Zn-Al :

La phase β du Cu-Zn-Al présente une transformation martensitique pour des températures inférieures à 150°C.

La composition de l'alliage ainsi que l'ordre influent sur le type de martensite formée.

On distingue les trois groupes de phases martensitiques : α' , β' , γ' (Tableau I.1) [5].

Généralement, les alliages Cu-Zn-Al présentent deux types de transformations martensitiques :

La transformation $\beta \leftrightarrow \gamma'$ est de type Burst, alors que les transformations $\beta \leftrightarrow \alpha'$ et $\beta \leftrightarrow \beta'$ sont des transformations thermoélastiques.

Toutefois, que les transformations $\beta \leftrightarrow \alpha'$ présentant une hystérésis très importante ne sont pas exploitées industriellement.

Seules les transformations $\beta \leftrightarrow \beta'$, garante de bonnes propriétés de mémoire de forme, est utilisée dans les alliages Cu-Zn-Al industriels [5].

Remarque

Les alliages Cu-Zn-Al s'apparentent à des composés de Hume Rothery, c'est à dire; qu'il est possible de prévoir, à partir de la concentration électronique par atome, les phases présentes dans un alliage donné.

La concentration électronique par atome (rapport e/a) est le nombre moyen d'électrons libres par atome : le cuivre en possède 1, le zinc 2 et l'aluminium 3, le rapport e/a d'un alliage Cu-Zn-Al se calcul par :

$$e/a = C.Cu + 2 \cdot C.Zn + 3 \cdot C.Al. \quad (C: \text{Concentration}).$$

Suivant la composition de l'alliage, on plus exactement, la concentration électronique par atome (rapport e/a), on observe successivement l'apparition des martensites :

- ❖ α' pour un rapport $e/a < 1.42$,
- ❖ β' pour un rapport $1.42 < e/a < 1.5$.
- ❖ γ' pour un rapport > 1.5 .

I.10.1.2 Influence d'une contrainte élevée dans le cas d'un alliage à mémoire de forme en Cu-Zn-Al

On peut obtenir différentes structures cristallines de martensites en fonction des conditions de contrainte et de la température. La figure (I.30) montre le diagramme (σ, T) obtenu avec un monocristal de Cu-Zn-Al. On voit en particulier les domaines d'existence des différentes martensites formées par application d'une contrainte ainsi que la possibilité de réaliser différentes transformations austénite-martensite et martensite-martensite. On remarquera plus particulièrement la très grande largeur de l'hystérésis de la transformation $\beta \leftrightarrow \alpha'$. Cette large hystérésis peut amener, dans le cas de fonctionnement sous contraintes, une mauvaise réversibilité [5].

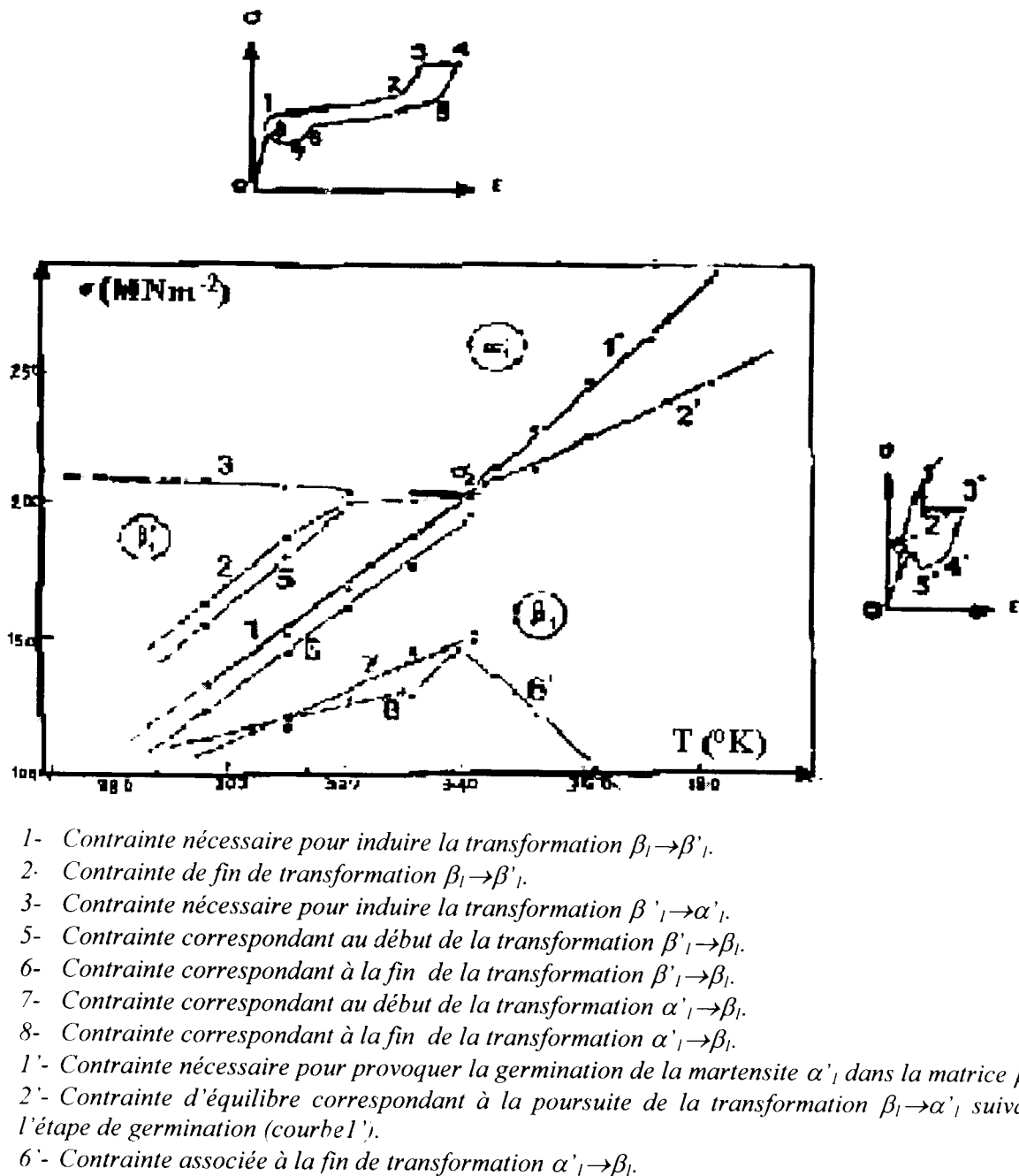


Figure I.30 Condition d'existence des différentes structures cristallines d'un alliage Cu-Zn-Al en fonction de la contrainte σ et de la température [5].

I.10.2 Etude du diagramme d'équilibre de l'alliage en Cu-Al-Ni

I.10.2.1 La phase stable à haute température β

Les alliages Cu-Al à mémoire de forme susceptible de former après trempe une martensite thermoélastique- ont; à haute température, une structure monophasée β . D'après le diagramme Cu-Al (figure I.31), le domaine de stabilité de cette phase à la forme d'un V, ce qui restreint quelque peu le domaine des compositions pour lesquelles les alliages ont cette structure monophasée à température élevée. Par exemple, pour des teneurs en aluminium inférieure à 10% ou supérieure à 14 % (mass.), il faut chauffer bien au-delà de 850°C pour que le point figuratif de l'alliage se trouve dans le domaine β . Si la teneur en aluminium est proche de celle d'eutectoïde à 11.8% (mass.). La phase β est de structure cubique centrée désordonnée, les atomes de cuivre et d'aluminium occupent alors aléatoirement les sites du réseau. Cette phase est beaucoup plus malléable que la martensite qu'elle engendre après trempe, et elle permet les importantes déformations nécessaires à la mise en forme de l'alliage.

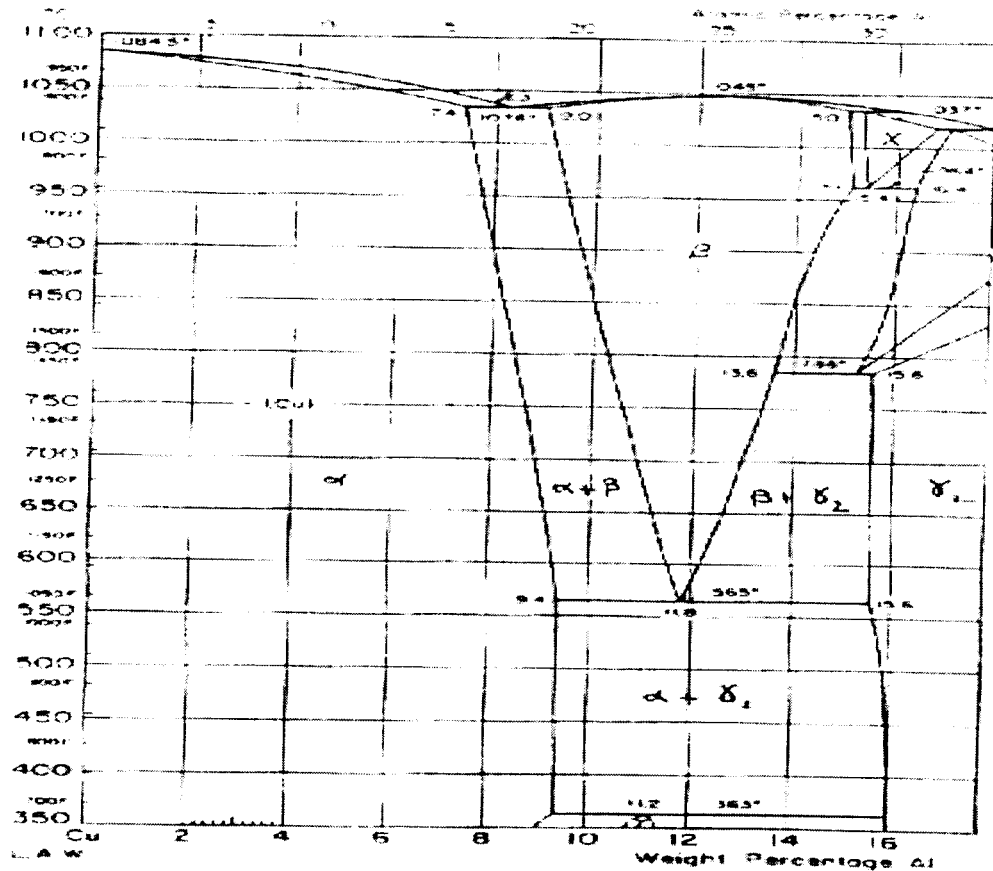


Figure I.31 Diagramme d'équilibre Cu-Al [4].

Autres phases du diagramme d'équilibre Cu-Al

De part et d'autre du domaine β , se situent les domaines d'existence des phases α et γ_2 , respectivement à gauche et à droite par rapport à la teneur eutectoïde.

La phase α

La phase α est une solution solide de substitution Cu-Al qui contient au max. 9% mass.Al. Elle est malléable et se prête à la mise en forme, sans doute à cause de la structure CFC.

La phase γ_2

De composition stœchiométrique Cu_9Al_4 , sa structure est cubique complexe. Sa dureté et sa fragilité rendent l'alliage pratiquement indéformable à froid, lorsqu'il est partiellement, constitué de cette phase.

L'eutectoïde ($\alpha+\gamma_2$), qui ne peut se former qu'au refroidissement lent, est théoriquement susceptible d'évaluer selon un mode péritectoïde pour donner la phase α_2 à partir, sensiblement, de 360°C environ. Sa structure cubique est similaire à celle de la phase α avec toutefois un paramètre légèrement supérieur (tableau I.2) ; de plus cette phase α_2 est ordonnée.

Phase :	Structure :	a_0 (nm)	b(nm)	c(nm)
β	C.C désordonnée A2.	0.2917		
α	C.F.C désordonnée	0.316-0.366		
γ_2	Cubique complexe	0.8699		
α_2	C.F.C ordonnée.	0.3678		
β_1	Cubique ordonné $L2_1$	0.5836		
β'_1	Orthorhombique ordonnée 18R.	0.4494	0.5194	0.3819
γ'_1	Orthorhombique ordonnée 2H.	0.43896	0.53424	0.42244
β'_2	Structure type CsCl B2.	0.289		

Tableau II.2 *Caractéristiques des phases d'équilibre et hors équilibre du diagramme Cu-Al-Ni pour des compositions voisines de Cu_9Al_4 .*

I.10.2.2 Influence d'une addition de nickel

L'addition du nickel en petite quantité (inférieure à 5%mass.) agit essentiellement sur la composition de l'eutectoïde, en accroissant sa teneur en aluminium à mesure que l'on augmente la quantité de nickel. Toutefois, selon certains auteurs, le nickel entraîne quelques modifications notamment en favorisant la formation d'une nouvelle phase (Ni-Al) de désignation β'_2 , laquelle est relativement très stable. Selon les mêmes auteurs, une addition de nickel au mélange binaire Cu-Al entraîne, au cours du refroidissement lent depuis une température du domaine monophasé β , une transformation eutectoïde supplémentaire (figure I.32). D'autre part, la structure métallographique de ce nouveau système eutectoïde ($\alpha + \beta'_2$) est très similaire à celle de l'eutectoïde ($\alpha + \gamma_2$). De même, les phases β'_2 et γ_2 sont difficilement discernables par diffractions des rayons x; en effet, étant donné que le paramètre cristallin de la phase γ_2 est sensiblement le triple de celui de la phase β'_2 , la plupart des raies de diffraction des deux phases sont confondues.

I.10.2.3 Caractéristique de la phase hors équilibre dans l'alliage Cu-Al

La Transformation $\beta \rightarrow \beta_1$

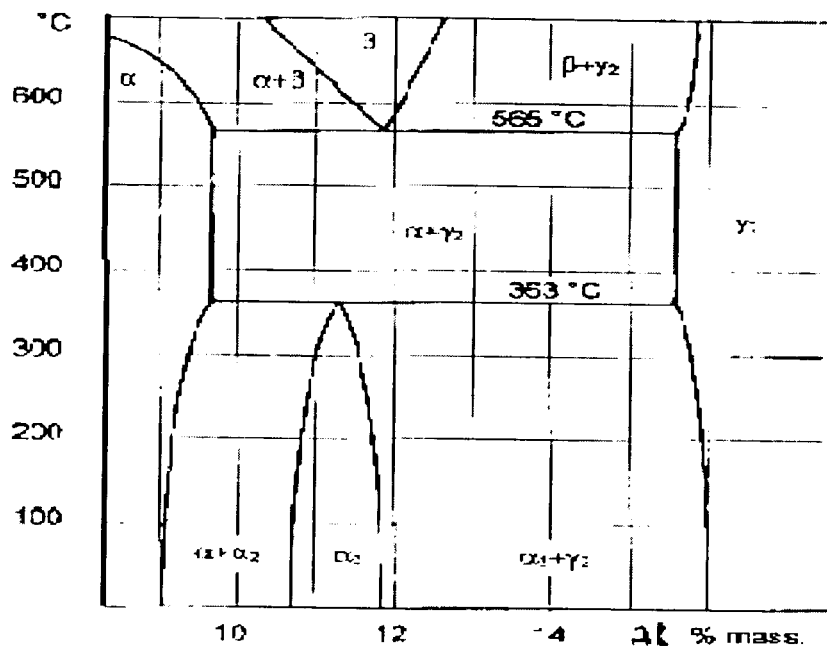
Si le refroidissement est suffisamment rapide, les transformations prévues par le diagramme d'équilibre ne sont plus observées; la phase mère β passe alors d'un état désordonné à un état ordonné $L2_1$ appelé β_1 (figure I.33.b), et ce; à une température inférieure à la température du palier eutectoïde; En fait, une telle évolution ne peut être supprimée, même par trempe à grande vitesse. Cette transformation représente l'étape intermédiaire précédente la formation d'une phase martensitique. D'autre part, cette mise en ordre s'effectue en deux étapes successives ($\beta \rightarrow B2 \rightarrow L2_1$) [4].

La trempe de la phase β conduit, selon la teneur en aluminium, à deux types de martensites, de désignation respective β'_1 et γ'_1 . Cependant, lorsque la teneur en aluminium est inférieure à 10% (mass.) la phase β se transforme directement en martensite β' de structure 9R à 450°C (figure I.33.b).

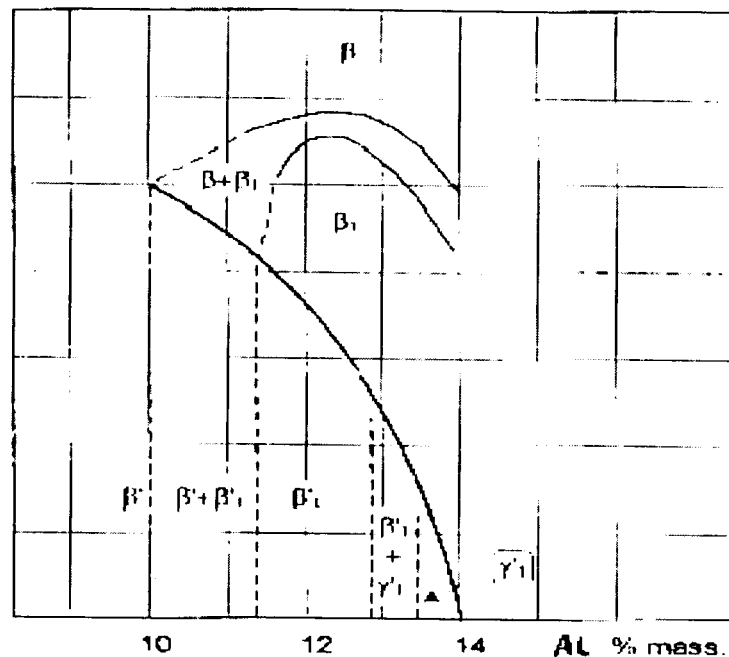
Dans un alliage Cu-Al, la martensite β'_1 apparaît pour des teneurs en aluminium comprises entre 11 à 12%(mass.). Dans le domaine de composition $12.5 < \text{Al} < 13.5\%$ (mass.) coexistent les deux martensites β'_1 et γ'_1 . Au-dessus de 13.5% Al, seule se forme la martensite γ'_1 .

La trempe de la phase β conduit, selon la teneur en aluminium, à deux types de martensites, de désignation respective β'_1 et γ'_1 . Cependant, lorsque la teneur en aluminium est inférieure à 10% (mass.) la phase β se transforme directement en martensite β' de structure 9R à 450°C (figure I.33.b).

Dans un alliage Cu-Al, la martensite β'_1 apparaît pour des teneurs en aluminium comprises entre 11 à 12%(mass.). Dans le domaine de composition $12.5 < \text{Al} < 13.5\%$ (mass.) coexistent les deux martensites β'_1 et γ'_1 . Au-dessus de 13.5% Al, seule se forme la martensite γ'_1 .



a) Coupe verticale du diagramme d'équilibre.



b) Transformations hors équilibre lors d'un refroidissement rapide depuis le domaine monophasé β .

Figure I.33 Diagramme de phase du système Cu-Al [4].

Il est à noter que ces compositions peuvent être modifiées par la présence du nickel; Kim (J.W) et al. ont montré que pour une composition en aluminium comprise entre 13.4 et 13.6% (mass.) et en nickel comprise entre 3-3.8% (mass.), la structure obtenue après trempe est essentiellement du type β'_1 . Ce résultat confirme celui de Vasilenko et al, qui ont effectué une étude systématique du système Cu-Al-Ni; et défini les zones d'existence des martensites β'_1 et γ'_1 [4].

D'après les observations de Haynes, la précipitation de phase α est accompagnée d'une expulsion d'aluminium de la matrice $\beta+\beta_1$ qui s'enrichit en aluminium aux frontières adjacentes à α et une couronne de phase β_1 se forme autour de la phase α , ceci implique bien que β_1 est une phase riche en aluminium et β une phase riche en cuivre.

La transformation de β en β_1 s'effectue par germination et croissance. Le nombre de germes formés est grand et il y a une légère germination préférentielle aux joints des grains.

La phase β se transforme en phase α ou β'_1 par changement de réseau avec ou sans diffusion [25].

I.10.2.4 Martensite induite sous contrainte dans les alliages à mémoire de forme en Cu-Al-Ni

Il faut noter par ailleurs, que la structure γ'_1 est susceptible si on lui applique une contrainte. La martensite γ'_1 se transforme alors, soit en une martensite de structure β'_1 (18R1) (figure I.25a), soit en une structure notée β''_1 (18R2) (figure I.25 b) proche de β'_1 , pour laquelle la séquence des plans compacts est la suivante: AB'A B'CA' CA'C A'BC' BC'B C'AB'...

Si la contrainte appliquée est plus importante, la transformation martensite $\rightarrow$ martensite, aboutit finalement à la structure 6R. Cette martensite est notée α'_1 , la séquence des plans compacts dans une structure 6R est la suivante : AB'C A'BC'..(figure I.25 d).

Sur la figure I.34 sont indiqués les domaines d'existence des différentes structures martensitiques, ainsi que les évolutions qui peuvent intervenir en fonction de la température et de la contrainte appliquée.

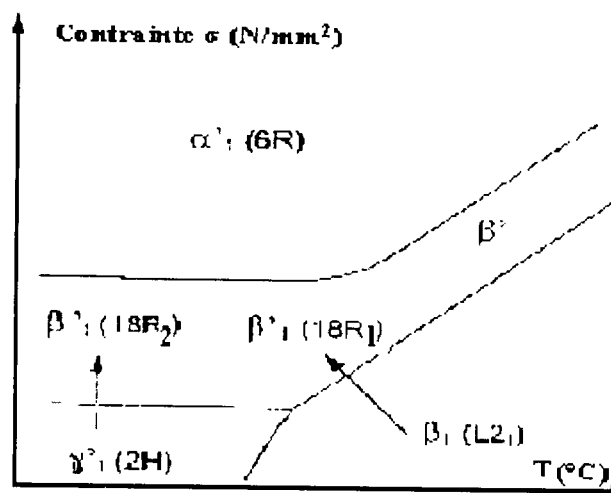


Figure I.34 Domaines d'existence des martensites induites sous contrainte en fonction de la température T et de la contrainte appliquée σ pour un alliage Cu 14 % Al 4.2 % Ni [4].

CHAPITRE II
*Approches Expérimentales
et Résultats*

CHAPITRE II

APPROCHES EXPÉRIMENTALES ET RÉSULTATS

Dans ce chapitre, nous exposons la démarche adoptée pour cette étude, les moyens expérimentaux utilisés et les résultats obtenus.

II.1. Conduite de l'étude

L'objectif de cette étude est de caractériser les alliages à mémoire de forme ternaires de types Cu-Zn-Al ; Cu-Al-Ni élaborés par fusion.

Deux approches majeures ont été adoptées ; la première porte sur la caractérisation structurale des alliages ainsi élaborés, la seconde se propose de mettre en évidence leurs caractéristiques mécaniques compte tenu du mode d'élaboration, de la composition des alliages étudiés et des conditions expérimentales choisies.

Si la première approche présente certains avantages du fait de sa relative facilité de mise en œuvre, la seconde est menée dans le but de la compléter ; c'est ainsi que les caractéristiques mécaniques sont déterminées par des essais de traction à température ambiante ou à celle favorisant une transformation de phase, des essais de relaxation à déformation imposée et des essais de fluage menés à différentes températures et/ou à différentes contraintes, permettent d'une part, de déterminer certaines caractéristiques des alliages élaborés et d'autre part, de définir le type de déformation qui leur est propre. La deuxième approche est dans tous les cas corrélée à l'étude structurale.

Cette étude s'inspire de celles déjà menées par Buffard [5], Bouabdallah [4], Balandraud [19] et plus récemment Benchiheb [10] ; elle a été menée suivant trois axes principaux :

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

La figure II.1 résume la philosophie de l'étude et montre les relations qu'on peut établir entre les différents axes.

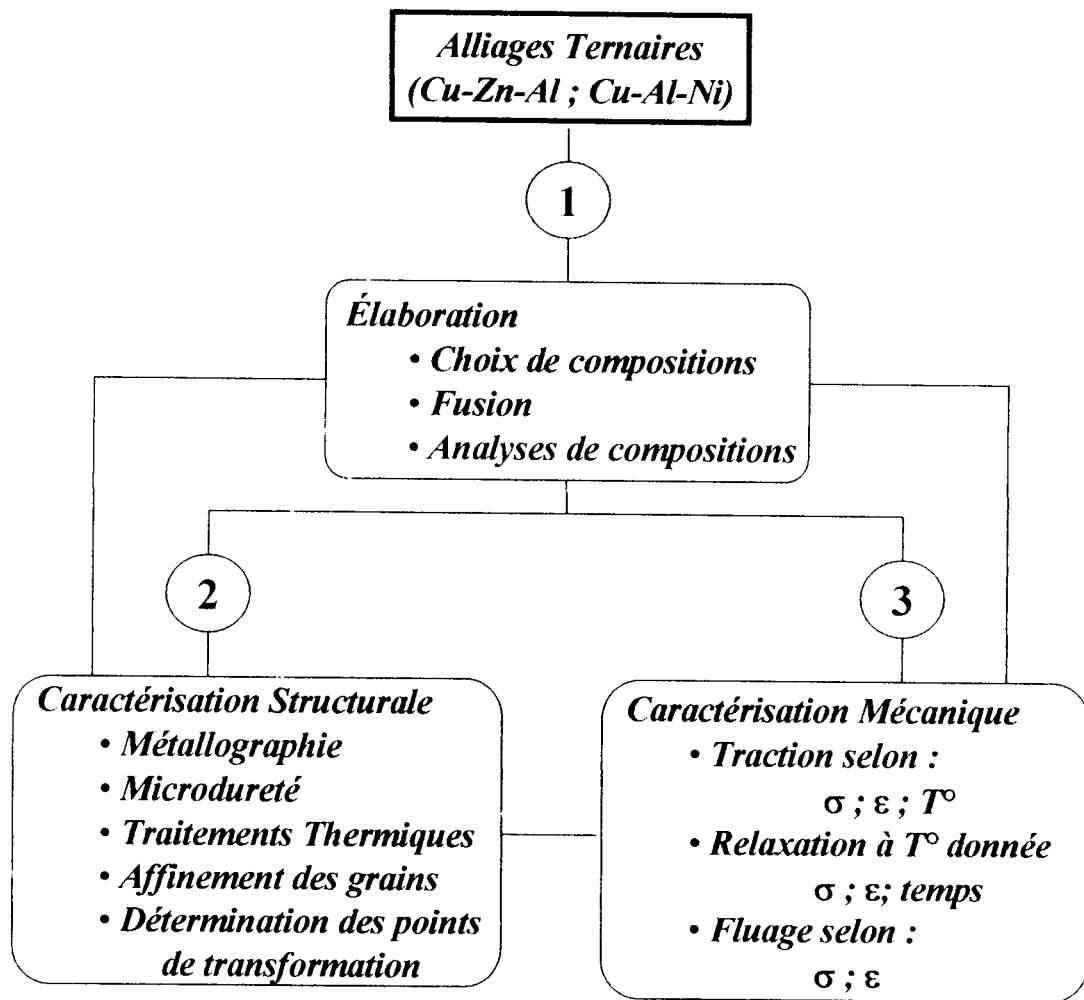


Figure II-1. Schéma de l'Étude.

II.2. Elaboration des Alliages (Axe 1)

II.2.1. Choix de la composition

Dans la partie théorique nous avons vu que la transformation martensitique est caractérisée généralement par le point M_s , dit température de début de la transformation, lié à la composition de l'alliage.

Dans ce cadre, des chercheurs [3,4] ont tenté d'établir des relations empiriques permettant de prévoir les teneurs respectives des constituants de l'alliage désiré moyennant le point de début de transformation M_s et des rapports des teneurs des éléments d'alliages à la teneur de l'élément de base ; dans notre cas le cuivre étant l'élément de base. A titre d'illustration, nous donnons en annexe la démarche adoptée pour la détermination de la composition de nos alliages.

Nous avons choisi d'élaborer des alliages à mémoire de forme ternaires à base de cuivre (Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al) ayant une température de début de transformation M_s proche de l'ambiante et respectant la stœchiométrie (voir annexe 2), le choix de la composition est fait selon les rapports des teneurs des éléments d'alliages à la teneur de l'élément de base :

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

Cu 74 – Zn 20 – Al 6 ($M_s \cong 100^\circ\text{C}$)

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

$$\text{Cu } 82.5 - \text{Al } 13.5 - \text{Ni } 4 \quad (M_s \cong 91.5^\circ\text{C})$$

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

A titre d'exemple, pour une éprouvette de masse 144 grammes le calcul des quantités massiques relatives à chaque constituant donne :

$$M_{\text{Cu}} = 144 * (\% \text{ Cu}) ; M_{\text{Eléments}} = 144 * (\% \text{ Eléments})$$

$$\text{Masse totale alliage} = [M_{\text{Cu}} + \sum M_{\text{Eléments}}]$$

Il y a lieu de signaler que seul le Nickel était disponible en poudre (PROLABO), le reste des éléments d'alliages (Cuivre, Zinc et Aluminium) est prélevé respectivement de tubes de plomberie et des chutes de tôles (Zinc, AU4G); ce qui laisse présager l'obtention d'impuretés (à l'état de traces) lors de l'analyse de composition.

II.2.2. Elaboration par fusion

Le procédé d'élaboration adopté s'inspire de celui mis en œuvre par BOUABDALLAH [4] ; la figure II.2 en schématise le principe.

Au préalable, les éléments d'alliage sont pesés et enveloppés dans le tube de cuivre (élément de base) ; l'ensemble ainsi réalisé est mis sous forme de plaquettes dans un creuset en alumine et introduit dans un four de fusion sous atmosphère contrôlée (*).

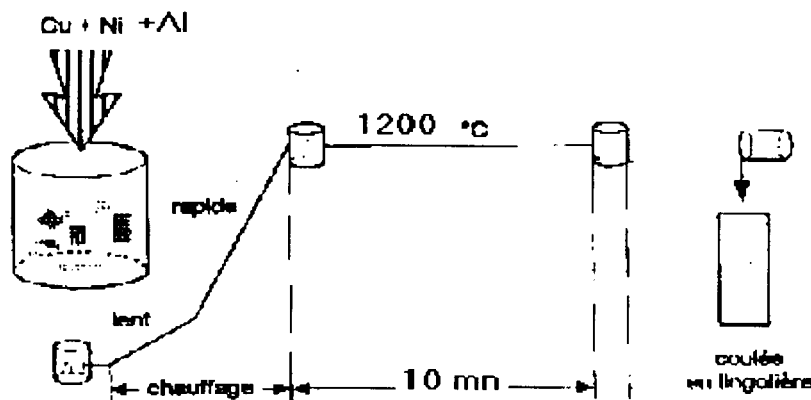


Figure II.2 Procédure schématique de l'élaboration des alliages [4].

L'alliage liquide est ensuite coulé dans une lingotière en acier XC38 puis refroidi à l'air ambiant.

(*) La fusion des alliages a été réalisée au moyen d'un four à moufle "HERAEUS HANAU" du Laboratoire Systèmes Pyrotechniques de l'EMP.

II.2.3. Analyse de composition

Les échantillons ainsi élaborés ont été soumis à une analyse de composition opérée au moyen d'un spectromètre SPECTROVAC 1000 de l'Unité Recherche - Développement en Maintenance Aéronautique (DRD-CFA) :

❖ Pour l'alliage en Cu-Zn-Al (% massiques) :

Cu	Zn	Al	Fe	As	S	Cr	Sn	Sb	Mg	Mn	Ag
74.4	19.2	6.00	0.06	0.016	0.052	0.01	0.011	0.078	0.09	0.025	0.009

❖ Pour l'alliage en Cu-Al-Ni (% massiques) :

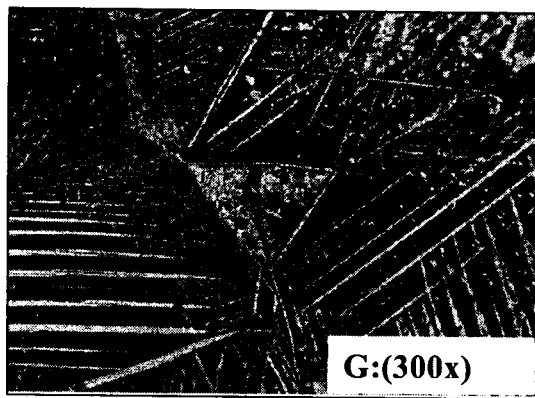
Cu	Al	Ni	Fe	As	S	Cr	Sn	Sb	Mg	Mn	Ag
82.7	13.0	4.00	0.06	0.015	0.001	0.014	0.006	0.017	0.05	0.045	0.007

Une variation insignifiante de composition est trouvée entre les pourcentages massiques introduits en fusion et ceux donnés par l'analyse; on postule que cette variation est due à l'oxydation et /ou l'évaporation produite lors de la fusion des alliages.

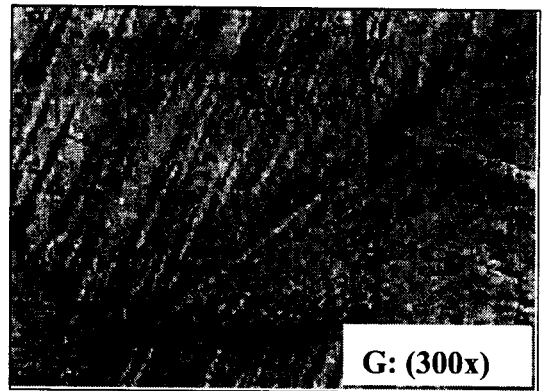
II.3. Caractérisation structurale (Axe 2)

II.3.1. Observations au microscope optique

À l'état brut (état succédant à la fusion), les observations, faites après polissage électrochimique au réactif (mélange d'acide orthophosphorique - eau) $H_3PO_4 + H_2O$ pendant 10 minutes, sont représentées par la figure II.3 (a, b) (**).



(a) Alliage Cu-Zn-Al



(b) Alliage Cu-Al-Ni

Figure II.3 Structures brutes des alliages Cu-Zn-Al et Cu-Al-Ni.
(Mise en évidence de la structure martensitique)

Les tailles moyennes des grains mesurées pour les deux types d'alliages sont respectivement de 0.368 mm et 0.7 mm.

(**) Les observations ont été réalisées au moyen d'un microscope LEITZ WIDEFIELD équipé d'une caméra CCD.

II.3.2. Mesures de microdureté

Les mesures ont été réalisées au moyen d'un microduromètre OPL à pénétrateur pyramidal Vickers sous une charge de 100 grammes. Les profils de microdureté sont représentés par les digrammes de la figure II.4 (a,b).

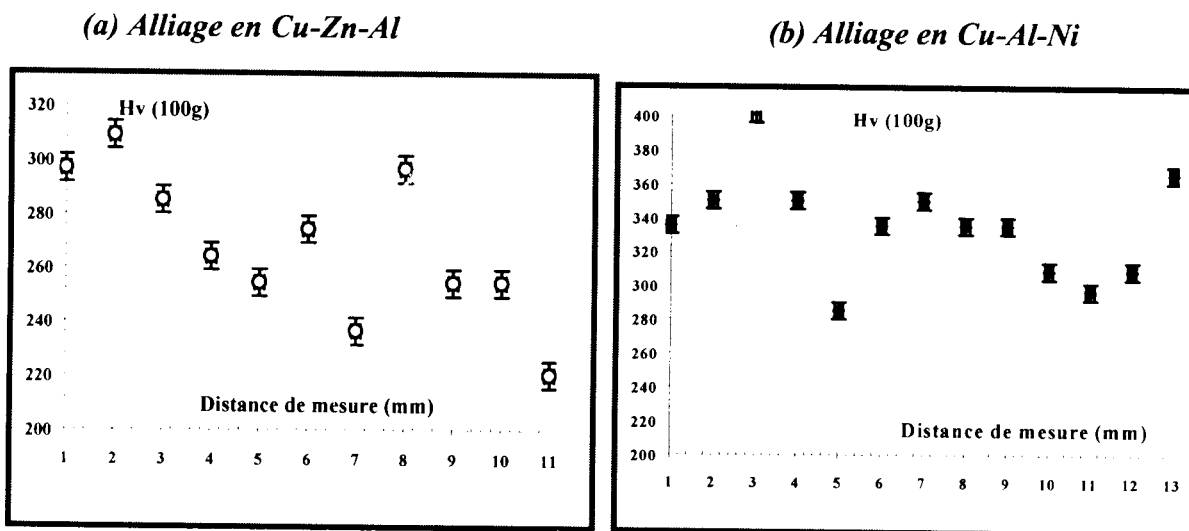


Figure II.4 (a,b). Profils d'évolution de la microdureté des échantillons à l'état initial.

Les duretés moyennes obtenues pour les deux types d'alliages sont respectivement de 232Hv et 366Hv environ.

II.3.3. Traitements thermiques adoptés

Afin de faire apparaître la phase martensitique, (origine de l'effet mémoire de forme pour ces alliages), découlant de la phase liquide β , des traitements thermiques ont été adoptés. Un revenu à 100°C pendant une heure a été adopté en vue de diminuer les lacunes en sursaturation et amener l'alliage à son état d'équilibre [2]. Les alliages ont été refroidis à l'eau (figure II.5 (a, b)).

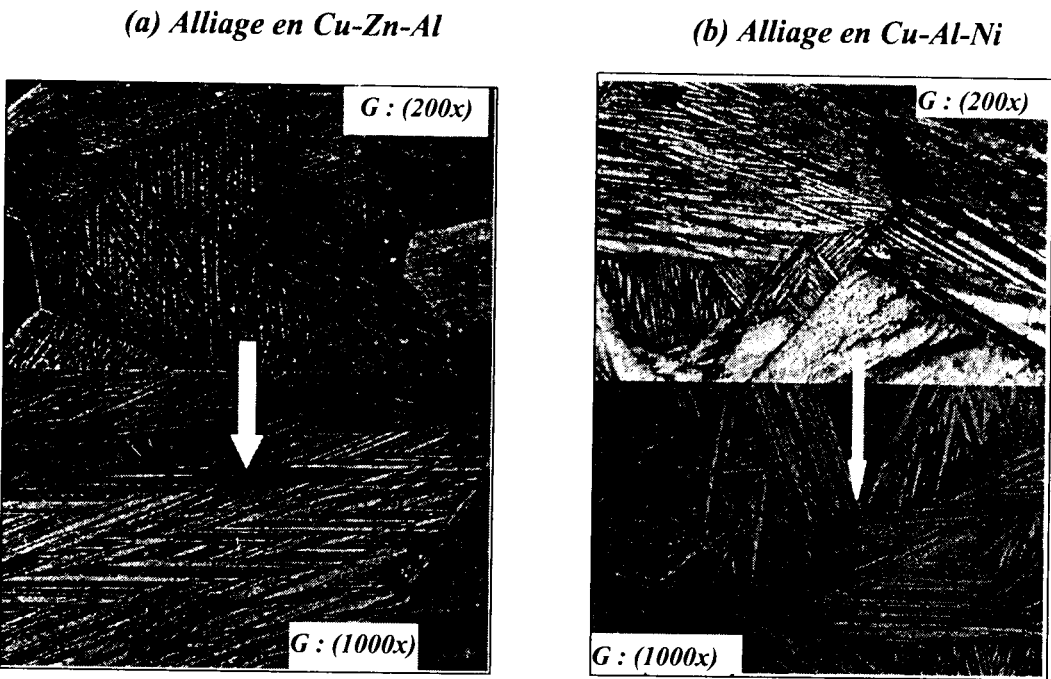


Figure II.5 (a,b). Structures obtenues après TTH des alliages en Cu-Zn-Al et en Cu-Al-Ni.
(Chauffage à 850°C ; 10 mn - Mise en évidence des plaquettes de martensite)

Cependant, ces traitements thermiques n’ont pas été sans conséquences sur la taille des grains et les duretés obtenues. En effet, nous obtenons des tailles respectivement de 0.51 mm et de 0.83 mm et des duretés (valeurs moyennes) de 368 Hv et 416 Hv pour les deux types d’alliage.

Le tableau II.1 résume les valeurs de tailles de grains et de duretés obtenues à l’état initial succédant à la coulée et à la suite des traitements thermiques adoptés.

	Cu-Zn-Al		Cu-Al-Ni	
	Etat initial	Traitements Thermiques	Etat initial	Traitements Thermiques
Taille des grains (mm)	0.37	0.51	0.7	0.83
Dureté Hv (100 Gr)	232	366	368	416

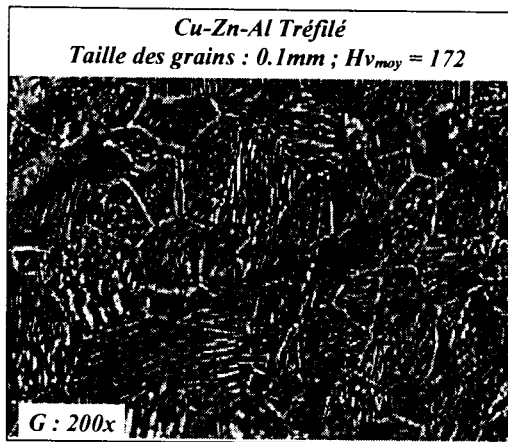
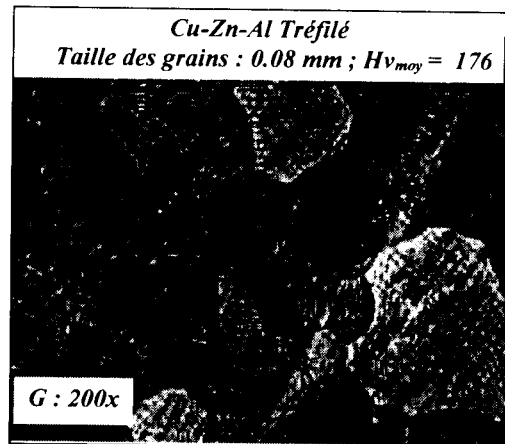
Tableau II.1. Récapitulatif des tailles de grains et des duretés obtenues.

II.3.4. Affinement du grain des alliages

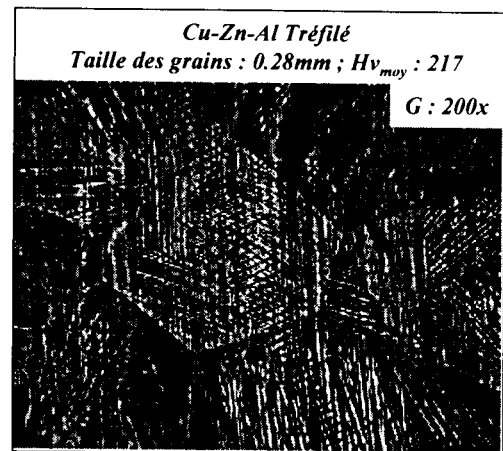
En vue de caractériser le comportement mécanique de nos alliages, nous avons opté pour le tréfilage à chaud des échantillons. Ce procédé de mise en forme a l'avantage de permettre outre l'affinement du grain, un bon état de surface et des tolérances dimensionnelles faibles ce qui laisse présager de bonnes caractéristiques mécaniques en termes de résistance, ductilité (déformations) et allongement [5].

Cependant, ce procédé n'a été testé, d'une manière préliminaire, que pour l'alliage en Cu-Zn-Al. Le rapport de réduction était de l'ordre de 75% ; le fil élaboré avait un diamètre de 2.7 mm pour 170 mm de longueur. Les principaux résultats sont rapportés dans la figure II.6.

(a) *Etat initial*



(b) *Structure après recuit à 500°C, 15 mn
(formation de bainite)*



(c) *Structure obtenue après :
Trempe à 850°C, 8 mn ; Revenu à 100°C, 1 heure.
(formation de la structure martensitique)*

Figure II.6 (a,b,c). Structures obtenues après Tréfilage.

Une comparaison des tailles de grains et des duretés obtenues pour l'alliage en Cu-Zn-Al à l'état initial (succédant à la coulée), après traitements thermiques et tréfilage est donnée dans le tableau II.2.

	<i>Cu-Zn-Al</i>			
	<i>Etat initial</i>	<i>Traitements Thermiques</i>	<i>Tréfilage</i>	
			<i>Sans TTH</i>	<i>Après TTH</i>
<i>Taille des grains (mm)</i>	0.37	0.51	0.08	0.28
<i>Dureté Hv (100 Gr)</i>	232	366	176	217

Tableau II.2. Récapitulatif des tailles de grains et des duretés obtenues (Cu-Zn-Al).

Comme on peut le constater sur ce tableau, le mode mécanique d'affinement (tréfilage) a permis de réduire la taille des grains pour l'alliage considéré ; par contre la dureté obtenue reste tributaire des types de traitement thermique adoptés, des températures et des temps de maintien.

II.3.5. Détermination des températures de transformation

Afin de déterminer les points de transformation lors de chauffages et refroidissements des alliages élaborés, plusieurs techniques de mesures peuvent être mises en œuvre. On citera à titre indicatif l'Analyse Thermique Différentielle (ATD), la Dilatométrie, la DSC.

Les deux premières techniques n'ont pu être mises en œuvre pour cause d'indisponibilité d'accessoires spécifiques (échantillons témoins, fours non régulés,...), nous avons tenté de faire ces mesures au moyen de la troisième technique (DSC). Celle-ci s'est révélée inexploitable compte tenu des types de thermocouples dont elle est pourvue. En effet, ceux-ci de type platine rhodiée – platine sont étalonnés pour des gammes de températures dépassant 300°C.

Or, nos points de début et de fin de transformation martensitique se situaient entre 40 et 100°C pour les compositions d'alliage adoptées (cf. § II.2.1) ; ceci nous a amené à adopter une autre technique de mesure basée sur les différences de résistance lors des chauffages et refroidissements des alliages.

Sachant que la transformation martensitique d'un alliage à mémoire de forme cuivreux s'accompagne d'une augmentation de la résistivité d'environ 25%, la mesure de la variation de résistance permet, dans ce cas, de déterminer les températures de transformation.

A cette fin, un appareil a été conçu au sein du laboratoire en adoptant la méthode de mesure dite à quatre fils (figure II.7) constituant un pont de Thomson pour la mesure des faibles résistances et d'une enceinte thermique régulée permettant le chauffage et le refroidissement à une vitesse moyenne de 2°C/min [2].

Les mesures ont été faites respectivement pour les deux alliages obtenus par coulée et pour l'alliage en Cu-Zn-Al ayant subi une opération de tréfilage.

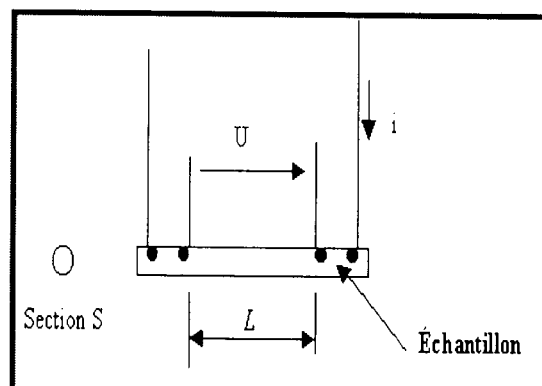
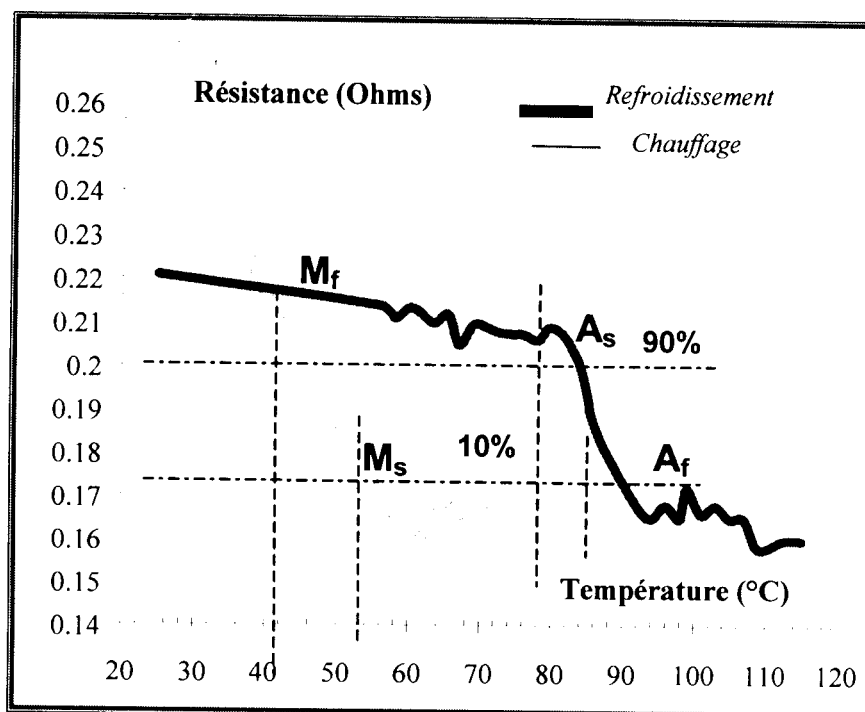


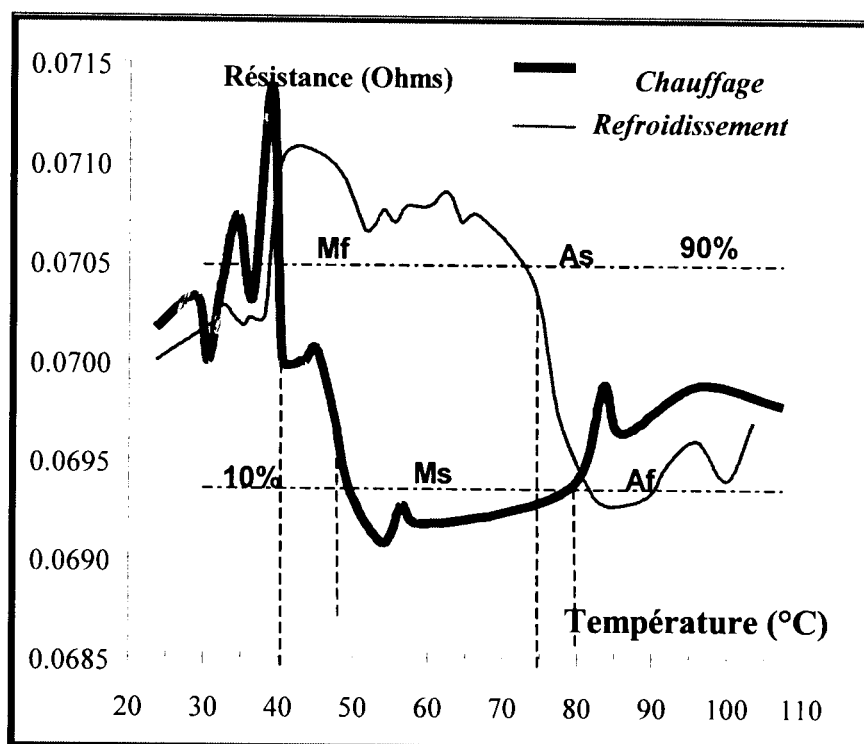
Figure II.7 Schéma de mesure de la variation de résistance électrique par la méthode des quatre fils [2].

Les résultats ont été traduits en valeurs physiques selon la norme AFNOR A51080 [2] ; ils sont représentés sur la figure II.8 (a,b,c).

(a) Alliage en Cu-Zn-Al obtenu par coulée



(b) Alliage en Cu-Al-Ni obtenu par coulée



(c) Alliage en Cu-Zn-Al Tréfilé

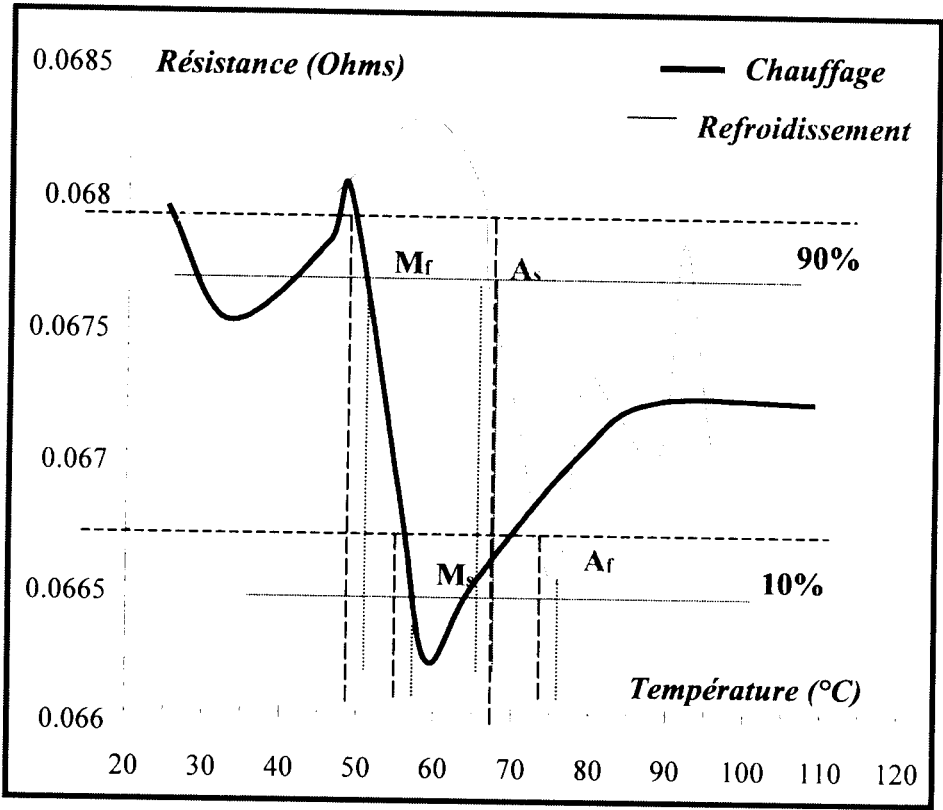


Figure II.8 (a,b,c). Résultats des mesures de résistance(alliages en Cu-Zn-Al et en Cu-Al-Ni).

De ces diagrammes, nous avons tiré les points de transformation caractéristiques (tableau II.3) :

Alliage	Points de transformation			
Cu-Zn-Al	$M_s = 53^{\circ}\text{C}$	$M_r = 47^{\circ}\text{C}$	$A_s = 83^{\circ}\text{C}$	$A_r = 89^{\circ}\text{C}$
Cu-Zn-Al Tréfilé	$M_s = 56^{\circ}\text{C}$	$M_r = 50^{\circ}\text{C}$	$A_s = 67^{\circ}\text{C}$	$A_r = 74^{\circ}\text{C}$
Cu-Al-Ni	$M_s = 49^{\circ}\text{C}$	$M_r = 39^{\circ}\text{C}$	$A_s = 71^{\circ}\text{C}$	$A_r = 80^{\circ}\text{C}$

Tableau II.3. Points de transformation caractéristiques.

II.4. Caractérisation mécanique (Axe 3)

Comme nous l'avons mentionné auparavant (cf. § II.1), un autre volet de la caractérisation a été considéré ; il porte sur des essais mécaniques de traction, de relaxation et de fluage menés selon des conditions appropriées.

II.4.1. Essais de traction

Il s'agit d'un des essais les plus pratiqués et qui consiste à provoquer, dans une éprouvette de géométrie définie, un champ de contrainte uniforme de traction et à enregistrer l'allongement résultant. La machine utilisée est de type WOLPERT- AMSLER équipée d'un four régulé pour les essais à chaud.

Les essais ont concerné uniquement l'alliage en Cu-Zn-Al selon deux formes géométriques (fils, éprouvettes massives) ; ils ont été menés respectivement à température ambiante (état martensitique) et à température suffisamment élevée pour pouvoir s'affranchir de la transformation martensitique initiale.

(a) Alliage Tréfilé

Pour ce type de géométrie, les essais ont concerné des fils admettant des rapports de réduction de l'ordre de 75% : les fils avaient un diamètre de 2.7 mm pour 70 mm de longueur. Une vitesse de chargement de 2 mm/mn a été adoptée pour tous les essais. Les résultats sont donnés par la figure II.9.

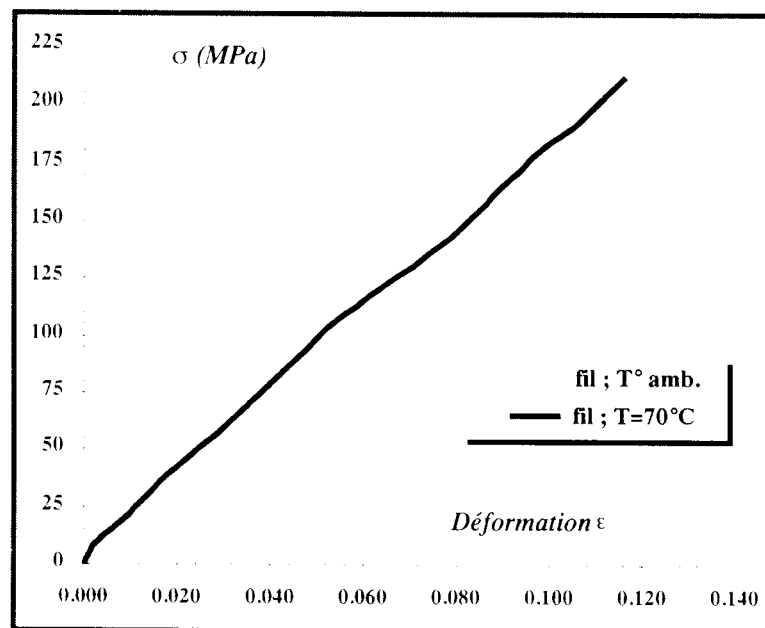


Figure II.9. Résultats de l'essai de traction (Alliage en Cu-Zn-Al Tréfilé).

Pour ces essais, l'effet de température est perceptible sur les valeurs de contraintes et de déformations obtenues. Ainsi à température ambiante les contraintes et déformations à rupture sont respectivement de 222 MPa et 6% ; tandis qu'à la température de 70°C, la déformation maximale a pratiquement doublé (12%) ; la résistance maximale ayant peu évolué (212 MPa). Cette constatation peut paraître logique dans la mesure où l'effet mémoire recherché est rendu compte uniquement à travers la déformation [2].

Par ailleurs, des observations des faciès de rupture des échantillons sollicités en traction ont été faites au moyen d'un microscope électronique à balayage PHILIPS SEM 515 (figure II.10).



Figure II.10. *Faciès de rupture des échantillons sollicités en traction.*

Les observations montrent des grains de forme polyédrique suite à la déformation mécanique subie ; la rupture des échantillons est de type intergranulaire ; elle s'est produite par décohésions des grains le long de l'axe de sollicitation.

(b) Alliage massif

Les essais ont concerné des éprouvettes usinées à partir de lingots cylindriques bruts de coulée. Leur forme géométrique a été adaptée au montage spécifique de la machine (figure II.11).

Comme pour les premiers essais, une vitesse de chargement de 2 mm/mn a été adoptée. Les résultats sont donnés par la figure II.12.

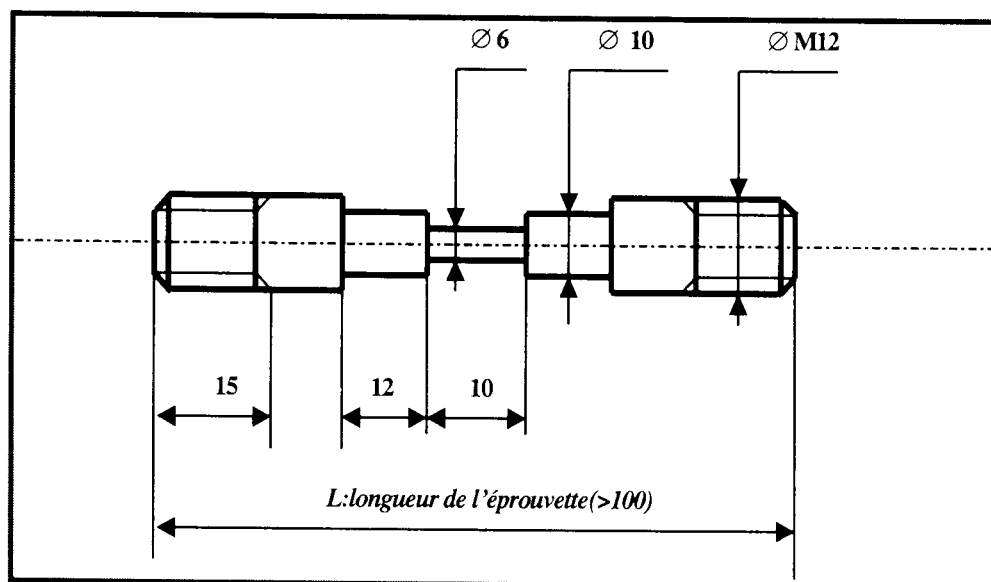


Figure II.11. *Schéma de l'éprouvette massive sollicitée en traction.*

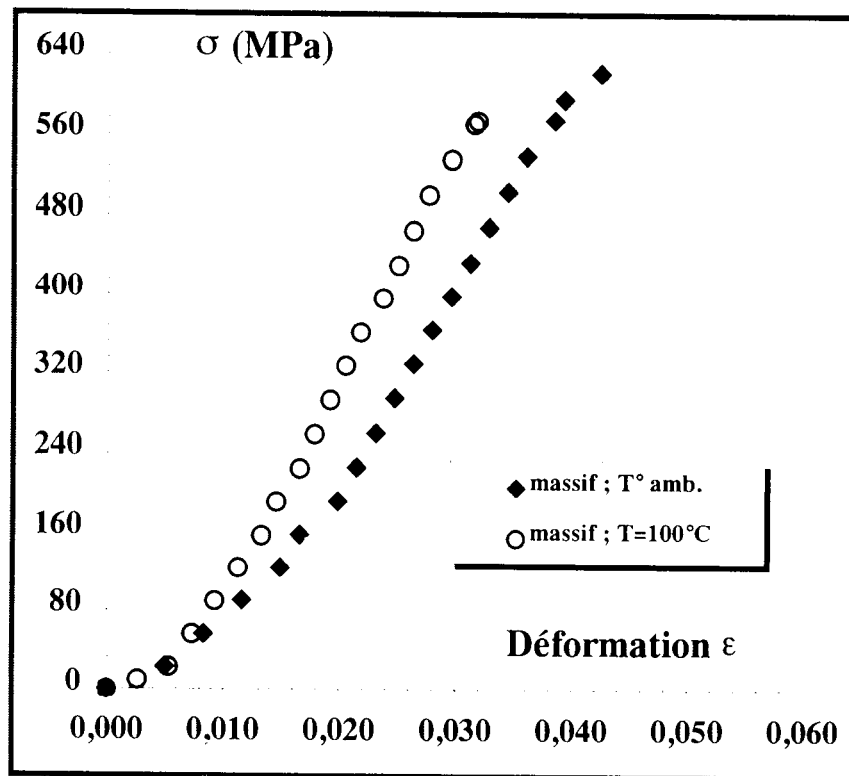


Figure II.12. Résultats de l'essai de traction (Alliage en Cu-Zn-Al massif).

Pour ces essais, l'effet de température est également perceptible sur les valeurs de contraintes et de déformations obtenues.

Ainsi à température ambiante, les contraintes et déformations à rupture sont respectivement de 622 MPa et 4% ; tandis qu'à la température de 100°C, la résistance maximale voit sa valeur chuter considérablement en passant de 622 MPa à 574 MPa alors que la déformation passe de 4% à 3%.

Néanmoins, on s'attend à ce que l'effet de température soit perceptible sur le niveau de déformation maximale traduisant, en fait, l'effet mémoire recherché [2].

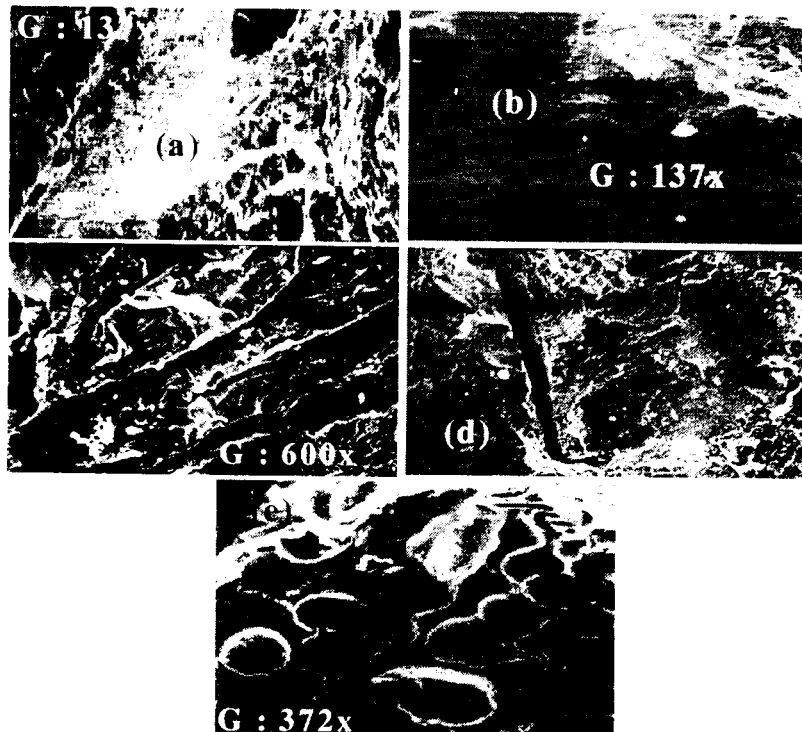
Par ailleurs, le calcul du module de Young de l'alliage en Cu-Zn-Al massif donne une valeur de 75 GPa ; ce qui est cohérent avec la littérature [1,2].

(c) Examen des faciès de rupture

Les faciès de rupture des échantillons sollicités en traction ont été examinés au moyen du microscope électronique à balayage PHILIPS SEM 515 (figure II.13 (1,2)) :

- À température ambiante, les observations montrent un faciès caractéristique d'une rupture ductile, la zone d'arrachement finale (localisée au centre du faciès) est précédée de nombreuses fissures intergranulaires décorées pour la plupart de précipités (non identifiés) de forme globulaire ; la rupture s'est produite par décohésions des grains le long de l'axe de sollicitation.

(1) *Faciès obtenus à température ambiante*



- À température élevée ($T = 100^{\circ}\text{C}$), les observations montrent une recristallisation des grains (forme polyédrique), la zone d'arrachement finale (localisée au centre du faciès) présente une structure dendritique avec un enchevêtrement de la matière conséquemment à la solidification lors de la coulée ; de nombreuses fissures intergranulaires (parfois dans les joints triples) sont décorées pour la plupart de précipités (non identifiés) de forme globulaire ; la rupture s'est produite par décohésions des grains le long de l'axe de sollicitation.

(2) *Faciès obtenus à température élevée (100°C)*

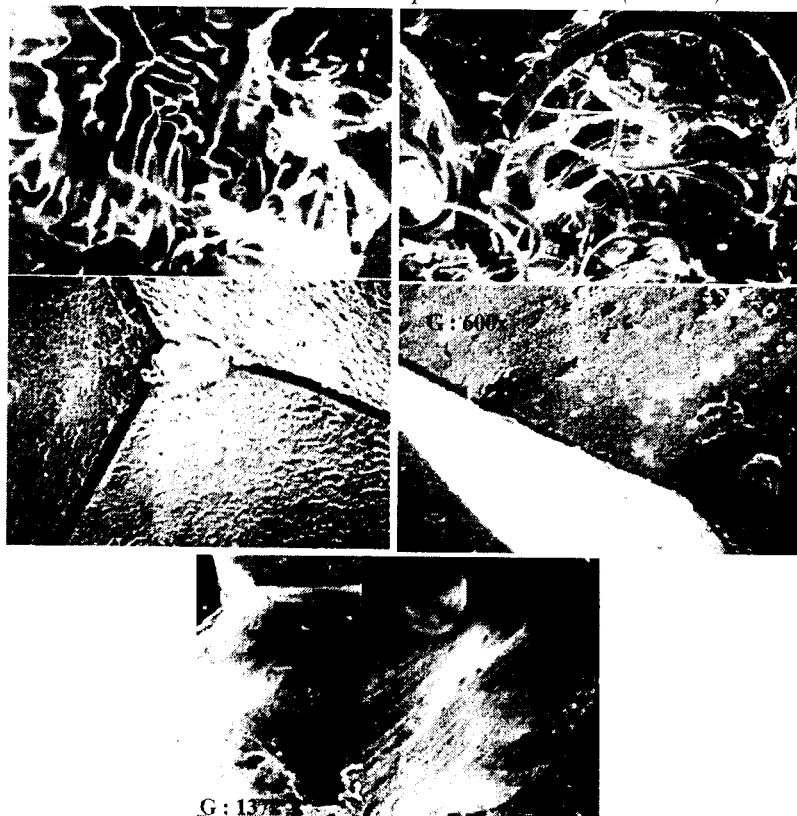


Figure 11.13 (1,2). *Faciès de rupture des échantillons massifs sollicités en traction.*

II.4.2. Essais de Relaxation

Les essais de traction ont permis de rendre compte des évolutions de contrainte et de déformation pour les deux formes géométriques de l'alliage en Cu-Zn-Al. Si les niveaux de contrainte sont susceptibles d'évoluer en fonction de la température d'essai, les niveaux de déformation sont, quant à eux très significatifs à travers le caractère réversible ou irréversible qu'ils peuvent montrer.

Dans le but d'établir l'un des deux caractères précités, nous avons mené des essais de relaxation à une température permettant de rendre compte de l'effet recherché.

Les essais ont été menés à une température de 100°C, à une déformation imposée de l'ordre de 10% de la déformation totale obtenue en traction au moyen de la machine WOLPERT-AMSLER ; la variation de contrainte en fonction du temps est enregistrée. Les résultats sont donnés par la figure II.14 (a,b).

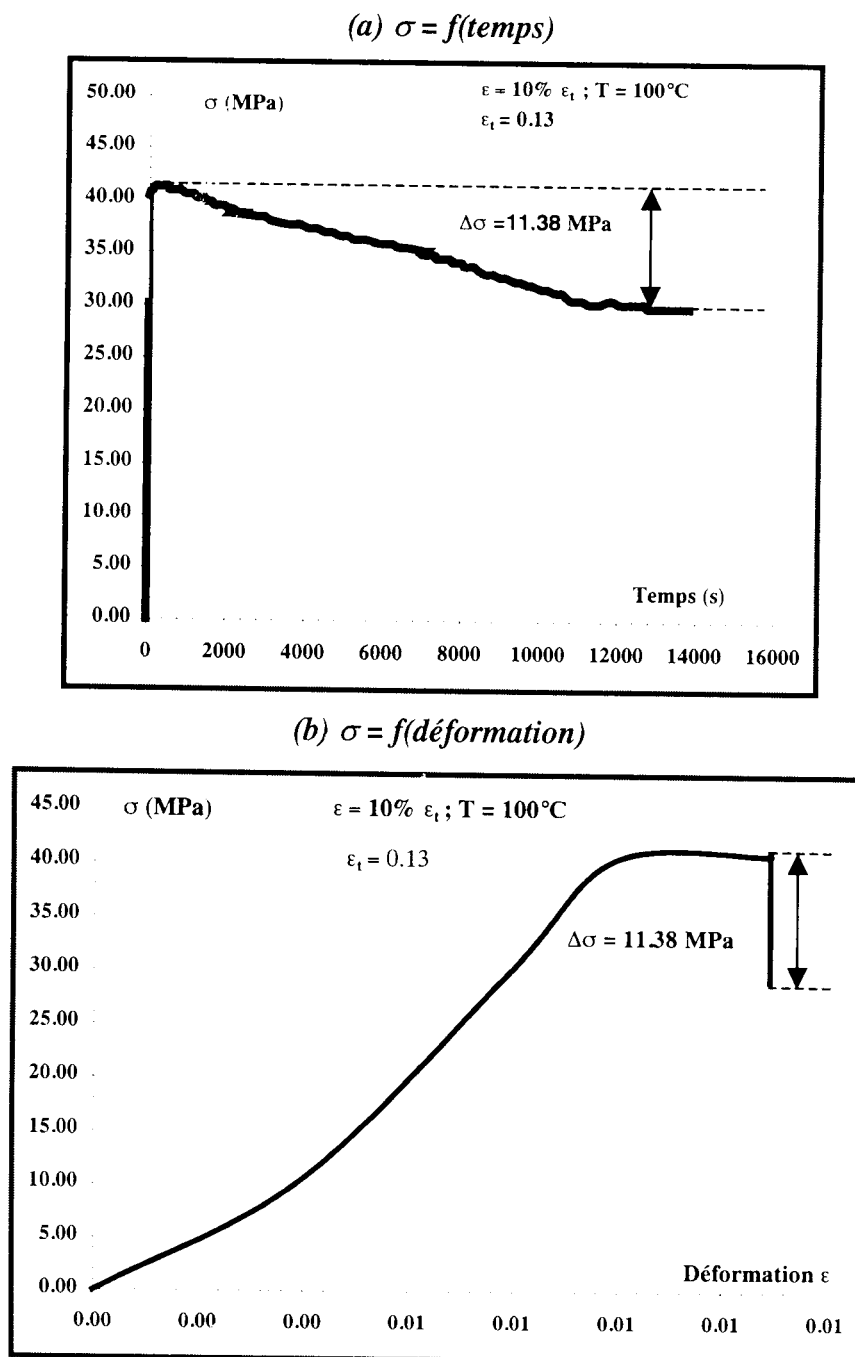


Figure II.14 (a,b). Courbes de relaxation obtenues (alliage en Cu-Zn-Al massif).

Ces essais ont permis de mettre en évidence la diminution de contrainte résultant du maintien d'une déformation constante ; ils peuvent caractériser la viscosité du matériau à la température où celle-ci se manifeste.

Ainsi chaque point de la courbe de relaxation $\sigma = f(\text{temps})$ donne la contrainte et la vitesse de déformation viscoplastique :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E} \quad [21]$$

Avec E le module d'Young déterminé par l'essai de traction.

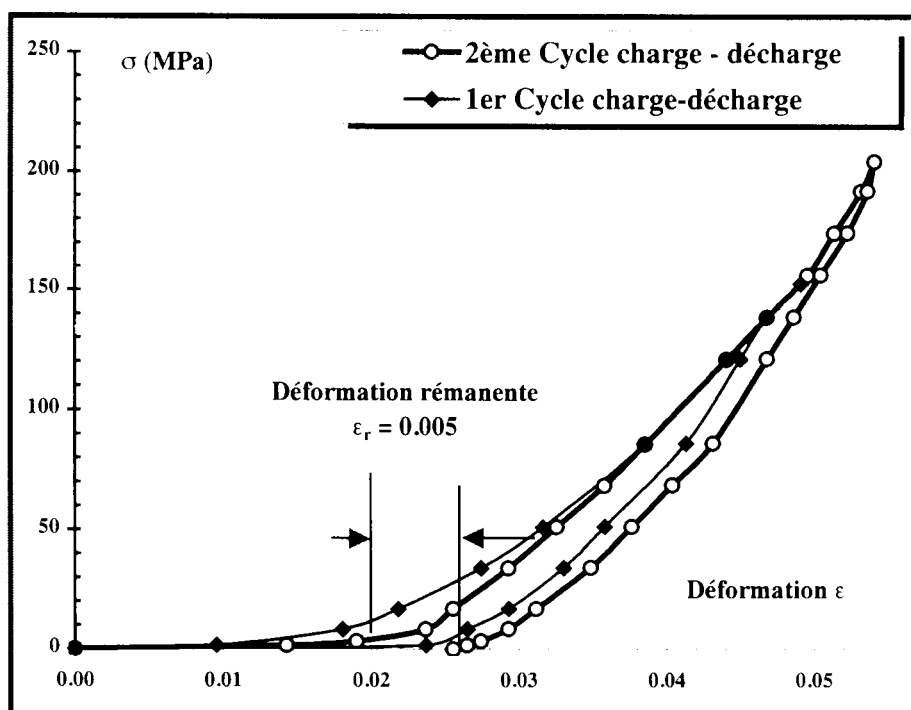
Cependant, ces essais n'ont pas été suffisants pour rendre compte du caractère réversible ou irréversible de la déformation (les phénomènes visqueux étant insignifiants), nous avons envisagé des essais spécifiques consistant en un cyclage en contrainte à la déformation imposée prise au dixième de la déformation totale obtenue en traction.

Il s'agit, lorsque la déformation imposée est atteinte, d'annuler la contrainte en déchargeant l'éprouvette de l'effort induit. Cette opération peut être reproduite à chaque cycle de charge et de décharge traduisant, en fait, le comportement thermomécanique de l'alliage considéré.

II.4.3. Cyclage en contrainte

Comme spécifié ci-dessus, nous avons mené pour l'alliage en Cu-Zn-Al deux séries de cyclage en contrainte à une déformation imposée prise à 10% de la déformation totale obtenue en traction (figure II.15 (a,b)).

(a) Cyclage à température ambiante



(b) Cyclage à haute température

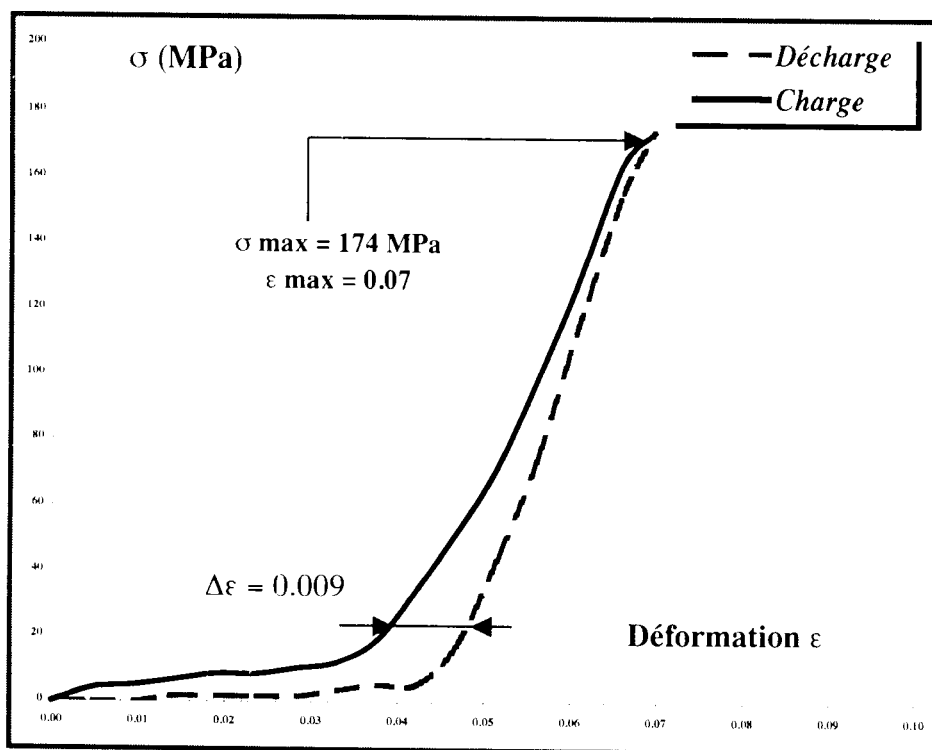


Figure II.15 (a,b). Courbes de cyclage en contrainte (Alliage en Cu-Zn-Al massif).

Ces essais nous amènent aux constats suivants :

À température ambiante, une déformation résiduelle est obtenue à la décharge ; elle serait due à la présence d'une variante de martensite réorientée (comme montré par la figure II.15). La présence de cette phase indique le caractère caoutchoutique de la transformation qui est l'une des caractéristiques essentielles, à basse température, de l'alliage à mémoire de forme étudié.

À haute température (100°C), l'effet précédent n'est plus retrouvé ; la déformation résultante des cycles de charge et décharge s'annule. Le matériau se distingue par l'effet thermoélastique de la transformation induite révélant son caractère thermoélastique.

II.4.4. Essais de fluage (*)

A travers ces essais, on cherche à déterminer l'influence des paramètres macroscopiques sur le fluage, notamment la température et la contrainte.

Cependant, il n'est pas facile de dissocier les effets de ces deux paramètres car tous les deux agissent sur la vitesse de fluage en modifiant la sous-structure (déplacement thermiquement activé des dislocations, cisaillement des joints de grains, diffusion des lacunes,...).

On tente le plus souvent, de séparer les deux effets en faisant varier la contrainte et/ou la température à microstructure constante. Les éprouvettes ont été usinées avec une forme géométrique adaptée au montage spécifique de la machine (figure II.16).

(*) Les essais ont été menés au moyen d'une machine ROELL AMSLER d'une capacité en charge de 50 KN, équipée d'un four thermostaté.

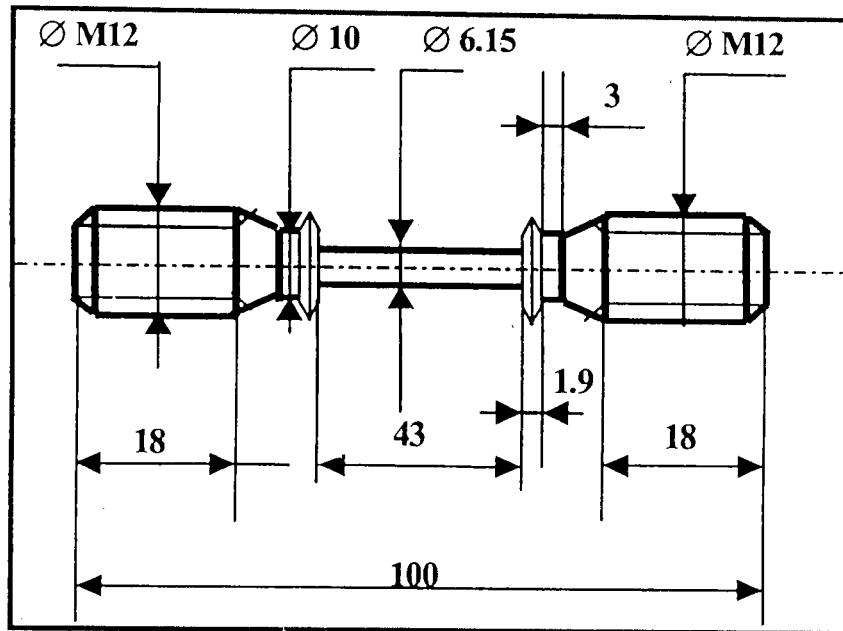


Figure II.16 Schéma de l'éprouvette utilisée en fluage.

Les essais ont été menés à 100 et 150°C à différentes valeurs de contrainte imposée ; la déformation est enregistrée en fonction du temps.

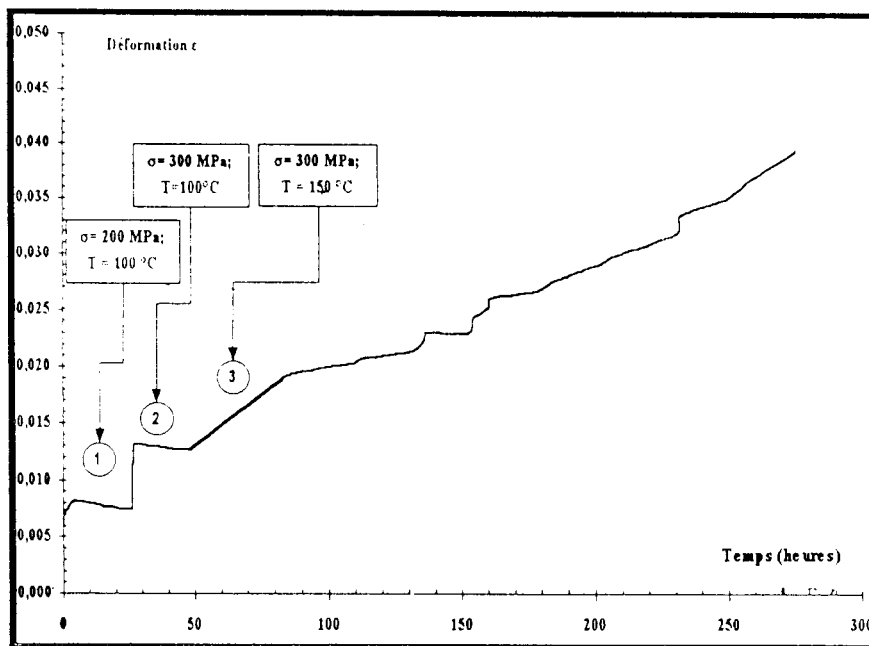


Figure II.17 Courbe de fluage obtenue avec sauts de contrainte et de température.

A la température de 100°C, on enregistre à partir de la mise en charge pour $\sigma = 200$ MPa (valeur correspondant à 30% de la contrainte de rupture en traction à la même température), une croissance relativement lente de la déformation dans un domaine s'étendant de 0.7% à 0.8% environ ; la vitesse de déformation chute progressivement.

A partir de 5 heures d'essai, la déformation chute progressivement ; au-delà de 20 heures d'essai, elle atteint une valeur de 0.7%. Ceci serait dû à la présence de la phase martensitique induite par contrainte. Elle serait liée au mouvement des interfaces entre les deux phases à structures atomiques différentes engendrant un durcissement de la matrice.

Après la mise en charge $\sigma = 300 \text{ MPa}$ (valeur correspondant à 48% de la contrainte de rupture en traction à la même température) ; au-delà de 26 heures et dans la phase martensitique précipitée, on peut remarquer la chute progressive de la déformation jusqu'à atteindre la valeur constante 1.3% à partir de 44 heures.

Après 48 heures d'essai, un saut de température (150°C) est opéré en maintenant la contrainte à 300 MPa. Après un temps de stabilisation de 2 heures, on a enregistré une croissance de la déformation, comme montré sur la figure II.17, jusqu'à la rupture.

Cette croissance serait due à la reprise de déplacement des dislocations engendré par l'activation thermique.

Le temps à rupture enregistré dès la mise en charge de l'éprouvette était d'environ 338 (heures) ; la déformation à rupture était de l'ordre de 3.9%.

On peut dire que la courbe II.17 met en évidence, pour les alliages à mémoire de forme, l'influence de la température sur la déformation obtenue à contrainte imposée montrant la réversibilité de la transformation austénite $\Leftrightarrow$ martensite dans le domaine de transition des phases dans les conditions de température et de la contrainte choisies.

Conclusions et Perspectives

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

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

- une première approche centrée sur les éléments structuraux découlant du mode d'élaboration (fusion) ainsi que les transformations de phase susceptibles d'être obtenues suite aux traitements thermiques adoptés (conditions de chauffage et de refroidissement),
- une approche dite «thermomécanique» centrée sur des essais de traction, de relaxation et de fluage dans des domaines de température caractéristiques des transformations de phase recherchées.

De part sa facilité de mise en œuvre, l'élaboration des alliages à mémoire de forme par fusion a été adoptée ; une attention particulière est prêtée aux types de traitements thermiques permettant de mettre en évidence la caractéristique principale de ces alliages (transformation martensitique). Cependant, ce mode d'élaboration n'a pas été sans conséquences sur la morphologie des grains ; en effet, leur grossissement incontrôlé nous a conduit à envisager une forme d'affinage par déformation plastique (laminage, tréfilage à chaud).

Nous avons opté pour le tréfilage à chaud ; la morphologie obtenue a laissé présager l'obtention des caractéristiques mécaniques acceptables.

La caractérisation structurale des alliages, élaborés par fusion, a porté essentiellement sur des observations au microscope optique et au microscope électronique à balayage, des mesures de microdureté et la détermination des points caractéristiques du type de transformation (martensite thermoélastique) pour des échantillons massifs considérés soit à l'état succédant à l'élaboration ou à l'état tréfilé.

Pour l'étude du comportement «thermomécanique», notre champ d'investigation concernait à la fois des essais de traction, des essais de relaxation aux températures où les phénomènes de viscosité sont susceptibles de se manifester et enfin des essais de fluage à différentes températures et/ou à différentes contraintes appliquées.

Les essais de traction menés selon des conditions appropriées (température et vitesse de déformation) ont permis, entre autres, la détermination du module de Young dont la valeur est comparable à celle donnée par G.Guenin et E.Patoor [1, 2].

Les essais de relaxation menés à déformation totale imposée ont permis de mettre en évidence la relative viscosité du matériau, aux températures où celle-ci se manifeste, à travers la diminution de contrainte obtenue.

Enfin, par des essais de fluage à contrainte et/ou à température imposées les courbes d'évolution de la déformation au cours du temps montrent l'influence des paramètres macroscopiques considérés sur la microstructure à travers les précipités dont l'identification, rappelons-le, n'a pas été faite, et des vitesses de déformation engendrées.

En effet, l'évolution des vitesses de fluage semble conditionnée par la diffusion des éléments d'alliage au début des essais et la croissance des précipités par la suite qui agissent sur la mobilité des dislocations (ralentissement ou augmentation de la vitesse de déformation).

Au terme de ce travail un certain nombre de perspectives restent ouvertes aussi bien pour les types de traitements thermiques envisagés que pour les types d'essais thermomécaniques à mener dans la gamme de température, tenant compte.

Ainsi, pour les essais de traction et de relaxation certains mécanismes microstructuraux intervenant dans le comportement du matériau (précipités, réarrangement des dislocations,...) nécessitent d'être approfondis par les apports, notamment, de la microscopie électronique en transmission.

Nous avons, au cours des essais, formulé des hypothèses qu'il convient d'infirmer ou de confirmer ; en effet, même si les données bibliographiques sont fiables il a été montré que la structure du matériau et ses caractéristiques mécaniques restent étroitement liées à son mode d'élaboration ; c'est donc un examen plus complet, du matériau, en microscopie électronique en transmission qui permettra de valider plus particulièrement les hypothèses émises.

Le champ d'investigation de la microscopie électronique en transmission pourrait être également élargi aux essais de fluage dans le but de clarifier le rôle des précipités sur les mécanismes régissant les vitesses de déformation.

Cette approche macroscopique pourrait être étendue à la modélisation, moyennant des lois de comportement appropriées, des effets induits par la nature des traitements thermiques et les types d'essais afin d'établir une prévision de durée de vie en sollicitations particulières (fatigue-fluage par exemple).

En conclusion, ce travail présente des intérêts scientifique et technologique dans la mesure où il a permis de mettre au point une approche systématique qui pourrait être étendue, sur le plan expérimental, à l'étude d'autres matériaux (binaires, quaternaires) présentant l'effet mémoire de forme.

Bibliographie

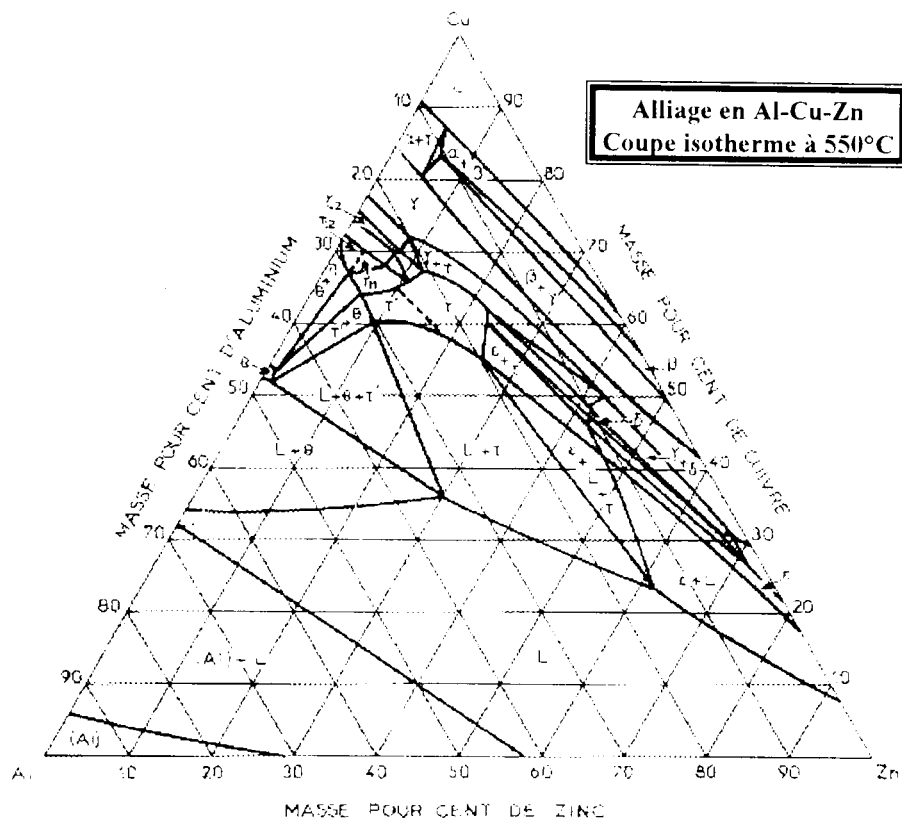
BIBLIOGRAPHIE

- [1] **G.GUENIN**. "Alliages à Mémoire de Forme", Techniques de l'Ingénieur, M530, 10-1986, pp. 1-11.
- [2] **E. PATOOR ; M. BERVEILLER**. "Technologie des Alliages à Mémoire de Forme", Hermès, 1994.
- [3] **D. E. HODGSON ; M. H. WU ; R. J. BIERMANN**. "Shape Memory Alloys", SMA-Inc. U.K. 1999.
- [4] **M. BOUABDALLAH**. Thèse de Doctorat d'Etat, ENP - Alger, 1999.
- [5] **L. BUFFARD**. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 1991.
- [6] **V. RECARTE ; O. A. LAMBRI ; R. B. PÉREZ SÀEZ ; M. L. NÒ ; J. SAN JUAN**. "Ordering Temperatures in Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys", Applied Physics Letter, 70 (26), 1997, pp. 3513-3515.
- [7] **D. MEYER**. Techniques de l'Ingénieur, ME2-M7830-1986, pp. 1-4.
- [8] **M. AKKOU ; M. BOUABDALLAH ; S. BOUKERSI ; S. HARMOUN**. "Etude des Transformations de Phase pendant le Vieillissement d'un Alliage Cu-Al-Ni", 2^{ème} Congrès International en Science et Génie des Matériaux (CIGM'2), Annaba, 13 - 14 Novembre 2001.
- [9] **D. SHI ; J. GUI ; S. S. TAN ; R. WANG**. "Effect of ageing in the Two Phase Region in a Cu-Zn-Al Shape Memory Alloy", Materials Science and Engineering, B56, (1998), pp.31-36.
- [10] **M. BENCHIHEUB ; S. BELKAHLA ; G. GUÉNIN**. "Etude de la Stabilisation sous Contrainte d'un Alliage Ternaire à Mémoire de Forme type Cu-Zn-Al". La Revue de Métallurgie - CIT/Science et Génie des Matériaux, Décembre 2000, pp. 1471-1479.
- [11] **Z.G. WEI**. "Transformation Relaxation and Ageing in a CuZnAl Shape Memory Alloy Studied by Modulated Differential Scanning Calorimetry", Metallurgical and Materials Transactions, Volume 29 A, November 1998, pp. 2697-2705.
- [12] **A. BELFAR ; S. CHEKROUD ; D. HAMANA**. "Etude des Alliages à Mémoire de Forme Cu-Al-Ni", Congrès International des Sciences et Génie des Matériaux (ICMSE'99), USTHB, 27-30 Novembre 1999.
- [13] **P. POUPEAU ; B. HOCHEID**. "Diagrammes d'Equilibre des Alliages Ternaires". Technique de l'Ingénieur, M76, 7-1978.
- [14] **R. B. PÉREZ SÀEZ ; J. SAN JUAN ; V. RECARTE ; M. L. NÒ ; G. CARUANA ; O. A. RUANO**. "Elaboración de aleaciones CuAlNi con efecto memoria de forma mediante pulvimetalurgia", Rev. Metal. Madrid, 34, 1998, pp. 329-332.
- [15] **A. CHRYSOCHOOS ; H. PHAM ; O. MAISONNEUVE**. "Une Analyse Expérimentale du Comportement Thermomécanique d'un Alliage à Mémoire de Forme de type Cu-Zn-Al", C.R. Acad. Sci. Paris, t. 316, Série II, pp. 1031-1036, 1993.
- [16] **A. ISALGUÉ ; H. TACHOIRE ; V. TORRA**. "Experimental Approach to the Diffusion Effects near Room Temperature in Cu-Zn-Al Shape Memory Alloys", High Temperatures – High Pressures, 1998, Volume 30, pp. 515-521.
- [17] **A. ISALGUÉ ; V. TORRA**. "Order Processes in Cu-Zn-Al Shape Memory Alloys : Quantitative Approach to Ms Values by Resistance Measurements", Journal of Thermal Analysis, Vol. 52 (1998), pp.773-780.

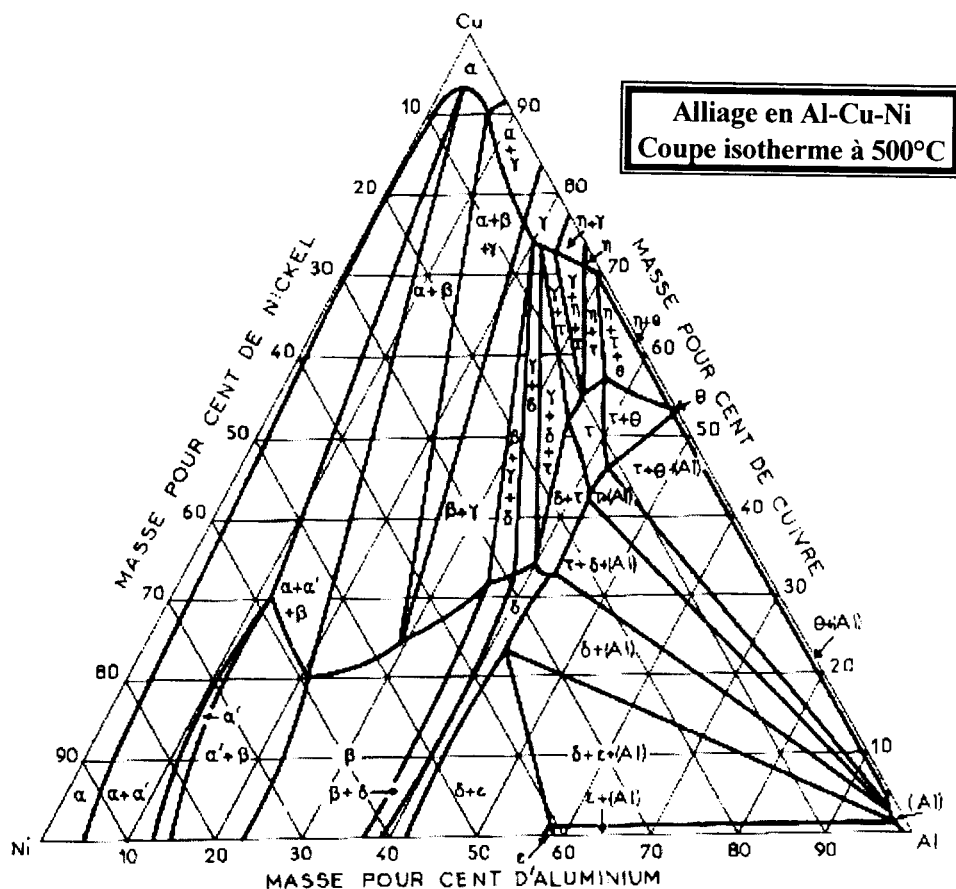
- [18] **M. FRANZ ; E. HORNBOGEN.** "Martensitic transformation of CuZnAl – Shape Memory Alloy Strengthened by hot rolling", *Materials Science and Engineering, A* 252 (1998), pp.157-165.
- [19] **X. BALANDRAUD ; E. ERNST ; E. SOOS.** "Phénomènes Rhéologiques dans les Alliages à Mémoire de Forme", *C.R. Acad. Sci. Paris, t.327, série II b*, pp.33-39, 1999.
- [20] **F. AUGERAU ; G. DESPAUX ; V. GIGOT ; S. LECLERCQ.** "An Ultrasonic Prospecting of Shape Memory Alloy Behavior under Thermal Charges", *Journal of Materials Science* 33 (1998), pp. 4079-4084.
- [21] **J. LEMAÎTRE ; J. L. CHABOCHE.** "Mécanique des Matériaux Solides", DUNOD 1985.
- [22] **K. NECIB ; P. REVEL ; G. BÉRANGER.** "Fluage à Haute Température d'un Revêtement en Acier Iroxydable Elaboré par Torche Plasma", 1^{er} Congrès Arabe de Mécanique (CAM'97), Damas, 01-03 Juin 1997.
- [23] **X. BALANDRAUD ; G. ZANZATTO.** "Microstructures Martensitiques et Transition BCC-9R dans les Alliages à Mémoire de Forme", 1^{er} Congrès Interdisciplinaire sur les Matériaux en France, Tours, 21-25 Oct. 2002.
- [24] **M. BOUABDALLAH ; G. CIZERON.** "Comportement des Transformations Thermoélastiques au cyclage en Dilatométrie", 1^{er} Congrès Interdisciplinaire sur les Matériaux en France, Tours, 21-25 Oct. 2002.
- [25] **F. LE MAÎTRE.** "Etude des Transformations de Phases en Refroidissement Continu dans les Cupro-Aluminiums", Thèse de Doctorat Es-Sciences Physiques, Université de Nantes, 1970.

Annexes

Annexe 1 : Diagrammes d'équilibre ternaires



b) Coupe isotherme à 500°C



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

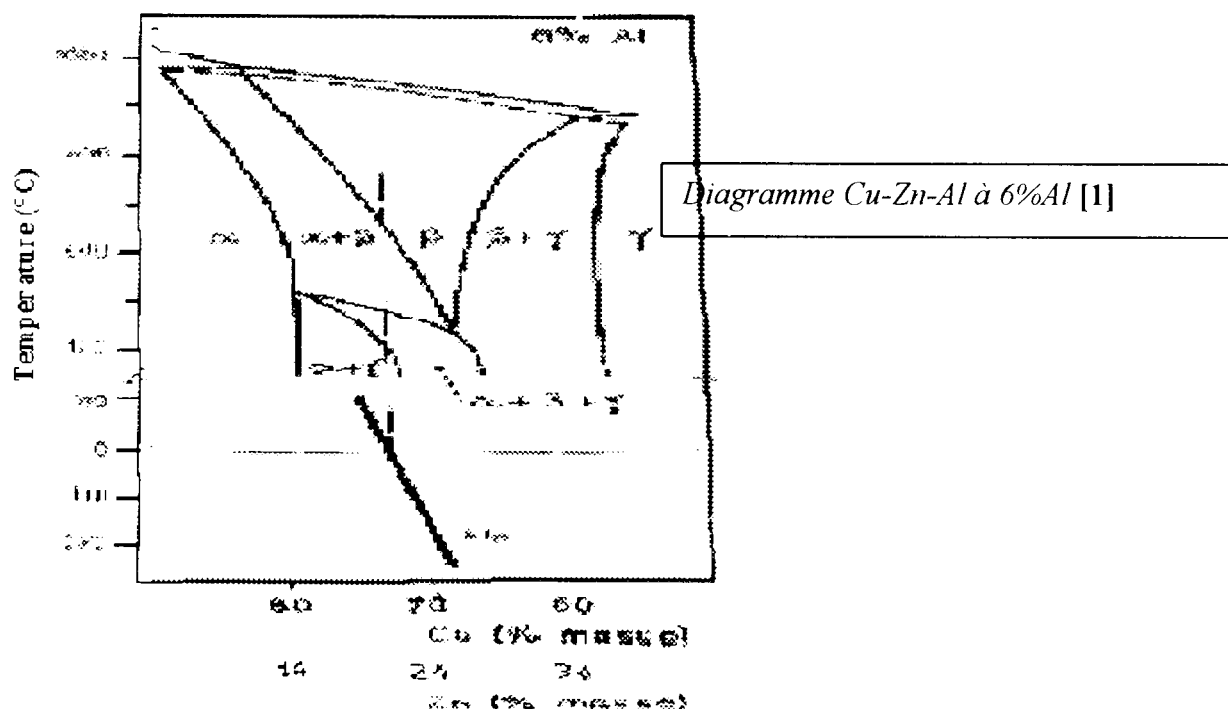
Annexe 2 : Compositions des alliages étudiés

Annexe 2 : Compositions des alliages étudiés

2.1. Alliage en Cu-Zn-Al

Le choix de la composition des alliages vérifiant la condition d'existence de la transformation martensitique à température ambiante nous a conduit à approcher les données bibliographiques, [1-2], par des relations analytiques établies du diagramme explicitant la nature des phases susceptibles de se produire compte tenu de la température de transformation martensitique M_s et des teneurs en éléments d'alliage.

Ainsi, pour un alliage en Cu - Zn - 6%Al, le point de début de transformation martensitique M_s peut être exprimé sous forme analytique ($M_s = f(\text{rapport massique Zn/Cu})$) moyennant le diagramme ci-après :



En prenant quelques points sur la droite de projection sur l'axe des teneurs en Cuivre et Zinc, on peut établir l'équation paramétrée d'une droite de forme :

$$y = -3275.5 \cdot x + 975.89$$

où :

y correspond au point de début de transformation martensitique M_s (°C)

et

x correspond au rapport massique Zn/Cu

* Pour un alliage de 74%Cu - 20% Zn - 6%Al (en masse), le rapport Zn/Cu est de :

$$x = \text{Zn/Cu} = 20/74 = 0.27$$

ce qui donne :

$$M_s \text{ (°C)} = -3275.5 \cdot (0.27) + 975.89 = 91.5^\circ\text{C} \quad (1)$$

2.2. Alliage en Cu-Al-Ni

Pour l'alliage en Cu-Al-Ni, nous avons considéré les données puisées dans E. PATOOR & M. BERVEILLER [2] ; une relation approximative est établie pour des teneurs (en % massiques) en cuivre, aluminium et nickel (4%).

En appliquant la même démarche adoptée pour l'alliage en Cu-Zn-Al, et en traçant la courbe donnant le point de début de transformation martensitique M_s (°C) en fonction du rapport massique (Al/Cu), on déduit l'équation d'une droite :

$$y = -10118 \cdot x + 1175.1$$

où :

y correspond au point de début de transformation martensitique M_s (°C)

et

x correspond au rapport massique Al/Cu

* Pour un alliage de 83%Cu – 4% Ni - 13%Al (en masse), le rapport Al/Cu est de :

$$x = \text{Al/Cu} = 13/83 = 0.156$$

ce qui donne :

M_s (°C) = - 10118*(0.156) + 1775.1 = 197°C	(2)
---	------------

Moyennant les relations (1) et (2), on peut fixer les teneurs en éléments d'alliage à la condition de satisfaire l'existence du point de début de transformation martensitique M_s .

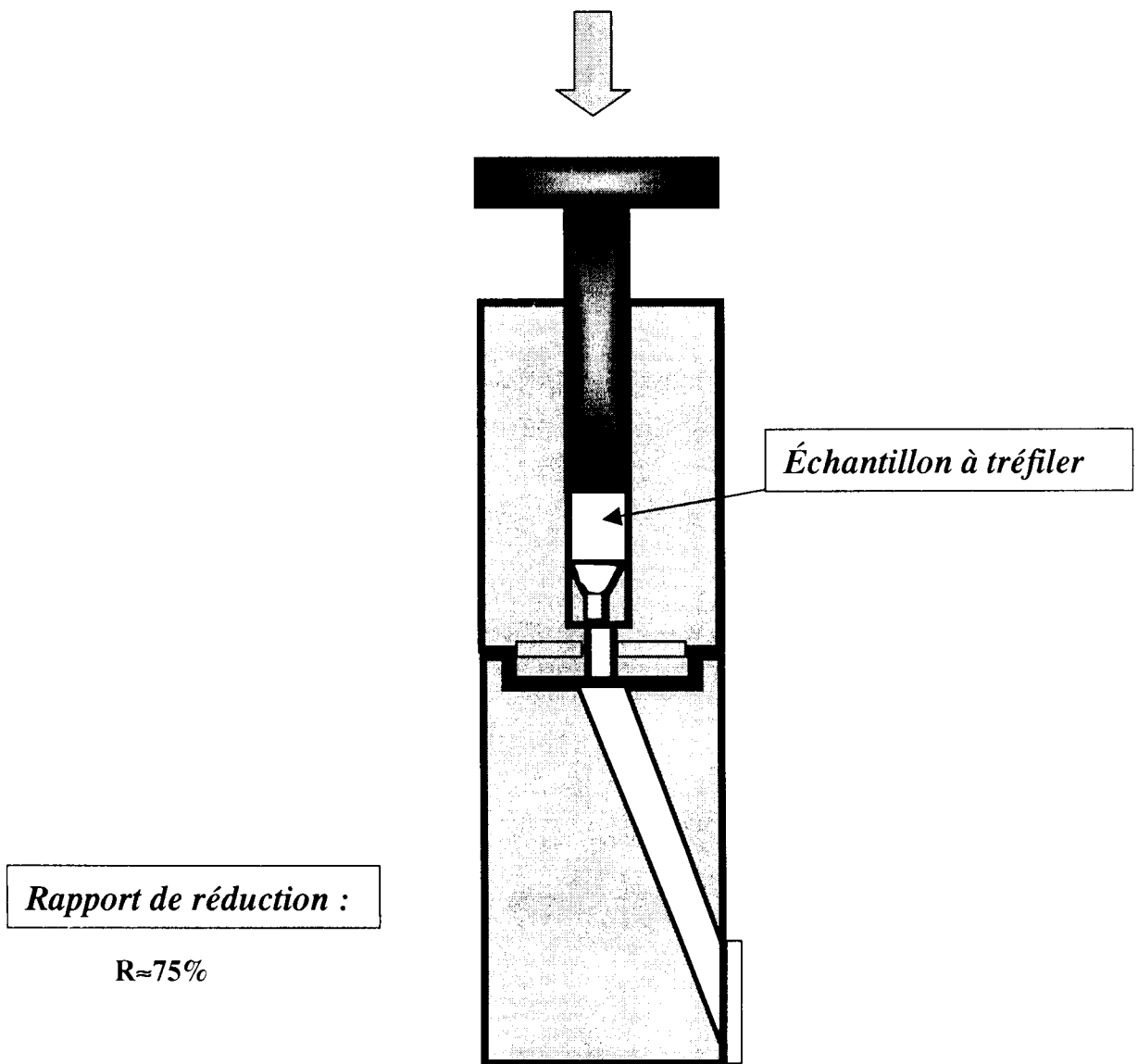
[1] G. GUENIN. "Alliages à Mémoire de Forme", Techniques de l'Ingénieur, M530, 10-1986, pp. 1-11.

[2] E. PATOOR ; M. BERVEILLER. "Technologie des Alliages à Mémoire de Forme", Hermès, 1994.

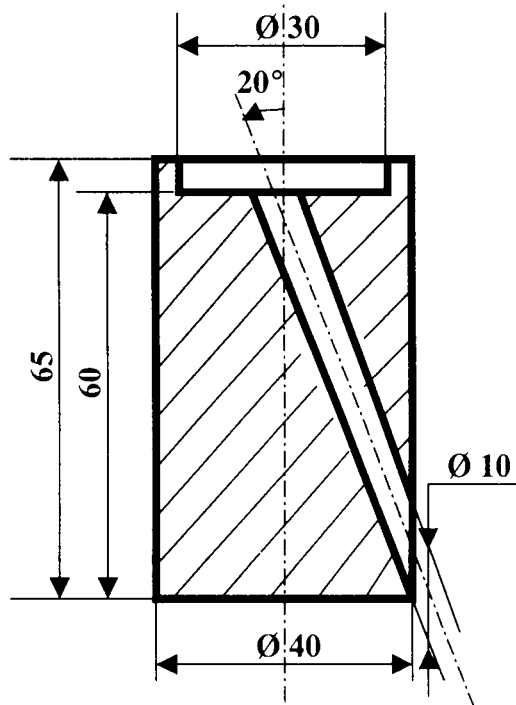
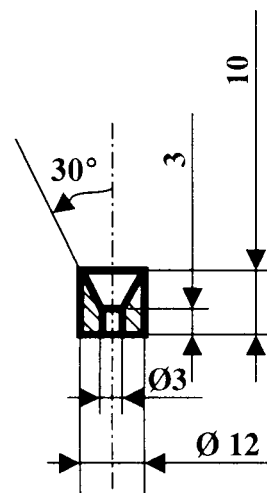
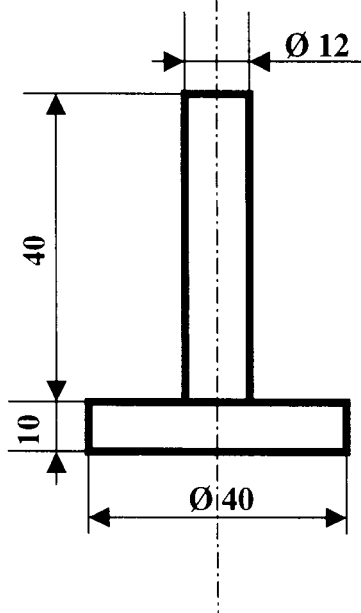
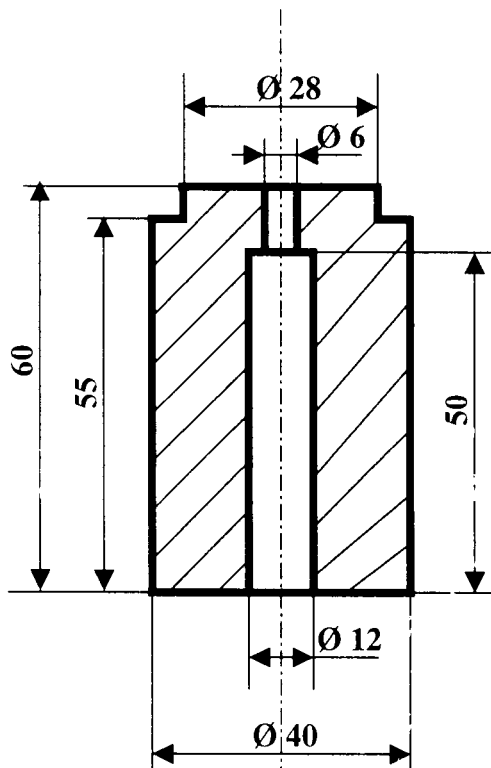
Annexe 3 : Montage de tréfilage

Dessin d'ensemble pour le montage de tréfilage:

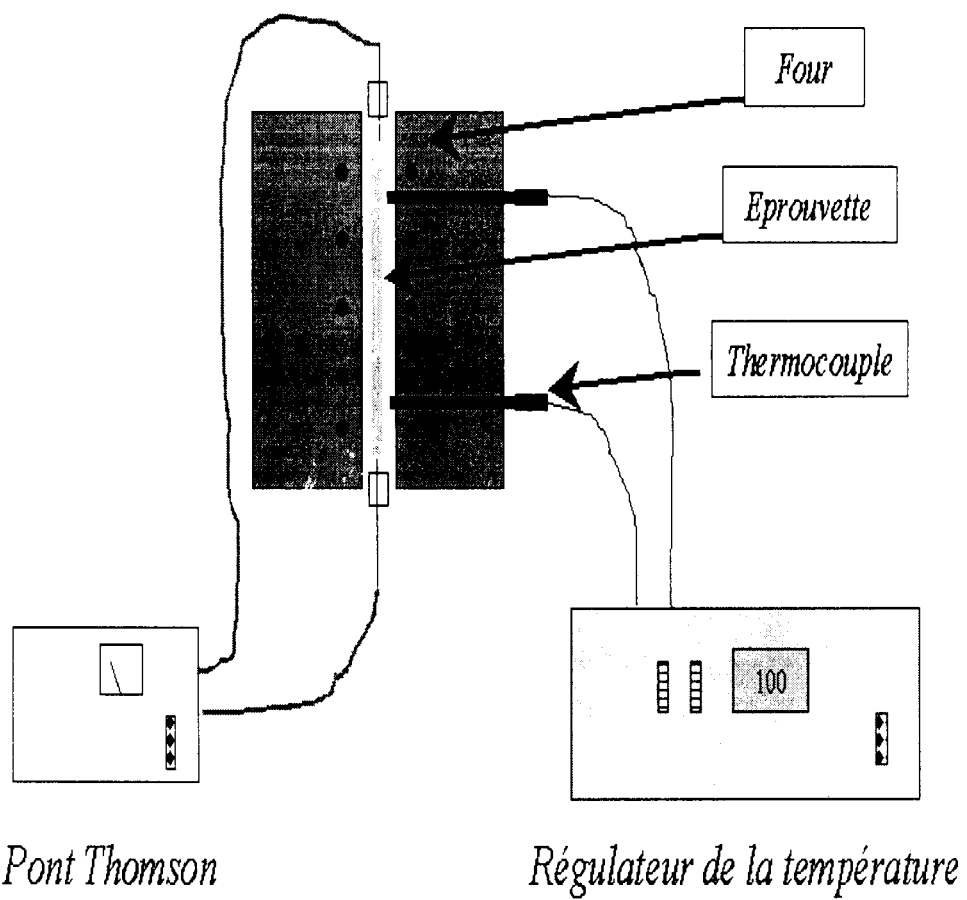
La contrainte appliqué pour Cu-Zn-Al : 17000 N/mm^2



Les pièces ont été usiner de l'acier 30CD12 ,
Trempees à $900-925^{\circ}\text{C}$ à l'huile et revenu à 525°C .

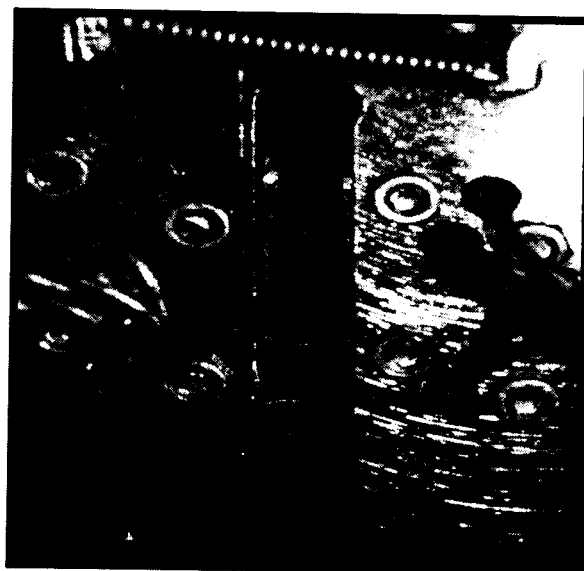


Annexe 4 : Schéma du banc de mesure de la résistance électrique



Banc de mesure de la résistance électrique

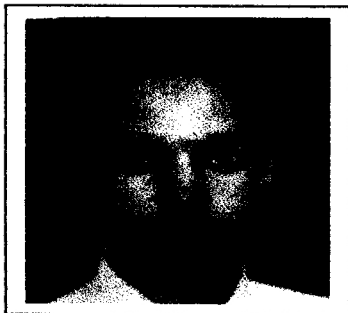
Annexe 5 : Dispositif d'essai de traction à chaud



L'éprouvette à l'intérieur du four



Machine de traction type Wolpert- Amsler équipée d'un four réglé (essai à 100°C)



Mr. SAIB Chérif

Né le 17 Mai 1972 à Magra (Wilaya de M'sila)

06-1990 : Baccalauréat Techniques Mathématiques
Lycée Technique de BARIKA - BATNA

07-1996 : Ingénieur d'Etat en Génie Mécanique –
Option Construction Mécanique ;
Université de BATNA

RÉSUMÉ

Le présent travail porte sur la Caractérisation des Alliages à Mémoire de Forme Ternaires de types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al élaborés par Fusion. Une attention particulière est prêtée aux transformations thermoélastiques susceptibles de se produire selon les teneurs en éléments d'alliage et les traitements thermiques adoptés. Dans ce cadre, des mesures de températures de transformation ont été menées en corrélation avec des mesures de micro dureté.

Un autre volet de la caractérisation a été considéré ; il port sur des essais mécaniques de Traction, de Relaxation et de Fluage menés selon des conditions appropriées.

Les principaux résultats montrent l'influence prépondérante de la teneur en oligo-éléments sur la transformation induite (martensite), les précipités (non identifiés) de type β et les niveaux de contraintes et/ou de déformation atteints.

Mots Clés : Alliages à Mémoire de Forme Ternaires – Caractérisation - Transformations Thermoélastiques – Martensite - Précipités – Relaxation - Fluage.

ABSTRACT

This work concerns the Characterization of Ternary Shape Memory Alloys of types Cu-Al-Ni ; Cu-Zn-Al worked out by fusion.

A detailed attention is lent to the Thermoelastic Transformations likely to occur according to the contents of alloy elements and heat treatments' adopted.

Within this framework, temperature measurements of transformation were carried out in correlation with measurements of micro hardness.

The principal results show the dominating influence of the trace element content on the induced transformation (martensitic one) and the Precipitates (not identified) of type β and the reached stresses – strains levels.

Key words : Ternary Shape Memory Alloys - Characterization – Thermoelastic Transformations – Martensit – Precipitates - Relaxation – Creep.

ملخص

إن الهدف من هذا البحث هو تصنيع مزيج ثلاثي من المواد ذات ذاكرة من نوع Cu-Zn-Al ; Cu-Al-Ni بالصهر ، ملاحظة دقيقة أعطيت للتحويلات الحرارية المرنة الممكن أن تحدث حسب كميات عناصر المزيج و المعالجات الحرارية المتبناة في هذا الإطار، تمييز بنوي قد انتهج من خلال قياس درجات الحرارة للتحويل المرتزقي مع قياسات للميكروصلادة. نوع آخر من التمييز أخذ في الاعتبار ، من خلال إختبارات ميكانيكية : إختبار المد، إجهاد دوري ، تشويه بطيء و الإسترخاء حسب شروط خاصة. للنتائج الأساسية تبين التأثير الفعال لكميات العناصر المضافة القليلة على التحويل المولد للمرتزيت ، و الترسيبات (غير معرفة) من نوع β على مستوى الإجهادات و التشوهات المتحصل عليها.

كلمات مفتاحية

مزيج ثلاثي من المواد ذات ذاكرة – تمهيز – التحويلات الحرارية المرنة المرتزيت – الترسيبات – تشويه بطيء – الإسترخاء.