Chapitre –IV–

RESULTATS ET DISCUSSIONS

Chapitre –IV–

RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV-1 INTRODUCTION

La transformation martensitique thermoélastique confère aux alliages à mémoire de forme des propriétés très remarquables. Chacune de ces propriétés donne une application particulière selon l'utilisation recherchée pour ces alliages. Dans ce travail, nous avons surtout étudié le comportement de l'alliage polycristallin CuZnAl à 4% d'Al à basse et haute température sous l'effet de contraintes. Ces deux comportements ont été déjà présentés dans la partie bibliographie et sont appelés respectivement effet pseudoélastique et superélastique.

Le but de ce travail est d'étudier nos alliages dans des conditions qui se rapprochent des conditions d'utilisations éventuelles et de mieux comprendre leurs comportements thermomécaniques. Cela permettra en particulier, de connaître l'influence du cyclage mécanique $0-\sigma-0$ (charge-décharge) sur la pseudoélasticité et la superélasticité soit à température constante soit à différentes températures.

Nous avons également étudié l'effet du cyclage thermomécanique dans un état prédéformé à haute température (effet superélastique) et à basse température (effet pseudoélastique). Dans tous ces cas cités, le mode de sollicitation choisi étant la flexion à quatre points.

IV-2 CARACTERISATION THERMIQUE

IV-2. 1 Points de transformation martensitique

Comme il a été cité auparavant, la transformation martensitique est la transformation de phase qui est à la base des applications des alliages à mémoire de forme. La transformation qui a lieu au refroidissement est dite «transformation directe». Au chauffage on parlera de «transformation inverse»: c'est le changement de la martensite en austénite.

Il est donc important de déterminer le domaine de température dans lequel a lieu la transformation martensitique pour les différents échantillons. Nous avons choisi de travailler sur deux types d'échantillons: un premier lot d'échantillon noté F (forme initiale fils) qui se transforme à basse température (la température de début de transformation martensitique au refroidissement M_s est en dessous de la température ambiante) et un deuxième lot noté T (forme initiale tôle) qui se transforme à haute température (M_s supérieure à l'ambiante).

La mesure de résistivité à quatre points est une méthode très puissante et fiable pour la détermination des points de transformation [1 à 6]. A cet effet, une un dispositif de mesure décrit au chapitre précédent a été développé au sein de notre laboratoire.

Le principe de la méthode, consiste à envoyer un courant constant de 1 A dans l'échantillon et de noter la variation de tension engendrée entre les extrémités de l'échantillon. La cellule de mesure est plongée dans un bain d'huile silicone, régulé en température qui permet un balayage de la température de part et d'autre des points de transformation. Le changement de structure observé lors de la transformation engendre une variation de résistance en fonction de la température qui peut être directement visualisée sur une table traçante.

Une courbe schématique de résistance-température est donnée sur la figure IV-1. les points de transformations sont déterminés par la méthode des tangentes. A cet effet, on trace des tangentes à la courbe, dont l'intersection nous permet de déterminer les températures caractéristiques de début et de fin de transformation.

Les courbes résistance-température obtenues pour les deux types d'échantillons utilisés sont représentées sur les figures IV-2 et IV-3.

On peut noter que, pour l'ensemble des échantillons de la série T, une bonne reproductibilité des courbes de variation de résistance est observée vis à vis des points de transformation et de l'hystérésis de la transformation. Par contre, quelques différences sont observées pour les échantillons de la série F notamment en ce qui concerne l'hystérésis. Ce manque de reproductibilité est probablement du au passé thermomécanique du lot. En effet, les échantillons de la série T qui sont des échantillons vierges, de tout traitement thermomécanique préalable, montrent une bonne reproductibilité tandis que les échantillons de la série F ont déjà subi des traitements thermomécaniques concernant une autre étude. Néanmoins, un cyclage thermique permet de montrer que les échantillons de la série F présentent une stabilité des points de transformation. On peut observer cela sur la courbe IV-4 où les courbes de résistance–température sont superposées pendant le cyclage avec les mêmes points de la transformation et la même hystérésis thermique.



Figure IV-1: Courbe schématique de la mesure de la résistance en fonction de la température.



Figure IV-2: *Courbe typique de résistance–température caractérisant la transformation martensitique pour la série F.*



Figure IV-3: *Courbe typique de résistance–température caractérisant la transformation martensitique pour la série T.*



Figure IV-4: Cyclage thermique en résistivité électrique (N = 5) pour un échantillon de la série F.

IV-3 GENERALITES SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DU CuZnAl

D'une manière générale l'application de la contrainte à haute ou basse température engendre une déformation macroscopique des échantillons. La différence réside essentiellement dans la martensite produite à «basse» température qui est une martensite «thermique» orientée sous l'effet de la contrainte tandis que la martensite produite à «haute» température est une martensite engendrée sous l'effet de la contrainte: l'application de la contrainte joue ici le même rôle que la variation de la température.

IV-3.1 Comportement superélastique

Par définition, l'effet superélastique est l'application d'une contrainte à une température supérieure à A_f (à l'état austénitique). Un cycle de charge–décharge (0- σ -0) effectué sur l'échantillon est nommé cycle superélastique. Nous rappelons ici la procédure expérimentale décrite au chapitre précédent.

L'appareillage utilisé est une machine de flexion à quatre points conçue spécialement pour des échantillons sous forme de rubans. L'application de la contrainte se fait par l'intermédiaire d'une molette graduée. On tournant la molette, une tige rigide transmet la force à l'échantillon qui se déforme. Un capteur de déplacement reposant sur une lame élastique est relié à une table traçante qui permet de relever directement la contrainte. Celle ci est calculée par des relations simples de résistance des matériaux (voir chapitre III). Ce mécanisme est plongé dans un bain d'huile silicone régulé en température qui permet de travailler à température fixe ou en effectuant un balayage en température (chauffage– refroidissement).

Une courbe schématique d'un cycle de charge–décharge à T_i supérieure à A_f est représentée sur la figure IV-5. L'application de la contrainte à l'état austénitique permet de provoquer en premier la déformation élastique de l'austénite (stade 1-2). A partir d'une valeur critique de la contrainte (σ_c), l'augmentation de la contrainte entraîne et favorise la croissance de certaines variantes de martensite favorablement orientées vis à vis de la contrainte appliquée. La transformation sous contrainte s'accompagne d'une importante déformation de l'échantillon (stade 2-3). Le relâchement de la contrainte conduit à une transformation inverse car les variantes de martensites induites sous contrainte ne sont plus stable. La martensite se retransforme en austénite avec un hystérésis en contrainte. Toutefois, si la déformation atteinte lors de la charge (déformation maximale) est très importante, on observe au retour l'apparition d'une déformation permanente nommée déformation résiduelle. L'allure des courbes σ - ε , représentant l'effet superélastique, obtenues par flexion à quatre points est similaire à celles obtenues en compression, traction ou torsion [7 à 10].



Figure IV-5: Représentation schématique d'un cycle superélastique σ - ε .

IV-3.2 Comportement pseudoélastique

Dans ce cas, l'application de la contrainte se fait à l'état martensitique ($T_i < Ms$). La courbe schématique d'un cycle charge–décharge pseudoélastique est représentée sur la figure IV-6.

L'échantillon est préalablement refroidit à la température de l'essai $T_i < M_f$. Dans cet état, les variantes de martensite sont réparties de manière aléatoire: il n'y a pas de changement de forme observé. L'application de la contrainte à cette température conduit à une réorientation des variantes dans le sens de la contrainte appliquée. Le déplacement des interfaces entre variantes conduit à une déformation macroscopique (stade 1-2). Au retrait de la contrainte la déformation présente une partie réversible par retour en arrière des interfaces et une partie résiduelle due à la stabilisation de la martensite orientée (stade 2-3). Ce retour de la partie réversible est supérieur à un retour purement élastique. Pratiquement, le cycle pseudoélastique observé est similaire à celui obtenu par d'autres modes de sollicitation [11, 12, 13].



Figure IV-6: Représentation schématique d'un cycle pseudoélastique σ - ε .

IV-3.3 Définition de quelques paramètres

Nous donnons ci-dessous les notation utilisées qui peuvent être communes aux deux essais superélastique et pseudoélastique. Nous définirons ainsi:

Contrainte maximale (σ_{max}) est la valeur de la contrainte qui correspond à la déformation maximale imposée lors d'un cycle mécanique contrainte-déformation.

Déformation maximale (ε_{max}) est la déformation maximale imposée lors d'un cycle mécanique charge–décharge.

Contrainte critique (σ_c) théoriquement c'est la contrainte à partir de laquelle la martensite est induite. Graphiquement elle correspond au point de changement de pente. Par convention c'est la contrainte obtenue quand la parallèle à la droite de déformation élastique décalée d'une déformation de 0,05% coupe la courbe σ - ϵ . Cette contrainte correspond à l'intersection entre la droite de chargement élastique de l'austénitique et la droite de la transformation austénite-martensite.

 $\blacktriangleright Déformation résiduelle (\epsilon_r) est la quantité de déformation obtenue après un cycle mécanique contrainte-déformation, autrement dit c'est une déformation non recouvrable.$

 \blacktriangleright **Déformation de transformation** (ε_{transf}) est liée directement à la transformation martensitique sous contrainte et correspond à la longueur du plateau de transformation. Elle est définie par la relation suivante:

$$\varepsilon_{\text{transf}} = \varepsilon_{\text{max}} - \varepsilon_{\text{c}}$$

 ε_c est la déformation correspondant à la contrainte critique.

Module de Young (E) est défini par la pente élastique de la droite contraintedéformation dans le domaine élastique de la phase étudiée.

IV-3.4 Exemples de résultas

Les figures IV-7 et IV-8 représentent respectivement les réponses des échantillons de la série T et F pour deux températures différentes et pour un taux de déformation maximale imposée voisin.



Figure IV-7: *Courbes* σ - ε *typiques pour un échantillon de la série T* ($\varepsilon_{max} = 1, 1\%$).



Figure IV-8: Courbes σ - ε typiques pour un échantillon de la série F.

IV-4 CARACTERISATION MECANIQUE PAR EFFET SUPERELASTIQUE

IV-4.1 Procédure de manipulation

IV-4.1.1 Les échantillons

L'effet superélastique est lié à la transformation martensitique induite par l'application de la contrainte à l'état austénitique. Nous avons préféré de travailler avec les échantillons de la série F, car les températures de transformation M_s et A_f sont relativement basses. Les caractéristiques des échantillons utilisés pour l'étude de l' effet superélastique sont reportées dans le tableau IV-1.

Echantillons	w (mm)	d (mm)	M _f (°C)	M _s (°C)	A _s (°C)	$A_f(^{\circ}C)$	H _T (°C)
F1	1,92	4,32	9	16	13	22	6
F2	1,49	4,27	9	16	15	19	5
F3	1,47	5,00	5	17	13	21	5
F4	1,49	4,97	9	15	13	22	5
F5	1,50	5,01	9	16	27	35	20
F6	1,46	5,01	9	12	27	35	20

Tableau IV-1: Carctéristiques des échantillons testés par effet superélastique.

w: épaisseur, d: largeur, H_T: hystérésis en température

IV-4.1.2 Domaine de températures des essais

Un des paramètres qui influe sur la réponse mécanique de l'alliage ternaire CuZnAl est la température d'essai T_i. Selon Besselink [14], l'effet superélastique ne peut être induit que dans un domaine de température compris entre A_f et M_d, telle que M_d = A_f + 50°C où M_d est la température à laquelle apparaît la déformation plastique de l'austénite. Malarria et al [15], montrent également que la température d'essai joue un rôle très important sur l'évolution du comportement mécanique du matériau lors du cyclage mécanique. En tenant compte de ces résultats et des températures de transformations des échantillons de la série F, nous avons limité notre étude à des températures d'essai comprises entre +40 °C et +90°C.

IV-4.1.3 Mise en place de l'échantillon

L'échantillon coincé entre les mors du dispositif de flexion à quatre points est plongé dans un bain d'huile silicone thermorégulé à la température de l'essai désirée. Le capteur de déplacement est mis à zéro lorsque la contrainte appliquée est nulle. Le capteur est relié à une table traçante sur la quelle est tracée en temps réel la déflexion de l'échantillon lorsqu'on le soumit à une contrainte. Nous pouvons ainsi réaliser un cycle de charge– décharge $(0-\sigma-0)$. La contrainte maximale atteinte correspond alors à la valeur maximale de la déformation ε_{max} imposée.

IV-4.2 Effet du taux de déformation sur le comportement superélastique

Sur la figure IV-9 sont représentées les variations des courbes σ - ϵ pour différents taux de déformation maximale imposée.

Les variations des différents paramètres que l'on déduira de ces courbes seront comparées à celles données dans la littérature. On s'intéressera particulièrement à la déformation de transformation ε_{tran} , la contrainte maximale σ_{max} et la contrainte critique σ_c . Nous pouvons ainsi voir sur la figure IV-10 la variation de la déformation de transformation en fonction de la déformation maximale. La déformation de transformation représente, comme cela a été défini plus haut, la longueur du plateau de transformation. Elle est liée à la quantité de martensite produite sous contrainte. Plus la déformation imposée est importante plus grande est la déformation de l'échantillon. C'est ce qui est bien observé sur la figure IV- 10. Il est clair par ailleurs, que la contrainte maximale est directement liée à la valeur de la déformation maximale: pour imposer des déformations de plus en plus importantes, il faut appliquer des contraintes de plus en plus élevées. Cette augmentation de la contrainte maximale avec la déformation imposée est bien illustre sur la figure IV-11



Figure IV-9: Evolution des courbes contrainte-déformation en fonction de la déformation maximale à $T_i = 45^{\circ}C$.



Figure IV-10: Evolution de la déformation de transformation en fonction de la déformation maximale imposée.



Figure IV-11: Evolution de la contrainte maximale en fonction de la déformation maximale imposée.

IV-4.3 Effet de la température sur le comportement superélastique

Nous allons nous intéresser à l'effet de la température sur le superélastique des échantillons pour une déformation maximale donnée. A cet effet, nous avons effectué deux séries de mesures pour les déformation maximales de 1,4% et 1,63%. les figures IV-12 et IV-13 représentent respectivement les variation de courbes σ - ϵ en fonction de la température d'essai pour les déformations 1,4% et 1,63%.

On peut observer sur ces courbes que la déformation élastique de l'austénite caractérisée par la pente à l'origine de la courbe et qui représente le module de Young de l'austénite, est pratiquement constante quelques soit la température d'essai. A partir d'un seuil σ_c , apparaît une déformation de transformation importante dont la pente augmente avec l'augmentation de la température d'essai. Cette déformation est due à la martensite produite sous contrainte (qui est l'équivalent de la martensite produite thermiquement).

La décharge se fait par un retour en arrière des variantes de martensite qui devient instable lors du retrait de la contrainte. Un cycle charge-décharge s'effectue avec un hystérésis en contrainte, néanmoins on observe que le cycle se referme sauf pour les hautes températures où l'on observe l'apparition d'une déformation résiduelle. Cette dernière serait due à la déformation plastique de l'austénite car la température d'essai est proche de la température limite M_d [16, 17, 18].

Cette déformation résiduelle apparaît à une température relativement plus basse quand la déformation maximale imposée est plus importante. Ceci est observé sur les courbes contrainte-déformation à différentes températures pour une déformation maximale $\varepsilon_{max} = 1,6\%$ (figure IV-13) où l'on observe l'apparition de la déformation résiduelle dès 80 °C alors qu'à 1,4% de ε_{max} elle n'apparaît que vers 85 °C (figure IV-12).

Les autres paramètres semblent varier de la même manière pour les deux valeurs de la déformation maximale retenues. On remarquera ainsi la croissance de la contrainte critique σ_c nécessaire à l'apparition de la déformation de transformation avec la température d'essai (figure IV-14). La contrainte maximale σ_{max} augmente également avec l'augmentation de la température d'essai (figure IV-15). L'ensembles de ces résultats concordent bien avec ceux obtenus dans des essais similaires: traction, torsion [7, 18, 19, 20].



Figure IV-12: Cycles superélastiques σ - ε à différentes températures d'essais pour max =1,4%.



Figure IV-13: Courbes superélastiques - à différentes températures d'essai pour $_{max} = 1,63\%$.

IV-4.3.1 Analyse des courbes contrainte–déformation à différentes températures

a) Effet de la température d'essai sur la contrainte critique

A partir des courbes superélastique σ - ϵ , obtenues expérimentalement à différentes températures, on a pu déterminer le diagramme d'état σ -T (figure IV-14). Or nous avons vu que la contrainte critique répond à une loi dite loi de Clausius-Clapeyron (chapitre II) et qu'elle augmente linéairement avec la température d'essai jusqu'à une valeur limite M_d à partir de laquelle la contrainte critique commence à décroître [6, 18, 20, 22]. Cette diminution de la contrainte correspond à la déformation plastique de la phase mère.

Dans notre travail, nous avons relevé la contrainte critique σ_c à chaque température d'essai en traçant conventionnellement une droite parallèle à la droite de déformation élastique de l'austénite. L'intersection avec la courbe σ - ϵ nous donne la valeur de la contrainte critique σ_c . La courbe obtenue est une droite dont la pente est proche de 4 MPa/°C. Ce résultat se rapproche de ceux trouvés dans la littérature pour d'autres modes de sollicitation tel que traction, torsion, ...[6, 11, 9,18, ...].

L'extrapolation de cette droite avec l'axe des abscisses (axe des températures) permet de déduire la température de début de transformation à contrainte nulle qui est dans notre cas de l'ordre de 16 °C. Ce résultat concorde bien avec les valeurs déterminées par les mesures de résistivité électrique à contrainte nulle c'est à dire quand la transformation a lieu thermiquement seulement.



Figure IV-14: Diagramme d'état contrainte critique-température.

b) Effet de la température d'essai sur la contrainte maximale

On peut remarquer à partir des courbes σ - ϵ obtenues à différentes températures, que la contrainte maximale appliquée au sein de l'échantillon CuZnAl augmente avec la température d'essai (figure IV-15) [16, 18, 20]. Plus la température est haute plus l'austénite est stable c'est pourquoi, pour une déformation maximale imposée donnée, la contrainte appliquée doit être plus importante, pour atteindre la déformation maximale imposée



Figure IV-15: Evolution de la contrainte maximale en fonction de la température d'essai.

c) Module de Young

Le module de Young E est la pente réelle des courbes σ - ϵ dans le domaine élastique de la phase mère, caractérisant l'état structural du matériau sollicité en mode de flexion à quatre points. Il est déterminé à partir des courbes σ - ϵ dans le domaine élastique de l'austénite. On peut observer sur la figure IV-16, qui représente l'évolution du module de Young en fonction de la température d'essai, que le module de Young est pratiquement constant quelque soit la température d'essai considérée.

Ceci est normal, puisque les températures choisies sont supérieures à A_f et concernent donc le domaine austénitique et par suite le module de Young déduit caractérisé cette phase.



FigureIV-16: *Evolution du module de Young E en fonction de la température d'essai.*

IV-4.4 Cyclage mécanique isotherme par effet superélastique

La mise en place de l'échantillon s'effectue de la même manière que précédemment. Pendant le cyclage mécanique isotherme, la température d'essai est maintenue constante et elle est supérieure à A_f pour l'ensemble des cycles σ - ϵ .

IV-4.4.1 Cyclage isotherme pour différentes déformations maximales données

Le cyclage mécanique isotherme consiste à effectuer des cycles successifs de charge-décharge à une température et une déformation maximale constantes. Pour étudier l'influence du niveau de la déformation maximale sur les courbes σ - ϵ lors d'un cyclage isotherme, nous avons choisi trois taux de déformation maximale différents 0,9%, 1,1% et 1,4% pour une même température d'essai (T_i = 45 °C). Nous effectuons dix cycles successifs de charge-décharge pour chaque taux de déformation. L'allure des courbes σ - ϵ en fonction du nombre de cycles est représentée sur les figures IV-17, IV-18 et IV-19.



Figure IV-17: *Cyclage isotherme en effet superélastique à* $T_i = 45^{\circ}C$ (0,9%).



Figure IV-18: *Cyclage isotherme en effet superélastique à* $T_i = 45^{\circ}C$ (1,1%).



Figure IV-19: *Cyclage isotherme en effet superélastique à* $T_i = 45^{\circ}C$ ($_{max} = 1,4\%$).

Les variations de la contrainte maximale et de la contrainte critique déduites des courbes σ - ϵ sont représentées respectivement sur les courbes IV-20 et IV-21. D'après les courbes obtenues, lors du cyclage isotherme, on peut noter que la contrainte maximale augmente très légèrement avec le nombre de cycles (figure IV-20). Par contre, on observe une nette décroissance de la contrainte critique (figure IV-21). Ces résultats sont similaires à ceux obtenus dans l'étude des alliages à mémoire de forme à base de cuivre [19, 21, 23, 24, 25] et dans des alliages à base de TiNi [19, 26].

On peut également remarquer l'augmentation de la déformation de transformation ε_{transf} (représentée par la longueur du palier lors de la charge) avec l'augmentation du taux de déformation maximale. Ceci est normal, car plus la déformation maximale augmente plus la quantité de martensite produite sous contrainte augmente engendrant une déformation macroscopique plus importante de l'échantillon.

On notera aussi que l'hystérésis en contrainte observé à la décharge décroît d'un côté en fonction du nombre de cycles et d'un autre côté avec la diminution du taux de déformation maximale imposée.

En outre, lors du cyclage mécanique isotherme, la pente de la courbe σ - ϵ dans le domaine élastique de l'austénite, pour les trois taux de déformation, reste pratiquement constante