

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DE LA
MAÎTRISE EN GÉNIE MÉCANIQUE

M.Ing

PAR
VINCENT DEMERS

ÉTUDE DE L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES
SUR LES PROPRIÉTÉS DES ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME
TI-50.0AT.%NI ET TI-50.7AT.%NI

MONTREAL, LE 15 DÉCEMBRE 2004

© Droits réservés de Vincent Demers

CE PROJET A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Vladimir Brailovski, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de Technologie Supérieure

M. Patrick Terriault, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de Technologie Supérieure

M. Philippe Bocher, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de Technologie Supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE PRÉSENTATION DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 15 DÉCEMBRE 2004

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

**ÉTUDE DE L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS
THERMOMÉCANIQUES SUR LES PROPRIÉTÉS DES
ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME TI-50.0AT.%NI ET TI-50.7AT.%NI**

Vincent Demers

SOMMAIRE

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont une catégorie de matériaux présentant des propriétés exceptionnelles telles que la reprise de forme et la capacité de générer une force suite à d'importantes déformations. Ainsi, les AMF sont utilisés dans les applications d'activation mécanique (effet mémoire de forme) et dans les dispositifs biomédicaux (effet superélastique). Les propriétés des AMF sont grandement influencées par les étapes finales de la fabrication soient, la mise en forme à froid et le traitement thermique. Ainsi, le traitement combiné de la mise en forme à froid et d'un traitement thermique offre la possibilité d'améliorer et d'optimiser les propriétés des AMF.

Des essais de caractérisation des propriétés thermiques et électriques (essais DSC et de résistivité électrique), mécaniques (essai de traction) et fonctionnelles (essais de déformation récupérable et de contrainte générée) ont été réalisés. Ces tests sont effectués sur des alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni utilisés respectivement pour leur effet mémoire de forme et l'effet superélastique en plus de proposer de meilleures propriétés fonctionnelles et en fatigue. Ces deux alliages sont sujets à trois niveaux de travail à froid par laminage suivis de huit traitements thermiques post déformation.

Pour les deux alliages, les essais thermiques démontrent que le taux de travail à froid diminue l'enthalpie de transformation seulement pour les basses températures de traitement thermique et présente une influence négligeable sur les températures de transformation de phase. Contrairement à l'alliage équiatomique (Ti-50.0at.%Ni), le traitement thermique post déformation influence fortement les températures de transformation pour l'alliage riche en nickel (Ti-50.7at.%Ni).

En ce qui à trait aux essais mécaniques, les sévères taux de travail à froid font en sorte que l'effet superélastique est observé même pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni. De plus, la contrainte critique et la limite d'écoulement diminuent fortement pendant le processus de relaxation / polygonisation du matériau et se stabilisent pour les températures de recristallisation. Un état faiblement écroui fait en sorte que les températures de

transformation austénitiques se décalent fortement (de l'ordre de 30°C) pendant l'essai mécanique.

La caractérisation des propriétés fonctionnelles montre que le taux de travail à froid influence les valeurs de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) seulement pour les basses températures de traitement thermique. De plus, ϵ_r^{\max} varie entre 6 et 9% en fonction du type d'alliage et du taux de travail à froid. La contrainte que peut générer un échantillon Ti-50.0at.%Ni est augmentée par le taux de travail à froid passant de 900 à 1100 MPa pour les faibles et sévères taux de travail à froid. Pour l'alliage équiatomique, la déformation initiale de l'échantillon permettant d'obtenir la contrainte générée maximale se situe entre 6 et 8.5% ce qui inclut la déformation maximale récupérable (6 à 7.5%). Par contre, la contrainte générée est plus importante après un LTMT sévère ($\sigma_{\text{gen}}^{\max, 0.30} < \sigma_{\text{gen}}^{\max, 0.88}$) tandis que les résultats de la déformation récupérable le sont après un faible LTMT ($\epsilon_r^{\max, 0.30} > \epsilon_r^{\max, 0.88}$).

Finalement, un algorithme basé sur la notion de désirabilité permet de définir un traitement thermomécanique optimisant les propriétés d'un AMF utilisé dans une application donnée.

**INFLUENCE OF THE THERMOMECHANICAL
TREATMENTS ON THE PROPERTIES OF THE
TI-50.0AT.%NI & TI-50.7AT.%NI SHAPE MEMORY ALLOYS**

Vincent Demers

ABSTRACT

Shape memory alloys (SMA) are a class of material presenting exceptional properties such as recovery strain and recovery stress. Thus, the SMA are used in the actuator applications (one-way shape memory effect: SME) and in the superelastic applications (SE devices in biomedical). The properties of the SMA are strongly influenced by the final steps of fabrication which are the cold working (LTMT: low-temperature thermomechanical treatment) as well as the heat treatment (PDA: post-deformation annealing). Thus, the combined treatment LTMT + PDA allows an improvement and an optimization of the SMA properties.

The thermal (DSC and electrical resistivity), mechanical (tensile test) and functional experiments (recovery strain and recovery stress) were performed on Ti-50.0at.%Ni and Ti-50.7at.%Ni shape memory alloys. These two alloys allow to obtain the SME and SE effects respectively as well as to present highest functional and fatigue properties. The alloys were subjected to three levels of cold rolling (LTMT $\epsilon = 0.30, 0.52$ and 0.88) followed by eight temperatures of post-deformation annealing (PDA = 200 to 700°C).

For the two alloys, the thermal experiments show that the cold work decrease the latent heat of transformation only for the low-PDA (200-300°C) and present a negligible influence for the temperature of phase transformation. Contrary to equiatomic alloy, the PDA strongly influences the temperatures of transformation of the Ni-rich alloy.

The mechanical tests showed that the superelastic behaviour was observed after the high-deformation strain (LTMT $\epsilon = 0.88$) even for the Ti-50.0at.%Ni alloy. Moreover, the critical stress and the yield stress decrease during the relaxation / polyгонization process and are stabilized after recrystallization. After the low-LTMT, the austenite temperature shifts up during the tensile test.

The level of cold work influences the values of the fully recoverable strain (ϵ_r^{\max}) only for the equiatomic alloy and after low-PDA temperatures. Moreover, ϵ_r^{\max} varies between 6 and 9% according to the alloy and the LTMT. These values were obtained in the PDA range of 300-500°C. The value of the maximum recoverable stress increases

with the LTMT (900 to 1100 MPa) and these results were obtained after PDA = 300-400°C. For the equiatomic alloy, the initial deformation allowing the maximum recoverable stress located between 6 and 8.5% (in the range of the fully recoverable strain: 6 to 7.5%). On the other hand, the recovery stress is more important after high-LTMT ($\sigma_{\text{gen}}^{\text{max}, 0.30} < \sigma_{\text{gen}}^{\text{max}, 0.88}$) while the results of recovery strain are higher after low-LTMT ($\varepsilon_r^{\text{max}, 0.30} > \varepsilon_r^{\text{max}, 0.88}$).

Finally, the desirability function and allow to obtain a optimal combined LTMT + PDA for a given application.

REMERCIEMENTS

En premier lieu, j'aimerais sincèrement remercier monsieur Vladimir Brailovski pour sa présence et l'encadrement constant qu'il m'a offert tout au long de ce projet. Merci d'avoir été le pilier qui m'a fait découvrir et aimer encore plus la recherche. Ce travail et tout ce qui entoure ce dernier n'auraient pas été le même sans ses remarques toujours constructives, son côté pragmatique et sa très grande discipline intellectuelle.

Je tiens également à remercier monsieur Patrick Terriault qui m'a donné de son temps. Son incroyable sens de l'organisation ainsi que son humour font en sorte d'unir les membres du laboratoire et de créer une surprenante inertie de travail. Je remercie tous mes collègues de travail Yannick, Philippe, François, François-Simon, Lena, Oliver et Édouard pour la si fantastique ambiance de travail qui règne au LAMSI et la précieuse aide que vous m'avez accordée. Votre présence devant un banc d'essai de traction, un feu de camp ou une bonne bière peut être qualifiée de tout simplement agréable.

Je veux aussi remercier tout le personnel de l'ÉTS qui a travaillé de près ou de loin à la réalisation de ce projet. Un merci particulier et sincère à Jean-Guy, Serge, Patrick, Michèle et Frédéric qui m'ont plus souvent qu'autrement, aidé à me déprendre. Un merci particulier à M. Prokoshkin, Andrey et Karina qui en plus de me faire découvrir une culture extraordinaire, m'ont proposé une vision de la recherche toute particulière.

Je voudrais aussi remercier mon amour et compagne de vie Isabelle pour ton soutien inconditionnel dans la réalisation de mes projets professionnels passés et à venir. Tes petites attentions au quotidien m'ont aidé à progresser dans les moments plus occupés.

À mes parents que je désire remercier pour leur continuel encouragement dans la vie faisant en sorte que ce petit gars turbulent devienne un grand gars passionné de science.

TABLES DES MATIÈRES

	Page
SOMMAIRE	i
ABSTRACT	iii
REMERCIEMENTS	v
TABLES DES MATIÈRES	vi
LISTE DES TABLEAUX	x
LISTE DES FIGURES	xii
LISTE DES ABRÉVIATIONS ET DES SIGLES	xxv
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME, REVUE DE LA LITTÉRATURE, CHOIX DES MATÉRIAUX ET TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES	3
1.1 Notions sur la transformation martensitique	3
1.1.1 Notions thermodynamiques fondamentales	6
1.1.2 Mécanismes de transformation de phase à l'état solide	8
1.1.3 Mécanismes de déformation	10
1.2 Présentation des propriétés fonctionnelles	14
1.2.1 Effet mémoire de forme simple sens	15
1.2.2 Effet superélastique	16
1.2.3 Génération de contrainte au chauffage	19
1.3 Facteur de la mise en forme influençant les propriétés fonctionnelles	22
1.3.1 Facteurs affectant les températures de transformation	22
1.3.2 Facteurs affectant les propriétés mécaniques	26
1.3.3 Facteurs affectant les propriétés fonctionnelles	30
1.4 Problématique et objectifs du projet	33
1.5 Choix des matériaux	34
1.6 Sélection de la température et des taux de déformation plastique lors de la mise en forme afin de modifier les propriétés des AMF	36

1.6.1	Traitements thermomécaniques à haute température	37
1.6.2	Traitements thermomécaniques à basse température	37
1.7	Sélection des traitements thermiques post déformation	39
1.7.1	Traitements thermiques et trempé	39
1.7.2	Vieillessement	41
1.8	Traitement thermomécanique combiné	44
CHAPITRE 2 CHOIX DES TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION ET PLANIFICATION DES EXPÉRIMENTATIONS.....		48
2.1	Calorimétrie différentielle à balayage	48
2.2	Essai de résistivité électrique.....	56
2.3	Essais de traction isothermes	61
2.4	Essais de déformation récupérable	67
2.5	Génération de contrainte au chauffage	72
CHAPITRE 3 RÉSULTATS DES ESSAIS DE CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE ET DE RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE		74
3.1	Résultats des expérimentations DSC pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni	74
3.1.1	Présentation des données brutes de l'essai DSC pour l'alliage Ti- 50.0at.%Ni.....	74
3.1.2	Influence du LTMT + PDA sur l'enthalpie de transformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni.....	78
3.1.3	Influence du LTMT + PDA sur les températures de transformation martensitique pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni.....	80
3.2	Résultats des expérimentations DSC pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni	85
3.2.1	Présentation des données brutes de l'essai DSC pour l'alliage Ti- 50.7at.%Ni.....	85
3.2.2	Influence du LTMT + PDA sur l'enthalpie de transformation pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni.....	88
3.2.3	Influence du LTMT + PDA sur les températures de transformation martensitique pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni.....	90
3.3	Résultats des essais sur la résistivité électrique sous contrainte nulle ($\sigma = 0$).....	94
3.4	Conclusions des essais de calorimétrie différentielle à balayage et de résistivité électrique.....	97

CHAPITRE 4 RÉSULTATS DES ESSAIS DE TRACTION ISOTHERMES	99
4.1 Évaluation de l'influence du chemin thermique menant à la température d'essai de traction	99
4.2 Présentation des données brutes des essais de traction sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni	104
4.3 Évolution des contraintes caractéristiques en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni	108
4.4 Évolution des contraintes caractéristiques en fonction de la température du LTMT + PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni	113
4.5 Conclusions des essais de traction isothermes	121
CHAPITRE 5 RÉSULTATS DES ESSAIS SUR LA DÉFORMATION RÉCUPÉRABLE	123
5.1 Présentation des données brutes sur la déformation récupérable	123
5.2 Évolution de la déformation maximale complètement récupérable pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni.....	124
5.3 Évolution de la déformation maximale complètement récupérable pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni.....	127
5.4 Conclusions des essais de déformation récupérable.....	130
CHAPITRE 6 RÉSULTATS DES ESSAIS SUR LA GÉNÉRATION DE CONTRAINTE AU CHAUFFAGE ET DE RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE SOUS CONTRAINTE	131
6.1 Validation du banc d'essai de génération de contrainte au chauffage et de résistivité électrique sous contrainte	131
6.1.1 Validation du banc d'essai de génération de contrainte au chauffage.....	131
6.1.2 Validation du banc d'essai de résistivité électrique sous contrainte	134
6.2 Présentation des données brutes sur la génération de contrainte sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni.....	137
6.3 Évolution de la contrainte générée en fonction de la déformation initiale	140
6.4 Évolution de la contrainte générée en fonction du PDA	141
6.5 Conclusions des essais de génération de contrainte au chauffage.....	144

CHAPITRE 7 DISCUSSION SUR L'OPTIMISATION DES CONDITIONS DE LA MISE EN FORME DES ALLIAGES TI-NI	146
7.1 Discussion sur les résultats de caractérisation.....	146
7.2 Optimisation des conditions de la mise en forme d'un AMF utilisant une fonction de désirabilité.....	149
CONCLUSION.....	165
RECOMMANDATIONS.....	170
ANNEXES	
1 : Étude de l'influence du taux de chauffage et du type de transformation de phase.....	171
2 : Choix des températures de balayage des essais DSC.....	174
3 : Évaluation de l'influence du chemin thermique	182
4 : Essais préliminaires de traction à température constante sur l'alliage Ti- 50.3at.%Ni.....	202
5 : Absence de l'effet superélastique.....	212
6 : Résultats bruts des essais de déformation récupérable au chauffage en flexion sur les alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni.....	221
7 : Validation du banc d'essai de génération de contrainte au chauffage (Ti- 50.3at.%Ni) et de la mesure de la résistivité électrique sous contrainte (Ti-50.22at.%Ni).....	228
BIBLIOGRAPHIE	238

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau I	Comparaison des propriétés des alliages à mémoire de forme [1;2].....34
Tableau II	Positions relatives des températures de transformation de phase par rapport à un échantillon de référence recuit (« ↑ » : augmentation; « ↓ » : diminution) [basé sur [2]]43
Tableau III	Température T_i pour les essais de déformation récupérable 71
Tableau IV	Méthodologie expérimentale des essais DSC 74
Tableau V	Méthodologie expérimentale des essais DSC85
Tableau VI	Comparaison des TRMT (°C) sous contrainte nulle obtenues par calorimétrie et résistivité électrique sur l'alliage Ti-50.22at.%Ni (a) PDA = 600-1h00 (b) PDA = 550-1h0096
Tableau VII	Températures de transformation de phase (°C) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni 101
Tableau VIII	Liste des principaux critères de performance en fonction de l'application visée 151
Tableau IX	Critères d'optimisation de l'étude de cas d'un actionneur mécanique utilisant les AMF 159
Tableau X	Exemple de calcul de la maximisation du potentiel de génération de contrainte 161
Tableau XI	Méthodologie expérimentale des séries #1 à #3, essais préliminaires sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni..... 175
Tableau XII	Conditions d'expérimentation de l'alliage Ti-50.3at.%Ni..... 190
Tableau XIII	Températures de transformation de phase (°C) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni 190
Tableau XIV	Spécifications du matériau utilisé pour les essais de traction203

Tableau XV	Températures de transformation de phase (°C) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni suite aux traitements thermiques post déformation (PDA).....	204
Tableau XVI	Validation des paramètres mécaniques ($T_d = 60^\circ\text{C}$)	207
Tableau XVII	Traitements thermiques et températures de déformation l'alliage Ti-50.3at.%Ni.....	214
Tableau XVIII	Températures de transformation de phase (°C) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni en fonction des traitements thermiques post déformation (PDA).....	215

LISTE DES FIGURES

		Page
Figure 1	Diagramme d'état de la transformation Austénite → Martensite [1].....	4
Figure 2	Schéma des paramètres fonctionnels conditionnant le comportement des AMF [2].....	5
Figure 3	Évolution de l'énergie libre de Gibbs en fonction de la température [3].....	7
Figure 4	Schématisation de la transformation de phase martensitique à l'échelle atomique [5].....	10
Figure 5	Représentation cristallographique d'un alliage Ti-Ni, mailles élémentaires de la transformation de phase B2→B19' (a) austénite B2 ; (b) maille de martensite orthorhombique B19 dans quatre mailles d'austénite B2 ; (c) martensite (orthorhombique) B19 ; (d) martensite (monoclinique) B19' [6].....	11
Figure 6	Schématisation de la transformation de phase martensitique à l'échelle microscopique [1].....	12
Figure 7	Représentation schématique de la formation d'une plaquette de martensite [3].....	13
Figure 8	Représentation de variantes auto-accommodantes [3] (a); distribution de plaquettes de martensite pour un alliage CuZnAl (b).....	14
Figure 9	Chargement thermomécanique permettant d'obtenir l'effet mémoire de forme simple sens [1].....	15
Figure 10	Chargement thermomécanique permettant d'obtenir l'effet superélastique [1].....	17
Figure 11	Représentation schématique de l'enveloppe fonctionnelle conditionnant l'effet superélastique [2].....	18
Figure 12	Essais de traction isothermes : (a) $T_d < M_f$; (b) $A_f < T_d < M_d$; (c) $T_d > M_d$ (basé sur des essais réalisés sur un fil Ti-50.3at.%Ni).....	19

Figure 13	Schéma du mécanisme de génération de contrainte au chauffage [7].....	20
Figure 14	Évolution de la contrainte générée pour un alliage TiNi : (a) en fonction de la déformation initiale ; (b) en fonction de la déformation et de la température de l'échantillon [10].....	22
Figure 15	Influence du travail à froid combiné au traitement thermique sur les températures de transformation (a) Ti-50.0at.%Ni [18], (b) Ti-50.8at.%Ni [19].....	23
Figure 16	Influence de la température de traitement thermique sur les températures de transformation pour l'alliage Ti-50.01at.%Ni (équiatomique) et l'alliage Ti-50.85at.%Ni (riche en nickel) : basé sur [20;21].....	24
Figure 17	Influence du temps de vieillissement sur la température A_f pour l'alliage Ti-50.8at.%Ni [22].....	24
Figure 18	Évolution des températures de transformation en fonction du nombre de cycles thermiques pour un alliage Ti-49.8at.%Ni [32].....	25
Figure 19	Comportement de la transformation de phase suite à une déformation de 0 à 20% (a) au chauffage, (b) au refroidissement pour un alliage Ti-50.2at.%Ni [33].....	26
Figure 20	Essais de traction réalisés sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite au travail à froid de 15 à 35% [2].....	27
Figure 21	Influence du traitement thermique sur la contrainte critique (a) alliage Ti-50.0at.%Ni, (b) alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un taux de travail à froid d'approximativement 30% [36].....	27
Figure 22	Évolution de l'allure des courbes de traction en fonction de la température d'essai (a) alliage Ti-51.0at.%Ni, (b) Ti-50.0at.%Ni, (c) évolution des contraintes critiques [38].....	28
Figure 23	Influence de la composition chimique sur l'évolution de la contrainte critique en fonction de la température d'essai [2].....	29
Figure 24	Effet du cyclage mécanique sur les propriétés mécaniques des alliages superélastiques (a) diminution de la contrainte critique et (b) augmentation de la déformation permanente de l'alliage Ti-50.5at.%Ni, (c) augmentation du coefficient d'écrouissage de l'alliage Ti-50.8at.%Ni [39;41].....	30

Figure 25	Évolution de la contrainte générée de l'alliage Ni-46.3at.%Ti-9at.%Nb (a) [42] et de la déformation récupérable de l'alliage Ti-10-2-3 (b) [46] en fonction de la déformation initiale31	31
Figure 26	Contrainte générée et déformation résiduelle en fonction de la teneur en nickel d'un alliage Ti-Ni [2].....31	31
Figure 27	Évolution de la contrainte générée en fonction du nombre de cycle thermique [45]32	32
Figure 28	Températures de transformation de phase de l'alliage Ti-Ni en fonction de la teneur en nickel (recuit à 800°C puis trempé à l'eau) [2].....35	35
Figure 29	Schéma des principales étapes de fabrication des échantillons en AMF36	36
Figure 30	Représentation schématique de la précipitation (a) fine, (b) grossière [51].....42	42
Figure 31	Représentation schématique de l'interrelation entre les paramètres : (a) température de recuit / taille des grains / travail à froid, (b) température de recuit / travail à froid, (c) taille des grains / travail à froid, (d) taille des grains / température de recuit [53]44	44
Figure 32	Schéma des conditions de la mise en forme des deux alliages étudiés47	47
Figure 33	Courbe typique d'un essai DSC, (a) sans phase R; (b) avec phase R49	49
Figure 34	Appareil de calorimétrie différentielle à balayage51	51
Figure 35	Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) balayage #1 [-65 à 450°C]; (b) balayage #2 [-65 à 580°C] : choix de la limite supérieure de balayage55	55
Figure 36	Ti-Ni quasi-équiatomique ($\epsilon_{\text{froid}} = 40\%$), courbes types d'un essai de résistivité électrique sous contrainte nulle: (a) transformation à un stade; (b) transformation à deux stades [59]57	57
Figure 37	Schéma du banc d'essai et du branchement du système de mesure de la résistivité électrique57	57

Figure 38	Banc d'essai pour la mesure de la résistivité électrique.....	58
Figure 39	Schématisation de deux essais de traction (a) domaine martensitique : comportement mémoire de forme (b) domaine austénitique : comportement superélastique	61
Figure 40	Schéma de courbes typiques de traction (a) déformé à 4% (b) déformé à la rupture	63
Figure 41	Sections des échantillons Ti-50.0at.%Ni utilisés pour les essais de traction (a) LTMT $e = 0.30$; (b) LTMT $e = 0.88$	65
Figure 42	Banc d'essai utilisé pour les tests de traction isothermes	66
Figure 43	Séquence de chargement thermomécanique d'un essai de traction isotherme	67
Figure 44	Courbes typiques de DSC (a) Ti-50.0at.%Ni et (b) Ti-50.7at.%Ni suite à un recuit à 350°C	67
Figure 45	Représentation schématique de la séquence thermomécanique d'un essai de déformation récupérable en flexion.....	68
Figure 46	Représentation schématique de l'expérimentation de la déformation récupérable (ϵ_r) : (a) déformation de l'échantillon à M_s ou T_R , (b) récupération de la forme suite au chauffage au-dessus de A_f	69
Figure 47 :	Séquence de chargement thermomécanique d'un essai de génération de contrainte au chauffage.....	72
Figure 48	Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.52$, (c) LTMT $e = 0.88$	75
Figure 49	Comparaison d'un essai DSC et de résistivité électrique sur un échantillon Ti-50.0at.%Ni (LTMT, $e = 0.30 + PDA = 700^\circ\text{C}$)	77
Figure 50	Influence du recuit post déformation sur la chaleur latente de transformation suite aux LTMT (a) $e = 0.30$, (b) $e = 0.52$, (c) $e = 0.88$ pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni	78
Figure 51	Influence du LTMT sur la chaleur latente de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) au chauffage, (b) au refroidissement.....	80

Figure 52	Évolution des températures de transformation en fonction de la température de PDA suite aux LTMT $e = 0.30, 0.52$ et 0.88 pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni.....	81
Figure 53	Évolution des pics de température en fonction de la température de PDA suite aux LTMT (a) $e = 0.30$, (b) $e = 0.52$, (c) $e = 0.88$ pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni	82
Figure 54	Évolution de l'étalement de la transformation (ΔT^{f-s}) (a) au chauffage, (b) au refroidissement en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni	83
Figure 55	Influence du LTMT sur les températures de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni	84
Figure 56	Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.7at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.56$, (c) LTMT $e = 0.77$	86
Figure 57	Influence du recuit post déformation sur la chaleur latente de transformation suite aux LTMT (a) $e = 0.30$, (b) $e = 0.52$, (c) $e = 0.88$ pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni	88
Figure 58	Influence du LTMT sur la chaleur latente de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni (a) au chauffage, (b) au refroidissement.....	89
Figure 59	Évolution des températures de transformation en fonction de la température de PDA suite aux LTMT $e = 0.30, 0.56$ et 0.77 pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni.....	90
Figure 60	Évolution des températures aux pics en fonction de la température de PDA suite aux LTMT (a) $e = 0.30$, (b) $e = 0.56$, (c) $e = 0.77$ pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni.....	91
Figure 61	Évolution de l'étalement de la transformation (ΔT^{f-s}) (a) au chauffage, (b) au refroidissement en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni	93
Figure 62	Influence du LTMT sur les températures de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni	94
Figure 63	Résistivité électrique sous contrainte nulle de l'alliage Ti-50.22at.%Ni: (a) PDA = 600°C , 1h00 (b) PDA = 550°C , 1h00	95

Figure 64	Schéma DSC représentant (a) l'état de phase suite à la trempe, (b) les deux chemins thermiques menant à un essai de traction à 40°C	100
Figure 65	Essais de traction isothermes (a) et évolution de la contrainte critique pour différentes conditions initiales (b)	102
Figure 66	Essais de traction et représentation des états initiaux de l'alliage Ti-50.3at.%Ni pour la trempe à l'eau glacée avec et sans chauffage	103
Figure 67	Essais de traction sur les alliages Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$ (a-h) 200-700°C, déformé à 4% et déformé à la rupture	105
Figure 68	Essais de traction sur les alliages Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.88$ (a-h) 200-700°C, déformé à 4% et déformé à la rupture	106
Figure 69	Essais DSC sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni pour des échantillons déformés à 4% et non-déformés en fonction de la température de déformation (T_d) (a) PDA = 450°C, (b) PDA = 550°C	107
Figure 70	Évolution de la contrainte critique (σ_{cr}) et de la limite d'écoulement (σ_y) en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, suite à un LTMT $e = 0.30$: (a) PDA = 200-300°C, (b) PDA = 350-450°C, (c) PDA = 500 et 700°C; suite à un LTMT $e = 0.88$: (c) PDA = 200-350°C, (d) PDA = 400-450°C, (e) PDA = 500 et 700°C	109
Figure 71	Évolution de la plage thermique (M_s et M_d) en fonction de la zone de températures de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni	110
Figure 72	Évolution de la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	111
Figure 73	Évolution du module de Young (E) en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	112
Figure 74	Validation des contraintes critiques de l'alliage Ti-50.0at.%Ni pour une température de déformation de 20°C [2]	113
Figure 75	Évolution de la contrainte critique (σ_{cr}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	114

Figure 76	Évolution de la limite d'écoulement (σ_y) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	116
Figure 77	Évolution de la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	118
Figure 78	Évolution du coefficient d'érouissage (K) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	119
Figure 79	Évolution du plateau de déformation maximum (ϵ_{pl}^{max}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	120
Figure 80	Évolution de la déformation résiduelle normalisée (ϵ_r^{norm}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	121
Figure 81	Courbes typiques de résultats bruts de déformation récupérable au chauffage (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$; $T_i =$ près de M_s (les flèches indiquent l'apparition d'une déformation non récupérable : ϵ_r^{max})	124
Figure 82	Déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{max}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.52$, (c) LTMT $e = 0.88$	125
Figure 83	Déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{max}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.52$, (c) LTMT $e = 0.88$	128
Figure 84	Déformation récupérable maximale en fonction du taux de travail à froid (LTMT) (a) alliage Ti-50.0at.%Ni (b) alliage Ti-50.7at.%Ni; T_i près de M_s	129
Figure 85	Essais de traction isothermes : chargement et déchargement à (a) $\epsilon_i = 4\%$ et (b) rupture de l'alliage Ti-50.3at.%Ni après un PDA = 550°C	132

Figure 86	Évolution de la contrainte générée (σ_{gen}) lors d'un balayage en température ainsi que la contrainte critique (σ_{cr}) la limite d'écoulement (σ_y) et la contrainte ultime (σ_{UTS}) obtenues à partir d'essais de traction isothermes pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C).....	133
Figure 87	Représentation schématique de différentes courbes de résistivité électrique en fonction de la température pour l'alliage Ti-Ni : (a) résistivité sous contrainte nulle, présence de la phase R; (b) résistivité sous contrainte, présence de la phase R; (c) résistivité sous contrainte, sans présence de la phase R (basé sur [20;59;66])	135
Figure 88	Évolution de la contrainte générée (échelle de gauche) et de la résistivité électrique (échelle de droite) de l'alliage Ti-50.22at.%Ni (PDA = 550°C) en fonction de la température (chauffage et refroidissement) : (a-f) 2, 4, 7, 9, 10 et 11%	136
Figure 89	Contrainte générée au chauffage en fonction de la température de balayage pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$: (a) PDA = 200°C, (b) 250°C, (c) 300°C, (d) 350°C	138
Figure 90	Contrainte générée au chauffage en fonction de la température de balayage pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.88$: (a) PDA = 300°C, (b) 350°C, (c) 400°C, (d) 450°C	139
Figure 91	Évolution de la contrainte générée au chauffage en fonction de la déformation initiale pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	141
Figure 92	Évolution de la contrainte générée (σ_{gen}) et de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{max}) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$, (c) température de génération de contrainte (A_f^σ) suite aux LTMT $e = 0.30$ et 0.88	142
Figure 93	Évolution des contraintes (noir), déformations (rouge) et températures (bleu) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	147
Figure 94	Schéma simplifié de l'optimisation d'un AMF.....	150

Figure 95	Représentation schématique de la fonction de désirabilité (I) critère à minimiser, (II) critère à maximiser, (III) critère le plus près possible de la cible	154
Figure 96	Schéma des étapes nécessaires à l'obtention d'un produit optimisé en AMF	157
Figure 97	Schéma d'un actionneur utilisant un élément en AMF (a) état froid : l'AMF est déformé par le ressort et l'actionneur est ouvert, (b) état chaud : l'AMF génère une force, déforme le ressort et l'actionneur est fermé	158
Figure 98	Évolution des critères de conception en fonction de la température de PDA de l'étude de cas d'un actionneur mécanique utilisant un élément AMF (a-b) LTMT $e = 0.30$, (c-d) LTMT $e = 0.88$	160
Figure 99	Évolution des critères de conception normalisés en fonction de la température de PDA de l'étude de cas d'un actionneur mécanique utilisant un élément AMF (a-b) LTMT $e = 0.30$, (c-d) LTMT $e = 0.88$	162
Figure 100	Évolution de la fonction de désirabilité en fonction du traitement thermique pour trois conditions de pondération [w_1 à w_3] (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$	163
Figure 101	Représentation de l'influence du taux de chauffage	172
Figure 102	Représentation du type de transformation au chauffage et au refroidissement d'un échantillon Ti-Ni : (a) la phase R est séparée, (b) la phase R est imbriquée.....	173
Figure 103	Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) série #1 [-65 à 450°C]; (b) série #2 [-65 à 580°C].....	176
Figure 104	Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni, série #3 [-65 à T_{PDA}] (a) LTMT $e = 0.3$; (b) LTMT $e = 0.88$	178
Figure 105	Courbes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni obtenues pour différentes conditions de balayage	180
Figure 106	Schéma DSC représentant l'état de phase suite à la trempe	184
Figure 107	Schéma DSC représentant les deux chemins thermiques menant à un essai de traction à 40°C	185

Figure 108	Schéma de l'évolution de la contrainte critique en fonction de la température de déformation	187
Figure 109	Essais de traction isothermes (a) et évolution de la contrainte critique pour différentes conditions initiales (b)	191
Figure 110	Représentation schématique de l'état de phase après trempe pour les quatre cas étudiés sur une courbe DSC.....	192
Figure 111	Essais de traction et représentation des états initiaux du matériau pour la trempe à l'eau ambiante avec et sans chauffage	194
Figure 112	Essais de traction et représentation des états initiaux du matériau pour la trempe à l'eau glacée avec et sans chauffage.....	196
Figure 113	Essais de traction et représentation des états initiaux du matériau pour la trempe à l'eau ambiante avec chauffage et la trempe à l'eau glacée avec chauffage	198
Figure 114	Essais de traction et représentation des états initiaux du matériau pour la trempe à l'eau ambiante avec chauffage et la trempe à l'eau glacée sans chauffage.....	200
Figure 115	Banc d'essai utilisé pour les tests de traction isothermes	204
Figure 116	Séquence de chargement thermomécanique d'un essai de traction isotherme	205
Figure 117	Essais de traction isothermes ($\epsilon_i = 4\%$) pour un alliage Ti-50.3at.%Ni (matériau 1; TT = 550°C) : (a) validation du banc d'essai ($T_d = 60^\circ\text{C}$); (b) répétitivité ($T_d = 70$ et 90°C)	206
Figure 118	Influence de la vitesse de déformation [2]	207
Figure 119	Essais de traction isothermes ($\epsilon_i = 4\%$) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C; T_R , A_s et $A_f = 34, 47$ et 53°C).....	208
Figure 120	Évolution du module de Young en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C; T_R , A_s et $A_f = 34, 47$ et 53°C) : données extraites de la figure 119	209
Figure 121	Essais de traction isothermes ($T_d = 70^\circ\text{C}$) de $\epsilon_i = 4, 9$ et 10% de l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 450°C; T_R , A_s et $A_f = 53, 30$ et 58°C)	210

Figure 122	Essais de traction isothermes à la rupture de l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C; T_R , A_s et A_f = 34, 47 et 53°C).....	211
Figure 123	Essais DSC sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni pour des échantillons déformés à 4% et non-déformés en fonction de la température de déformation (T_d) (a) PDA = 450°C, (b) PDA = 550°C.....	216
Figure 124	Résistivité électrique et contrainte en fonction de la déformation de l'échantillon Ti-50.3at.%Ni pour différents traitements thermiques (PDA) et températures de déformation (T_d).....	218
Figure 125	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$, $T_i =$ près de M_s	222
Figure 126	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.52$, $T_i =$ près de M_s	222
Figure 127	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.88$, $T_i =$ près de M_s	223
Figure 128	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$, $T_i =$ près de T_R	223
Figure 129	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.52$, $T_i =$ près de T_R	224
Figure 130	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.88$, $T_i =$ près de T_R	224
Figure 131	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$, $T_i =$ près de M_s	225
Figure 132	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.56$, $T_i =$ près de M_s	225

Figure 133	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.77$, $T_i =$ près de M_s	226
Figure 134	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$ et 0.56 , $T_i =$ près de T_R	226
Figure 135	Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.77$, $T_i =$ près de T_R	227
Figure 136	Séquence de chargement thermomécanique d'un essai de génération de contrainte	229
Figure 137	Évolution de la contrainte générée (σ_{gen}) lors du balayage en température ainsi que la contrainte critique (σ_{cr}), la limite d'écoulement (σ_y) et la contrainte ultime (σ_{UTS}) obtenues à partir d'essais de traction isothermes pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C).....	230
Figure 138	Évolution de la contrainte apparente, de la contrainte vraie et du diamètre du fil en fonction de la température pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 450°C).....	232
Figure 139	Évolution de la contrainte générée au chauffage de l'alliage Ti-50.22at.%Ni pour différents taux de déformation initiale (a) PDA = 400°C, (b) PDA = 550°C, (c) PDA = 600°C	233
Figure 140	Influence de la déformation initiale sur la contrainte pouvant être générée par l'alliage Ti-50.22at.%Ni, données extraites de la figure 139	234
Figure 141	Représentation schématique de différentes courbes de résistivité électrique en fonction de la température : (a) résistivité sous contrainte nulle, présence de la phase R; (b) résistivité sous contrainte, présence de la phase R; (c) résistivité sous contrainte, sans présence de la phase R (basé sur [20;59;66]	235
Figure 142	Évolution de la contrainte générée (échelle de gauche) et de la résistivité électrique (échelle de droite) de l'alliage Ti-50.22at.%Ni (PDA = 550°C) en fonction de la température (chauffage et refroidissement).....	236

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET DES SIGLES

AMF	Alliage à mémoire de forme
LTMT	Traitement thermomécanique basse température (<i>low temperature thermoméchanical treatment</i>)
PDA	Traitement thermique post déformation (<i>post-deformation annealing</i>), °C
Ti-50.0at.%Ni	Alliage à mémoire de forme Ti-Ni contenant 50.0% atomique de nickel (alliage dit équiatomique)
Ti-50.7at.%Ni	Alliage à mémoire de forme Ti-Ni contenant 50.7% atomique de nickel (alliage dit riche en nickel)
B19'	Phase martensitique (aussi désignée par la notation « M »)
B2	Phase austénitique (aussi désignée par la notation « A »)
R	Phase R
$A_s, (A_s^\sigma)$	Température de début de la transformation martensitique inverse sous contrainte nulle (sous contrainte non-nulle), °C
$A_f, (A_f^\sigma)$	Température de fin de la transformation martensitique inverse sous contrainte nulle (sous contrainte non-nulle), °C
$M_s, (M_s^\sigma)$	Température de début de la transformation martensitique directe sous contrainte nulle (sous contrainte non-nulle), °C
$M_f, (M_f^\sigma)$	Température de fin de la transformation martensitique directe sous contrainte nulle (sous contrainte non-nulle), °C
R_s^h	Température de début de la transformation R au chauffage, °C
R_f^h	Température de fin de la transformation R au chauffage, °C
R_s^c	Température de début de la transformation R au refroidissement, °C
R_f^c	Température de fin de la transformation R au refroidissement, °C
M_d	Température à laquelle la transformation martensitique directe n'a pas lieu sous l'effet d'une augmentation de la contrainte, °C
T_d	Température de déformation, °C
ε	Déformation conventionnelle [$\Delta l/l$], %
e	Déformation réelle [$\ln(l/l_0)$]

ε_i	Déformation initiale, %
$\varepsilon_{\text{résiduelle}}$	Déformation résiduelle, %
ε_p	Déformation permanente, %
ε_e	Déformation élastique, %
ε_{pl}	Déformation du plateau de contrainte, %
ε_r	Déformation récupérable, %
$\varepsilon_r^{\text{max}}$	Déformation maximale complètement récupérable, %
$\varepsilon_{i, \text{gen}}$	Déformation à la contrainte générée maximale, %
σ_{Ms}	Contrainte de début de la transformation martensitique directe (température constante), MPa
σ_{Mf}	Contrainte de fin de la transformation martensitique directe (température constante), MPa
σ_{As}	Contrainte de début de la transformation martensitique inverse (température constante), MPa
σ_{Af}	Contrainte de fin de la transformation martensitique inverse (température constante), MPa
σ_{cr}	Contrainte critique de la réorientation de la martensite ou de la transformation de phase, MPa
σ_y	Limite d'écoulement du matériau, MPa
σ_{UTS}	Limite à la rupture, MPa
σ_{gen}	Contrainte générée au chauffage, MPa
$\Delta\sigma$	Hystérésis mécanique, MPa
K	Coefficient d'écrouissage (pente du plateau de contrainte), GPa
E	Module de Young, GPa
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage

INTRODUCTION

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont des matériaux qui ont la capacité de récupérer leur forme suite à d'importantes déformations (de l'ordre de 8%). Les propriétés exceptionnelles de ces alliages sont associées à une transformation de phase martensitique à l'état solide. Cette dernière peut être réalisée avec un cycle de chargement / déchargement thermique (chauffage et refroidissement) ou mécanique (application / relâchement d'une force) ou dans le cadre d'un cycle combiné.

Les deux principaux comportements thermomécaniques des AMF sont : (1) l'effet mémoire de forme simple sens qui est utilisé pour les applications d'activation mécanique et (2) l'effet superélastique qui est employé entre autres à la réalisation de dispositifs biomédicaux. La nature thermosensible des AMF fait en sorte que les propriétés varient fortement en fonction de la composition chimique et du traitement thermomécanique. Bien qu'abondantes, les données de la littérature sont difficiles à relier entre elles car les résultats sont bien souvent obtenus pour des conditions d'essai unique ou pour une plage restreinte ne permettant pas d'avoir une vue globale des propriétés thermiques, mécaniques et fonctionnelles d'un alliage.

Pour répondre à cette problématique, les objectifs de ce projet visent une caractérisation systématique des propriétés thermiques, mécaniques et fonctionnelles de deux alliages Ti-Ni choisis pour leurs meilleures propriétés fonctionnelles et en fatigue. Les propriétés des AMF sont grandement influencées par les étapes finales de la fabrication soient la mise en forme à froid (*LTMT : low-temperature thermomechanical treatment*) ainsi que le traitement thermique (*PDA : post-deformation annealing*). Les techniques classiques de caractérisation des matériaux telles que la calorimétrie, la résistivité électrique et les essais de traction sont utilisées afin de déterminer les propriétés thermiques et

mécaniques des alliages sélectionnés. De plus, les techniques spécifiques aux AMF telles que la mesure de la récupération de forme ainsi que de la génération de contrainte sont employées afin de caractériser ses propriétés fonctionnelles.

Dans le cadre de ce travail, la majorité de ces essais sont réalisés sur un alliage Ti-Ni équiatomique (Ti-50.0at.%Ni) et un alliage Ti-Ni riche en nickel (Ti-50.7at.%Ni) ayant été tous deux soumis à trois niveaux de travail à froid (LTMT $e = 0.30, 0.52$ et 0.88) suivis de huit températures de traitement thermique post déformation pendant une heure (PDA = 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500 et 700°C). Les deux alliages employés permettent d'obtenir l'effet mémoire de forme (Ti-50.0at.%Ni) et l'effet superélastique (Ti-50.7at.%Ni) dans la plage habituelle d'utilisation entre 20 et 100°C. Les niveaux de travail à froid balayent une plage de taux d'écroutissage passant de faible (LTMT $e = 0.30$) à sévère (LTMT $e = 0.88$) permettant de modifier significativement la structure du matériau. Le choix des températures de traitement thermique permet de suivre les étapes de relaxation des contraintes internes induites par le travail à froid (200-300°C), de polygonisation (350-500°C) et de recristallisation de la structure du matériau (700°C).

Ce mémoire présente donc dans un premier temps, une revue de la littérature sur les comportements et les facteurs affectant les alliages à mémoire de forme. Par la suite, les techniques de caractérisation ainsi que la planification des expérimentations sont décrites. D'autre part, les résultats des essais de calorimétrie différentielle à balayage, de traction isothermes, de déformation récupérable et de génération de contrainte sont exposés. Finalement, un algorithme d'optimisation des propriétés thermomécaniques et fonctionnelles est développé afin de déterminer les meilleures conditions de la mise en forme combinant un travail à froid et un traitement thermique en fonction des critères de conception d'un dispositif utilisant les AMF.

CHAPITRE 1

ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME, REVUE DE LA LITTÉRATURE, CHOIX DES MATÉRIAUX ET TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES

Cette section expose les notions générales propres aux alliages à mémoire de forme (AMF). L'explication des différents mécanismes permettra une meilleure compréhension de la problématique soulevée dans ce projet. Dans un premier temps, la théorie proprement dite sur la transformation martensitique est traitée. Par la suite, une introduction des principaux comportements fonctionnels caractérisant les AMF est effectuée. Ensuite, les facteurs de la mise en forme influençant les propriétés fonctionnelles, la problématique de ce projet ainsi que ses objectifs sont présentés.

1.1 Notions sur la transformation martensitique

Cette section présente certaines notions générales sur la transformation martensitique. Par la suite une brève exposition des notions thermodynamiques, des mécanismes de transformation de phase à l'état solide et des mécanismes de déformation est effectuée.

Les alliages à mémoire de forme sont une classe de matériaux qui ont la capacité de se déformer fortement et de retrouver leur géométrie initiale après un simple chauffage. Les deux principaux états de phases de ces matériaux exceptionnels sont la phase martensitique (dite phase à basse température dont la structure cristalline est monoclinique) et la phase austénitique (dite phase à haute température ou phase-mère dont la structure cristalline est cubique centrée). Ainsi, ces matériaux possèdent des propriétés remarquables dues à l'existence de cette transformation de phase austénite → martensite réversible. La transformation de phase martensitique peut être induite par une variation de la température mais également par l'application d'une contrainte externe. Selon la relation de Clausius-Clayperon, l'évolution des températures de transformation de phase en fonction de la contrainte externe est donnée par :

$$\frac{d\sigma}{dT} = \frac{\Delta S}{V_0 \Delta \varepsilon} \quad (1.1)$$

Où ΔS est la variation de l'entropie, $\Delta \varepsilon$ est la variation de la déformation macroscopique pendant la transformation et V_0 est le volume initial du cristal non déformé. En supposant ΔS et $\Delta \varepsilon$ indépendants de la température, cela revient à supposer que le terme de droite de l'équation Clausius-Clayperon est une constante et l'équation devient une relation linéaire entre la contrainte externe et la température à l'équilibre de la transformation. Cette relation permet donc de tracer le diagramme d'état contrainte - température tel que présenté à la figure 1.

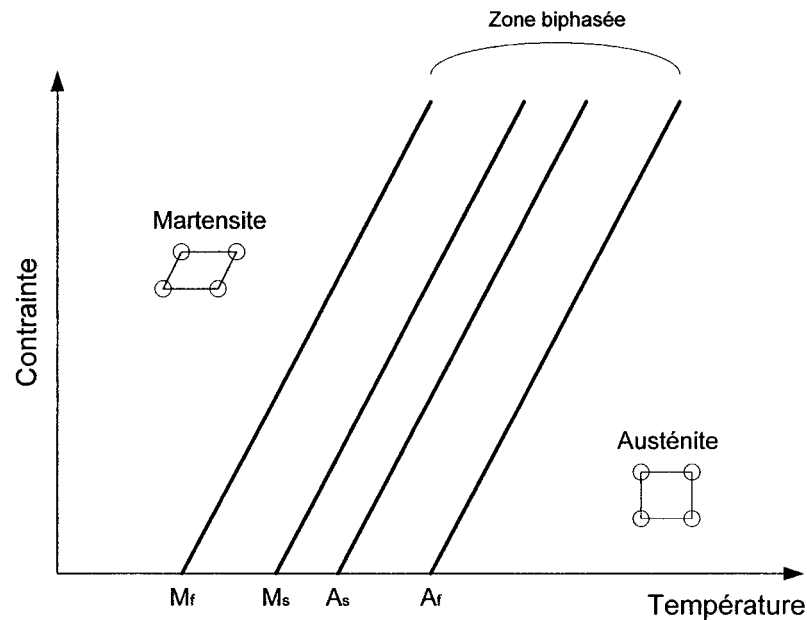


Figure 1 Diagramme d'état de la transformation Austénite → Martensite [1]

Les températures A_s et A_f sont respectivement les températures de début et de fin de la transformation martensitique inverse (au chauffage) sous contrainte nulle. Pour leurs parts, les températures M_s et M_f sont respectivement les températures de début et de fin

de la transformation martensitique directe (au refroidissement) sous contrainte nulle. On peut voir sur la figure 1 que la zone monophasée martensitique se situe pour des températures inférieures à M_f et que la zone monophasée austénitique se situe pour des températures supérieures à A_f . Pour une température située entre M_f et A_f le matériau possède simultanément les deux phases. Chaque température comprise entre M_s et M_f (ou A_s et A_f) correspond à un certain taux de transformation (indépendant du temps) donc, une proportion déterminée d'austénite et de martensite. De plus, il faut noter que les températures de transformation dépendent du niveau de contrainte appliquée à l'échantillon. En effet, les limites de transformation montrent que lorsque le niveau de contrainte augmente, les températures de transformation de phase augmentent aussi.

Pour sa part, la figure 2 propose un schéma simplifié de l'ensemble des paramètres fonctionnels pour un alliage à mémoire de forme.

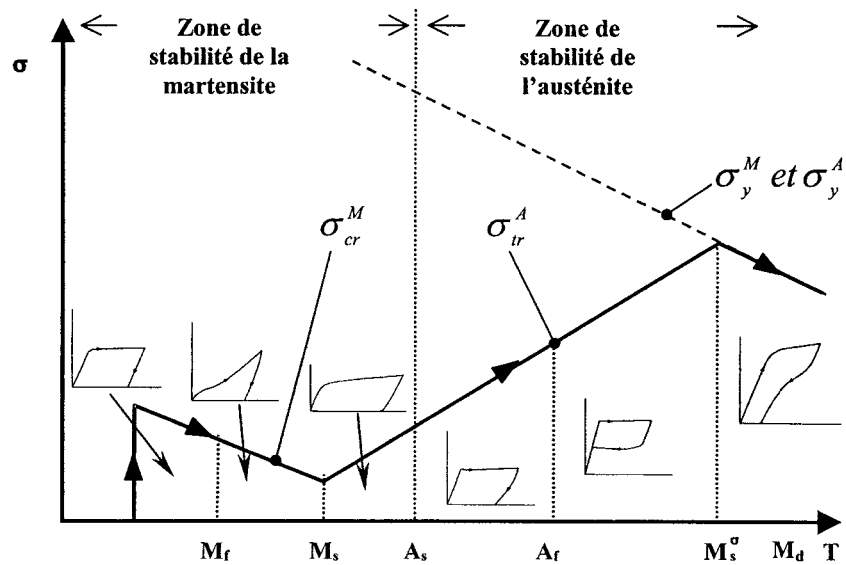


Figure 2 Schéma des paramètres fonctionnels conditionnant le comportement des AMF [2]

Dans un premier temps, la figure 2 montre les températures caractéristiques de transformation (M_f , M_s , A_s et A_f) permettant de définir les zones de stabilité des deux phases. De plus, ce schéma indique les principales limites en contrainte (σ_{cr}^M , σ_{tr}^A , σ_y^M et σ_y^A) définissant le comportement des AMF ainsi que son comportement en traction pour différentes plages de températures.

La frontière « σ_{cr}^M » représente la contrainte à laquelle la martensite commence à se réorienter sous l'action d'une force. Ce niveau de contrainte critique de réorientation de la martensite « σ_{cr}^M » diminue en fonction de la température jusqu'à la température M_s . La limite « σ_{tr}^A » représente quant à elle le niveau de contrainte critique de la transformation de phase directe. Considérant cette frontière σ_{tr}^A , il est donc possible d'obtenir la phase martensitique pour des températures supérieures à A_f lorsque la contrainte est suffisamment élevée. Ce phénomène est à la base de l'effet superélastique présenté à la section 1.2.2. D'autre part, la limite d'écoulement du matériau « σ_y^M et σ_y^A » diminue lorsque la température augmente. Finalement, il existe une température limite M_s^σ (ou M_d) où la transformation de phase sous contrainte n'est plus possible. En effet, ce point marque l'endroit où la limite d'écoulement du matériau « σ_y^M » est atteinte avant la contrainte critique (seuil) de transformation. Pour des températures de déformation supérieures à M_s^σ , le matériau se déformera plastiquement (donc de façon irréversible) et possédera un comportement en traction semblable aux matériaux standards.

1.1.1 Notions thermodynamiques fondamentales

Selon la relation de Gibbs, l'évolution de l'énergie libre d'un matériau est proportionnelle à la température de ce dernier. De plus, pour un matériau qui manifeste une transformation de phase à l'état solide, il existe une température d'équilibre « T_0 » pour laquelle les deux phases sont stables.

$$G^A = H^A - T S^A \quad (1.2)$$

$$G^M = H^M - T S^M \quad (1.3)$$

$$\Delta G^{A-M} = G^A - G^M = \Delta H^{A-M} - T \Delta S^{A-M} \quad (1.4)$$

où « A » et « M » signifient respectivement Austénite et Martensite, « ΔG^{A-M} » est la variation de l'énergie libre du système à une certaine température lorsque les deux phases coexistent, « ΔH » est l'enthalpie associée à la transformation, « T » est la température de l'échantillon et « ΔS » est l'entropie de transformation. Par définition, les conditions thermodynamiques définissant l'équilibre d'un composé stipulent que son énergie libre doit être minimum. La figure 3 présente un schéma de l'évolution de l'énergie libre de la martensite et de l'austénite en fonction de la température.

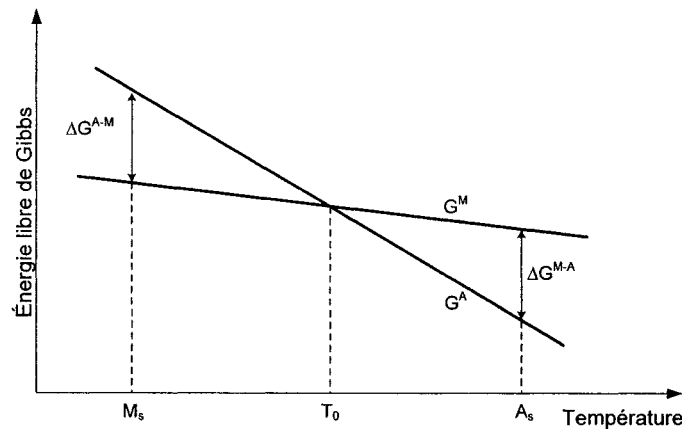


Figure 3 Évolution de l'énergie libre de Gibbs en fonction de la température [3]

La phase austénitique est thermodynamiquement stable pour des températures supérieures à T_0 car $G^A < G^M$ alors que la phase martensitique est thermodynamiquement stable pour des températures inférieures à T_0 car $G^M < G^A$.

À l'équilibre thermodynamique ($T = T_0$) :

$$\Delta H - T_0 \Delta S = 0 \quad (1.5)$$

Or, les transitions du premier ordre, telles que la transformation martensitique, se distinguent par le fait qu'à la température de transition « T_0 », « S^A » est supérieure à « S^M » [4]. Il existe donc un changement d'enthalpie « ΔH » associé à la transformation à l'équilibre ce qui implique un dégagement ou une absorption de chaleur entre le système (l'échantillon lui-même) et le milieu extérieur. Ainsi, pour la transformation directe « austénite \rightarrow martensite », il y aura dégagement de chaleur (transformation exothermique) car $\Delta H < 0$. De la même façon, pour la transformation inverse « martensite \rightarrow austénite », il y aura absorption de chaleur (transformation endothermique) car $\Delta H > 0$. Ainsi, on se sert de ces phénomènes thermodynamiques afin de caractériser les températures de transformation de phase par essais de calorimétrie différentielle à balayage.

De façon concrète, les températures de transformation et des limites supérieures en contraintes externes sont mesurées à l'aide de la calorimétrie différentielle à balayage, par mesure de la résistivité électrique et par des essais mécaniques. Ces données permettent de placer les limites fonctionnelles du matériau qui sont essentielles à la caractérisation et à son utilisation pratique (voir la figure 2).

1.1.2 Mécanismes de transformation de phase à l'état solide

À l'état solide, les changements de phases sont de deux types : par diffusion ou par cisaillement. Les transformations par diffusion permettent à la nouvelle phase de se former par un déplacement aléatoire des atomes sur de grandes distances car la nouvelle phase possède une énergie plus faible que le matériau initial. Le déplacement des atomes

implique nécessairement que la transformation dépend à la fois du temps et de la température. Par contre, les transformations par cisaillement ne nécessitent pas de tels mouvements à longue distance. Cette transformation est displacive, c'est-à-dire que les déplacements atomiques sont faibles (inférieurs aux dimensions de la maille) et se produisent par des mouvements corrélés d'atomes. Il n'y aura donc pas de modification de la composition chimique, c'est-à-dire que l'état initial du matériau et l'état du matériau après la transformation possèdent la même composition. La transformation par cisaillement est généralement indépendante du temps car cette dernière se propage uniquement par un mouvement de l'interface séparant les deux phases. Ainsi, on peut donc caractériser la transformation martensitique de la façon suivante: elle est sans diffusion, c'est-à-dire que même s'il se produit un processus diffusif, il n'est pas essentiel à la transformation. De plus, elle implique une déformation homogène du réseau, qui conduit à un changement de forme macroscopique. Finalement, la cinétique ainsi que la morphologie de la phase formée sont déterminées uniquement par l'énergie de déformation [3].

Les déplacements par déformation du réseau jouent un rôle majeur dans la transformation martensitique. Ces déplacements par déformation du réseau peuvent se faire selon deux mécanismes : le glissement par déplacement des dislocations ou le maclage. Pour sa part, le déplacement des dislocations induit, au réseau cristallin, des déformations qui sont permanentes, donc irréversibles. Étant donné le caractère réversible des alliages à mémoire de forme, ce type de mécanisme n'est pas compatible avec le comportement des AMF. Alors, le mécanisme issu de la transformation de phase martensitique est la formation de macles qui est une déformation provenant d'un cisaillement pur des mailles. Ce concept est le fondement de l'effet mémoire de forme.

1.1.3 Mécanismes de déformation

La transformation martensitique est une transformation de phase à l'état solide. Elle met en jeu des déformations macroscopiques proches d'un cisaillement qui disparaissent lors de la transformation inverse (retour en phase mère austénitique). On parle de la transformation directe lorsque l'austénite se transforme en martensite ($A \rightarrow M$) et de la transformation inverse lorsque c'est la martensite qui se transforme en austénite ($M \rightarrow A$). De façon générale, le mécanisme de la transformation martensitique à l'échelle atomique peut être représenté par la figure 4.

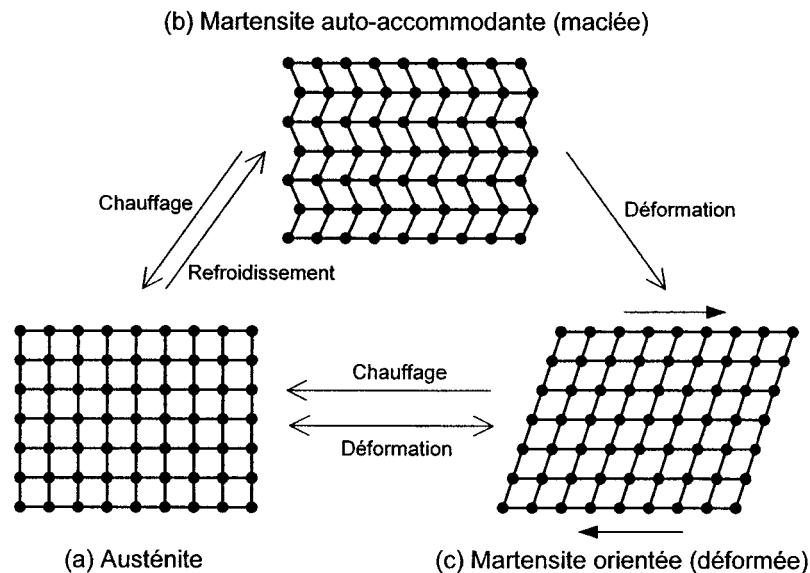


Figure 4 Schématisation de la transformation de phase martensitique à l'échelle atomique [5]

Lors d'un refroidissement sous contrainte nulle à partir de l'état austénitique (figure 4a \rightarrow b), les variantes dans martensite se forment de façon auto-accommodante, c'est-à-dire que les atomes s'accommodent de l'espace disponible afin de créer les plaquettes de martensite. Il est question ici d'accommodation des variantes par maillage qui est un mécanisme réversible, donc caractéristique aux alliages à mémoire de forme. En effet,

lors d'un chauffage à partir de l'état martensite maclée (figure 4 b \rightarrow a), le matériau revient complètement en phase mère austénitique. L'application d'une contrainte sur la martensitique auto-accommodante (figure 4 b \rightarrow c) provoque un déplacement des joints de macles et permet l'orientation préférentielle des plaquettes de martensite dans la direction du chargement. Lors d'un chauffage de la martensite orientée (figure 4 c \rightarrow a), la phase mère austénite est restituée et le réseau retrouve sa forme initiale. Finalement, lorsque l'austénite est déformée (figure 4 a \rightarrow c), le matériau se transforme directement en martensite orientée.

La figure 5 expose la séquence de la transformation de phase au niveau des mailles élémentaires pour un alliage Ti-Ni.

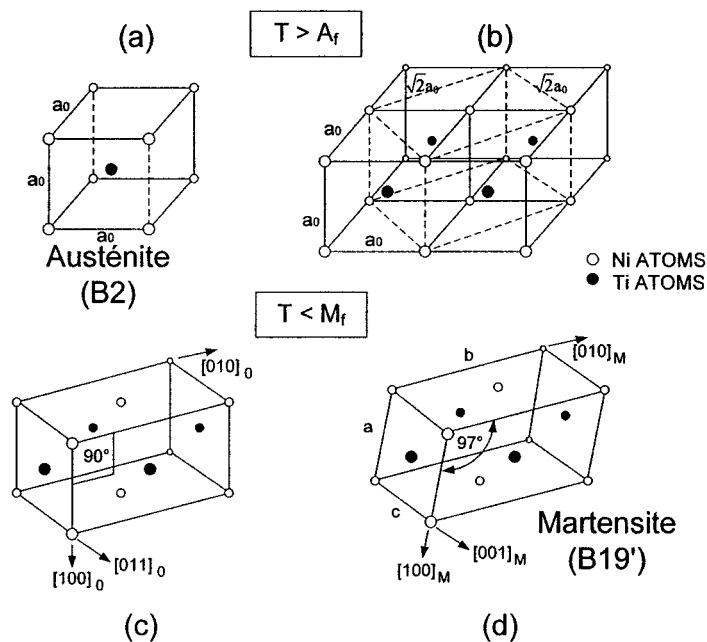


Figure 5 Représentation cristallographique d'un alliage Ti-Ni, mailles élémentaires de la transformation de phase B2 \rightarrow B19' (a) austénite B2 ; (b) maille de martensite orthorhombique B19 dans quatre mailles d'austénite B2 ; (c) martensite (orthorhombique) B19 ; (d) martensite (monoclinique) B19' [6]

À l'état chaud ($T > A_f$), l'arrangement cristallographique de l'austénite du TiNi (B2) est cubique centrée (figure 5a). Pour sa part, la figure 5b montre le réseau cristallin de l'austénite (quatre mailles) et la distorsion orthorhombique de la martensite (B19). La figure 5c présente cette martensite B19 caractérisée par des angles droits. Finalement, le cisaillement de la martensite B19' (monoclinique) est caractérisé par un angle obtus (figure 5d). Ainsi, la transformation de phase $B2 \rightarrow B19'$ passe successivement par les étapes présentées à la figure 5 et cette dernière est caractérisée tant par la distorsion orthorhombique que par le cisaillement. Pour les alliages Ti-Ni, la transformation peut s'effectuer en passant par une phase intermédiaire appelée « phase R ». La distorsion rhomboédrique du réseau cubique produit une nouvelle phase qui peut survenir tant au chauffage qu'au refroidissement de l'échantillon. La transformation martensitique peut donc être ($B2 \leftrightarrow R \leftrightarrow B19'$) ou non ($B2 \leftrightarrow B19'$) accompagnée d'une phase R.

Dans la même optique, la figure 6 présente le schéma du cycle de transformation martensitique, mais cette fois, à l'échelle microscopique. Lorsque la contrainte appliquée est suffisamment élevée (σ_{cr}^M), la martensite déformée possède idéalement une seule variante orientée. Ainsi, ce mécanisme de restitution de la géométrie initiale propose donc l'utilisation d'échantillons en génération de contrainte et/ou en déplacement.

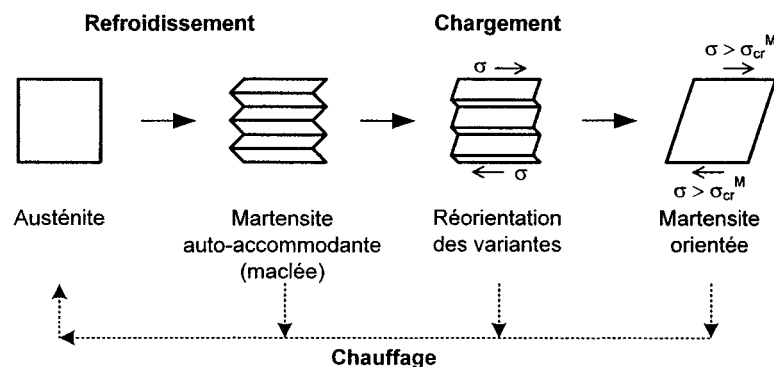


Figure 6 Schématisation de la transformation de phase martensitique à l'échelle microscopique [1]

Un aspect généralement associé aux transformations martensitiques est l'existence d'une orientation définie et d'un plan d'habitat entre le réseau de la phase austénitique et celui de la phase martensitique. Le plan d'habitat appartient aux deux phases, c'est donc un plan invariant. La figure 7 présente le phénomène de plans d'habitats invariants. La ligne XY tracée sur la surface de la matrice (figure 7a) est cisailée par la transformation mais elle reste continue (figure 7b). Le plan d'habitat ABCD est macroscopiquement invariant ce qui impose à la transformation d'être une déformation à plans invariants. Dans une telle déformation, le déplacement de chaque atome se fait dans une direction donnée.

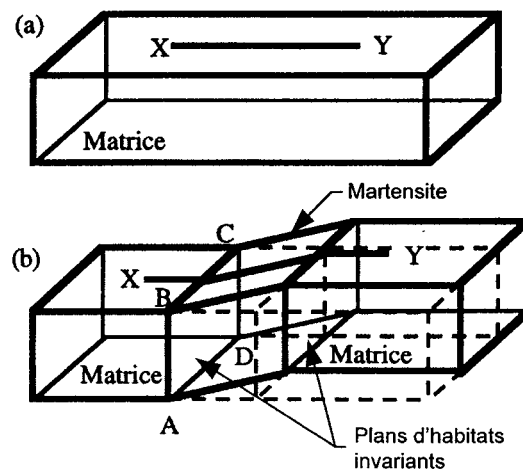


Figure 7 Représentation schématique de la formation d'une plaquette de martensite [3]

Le changement de forme dans la région transformée et l'existence d'un plan invariant macroscopique constituent deux caractéristiques géométriques importantes de la transformation martensitique. De façon générale, la transformation de phase produit un certain nombre de domaines martensitiques possédant chacun des indices de plans d'habitat différents (mais néanmoins équivalents cristallographiquement) et qui apparaîtront répartis dans tout l'échantillon. Ces domaines martensitiques d'indices de

plans d'habitats différents sont appelés « variantes ». Pour les matériaux polycristallins, la structure granulaire est à l'origine de l'existence d'un champ de contraintes internes. Ces contraintes provoquent l'apparition de plusieurs groupes auto-accommodants y compris à l'intérieur d'un même grain. La figure 8 présente un schéma de variantes auto-accommodantes (a) et une distribution typique de plaquettes de martensite dans un grain d'austénite (b). Sur la surface de l'échantillon, la transformation (variantes auto-accommodantes) se traduit par la formation d'un relief sur la partie transformée du matériau

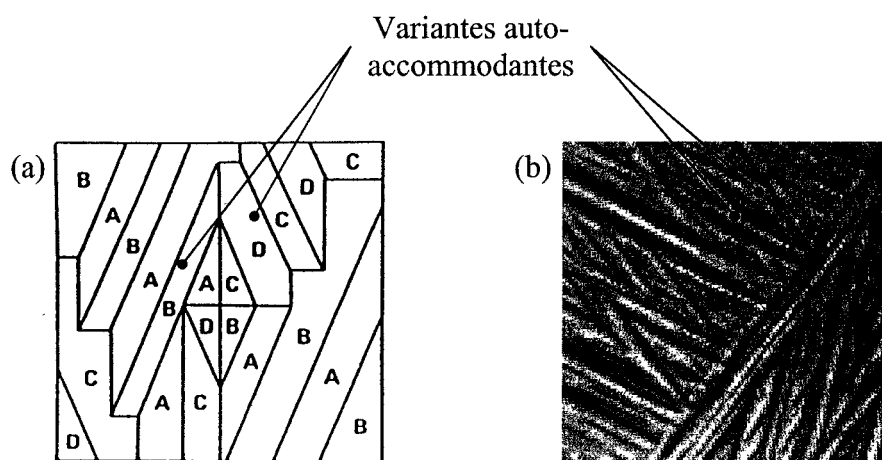


Figure 8 Représentation de variantes auto-accommodantes [3] (a); distribution de plaquettes de martensite pour un alliage CuZnAl¹ (b)

1.2 Présentation des propriétés fonctionnelles

Le comportement des AMF dépend essentiellement de la composition chimique de l'alliage ainsi que de son historique thermomécanique. Cette section présente les deux principales propriétés fonctionnelles que sont l'effet mémoire de forme et l'effet superélastique.

¹ Microstructure obtenue au LAMSI (ÉTS)

1.2.1 Effet mémoire de forme simple sens²

Le phénomène de l'effet mémoire de forme se produit lorsque l'échantillon subit un refroidissement du domaine austénitique au domaine martensitique puis une déformation (illustré par le chargement séquentiel « A→B→C→D→E→A » présenté à la figure 9).

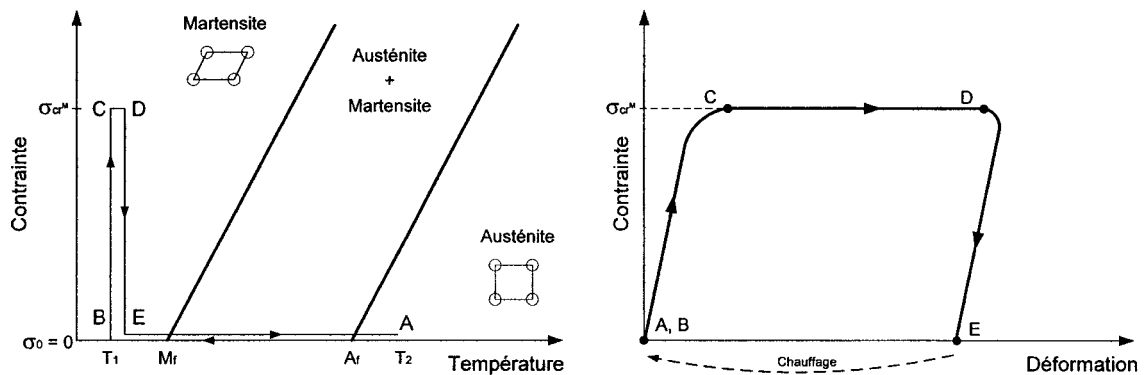


Figure 9 Chargement thermomécanique permettant d'obtenir l'effet mémoire de forme simple sens [1]

L'échantillon est refroidi de T_2 (état austénitique) jusqu'à T_1 (état martensitique) et ce, sans contrainte appliquée (A → B). Par la suite, ce dernier est chargé de σ_0 jusqu'à σ_1 (B → C) puis est déchargé de σ_1 jusqu'à σ_0 et ce, pour $T_1 < M_f$ constante (D → E). À ce stade, il existe une déformation résiduelle qui peut être récupérée à la suite d'un chauffage. Finalement, l'échantillon est chauffé de T_1 jusqu'à T_2 et ce, sans contrainte appliquée (E → A) produisant ainsi une reprise de forme de l'échantillon. Cette séquence de chargement thermomécanique représente donc l'effet mémoire de forme.

Pendant la séquence « A → B », la martensite est formée mais la déformation de transformation est nulle (aucune déformation macroscopique). À cette étape du cycle

² Il existe aussi un effet appelé « l'effet mémoire de forme double sens » qui est caractérisé une reprise de forme par simple refroidissement sans contrainte externe appliquée. Cet effet n'est pas traité dans ce projet.

thermomécanique, la martensite obtenue est qualifiée d'auto-accommodante et différentes variantes sont créées (voir figure 4b). Lors de la séquence « B → C → D → E », il n'y a pas de transformation de phase mais une réorientation des variantes de la martensite pendant le chargement (voir figure 4c) et un retour élastique lors du déchargement (apparition d'une déformation résiduelle). Lors de la séquence « E → A », la déformation résiduelle obtenue pendant le déchargement « D → E » disparaît par la transformation de phase inverse « Martensite → Austénite » induite par un chauffage jusqu'à une température supérieure à A_f (voir figure 4a). Pendant cette transformation inverse, l'échantillon AMF retrouve sa géométrie initiale si aucune contrainte externe n'est appliquée sur ce dernier pour empêcher cette reprise de forme.

La transformation martensitique s'accompagne d'une déformation qui est réversible, ce qui n'est pas le cas pour les déformations obtenues par glissement ou maclage dans le cas des matériaux conventionnels. La caractéristique principale de l'effet mémoire de forme simple sens réside dans le fait que la déformation résiduelle « $\epsilon_{\text{résiduelle}}$ » imprégnée au matériau à l'état martensitique peut être totalement ou en partie récupérée lors du chauffage à une température supérieure à A_f .

1.2.2 Effet superélastique

Le comportement superélastique doit son appellation au fait que les alliages à mémoire de forme peuvent se déformer fortement de façon réversible (pouvant aller à 8% pour les polycristaux). Ce comportement est observé lorsque la droite de chargement « $\sigma - T$ » traverse le domaine biphasé (voir figure 10). L'effet superélastique est lié à la transformation de l'austénite en martensite par l'application d'une contrainte croissante et ce, pour une température constante supérieure à A_f . L'application d'une contrainte entraîne un déplacement des interfaces (austénite/martensite) et favorise la croissance de certaines variantes, résultant en une déformation macroscopique du matériau. Afin de

pouvoir avoir un comportement superélastique complet, la contrainte doit être croissante ($\sigma = \sigma_0 \rightarrow \sigma_{Mf}$), la température initiale doit se trouver dans le domaine austénitique ($A_f < T < M_d$) et la limite d'élasticité du matériau doit être supérieure à la contrainte de fin de transformation ($\sigma_y > \sigma_{Mf}$)

Alors, le comportement superélastique est observé pour un chargement thermomécanique correspondant à la séquence « A → B → C → D → E → A » présentée à la figure 10.

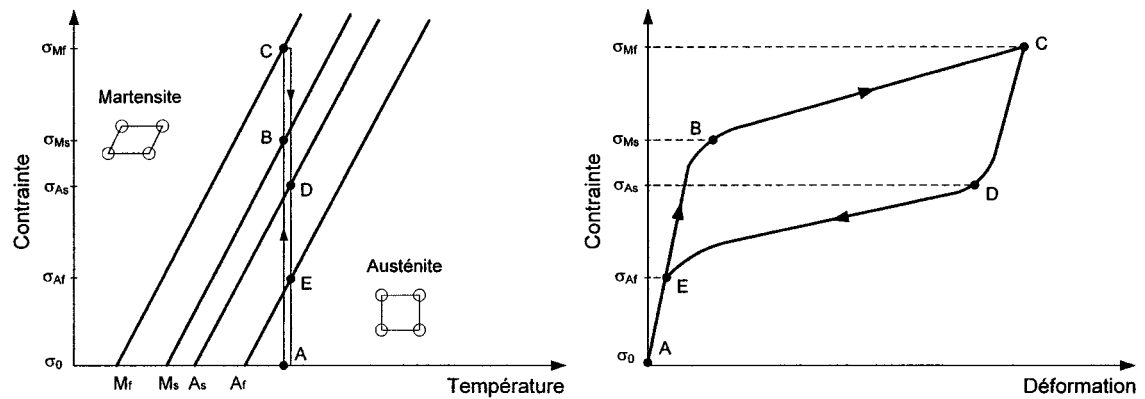


Figure 10 Chargement thermomécanique permettant d'obtenir l'effet superélastique [1]

La zone « A → B » représente le comportement purement élastique de la phase austénitique. La contrainte croît d'un chargement nul à la contrainte d'initiation de la transformation directe ($\sigma_0 \rightarrow \sigma_{Ms}$). Lors de la séquence « B → C », la déformation est assurée par le mécanisme de la transformation martensitique. La contrainte passe par le chargement de début et de fin de la transformation de phase directe ($\sigma_{Ms} \rightarrow \sigma_{Mf}$). C'est à l'intérieur de cette zone que la transformation de phase de l'austénite vers la martensite se produit. Lors de la séquence de décharge « C → D → E → A », la martensite précédemment induite se retransforme en austénite et l'échantillon retrouve sa forme initiale. L'allure générale de la décharge « C → D → E → A » est analogue à celle de la

charge « A → B → C » avec cependant une hystérésis, puisque les contraintes de début et de fin de transformation inverse (σ_{As} et σ_{Af}) diffèrent des contraintes de début et de fin de transformation directe (σ_{Ms} et σ_{Mf}). Cette hystérésis est due aux frottements internes des variantes de martensite accompagnant les transformations de phase.

La figure 11 présente l'enveloppe fonctionnelle de l'effet superélastique. Il existe une température M_d pour laquelle la limite d'écoulement plastique de l'austénite devient inférieure à la contrainte de changement de phase. Pour des températures supérieures à M_d , la transformation martensitique n'est plus possible car l'énergie d'activation de la transformation martensitique (par maclage) est maintenant supérieure à l'énergie nécessaire au déplacement des dislocations (glissement). En d'autres mots, pour une température supérieure à M_d , l'application d'une contrainte croissante fera en sorte que l'échantillon subira une déformation plastique permanente non réversible semblable aux matériaux conventionnels.

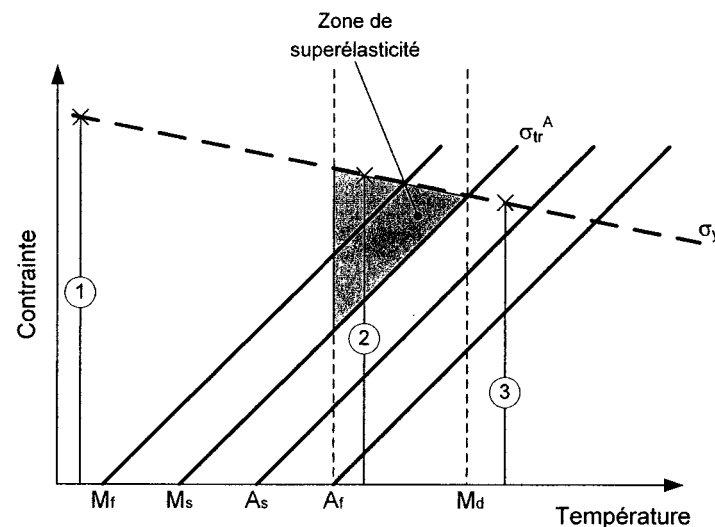


Figure 11 Représentation schématique de l'enveloppe fonctionnelle conditionnant l'effet superélastique [2]

Les lignes « 1, 2 et 3 » sur la figure 11 représentent trois essais de traction isothermes à la rupture. De cette façon, la limite d'écoulement réelle du matériau (σ_y) peut être tracée. Pour sa part, la figure 12 schématise ces trois essais de traction et résume les différents mécanismes de déformation en fonction de la température.

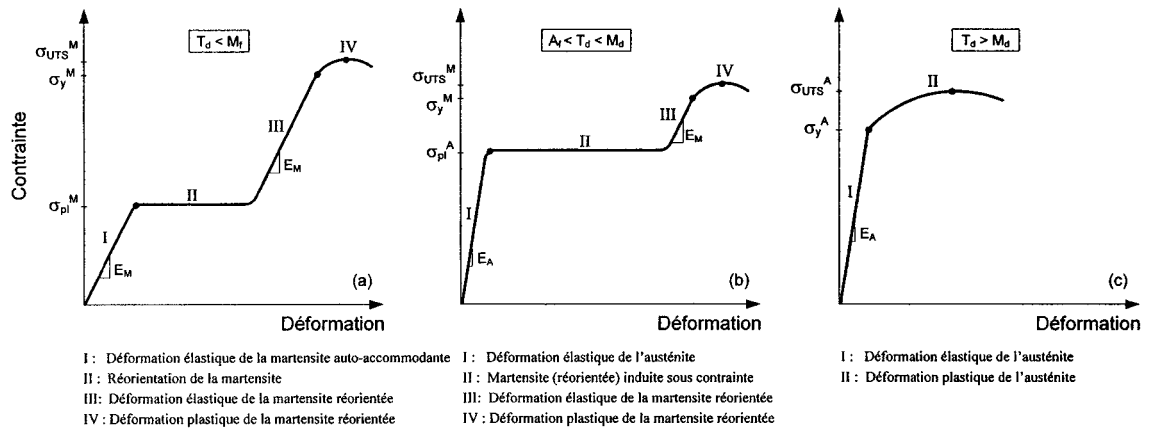


Figure 12 Essais de traction isothermes : (a) $T_d < M_f$; (b) $A_f < T_d < M_d$; (c) $T_d > M_d$ (basé sur des essais réalisés sur un fil Ti-50.3at.%Ni)

Dans un premier temps, la contrainte de plateau (σ_{pl}^M ou σ_{pl}^A), les contraintes d'écoulement (σ_y^M et σ_y^A) et les contraintes à la rupture (σ_{UTS}^M et σ_{UTS}^A) sont lues directement sur le graphique. Ainsi, le diagramme d'état des paramètres fonctionnels d'un AMF (tel que présenté à la figure 2) peut être construit à partir de ces données. De plus, on remarque que chaque phase possède ses propres propriétés mécaniques, et en parties liées son propre module d'Young. En effet, le module d'élasticité de la phase austénitique est généralement plus élevé que celui de la phase martensitique procurant ainsi une information supplémentaire de l'état de phase du matériau.

1.2.3 Génération de contrainte au chauffage

Cette section présente le mécanisme de génération de contrainte au chauffage (σ_{gen}) ainsi que quelques résultats obtenus par d'autres auteurs ayant étudié ce sujet. La figure 13a

permet de visualiser schématiquement le mécanisme de génération de contrainte. Pour sa part, la figure 13b propose une visualisation dans l'espace contrainte – déformation ($\sigma - \epsilon$).

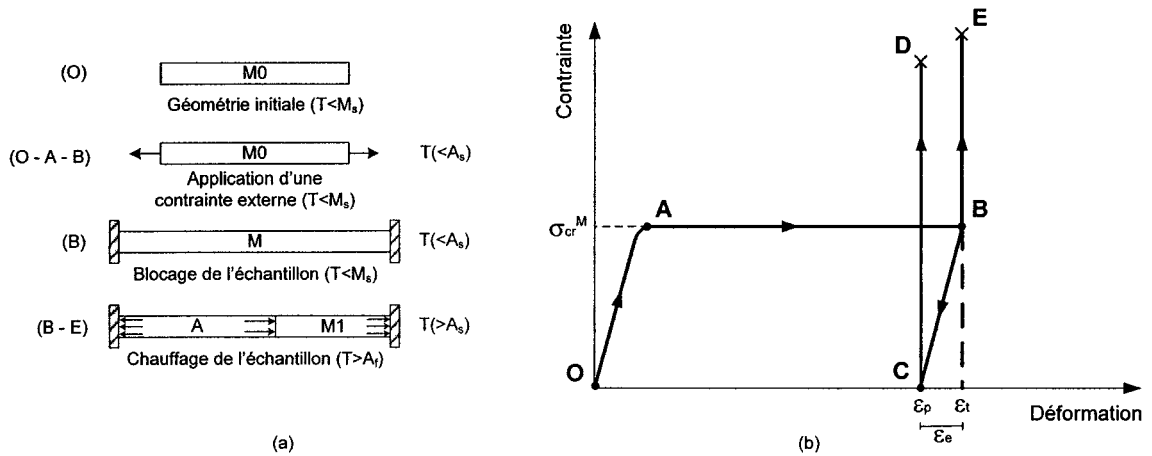


Figure 13 Schéma du mécanisme de génération de contrainte au chauffage [7]

Afin d'obtenir la génération d'effort au chauffage, l'échantillon est préalablement déformé (ϵ_i) à une température de déformation T_d (O-A-B). Par la suite, l'échantillon peut être déchargé ou rester sous charge. Dans le premier cas, le déchargement est accompagné d'un retour élastique (B-C) et l'AMF présente une déformation pseudo-plastique (ϵ_p). À partir de ce point, l'encastrement ($\epsilon = \text{constante}$) de l'échantillon empêchera le retour de forme et générera ainsi une force lors d'un chauffage subséquent (C-D). D'autre part, l'échantillon peut être chauffé directement à partir du point « B » sans être déchargé. L'échantillon étant déjà encastré, ce dernier générera une force pendant le chauffage (figure 13 : B-E).

Le mécanisme de génération de contrainte au chauffage a été étudié par plusieurs auteurs. Les principaux paramètres régissant ce mécanisme sont la déformation initiale induite (ϵ_i) et la plage de température de génération de contrainte ($A_f^\sigma - A_s^\sigma$). De plus, les

auteurs s'entendent pour dire que la contrainte générée pendant un chauffage est proportionnelle à la fraction volumique de la phase transformée [8;9]. En effet, la relation existant entre la contrainte, la déformation et la température peut être exprimée par l'équation 1.6 [9]:

$$\Delta\sigma = \underbrace{E * \Delta\varepsilon}_{\substack{\text{facteur} \\ \text{mécanique}}} + \underbrace{\Theta * \Delta T}_{\substack{\text{facteur} \\ \text{thermique}}} + \underbrace{\Omega * \Delta\xi}_{\substack{\text{facteur de} \\ \text{la fraction} \\ \text{volumique}}} \quad (1.6)$$

où σ , ε , T , et ξ sont respectivement la contrainte, la déformation, la température et la fraction volumique de la phase induite. E , Θ et Ω représentent respectivement le module d'élasticité, une constante thermo-élastique et un coefficient prescrivant la phase de transformation. Si l'influence de l'expansion thermique est négligeable (facteur thermique ≈ 0), la relation de la contrainte générée au chauffage sous déformation constante ($\Delta\varepsilon = \text{facteur mécanique} = 0$) peut se réécrire de la façon suivante [9]:

$$\Delta\sigma = \Omega * \Delta\xi \quad (1.7)$$

Ainsi, la contrainte générée est donc proportionnelle à la fraction volumique de la phase induite. Tout comme la déformation récupérable au chauffage, la contrainte générée possède, pour un matériau donné, une valeur maximale tenant compte de la déformation initiale. La figure 14 permet de visualiser ce phénomène selon les espaces « contrainte générée-déformation initiale » ($\sigma_{\text{gen}}-\varepsilon_i$) et « contrainte générée-température » ($\sigma_{\text{gen}}-T$).

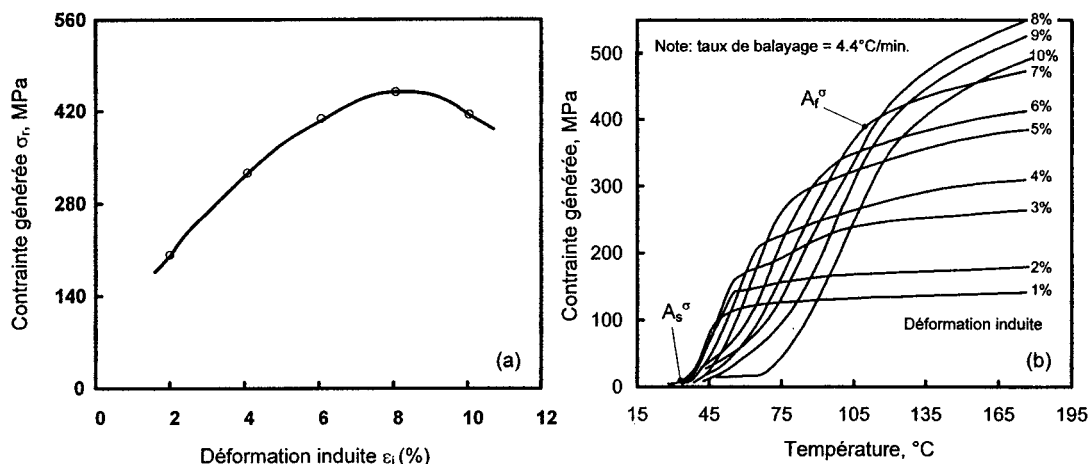


Figure 14 Évolution de la contrainte générée pour un alliage TiNi : (a) en fonction de la déformation initiale ; (b) en fonction de la déformation et de la température de l'échantillon [10]

La figure 14a montre que la déformation initiale optimale pour ce matériau se trouve entre 8 et 9%. La figure 14b présente l'allure typique du niveau de contrainte générée en fonction de la température de balayage et la déformation initiale optimale pour ce matériau se situe à 8%. De plus, cette figure montre que plus la déformation initiale est élevée, plus la plage de températures de la génération de contrainte ($A_f^\sigma - A_s^\sigma$) s'élargit et se décale vers de plus hautes températures [2;7;8;11;12].

1.3 Facteur de la mise en forme influençant les propriétés fonctionnelles

Cette section expose les principaux facteurs liés à la mise en forme des AMF faisant varier les propriétés thermiques, mécaniques et fonctionnelles.

1.3.1 Facteurs affectant les températures de transformation

Les principaux facteurs influençant les températures de transformation de phase sont le taux de travail à froid, la température de traitement thermique, le cyclage thermique ainsi

que la déformation initiale de l'échantillon³. Les températures de transformation sont généralement obtenues par essais DSC ou de résistivité électrique. Dans un premier temps, le travail à froid est effectué aussi bien pour mettre en forme un échantillon que pour améliorer ses propriétés mécaniques. En général, le travail à froid diminue les températures de transformation [17] mais la réalisation d'un traitement thermique suite à ce travail à froid fait en sorte que les températures de transformation demeurent plutôt constantes ou présentent des variations faibles en fonction du taux de travail à froid (figure 15). Le traitement thermique permet de relaxer les contraintes internes du matériau et/ou de favoriser la précipitation pour les alliages Ti-Ni riches en nickel.

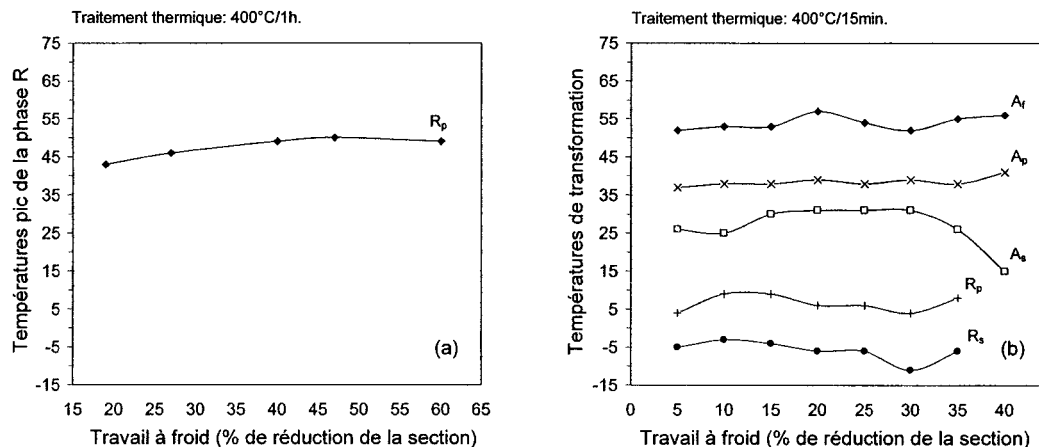


Figure 15 Influence du travail à froid combiné au traitement thermique sur les températures de transformation (a) Ti-50.0at.%Ni [18], (b) Ti-50.8at.%Ni [19]

D'autre part, la figure 16 montre que la température de traitement thermique modifie les températures de transformation de la phase austénitique (figure 16 : A_p et A_r) pour les deux alliages. Par contre, les températures de transformation de phase martensitiques (figure 16 : M_p et M_s) varient significativement seulement pour l'alliage riche en nickel.

³ Dans ce document, l'expression « déformation initiale » signifie la déformation de l'échantillon pendant un essai de caractérisation.

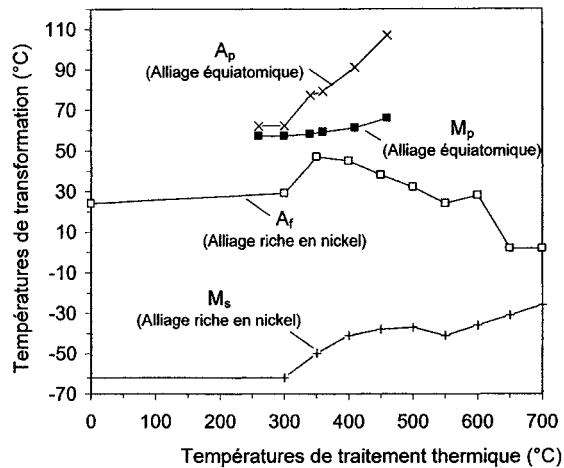


Figure 16 Influence de la température de traitement thermique sur les températures de transformation pour l'alliage Ti-50.01at.%Ni (équiatomique) et l'alliage Ti-50.85at.%Ni (riche en nickel) : basé sur [20;21]

La figure 17 montre quant à elle que les températures de transformation augmentent lorsque le temps de vieillissement augmente pour les alliages riches en nickel [22;23].

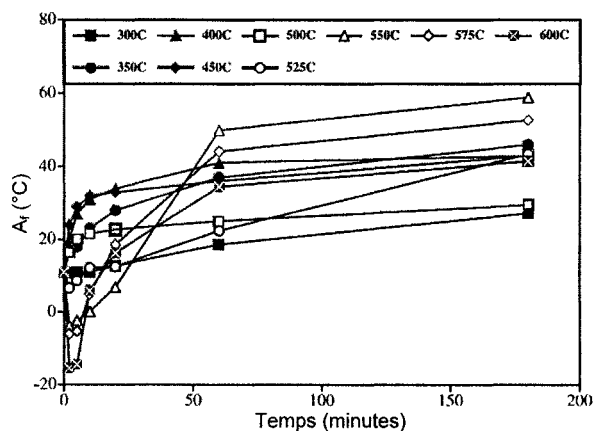


Figure 17 Influence du temps de vieillissement sur la température A_f pour l'alliage Ti-50.8at.%Ni [22]

Au même titre que le vieillissement, le cyclage thermique est utilisé afin de régulariser les propriétés fonctionnelles de l'alliage. Le cyclage thermique est un traitement

thermique qui consiste à répéter un cycle de chauffage (au-dessus de A_f) et de refroidissement (en dessous de M_f). Le cyclage thermique permet de stabiliser les propriétés fonctionnelles telles que les effets mémoire de forme et superélastique. Ce traitement peut donc être mis en œuvre pour les dispositifs en alliage à mémoire de forme demandant une utilisation répétée dans la plage des températures de transformation.

Ainsi, le cyclage thermique d'un élément AMF permet de modifier la structure du matériau (germination, génération de dislocations, vieillissement, etc.) et ainsi stabiliser les températures de transformation de l'alliage [24-31]. Comme le montre la figure 18, cette stabilisation se manifeste après peu de cycles ($N \approx 20$ cycles).

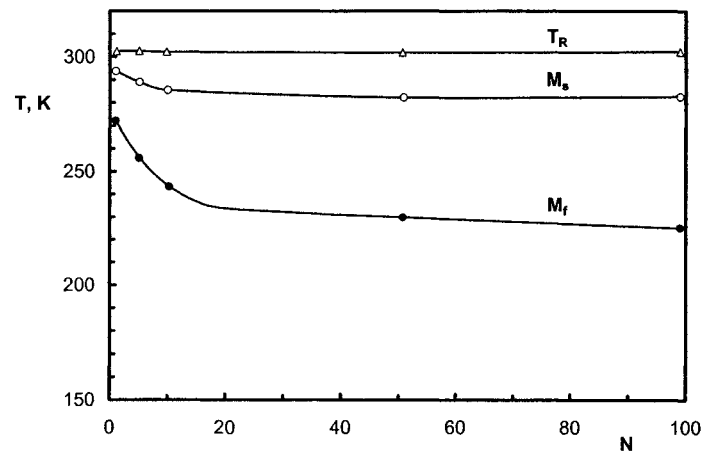


Figure 18 Évolution des températures de transformation en fonction du nombre de cycles thermiques pour un alliage Ti-49.8at.%Ni [32]

Finalement, la figure 19 montre que les températures de transformation A_s et A_f sont significativement décalées vers de plus hautes températures lorsque la déformation de l'échantillon augmente (voir figure 19). Par contre, les températures M_s et M_f sont faiblement affectées par la déformation de l'échantillon [7;33-35].

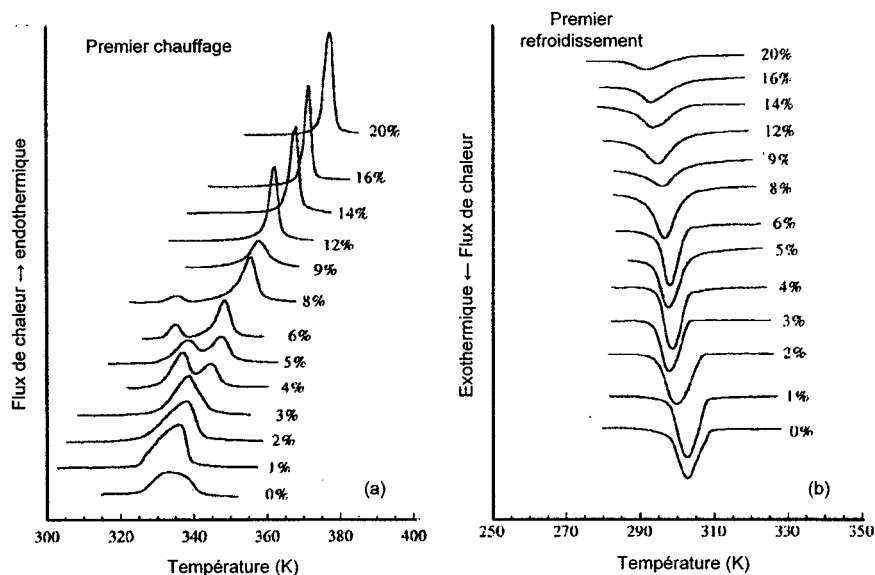


Figure 19 Comportement de la transformation de phase suite à une déformation de 0 à 20% (a) au chauffage, (b) au refroidissement pour un alliage Ti-50.2at.%Ni [33]

1.3.2 Facteurs affectant les propriétés mécaniques

Les principaux facteurs influençant les propriétés mécaniques sont le taux de travail à froid, la température de traitement thermique, la température d'essai, la composition chimique de l'alliage et le cyclage mécanique⁴. Premièrement, l'augmentation du taux de travail à froid augmente significativement la limite d'écoulement et le plateau caractéristique de réorientation de la martensite est pour sa part inhibé (figure 20).

⁴ Le cyclage mécanique désigne l'application d'un nombre répété de cycles de chargement-déchargement mécaniques (souvent <50 cycles) dans le but de régulariser certaines propriétés mécaniques de l'échantillon.

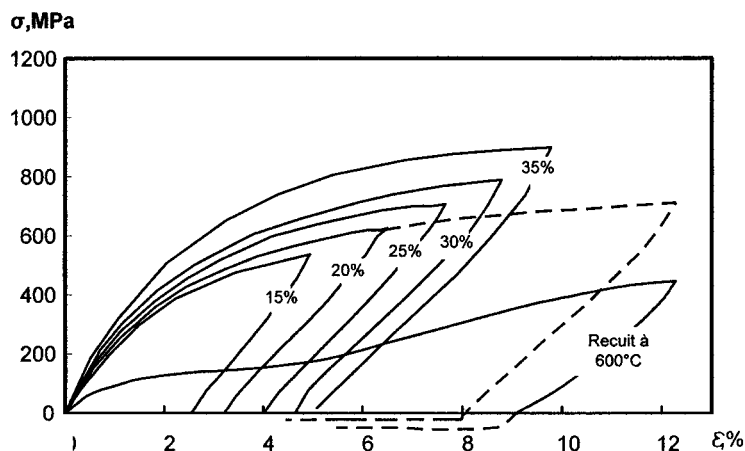


Figure 20 Essais de traction réalisés sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite au travail à froid de 15 à 35% [2]

Suite à un travail à froid, l'application d'un traitement thermique relaxe la structure et permet ainsi de retrouver les propriétés mémoire de forme. Le plateau de contrainte diminue avec l'augmentation de la température de traitement thermique puis se stabilise pour un alliage Ti-50.0at.%Ni (figure 21b) ou présente un minimum pour un alliage Ti-50.7at.%Ni (figure 21a).

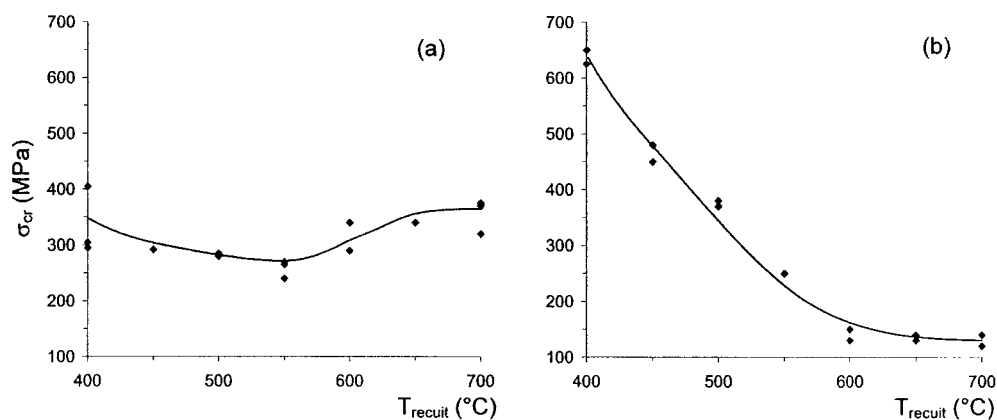


Figure 21 Influence du traitement thermique sur la contrainte critique (a) alliage Ti-50.0at.%Ni, (b) alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un taux de travail à froid d'approximativement 30% [36]

Par la nature thermosensible des AMF, la température d'essai influence fortement les résultats des essais mécaniques. En effet, la figure 22 montre que pour des températures inférieures à M_s , la contrainte critique diminue en fonction de la température d'essai et lorsque cette dernière se situe au-dessus de M_s , la contrainte critique augmente [37].

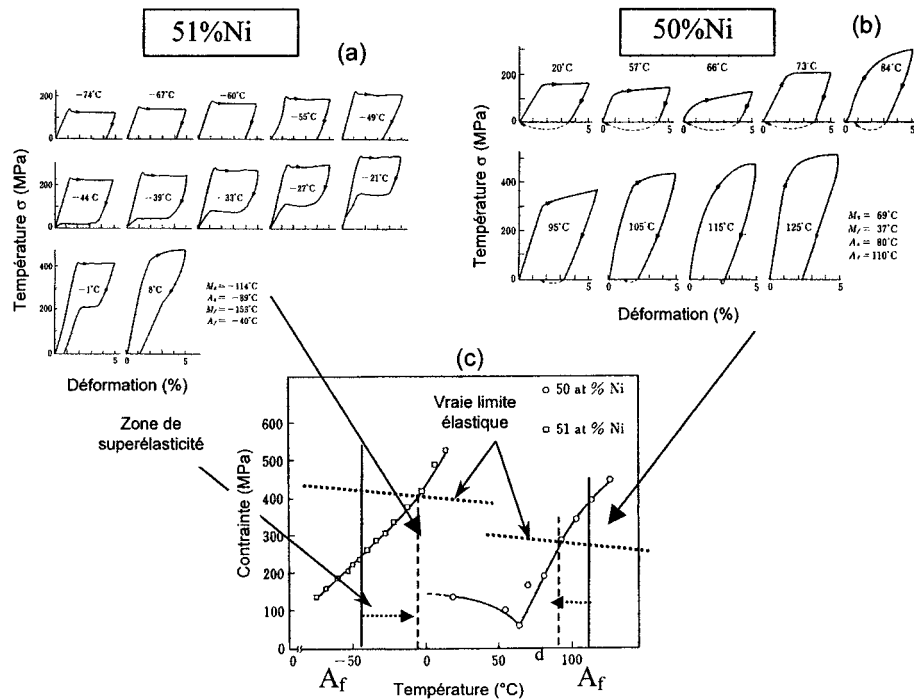


Figure 22 Évolution de l'allure des courbes de traction en fonction de la température d'essai (a) alliage Ti-51.0at.%Ni, (b) Ti-50.0at.%Ni, (c) évolution des contraintes critiques [38]

De plus, on peut remarquer sur la figure 22 et la figure 23 que la composition chimique de l'AMF influence les résultats de l'évolution de la contrainte critique en fonction de la température d'essai.

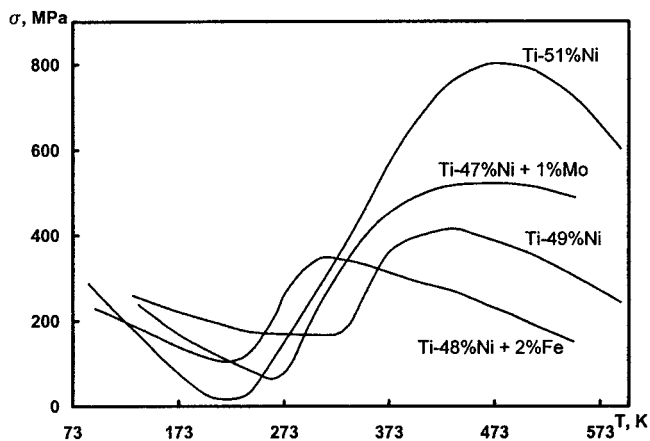


Figure 23 Influence de la composition chimique sur l'évolution de la contrainte critique en fonction de la température d'essai [2]

Le cyclage mécanique peut être interprété comme étant les premiers cycles de stabilisation d'un AMF (ou les premiers cycles de fatigue). La figure 24 démontre que pendant les premiers cycles (< 50 cycles), les propriétés mécaniques des AMF varient fortement. En général, la contrainte critique de transformation (σ_{cr}^A) diminue (figure 24a), la déformation permanente (ϵ_p) augmente significativement (figure 24b) et le coefficient d'érouissage (K) augmente (figure 24c) pendant les 20 premiers cycles mécaniques [27;39]. Cette variation des propriétés est due à l'alignement préférentiel des variantes de martensite et à la création de sites de germination de la martensite pendant les tout premiers cycles [40]. Par conséquent, la force motrice à la création de la martensite est diminuée et donc σ_{cr}^A est diminuée [21]. De plus, l'augmentation de la déformation permanente est causée par l'érouissage dû à la transformation sous contrainte et par les plaquettes de martensite résiduelle [41]. Ainsi, dans le cas de l'utilisation d'un AMF comme dispositif, il est essentiel de procéder à un entraînement mécanique de l'échantillon afin de le stabiliser dans le cas de l'utilisation d'un dispositif pendant plusieurs cycles.

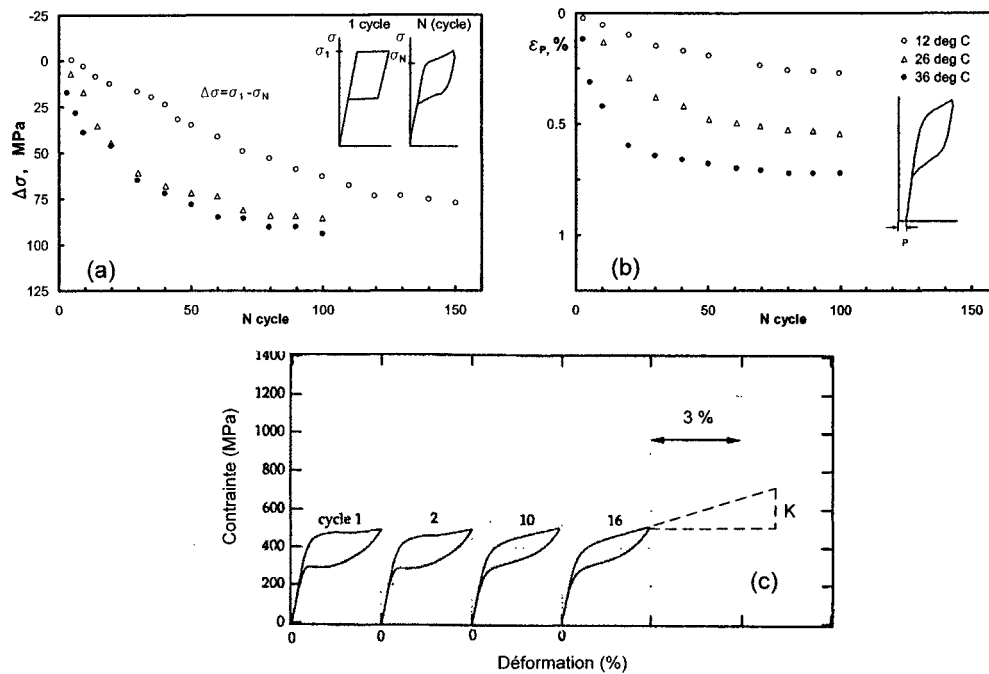


Figure 24 Effet du cyclage mécanique sur les propriétés mécaniques des alliages superélastiques (a) diminution de la contrainte critique et (b) augmentation de la déformation permanente de l'alliage Ti-50.5at.%Ni, (c) augmentation du coefficient d'érouissage de l'alliage Ti-50.8at.%Ni [39;41]

1.3.3 Facteurs affectant les propriétés fonctionnelles

Les principaux facteurs influençant les propriétés fonctionnelles sont la déformation initiale de l'échantillon, la composition chimique de l'alliage et le cyclage thermique. Les deux principales propriétés fonctionnelles sont la génération de contrainte au chauffage et la récupération de la déformation au chauffage. La génération de contrainte au chauffage est en quelque sorte la contrainte pouvant être générée par un échantillon déformé, encastré puis chauffé. Pour sa part, la déformation récupérable représente la déformation maximale pouvant être complètement récupérée par un échantillon déformé puis chauffé.

Tel que présenté à la figure 25, il existe généralement une déformation initiale différente pour laquelle chacune de ces deux propriétés fonctionnelles est maximale [8;9;11;12;42-46].

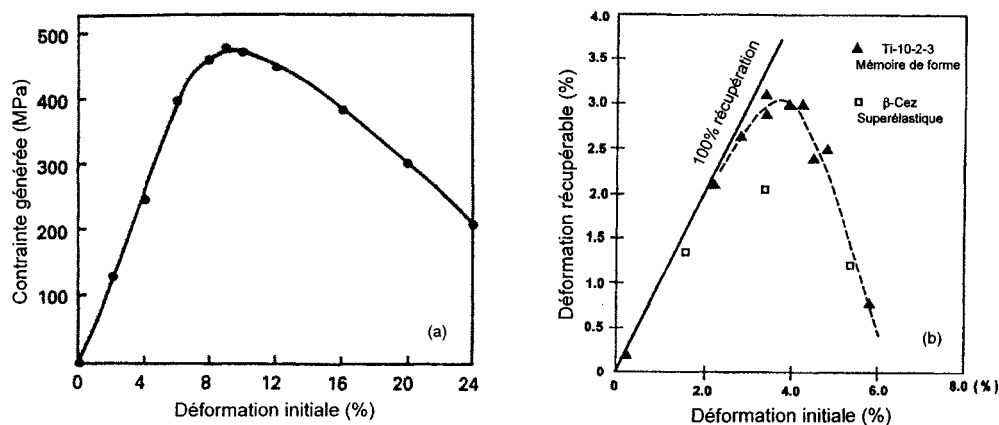


Figure 25 Évolution de la contrainte générée de l'alliage Ni-46.3at.%Ti-9at.%Nb (a) [42] et de la déformation récupérable de l'alliage Ti-10-2-3 (b) [46] en fonction de la déformation initiale

La composition chimique influence aussi la contrainte générée et la déformation résiduelle (figure 26).

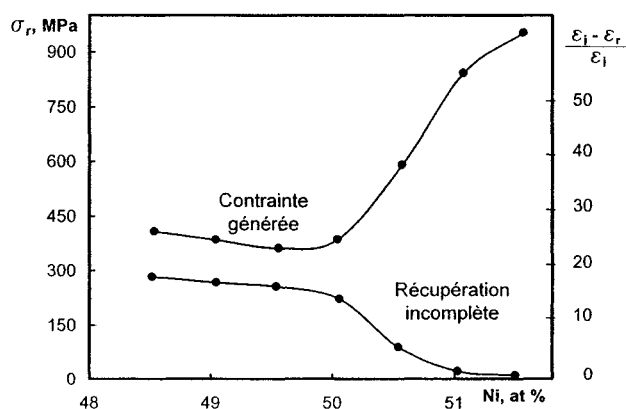


Figure 26 Contrainte générée et déformation résiduelle en fonction de la teneur en nickel d'un alliage Ti-Ni [2]

L'effet combiné du travail à froid et du traitement thermique permet d'augmenter la contrainte pouvant être générée [47]. De plus, il existe une température de traitement thermique pour laquelle la contrainte générée est maximale [43;45]. Finalement, la figure 27 montre que le cyclage thermique influence les résultats de contrainte générée pour les premiers cycles ($N \approx 30$).

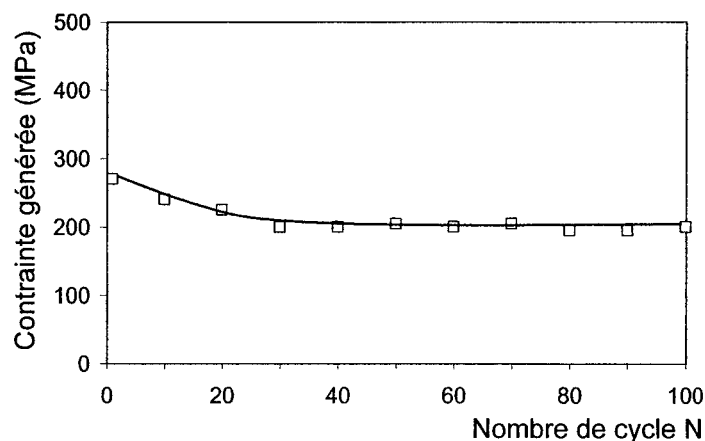


Figure 27 Évolution de la contrainte générée en fonction du nombre de cycle thermique [45]

De façon générale, on peut donc voir que les propriétés thermiques, mécaniques et fonctionnelles varient en fonction :

- de la composition chimique de l'alliage;
- du taux de déformation à froid;
- de la température et du temps de traitement thermique;
- de la température d'essai;
- de la déformation initiale de l'échantillon;
- du cyclage thermique;
- du cyclage mécanique.

1.4 Problématique et objectifs du projet

Considérant la grande variabilité des propriétés des AMF, il est difficile de relier entre elles les données présentes dans la littérature. En effet, les résultats sont souvent obtenus pour des conditions d'essai unique (ex. : une seule température de déformation) ou bien pour une plage restreinte (ex. : traitement thermique variant de 400 à 600°C). En regard à l'état de l'art des AMF, une étude systématique des propriétés thermiques, mécaniques et fonctionnelles s'impose.

L'objectif de ce projet est donc d'étudier l'influence du travail à froid et des traitements thermiques afin de développer les outils d'amélioration des propriétés thermomécaniques des AMF et ainsi, d'accroître la tenue en fatigue à la rupture de ces matériaux. Les techniques de caractérisation telles que l'essai de calorimétrie différentielle à balayage ainsi que la résistivité électrique permettent d'obtenir les propriétés thermiques de l'alliage (températures de transformation et enthalpie de transformation). Pour sa part, l'essai de traction à température constante fournit les données de caractérisation mécanique telles que les contraintes caractéristiques (σ_y , σ_{cr} , etc.) et les types d'effets obtenus (effets mémoire et/ou superélastique). Finalement, la mesure des propriétés fonctionnelles telles que la contrainte générée et la déformation récupérable permettent d'avoir une vue globale et ainsi de pouvoir déterminer les meilleures conditions de la mise en forme de ces matériaux.

Ce travail constitue seulement une partie d'une étude globale des AMF à base de titane-nickel. Les résultats obtenus lors de l'étude fondamentale permettront de déterminer le traitement thermomécanique optimal rendant possible la réalisation et la mise en forme de dispositifs mécaniques et biomédicaux performants [48].

1.5 Choix des matériaux

Le choix des matériaux utilisés dans le cadre de ce projet s'est arrêté sur les alliages à base de Ti-Ni. Le Tableau I présente une comparaison de quelques propriétés physiques et fonctionnelles pour trois familles de matériaux à mémoire de forme les plus utilisés. Les alliages Ti-Ni ont été choisis à cause de leurs meilleures propriétés fonctionnelles telles que la déformation récupérable et la contrainte générée.

Tableau I

Comparaison des propriétés des alliages à mémoire de forme [1;2]

Propriétés		Cu-Zn-Al	Cu-Al-Ni	Ti-Ni
Hystérésis [°C]	$A_s - M_s$	10-25	15-20	20-40
Déformation récupérable maximale [%]	ε_r^{\max}	4-6	4-5	6-8
Contrainte critique [MPa]	σ_{cr}^M	75-80	130	50-150
	σ_{cr}^A	150-300	150-300	150-600
Résistance mécanique [MPa]	σ_{UTS}	600-800	500-800	800-1800
Contrainte générée [MPa]	σ_{gen}	550-650	300-400	300-1500
Résistance en fatigue		↓	↓	↑

Plus spécifiquement, les alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni ont été sélectionnés car à une température près de l'ambiante, ces deux matériaux manifestent respectivement l'effet mémoire de forme et l'effet superélastique. La figure 28 présente la façon d'estimer les températures de transformation en fonction de la teneur en nickel.

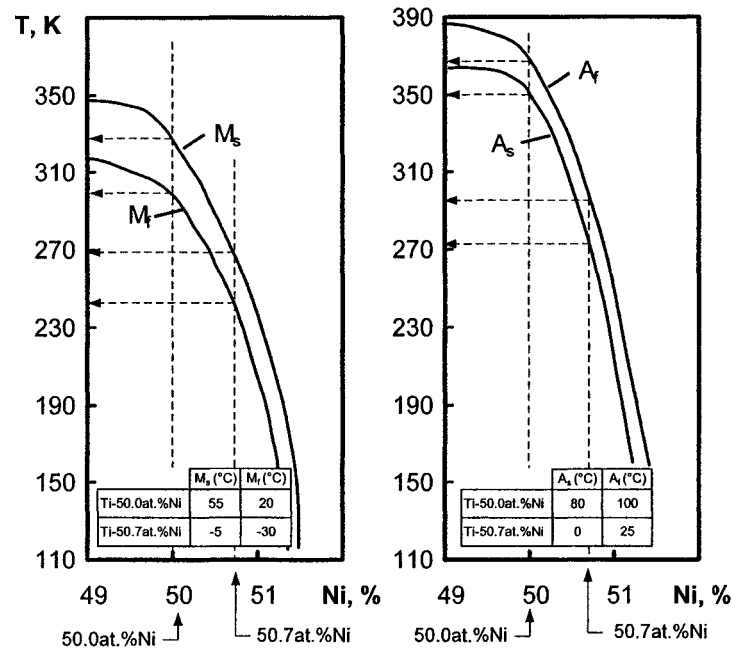


Figure 28 Températures de transformation de phase de l'alliage Ti-Ni en fonction de la teneur en nickel (recuit à 800°C puis trempé à l'eau) [2]

Pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, la figure 28 permet d'estimer que la transformation directe se terminera à 20°C (état martensitique) produisant ainsi l'effet mémoire de forme à la température ambiante. Pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni, l'effet superélastique est possible car la température A_f est près de l'ambiante (25°C).

L'intérêt d'utiliser les alliages riches en nickel (Ti-50.7at.%Ni par exemple) est qu'ils peuvent être durcis par processus de vieillissement et par procédé de déformation à froid tandis que les alliages équiatomiques (Ti-50.0at.%Ni) peuvent seulement l'être par travail à froid. Généralement, la fabrication de ces deux alliages Ti-Ni est une succession d'étapes menant à l'obtention d'un produit fini. Ainsi, la figure 29 propose un schéma des principales étapes de fabrication des fils en AMF Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni étudiés dans ce projet.

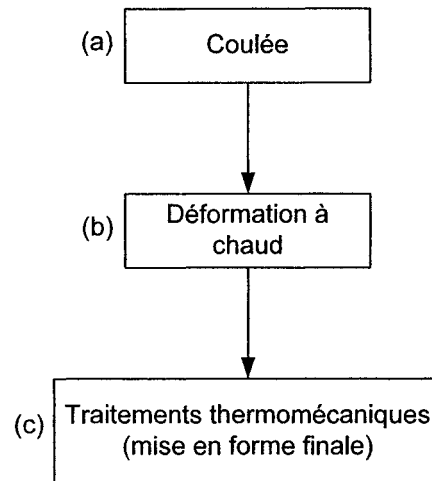


Figure 29 Schéma des principales étapes de fabrication des échantillons en AMF

Les étapes (a-b) de la figure 29 ne font pas partie de l'investigation de ce projet. Mise à part les conditions d'obtention de semi-produits, les propriétés fonctionnelles des AMF sont grandement influencées par les étapes finales de la fabrication soit, la mise en forme à froid ainsi que le traitement thermique. Ces deux étapes finales constituent le traitement thermomécanique (TTM), c'est-à-dire la combinaison d'une déformation plastique de l'alliage suivie d'un traitement thermique ce qui fait l'objet de ce mémoire. Les sections suivantes présentent en détail les étapes de ces traitements thermomécaniques combinés.

1.6 Sélection de la température et des taux de déformation plastique lors de la mise en forme afin de modifier les propriétés des AMF

Les deux principaux mécanismes d'amélioration des propriétés structurales des AMF sont le durcissement par écrouissage obtenu suite à la déformation plastique de l'échantillon (traité aux sections 1.6.1 et 1.6.2) et le durcissement par précipitation lors d'un vieillissement de l'alliage (traité à la section 1.7.2). Les sections suivantes présentent donc deux types de traitements thermomécaniques ainsi que l'impact que ces derniers ont sur les AMF.

1.6.1 Traitements thermomécaniques à haute température

Le traitement thermomécanique à haute température (*HTMT: High-Temperature thermoMechanical Treatment*) est la déformation plastique de la phase austénitique suivie d'une trempe (phase martensitique). La température de déformation du matériau doit être plus élevée que la température critique de recristallisation. L'échantillon doit donc être immédiatement trempé afin de prévenir la recristallisation de l'austénite et ainsi maintenir les propriétés déformées. Selon *Brailovski et al.* [2], le HTMT est moins efficace pour les alliages Ti-Ni équiatomiques et est utilisé surtout pour les alliages Ti-Ni-Fe. Pour ce type d'alliage, les propriétés mécaniques peuvent être améliorées de 10 à 20%. La déformation à haute température provoque une forte anisotropie de la structure et par conséquent, l'anisotropie des propriétés mécaniques.

1.6.2 Traitements thermomécaniques à basse température

Le traitement thermomécanique à basse température (*LTMT: Low-Temperature thermoMechanical Treatment*) est la déformation plastique de la phase austénitique ou martensitique. Le type de LTMT est fonction de la température à laquelle le traitement est effectué : (1) déformation plastique de la phase austénitique stable ($M_d < T_{LTMT} < T_{recristallisation}$); (2) déformation plastique de la phase austénitique métastable ($T_{LTMT} < M_d$); (3) déformation plastique de la phase martensitique ($T_{LTMT} < M_f$); (4) déformation plastique du mélange de la phase austénitique et martensitique ($M_f < T_{LTMT} < A_f$).

La déformation de l'austénite stable ($LTMT_A$) produit une augmentation de la plage des températures de transformation (*TRMT: Temperature Range of Martensitic Transformation*) ainsi qu'une diminution des températures de transformation. La déformation à froid de l'austénite métastable diminue significativement la recouvrance de la déformation (durcissement par écrouissage) mais améliore grandement la contrainte générée au chauffage. Pour sa part, le traitement thermomécanique à basse

température de la martensite ($LTMT_M$) augmente d'une façon significative la température finale du retour de forme lors du premier cycle de chauffage [2]. Ce phénomène se nomme « l'effet mémoire de forme haute température » (*HTSME : High Temperature Shape Memory Effect*). Ce phénomène peut être clairement observé à l'aide d'un essai de dilatométrie [2;47].

Généralement, le LTMT combiné à un traitement thermique améliore les propriétés mécaniques, favorise la direction de la reprise de forme et modifie la plage ainsi que les températures de transformation par (1) l'affinement et l'uniformisation de la taille des cristaux de la phase finale martensitique (augmentation du nombre de centres de germination), (2) l'uniformisation de la distribution des atomes d'impuretés dans les grains et (3) l'uniformisation et diminution de la taille des précipités [2].

Le traitement thermique suivant la déformation à froid (*PDA : Post-Deformation Annealing*) constitue l'étape finale de la mise en forme d'un alliage à mémoire de forme. Plusieurs auteurs s'entendent pour dire que le traitement combiné (LTMT + PDA) présente un intérêt particulier en ce qui a trait à la régularisation et à l'optimisation des propriétés des AMF [2;22;36;47;49].

Dans le cadre de ce projet, tous les échantillons sont sujets à un travail à froid par laminage. Ils sont divisés en trois groupes selon la taux de déformation infligée : déformation faible (0.30 de la réduction du diamètre), déformation moyenne (0.52 ou 0.56) et déformation sévère (0.88 ou 0.77). Ces dernières représentent les déformations logarithmiques communément appelées « déformations réelles ».

$$e_{réelle} = \ln \left(\frac{d}{d_o} \right) \quad (1.8)$$

La déformation à 0.30 a été déterminée comme étant une déformation minimale où les effets du travail à froid se font ressentir. Les hauts taux de déformation à froid de 0.88 et 0.77 ont été déterminés comme étant les maximums atteints avant la défaillance structurale du matériau lors d'un procédé de laminage conventionnel (Ti-50.0at.%Ni = 0.88; Ti-50.7at.%Ni = 0.77). Pour leur part, les taux de déformation à froid de 0.52 et 0.56 représentent les points moyens entre les basses et les hautes déformations à froid.

1.7 Sélection des traitements thermiques post déformation

Le traitement thermique est l'étape subséquente des différents traitements de mise en forme à froid (LTMT) afin d'effectuer un contrôle final des propriétés fonctionnelles de l'alliage. Ainsi, la mise en œuvre d'un traitement thermique fait en sorte de modifier à la fois les propriétés spécifiques de mémoire de forme (génération de contrainte, recouvrance de la déformation, plateaux de contrainte, température et énergie de transformation de phase, etc.) et les propriétés mécaniques classiques de l'alliage (limite d'écoulement, contrainte ultime, allongement à la rupture, tenue en fatigue, taux d'écrouissage, dureté, etc.).

Les sections suivantes regroupent une brève présentation sur les traitements thermiques post déformation. Ce sujet étant très bien documenté, le lecteur désirant approfondir le sujet peut se référer à l'ouvrage de Brailovski et al. [2] ainsi qu'à [21-24;36;50].

1.7.1 Traitements thermiques et trempe

Dans ce document, les termes « traitement thermique » et « trempe » désignent respectivement le fait de chauffer et ensuite de maintenir un échantillon à une température entre 200-700°C et de le tremper ensuite dans l'eau à 20°C. Dans le cas des AMF, le traitement thermique suivant la mise en forme du matériau se nomme le « recuit post déformation : PDA (*Post-Deformation Annealing*) ». Le terme recuit

désigne toute action qui consiste à chauffer un échantillon AMF. Pour les alliages équiatomiques (Ti-50.0at.%Ni), une température de traitement thermique basse (communément appelée « revenu » pour les matériaux conventionnels) ou une température de traitement thermique haute (souvent appelée « recuit ») sera appelée le recuit post déformation (PDA). De la même façon pour les alliages superélastiques (Ti-50.7at.%Ni), une température de traitement thermique basse (généralement désignée comme un « vieillissement ») ou une température de traitement thermique haute (habituellement désignée comme une « mise en solution solide ») sera aussi appelée PDA.

Pour les alliages à mémoire de forme, l'objectif du PDA est d'éliminer partiellement ou totalement l'historique thermomécanique de l'échantillon, d'homogénéiser la solution solide (recristallisation, polygonisation, etc.) et d'affiner les grains. Pour les alliages riches en nickel, le PDA produit à la fois une relaxation des contraintes et un durcissement par précipitation. Pour sa part, la trempe à l'eau permet de fixer la structure obtenue à haute température et de prévenir le processus diffusionnel pendant le refroidissement à l'équilibre donc la restauration, la recristallisation ou la précipitation.

Dans le cadre de ce projet, tous les échantillons sujets à un recuit post déformation sont divisés en trois groupes selon la température de recuit : recuit à basses températures (PDA = 200-300°C), recuit à moyennes températures (PDA = 350-450°C) et recuit à hautes températures (PDA = 500 et 700°C). Les mécanismes structuraux correspondant à ces trois zones représentent respectivement la relaxation de la structure écrouie, la polygonisation de la structure (partielle ou complète) et la recristallisation de la structure (partielle ou complète).

1.7.2 Vieillissement

Dans le cadre de ce projet, le phénomène de vieillissement n'est pas étudié formellement. Par contre, pour les alliages riches en nickel, la température de recuit post déformation (pour un temps fixe de 1h00) favorise la précipitation. Alors, cette section présente brièvement le mécanisme de vieillissement pour les alliages Ti-Ni.

Le vieillissement des alliages riches en nickel est obtenu par un chauffage à une température inférieure à celle de recristallisation puis par un refroidissement rapide (hors d'équilibre) de l'alliage. Cet apport d'énergie favorise le retour à l'équilibre du matériau et produit la formation de précipités. Une partie du cristal est alors remplacée par un volume d'un composé différent. La nature chimique du précipité et de la matrice est différente.

Il existe trois principaux types de précipités. Les précipités cohérents présentent une continuité cristallographique avec le matériau de base. De ce fait, les réseaux cristallins de la matrice et des précipités sont semblables. Pour leur part, les précipités semi-cohérents présentent une cohérence cristallographique avec la matrice sur certains plans seulement. Finalement, les précipités incohérents n'ont aucune relation cristallographique avec la matrice.

De façon générale, le vieillissement d'un alliage est effectué afin d'améliorer les propriétés mécaniques de ce dernier (ex. : limite d'écoulement). Le mécanisme de durcissement est possible car la présence de précipités fins empêche le mouvement des dislocations (figure 30a). Ces précipités sont obtenus en effectuant un recuit, une trempe à l'eau et un vieillissement contrôlé. Par contre, lorsque l'échantillon est refroidi à l'équilibre (refroidissement lent) où le temps de maintien est très long, la croissance des précipités sera telle que les dislocations n'auront pas de mal à les contourner et il s'en suivra des propriétés mécaniques médiocres (figure 30b).

Ainsi, pendant le vieillissement de l'alliage, la dynamique est régie par le phénomène de germination et de croissance. Il y a formation de germes de précipités puis une croissance de ces derniers en fonction du temps et de la température (principe diffusionnel).

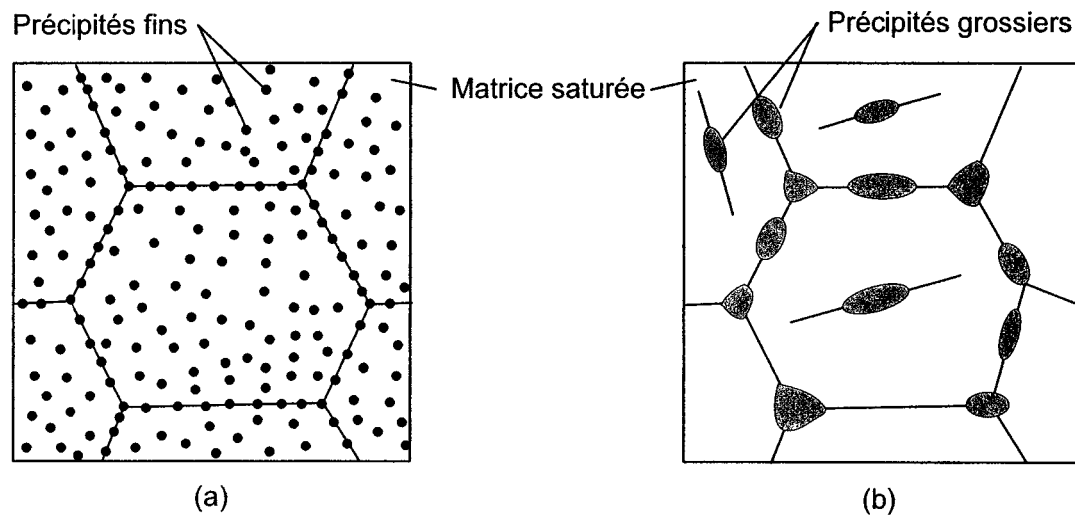


Figure 30 Représentation schématique de la précipitation (a) fine, (b) grossière [51]

Pour les alliages à base de Ti-Ni, les températures de vieillissement, elles peuvent être classées selon trois groupes : (1) pré-précipitation (250-300°C), (2) précipitation (300-600°C) et (3) survieillissement (près de 600°C). Le Tableau II présente les positions relatives des températures de transformation de phase par rapport à un échantillon de référence complètement recuit et trempé.

Tableau II

Positions relatives des températures de transformation de phase par rapport à un échantillon de référence recuit (« ↑ » : augmentation; « ↓ » : diminution) [basé sur [2]]

Température vieillissement	Position relative des température de transformation
Pré-précipitation (250-300°C)	↓
Précipitation (300-600°C)	↑
Vieillissement à 600°C	↓

Le vieillissement d'un alliage riche en nickel est un traitement efficace afin d'améliorer les propriétés superélastiques de ce dernier. En effet, les propriétés telles que la limite d'écoulement, la contrainte ultime ainsi que la génération de contrainte maximale peuvent être augmentées. De plus, les propriétés fonctionnelles telles que l'amplitude du plateau de contrainte ainsi que la déformation maximale permettant un retour superélastique complet peuvent être aussi améliorées [52].

Dans le cadre de ce projet, l'augmentation de la température de traitement thermique post déformation pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni a pour effet à la fois de relaxer les contraintes internes du matériau (causées par le travail à froid) et de favoriser la précipitation due au mécanisme de vieillissement de l'alliage.

1.8 Traitement thermomécanique combiné

Globalement, le projet vise à déterminer l'effet combiné du travail à froid et du traitement thermique post déformation pour un alliage à mémoire de forme et un alliage superélastique. La figure 31a présente schématiquement l'interrelation générale de certains paramètres entre eux.

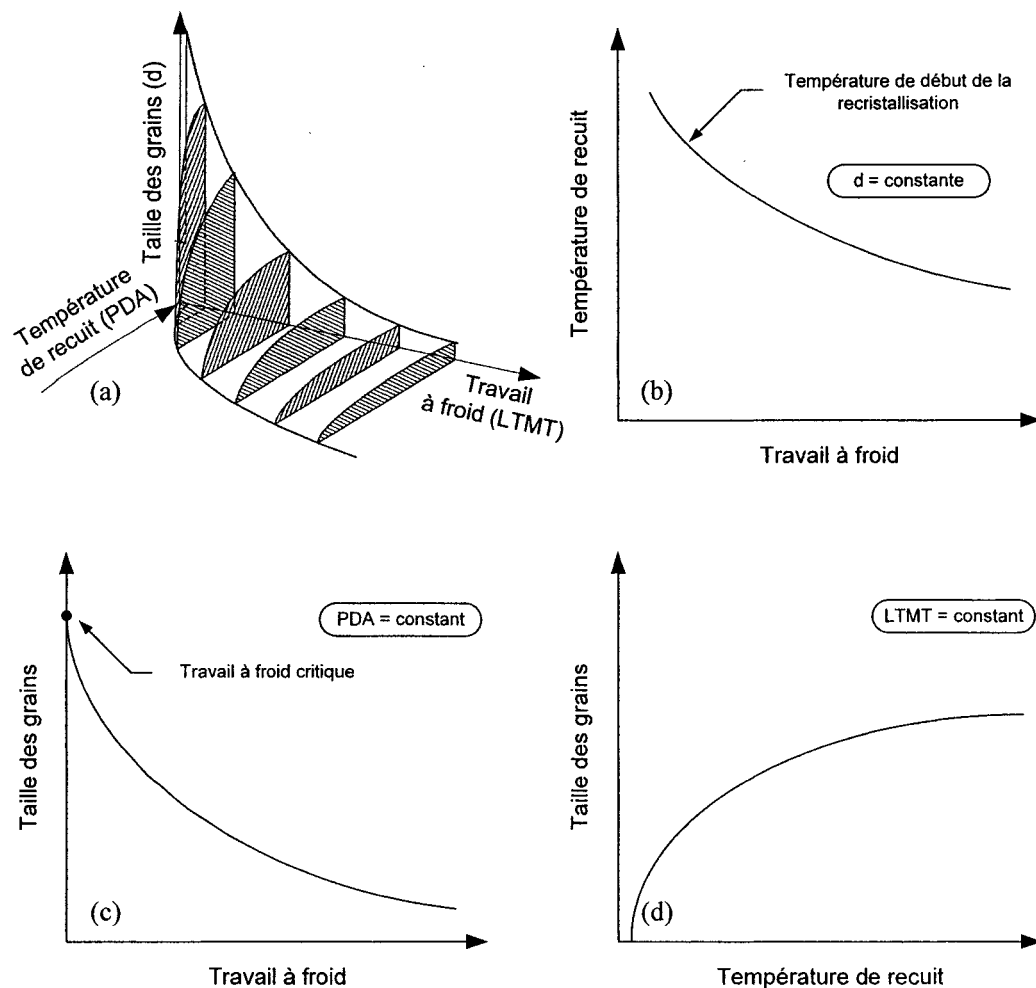


Figure 31 Représentation schématique de l'interrelation entre les paramètres : (a) température de recuit / taille des grains / travail à froid, (b) température de recuit / travail à froid, (c) taille des grains / travail à froid, (d) taille des grains / température de recuit [53]

La figure 31b montre que la température de recristallisation diminue lorsque la déformation à froid augmente. De la même façon pour les alliages Ti-Ni, le processus de recuit (relaxation des contraintes, polygonisation ou recristallisation) se développe plus rapidement suite à la déformation à froid de la martensite comparativement à la déformation de l'austénite. Cela est dû à la plus grande densité de dislocations (énergie accumulée) dans la martensite déformée par rapport à l'austénite (énergie de faute d'empilement) [36].

Pour sa part, la figure 31c montre que la taille des grains recristallisés diminue en fonction du taux d'écroutissage. En effet, au cours de la déformation plastique de l'alliage Ti-Ni, les dislocations se déplacent sur les plans de glissement actifs. La densité de dislocations suivant certains plans favorise la création de nouveaux joints de grains [54]. En d'autres mots, les gros grains se divisent en petits. Ainsi, le mécanisme d'affinement des grains fait en sorte d'augmenter considérablement les propriétés mécaniques. En effet, la déformation plastique de l'alliage Ti-Ni ne cause pas la dégradation de la transformation de la phase martensitique et de la phase R pour des déformations allant jusqu'à 55%.

Lorsque le travail à froid atteint 60% de réduction de la section, il y a formation d'une structure amorphe avec des bandes de cisaillement causées par l'instabilité mécanique due aux contraintes de cisaillement [55]. À ce sujet, l'excellent article de *Koike et al.* [56] présente ce phénomène d'une façon exhaustive et évidente. Une réduction d'épaisseur de 20% entraîne une diminution de l'espace entre les variantes et une augmentation de la densité de dislocations.

Suite à une déformation plastique de 30%, l'espace entre les variantes continue de diminuer. Après une déformation de 60%, deux régions distinctes sont visibles : une zone constituée de micro-cristaux et une phase amorphe. Habituellement, la principale

force motrice permettant d'obtenir une structure amorphe est le désordre chimique. Les auteurs démontrent que le travail à froid sur l'alliage Ti-Ni n'introduit pas de désordre chimique apparent [56].

Dans le cadre de ce projet, on doit s'attendre à avoir une structure partiellement amorphe pour les hauts taux de déformation ce qui permettra, en première hypothèse, de former une structure très fine lors du traitement thermique post déformation.

Finalement, la figure 31(d) montre que la taille des grains augmente lorsque la température de recuit augmente. Lorsque l'alliage Ti-Ni est traité thermiquement, cet apport d'énergie fait en sorte que les dislocations peuvent se déplacer (relaxation des contraintes), s'aligner (polygonisation) ou finalement, se regrouper (recristallisation) et ceci afin de diminuer l'énergie stockée dans le matériau lors de la déformation. Ce regroupement des dislocations fait en sorte que les joints de grains se regroupent et que les grains grossissent. Afin de fixer un ordre de grandeur, pendant le recuit à 400°C et plus, la densité de dislocations dans l'austénite diminue grandement et à 650°C, la structure est complètement recristallisée [36].

Le traitement combiné consiste à effectuer le travail à froid (LTMT : 0.30, 0.50 et 0.88 de réduction du diamètre) suivi d'un traitement thermique post déformation (PDA : 200 à 700°C). La figure 32 présente la synthèse des conditions de la mise en forme des deux alliages étudiés dans le cadre de ce mémoire.

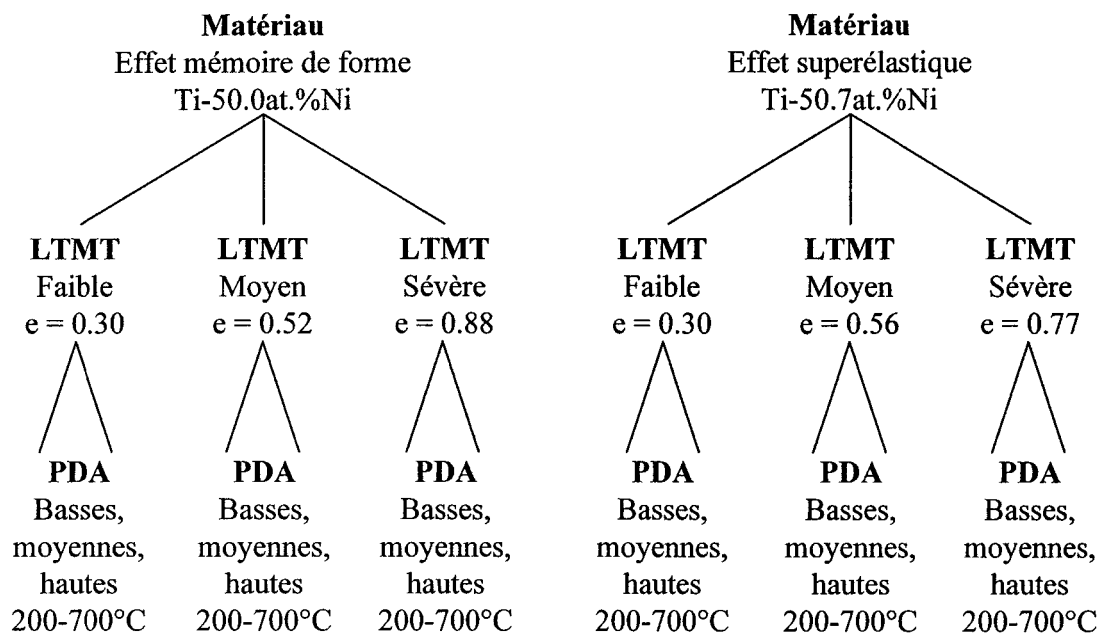


Figure 32 Schéma des conditions de la mise en forme des deux alliages étudiés

CHAPITRE 2

CHOIX DES TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION ET PLANIFICATION DES EXPÉRIMENTATIONS

Cette section présente le choix des techniques de caractérisations telles que la calorimétrie différentielle à balayage, la résistivité électrique, l'essai de traction isotherme, la déformation récupérable et la contrainte générée. Les équipements ainsi que la méthodologie expérimentale sont exposés.

2.1 Calorimétrie différentielle à balayage

La transformation martensitique est une transformation de phase à l'état solide (changement de phase du premier ordre) donc, il y a nécessairement un échange d'une certaine quantité de chaleur avec le milieu extérieur lors de la transformation. La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est une méthode de mesure thermique qui évalue ce flux de chaleur associé à la transformation martensitique. Cette méthode permet de déterminer le début et la fin de l'échange d'énergie (réaction endothermique ou exothermique) ainsi que l'énergie totale de ce changement de phase. En général, les deux types d'essais possibles sont le balayage en température avec ou sans contrainte externe. Dans ce document, il sera uniquement question des essais DSC sans contrainte externe appliquée.

Les principaux objectifs de l'essai DSC appliqué aux alliages à mémoire de forme titane-nickel sont : (1) déterminer le ou les types de transformation de phase au chauffage et au refroidissement (simple stade $B2 \leftrightarrow B19'$ et/ou multi stades $B2 \leftrightarrow R \leftrightarrow B19'$), (2) déterminer les températures caractéristiques de transformation de phase « TRMT » (*Temperature Range of Martensitic Transformation*), (3) déterminer l'énergie de transformation tant lors de la transformation directe qu'inverse. La figure 33 montre une courbe type d'un essai DSC. Les données brutes de l'essai DSC sont le flux

de chaleur (en milliWatts) en fonction de la température de balayage (en degrés Celcius). Lorsque la phase R interfère avec le pic de l'austénite ou de la martensite (par exemple, pendant le chauffage de la figure 33b), les températures A_s ou M_s sont obtenues entre les deux pics. Les zones hachurées (figure 33b) représentent l'enthalpie de transformation.

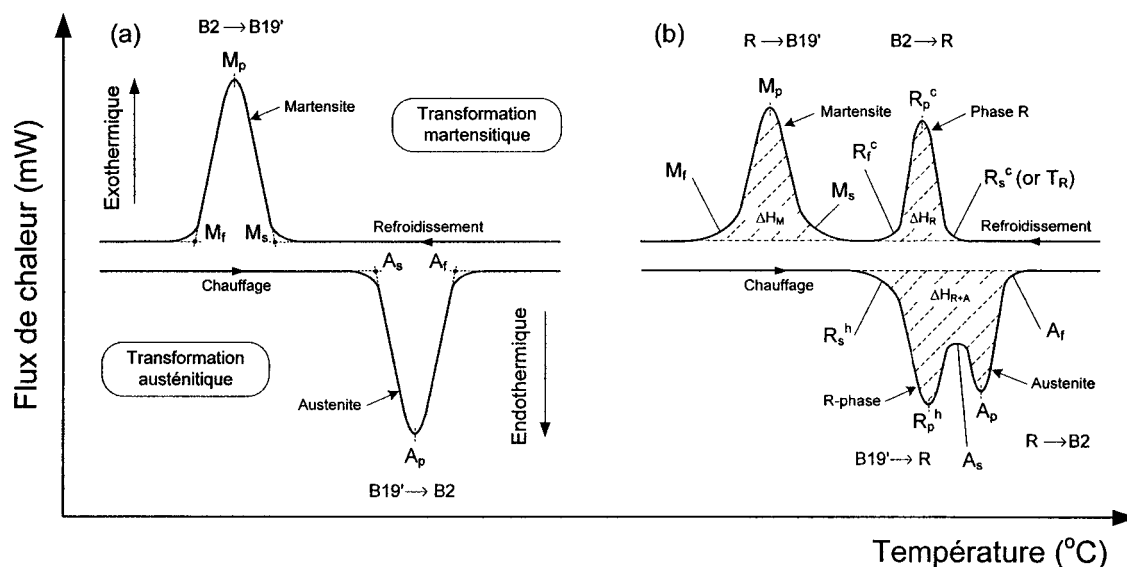


Figure 33 Courbe typique d'un essai DSC, (a) sans phase R; (b) avec phase R

La figure 33a montre une courbe DSC typique sans contribution de la phase R pendant le balayage en température (transformation simple stade). La méthode des tangentes de la norme ASTM F 2004-00 permet de mesurer les températures de début et de fin de transformation (voir figure 33a) [57]. Pendant le chauffage, la transformation martensitique inverse ($B19' \rightarrow B2$) présente une réaction endothermique et cette dernière débute à une température A_s pour se terminer à A_f . De la même façon, la transformation directe débute à une température M_s pour se terminer à M_f et présente une réaction exothermique. Les surfaces sous les courbes au chauffage et au refroidissement sont

généralement identiques et cette donnée représente l'énergie de transformation de phase (enthalpie de transformation).

La figure 33b présente une courbe DSC type avec contribution de la phase R pendant le balayage en température (transformation multi stades). Lorsque la phase R se présente, il peut être difficile d'interpréter la courbe DSC. En effet, pendant le chauffage (figure 33b), les deux pics se chevauchent et la fin de la transformation B19'→ R ainsi que le début de la transformation R→ B2 ne sont pas clairement définies. Pendant le refroidissement, il survient une transformation à deux stades mais dans ce cas, la formation de la phase R est complètement séparée de la formation de la martensite. La transformation B2→ R débute et se termine respectivement à R_s (ou T_R) et R_f et la transformation R→ B19' débute à M_s et se termine à M_f .

Le taux de balayage de l'échantillon (au chauffage et au refroidissement) influence significativement les mesures des températures de transformation. Une augmentation de la vitesse de balayage produit un écartement des températures de début et de fin de transformation ainsi qu'une augmentation apparente de l'enthalpie de transformation. Afin de pouvoir comparer plusieurs essais DSC entre eux, il est donc impératif d'indiquer les rampes de chauffage/refroidissement. En ce sens, la norme ASTM F2004-00 [57] fixe la vitesse de balayage à 10°C/min et dans le cadre du présent projet, tous les essais DSC seront effectués à cette vitesse [57;58].

Présentation des équipements utilisés pour les essais DSC

Les expérimentations de calorimétrie différentielle à balayage ont été effectuées avec l'appareil *Pyris 1 DSC* fabriqué par la compagnie *Perkin-Elmer*. La figure 34 présente une vue d'ensemble de l'appareil de mesure (a) ainsi qu'un schéma interne des fournaies (b).

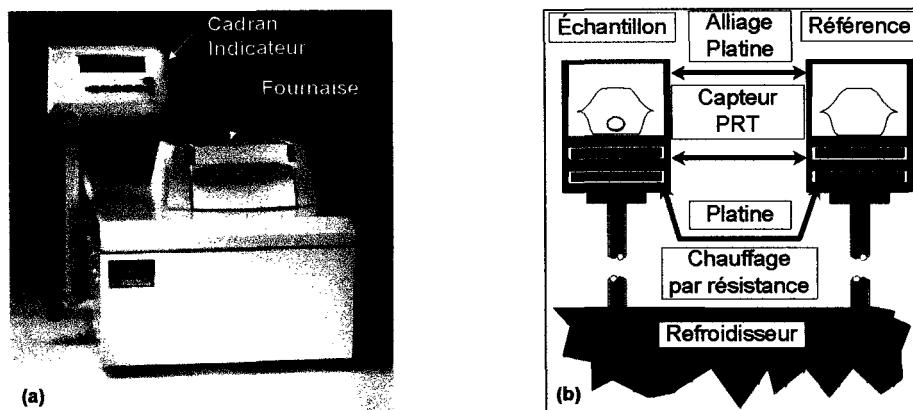


Figure 34 Appareil de calorimétrie différentielle à balayage

Pendant un chauffage (ou un refroidissement), l'instrument impose une différence de température (ΔT) nulle entre la fournaise de l'échantillon et la fournaise référence. Lors d'un balayage en température, afin de maintenir cette différence nulle, le flux de chaleur fourni à chacune des deux fournaises est différent selon de la variation d'enthalpie de l'échantillon (ΔH), de sa capacité calorifique et des différentes résistances thermiques. Donc, la différence de température entre l'échantillon et la référence reste stable tant qu'aucune transformation de phase ne survient. Cependant, lors d'un changement de phase à l'état solide, il y a variation d'enthalpie qui se traduit par une variation du ΔT . Ainsi, l'appareil devra augmenter (ou diminuer) son flux de chaleur afin de tendre la variation de température vers zéro. Ce flux de chaleur supplémentaire représente directement l'énergie absorbée (ou dégagée) dans le temps par l'échantillon. Cette méthode de compensation de puissance mesure directement le flux de chaleur entre l'échantillon et la référence.

Habituellement, le contenant de référence est en aluminium. L'appareil contient donc une coupole de référence et une coupole pour l'échantillon. Les températures d'utilisation de la machine se situent entre -60°C et 600°C . Par contre, il est possible de travailler à des températures de l'ordre de -170°C à 725°C . Finalement, la vitesse de

balayage de l'appareil se situe entre 0.1 et 500°C/min. L'acquisition et le contrôle de données sont gérés par le logiciel *Pyris Manager* de la compagnie *Perkin-Elmer*. Le module *Pyris 1 DSC* fournit à l'utilisateur la possibilité de programmer un cycle thermique, de visualiser le flux de chaleur fourni à l'échantillon, de mesurer les TRMT, d'effectuer un traitement des données et d'exporter les données en format texte. Le cycle thermique peut inclure différentes séquences comme des rampes et des plateaux. Il est aussi possible de faire plusieurs cycles thermiques. Les fréquences d'acquisition permises par le logiciel sont : standard (5 Hz) et rapide (20 Hz). Le logiciel permet de faire le traitement des résultats. Il est donc possible de déterminer les températures de début et de fin de transformation de phase ainsi que l'énergie de transformation lors du chauffage et du refroidissement.

Méthodologie expérimentale

Cette section présente la préparation des échantillons ainsi que le régime des manipulations afin d'effectuer les essais DSC. Ces essais expérimentaux sont réalisés sur la totalité des échantillons (voir figure 32).

Préparation des échantillons

La préparation des échantillons est une étape importante lors de l'analyse par calorimétrie différentielle à balayage. Dans un premier temps, il est impératif d'effectuer un traitement thermique suite à n'importe quelle manipulation qui pourrait affecter la structure interne du matériau. Par exemple, la coupe des échantillons produit des zones d'écroutissage localisées qui peuvent affecter grandement les résultats. Par contre, si on ne peut effectuer de traitement thermique suite à la mise en forme (tester le brut par exemple), on doit réaliser la coupe de l'échantillon à l'aide d'une scie à diamant basse vitesse. Cette dernière minimise les zones d'écroutissage localisées. Deuxièmement, la surface de l'échantillon en contact avec l'appareil DSC doit être suffisamment

importante et si possible constante entre les mesures afin de ne pas diminuer la conductivité thermique de l'échantillon [58]. En d'autres mots, il est préférable de garder une homogénéité de la surface de contact entre différents tests. Finalement, le nettoyage à l'ultrason, dans une solution de méthanol, permet de retirer les impuretés et de dégraisser l'échantillon. Les principales étapes de la préparation des échantillons sont :

- Procéder au polissage chimique dans une solution $1\text{HF} + 3\text{HNO}_3 + 6\text{H}_2\text{O}_2$ afin d'enlever la couche d'oxyde [36];
- Couper les échantillons à l'aide d'une scie à diamant basse vitesse afin d'obtenir des spécimens dont la masse varie entre 60 et 90 mg;
- Nettoyer les échantillons à l'aide d'une solution de méthanol et d'un bain à ultrason;
- Mesurer la masse des échantillons à l'aide d'une balance ayant une précision de ± 0.1 mg.

Régimes des manipulations pour l'essai DSC

L'appareil *Pyris 1 DSC* a été calibré à l'aide d'un échantillon normalisé d'indium. Avant les essais DSC, une vérification de la calibration est effectuée de façon régulière avec un échantillon normalisé de zinc. Suite aux traitements thermomécaniques et à la préparation des échantillons, les étapes nécessaires à la mise en œuvre des essais sont :

- Démarrer le refroidisseur (*intercooler*) 30 minutes avant de débiter le test et démarrer le chauffage du couvercle afin d'éviter la condensation dans les chambres (pour les températures de balayage de -60 à 580°C). Lorsque les températures cryogéniques sont nécessaires, le réservoir d'azote liquide (CryoFill) doit être raccordé (pour les températures de balayage de -170 à 580°C);

- Ouvrir l'alimentation en azote gazeux (balayage de -60 à 580°C) ou en hélium gazeux (balayage de -170 à 580°C) pour contrôler l'atmosphère des chambres (azote : 30ml/min. ou hélium : 20ml/min.);
- Produire une ligne de base afin de soustraire l'influence des transferts thermiques entre la fournaise et l'extérieur;
- Remplir le module *Method-Editor* en y inscrivant les informations suivantes : (1) masse de l'échantillon, (2) nom de l'essai et du fichier de données, (3) nom du fichier contenant la ligne de base, (4) type de gaz de purge utilisé (azote ou hélium), (5) séquence du chargement thermique et du taux de balayage, (6) fréquence d'échantillonnage (standard);
- Déposer l'échantillon avec sa coupole dans la fournaise de gauche;
- Déposer une coupole d'aluminium vide dans la fournaise de droite;
- Mettre les couvercles de platine;
- Imposer aux fournaises la température de départ de la séquence et débiter la séquence de balayage en température.

Choix de la plage et des températures de balayage

Pendant la première phase des expérimentations DSC (Ti-50.0at.%Ni), le choix des limites supérieures et inférieures de balayage a été validé. L'étude de ces deux paramètres d'expérimentation est détaillée à l'annexe 2 et les principales conclusions sont exposées à cette section.

Choix de la limite supérieure de la plage de balayage

Dans un premier temps, les essais DSC ont été effectués pour les températures de traitement thermique basses et moyennes (200, 250, 300 et 350°C) en utilisant une large plage de températures de balayage (-50 à 580°C). L'objectif était d'évaluer l'effet de cette plage de températures sur les transformations.

La figure 35 présente les essais DSC conduisant au choix de la limite supérieure de balayage. Suite à deux cycles successifs de chauffage/refroidissement (-50 à 580°C), on peut conclure que le premier chauffage jusqu'à 580°C (figure 35 : courbes noires) débloque la transformation (relaxation de la structure déformée) car le deuxième cycle est complètement développé.

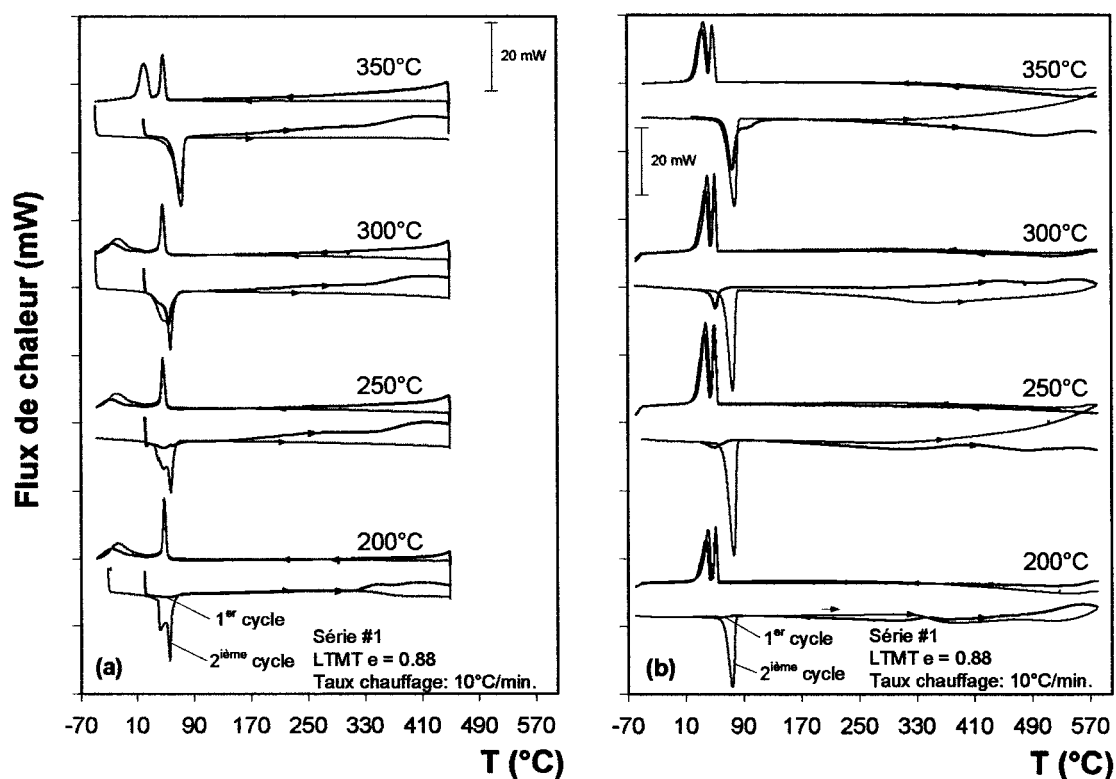


Figure 35 Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) balayage #1 [-65 à 450°C]; (b) balayage #2 [-65 à 580°C] : choix de la limite supérieure de balayage

La cinétique de la transformation d'un échantillon écroui (PDA = 200°C) est semblable à celle obtenue pour un échantillon partiellement polygonisé (PDA = 350°C) après un deuxième balayage (figure 35 : courbes grises). La seule explication plausible afin d'expliquer ce phénomène est que l'essai de DSC proprement dit contribue à un

traitement thermique additionnel du matériau pour le cas où la température supérieure de balayage est plus haute que la température de PDA. En d'autres termes, un essai DSC jusqu'à 580°C (vitesse de balayage de 10°C/min.) effectué sur un échantillon traité thermiquement à 200°C correspond à un temps additionnel de traitement thermique de $\frac{(580 - 200) \text{ deg}}{10 \text{ deg/min}} = 38 \text{ min}$ à une température approximative de $\frac{(580 + 200) \text{ deg}}{2} = 390 \text{ deg}$. Plus la différence entre la température de traitement thermique et la limite supérieure de l'essai DSC est grande, plus cet effet est prononcé.

Suite à ces essais, il a été décidé de limiter la température supérieure de balayage lors d'un essai DSC par la température de PDA.

2.2 Essai de résistivité électrique

Lors de la transformation martensitique, il survient des changements importants dans les propriétés physiques et électriques du matériau. Ainsi, la mesure de la résistivité électrique fournit un outil intéressant de caractérisation des températures caractéristiques de transformation (M_f , M_s , A_s , A_f , R_s et R_f). Ces dernières peuvent être, par la suite, comparées avec celles obtenues par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). De plus, l'intérêt de cette mesure réside dans le fait qu'elle peut être effectuée facilement sous contrainte appliquée et qu'elle peut être mise en œuvre pour des géométries d'échantillons ne permettant pas l'analyse DSC (fil long de petit diamètre). La figure 36 présente des courbes types de la résistivité en fonction de la température ainsi que la façon d'obtenir les températures de transformation. La figure 36a présente une courbe de résistivité typique de la transformation martensitique à un stade (chauffage B19'→B2, refroidissement B2→B19') tandis que la figure 36b montre le pic caractéristique de l'apparition de la phase intermédiaire « R » (chauffage B19'→B2, refroidissement B2→R→B19').

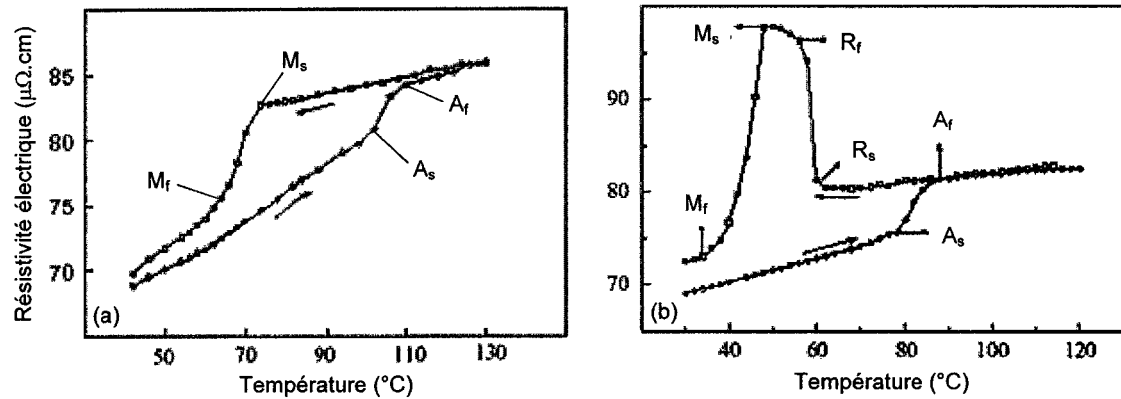


Figure 36 Ti-Ni quasi-équiatomique ($\epsilon_{\text{froid}} = 40\%$), courbes types d'un essai de résistivité électrique sous contrainte nulle: (a) transformation à un stade; (b) transformation à deux stades [59]

Présentation des équipements utilisés pour les essais de résistivité électrique

La figure 37 schématise le principe de mesure utilisé. Un courant circule à travers de l'échantillon et la tension est mesurée à ses bornes. Par la suite, les mesures de voltage et de température sont enregistrées à l'aide des systèmes d'acquisition de données.

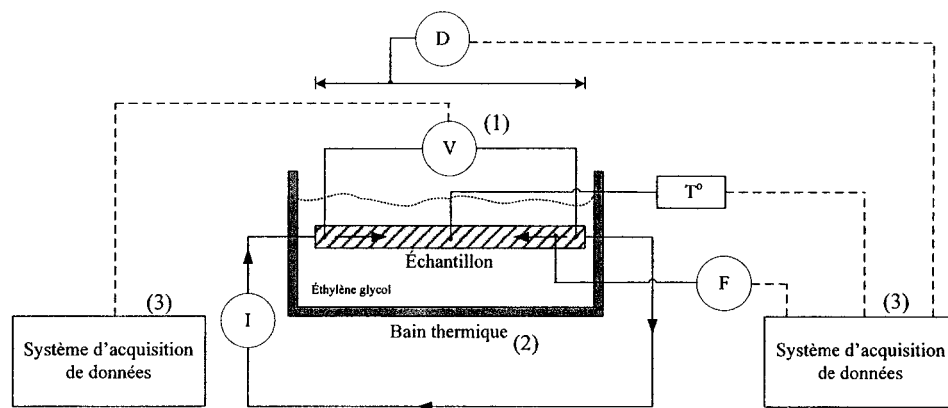


Figure 37 Schéma du banc d'essai et du branchement du système de mesure de la résistivité électrique

Le banc d'essai utilisé pour la mesure de la résistivité électrique pendant le balayage en température à déformation constante est constitué des trois principales sous-composantes: multimètre, bain thermique et système d'acquisition de données. La figure 38 présente une vue générale du montage lorsque ce dernier est en place.

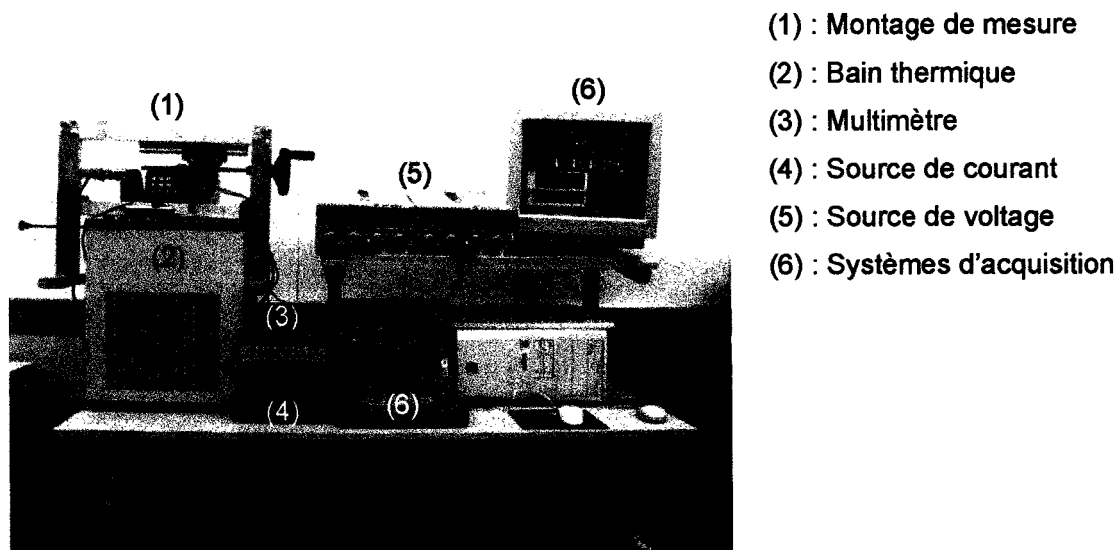


Figure 38 Banc d'essai pour la mesure de la résistivité électrique

Multimètre

L'appareil utilisé afin de mesurer la résistivité électrique des échantillons est un multimètre *Keithley* (modèle 2010). Cet appareil possède un cadran indicateur à huit chiffres et permet de mesurer la résistance ou le voltage ou le courant. En ce qui a trait à la mesure du voltage, la résolution maximale est de 10 nV et une précision de $\pm 2 \mu\text{V}$. Finalement, une sortie GPIB permet un contrôle en continu des entrées et des sorties.

Bain thermique

Le bain thermique est l'équipement utilisé afin d'appliquer une rampe de température. Cet équipement standard est fabriqué par la compagnie *PolyScience* (modèle 9710) et permet un contrôle de la température de -45 à 200°C (considérant une stabilité de 0.01°C). Le réservoir, en acier inoxydable, possède une capacité de 13 litres. Le chauffage et le refroidissement du fluide s'effectuent à même le bain thermique par un élément chauffant et un circuit réfrigérant.

Le contrôle du bain s'effectue par une interface RS-232. Le logiciel du bain thermique *PolyTemp*, fourni par la compagnie, permet de programmer différents cycles de température (montée et/ou descente) et de les répéter, le cas échéant. Le taux de chauffage expérimental se situe entre 0.1 et $1.2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Finalement, le fluide utilisé pour ce laboratoire est un mélange de 50% éthylène glycol et 50% d'eau qui offre une plage de températures d'utilisation comprises entre -20 et 100°C .

Sources de courant et de voltage

La source de courant continu utilisée pour la mesure de résistivité est fabriquée par la compagnie *Sorensen* (modèle DLM-40-15). Cet appareil peut générer 40 Volts (± 6 mV) à 15 Ampères (± 5 mA). Pour leur part, les sources de potentiel utilisées pour alimenter la cellule de charge ainsi que le capteur de déplacement LVDT sont fabriqués par la compagnie *GW* (modèle GPR-3060D) et peuvent générer 30 Volts ainsi que 6 Ampères.

Système d'acquisition de données

Le système d'acquisition de données est constitué de deux programmes *LabVIEW* qui permettent de faire l'acquisition de la force, du déplacement, du voltage et de trois températures provenant de différents thermocouples. L'interface graphique permet de

visualiser, en temps réel, la force, le déplacement, la variation des températures, la tension dans le temps ainsi que la force en fonction de la température.

L'alimentation de la cellule de charge et du capteur de déplacement LVDT s'effectue à l'aide de deux sources de potentiel de 10 volts. Les thermocouples de types K, la cellule de charge ainsi que le capteur LVDT sont ensuite branchés à une boîte d'acquisition de marque *National Instruments* (modèle SCB-68) qui, elle-même, est ensuite reliée à un ordinateur. Les données délivrées par le multimètre sont transmises via un port GPIB et une carte d'acquisition reliée à un ordinateur portable.

Méthodologie expérimentale des essais de résistivité électrique

Cette section présente un résumé de la méthodologie expérimentale de l'essai de résistivité sous contrainte nulle. Pour leur part, les essais de résistivité électrique sous contrainte sont présentés à la section 2.5.

Préparation des échantillons

- Coupe des échantillons ($l_i = 100$ mm);
- Polissage chimique des échantillons afin d'enlever la couche d'oxyde aux extrémités pour contact électrique.

Résistivité sous contrainte nulle ($\sigma = 0$)

- Effectuer les branchements électriques selon le schéma de la figure 37 (montage quatre fils) et fixer le thermocouple;
- Plonger l'échantillon dans le bain thermique;
- Débuter la rampe de température à l'aide du contrôleur du bain thermique;
- Appliquer un courant constant sur l'échantillon à l'aide du générateur de courant;
- Démarrer l'acquisition de la température et du voltage aux bornes de l'échantillon.

2.3 Essais de traction isothermes

Cette section présente une revue générale des différents paramètres reflétant le comportement mécanique d'un AMF et pouvant être extraits des courbes de traction. Avant de poser la méthodologie expérimentale de l'alliage Ti-50.0at.%Ni, des essais de traction isothermes sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni ont été effectués afin d'émettre des recommandations concernant l'influence du chemin thermique sur les résultats de traction ainsi que l'absence de l'effet superélasticité.

Comportement en traction des alliages à mémoire de forme

En général, l'essai de traction uniaxial est un essai mécanique communément employé afin de déterminer les propriétés mécaniques des matériaux. La plupart du temps dans la littérature, la contrainte et la déformation sont calculées de façon conventionnelle. La figure 39 montre le schéma de deux essais de traction réalisés dans le domaine (a) martensitique et (b) austénitique.

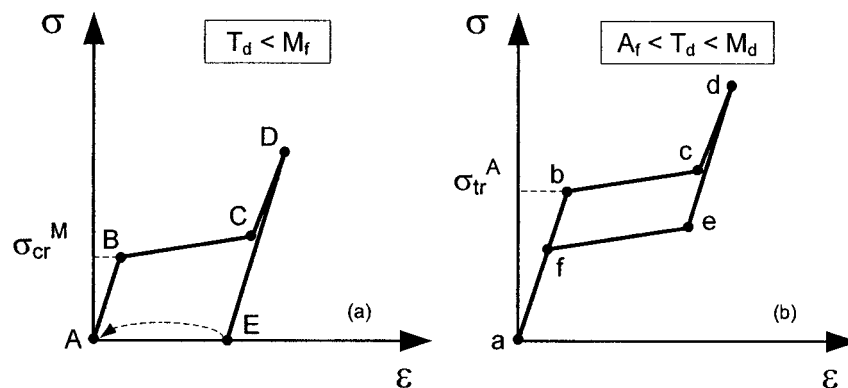


Figure 39 Schématisation de deux essais de traction (a) domaine martensitique : comportement mémoire de forme (b) domaine austénitique : comportement superélastique

Lorsque l'essai est réalisé pour une température inférieure à M_f , l'échantillon est dans le domaine martensitique (figure 39a). La première section de la courbe représente la déformation élastique de la martensite auto-accommodante (A-B). Par la suite, la martensite se réoriente à partir de la contrainte critique de réorientation (σ_{cr}^M) ce qui forme le plateau de réorientation (B-C). Une augmentation de la contrainte favorise la déformation élastique de la martensite orientée (C-D) puis un déchargement engendre une déformation résiduelle (D-E) qui sera récupérée au chauffage (E-A).

Lorsque l'essai est réalisé à une température comprise entre A_f et M_d , l'échantillon est dans le domaine austénitique (figure 39b). Pendant la première phase de chargement, la relation entre la contrainte et la déformation est proportionnelle et représente le comportement élastique de l'austénite (a-b). Par la suite, la transformation de phase directe débute à la contrainte de transformation (σ_{tr}^A) et se produit pendant le plateau (b-c). Une augmentation de la contrainte fera en sorte que la martensite transformée (orientée) se déformera élastiquement (c-d). Lors du déchargement (d-e), la martensite se transformera en austénite et cette transformation inverse s'effectuera à un niveau de contrainte inférieur pendant un autre plateau (e-f). Ce phénomène se nomme l'hystérésis mécanique et est causé par le frottement interne pendant la transformation inverse. Finalement, l'AMF retrouve sa déformation initiale par le chemin (f-a).

Ce projet propose donc de procéder systématiquement à des essais de traction isothermes pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni à différentes températures de déformation ($T_d = -18$ à 200°C), traitements thermiques (PDA = 200 à 700°C) et travail à froid (LTMT $e = 0.30$ et 0.88). La littérature propose déjà plusieurs résultats pour ces conditions mais bien souvent, ils représentent partiellement l'étendue des données brutes et l'accès aux données traitées est restreint. Ainsi, l'innovation de ce projet se situe dans l'obtention des données de traction pour les basses températures de traitements thermiques (PDA = 200 à 350°C) et pour des déformations à froid sévères du matériau (LTMT $e = 0.88$).

Ces données de traction permettent donc d'obtenir une vue globale de l'ensemble des propriétés en fonction de la température de déformation, de la température de PDA et du LTMT. Les essais de traction ont été effectués seulement sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni afin de pouvoir comparer les résultats de traction aux données de génération de contrainte.

Traitement des données de traction

La figure 40 montre un schéma de courbes de traction et la façon dont les principaux paramètres sont mesurés.

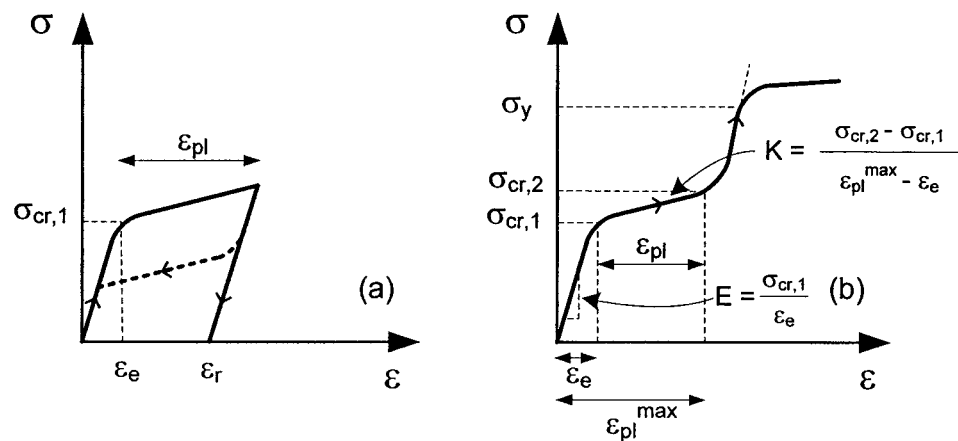


Figure 40 Schéma de courbes typiques de traction (a) déformé à 4% (b) déformé à la rupture

Les propriétés mécaniques obtenues par essais de traction sont directement mesurées sur le graphique contrainte – déformation. La contrainte critique se mesure à l'intersection du prolongement de la branche élastique et du plateau de déformation [36]. La limite d'écoulement du matériau (σ_y) est calculée à l'intersection où la pente élastique de la martensite réorientée varie de 0.2% [60]. Le plateau de déformation (ϵ_{pl}) présente la longueur proprement dite du plateau tandis que le plateau de déformation maximum

(ϵ_{pl}^{max}) présente la déformation maximum qu'il est possible d'appliquer tout en demeurant sur le plateau de réorientation ou de transformation. Même si la valeur du plateau de déformation est souvent employée dans la littérature, la valeur maximale de ce plateau nous renseigne mieux sur le potentiel de déformation de l'échantillon. Pour sa part, la déformation résiduelle (ϵ_r) est la déformation mesurée suite au déchargement. Ce paramètre permet de quantifier l'obtention de la superélasticité ($\epsilon_r^{SME} \rightarrow \epsilon_i$ et $\epsilon_r^{SE} \rightarrow 0$). Finalement, le module de Young (E) et le coefficient d'écrouissage (K) sont calculés directement à partir de la pente élastique (E_M ou E_A) et de la pente du plateau de contrainte (coefficient d'écrouissage : K). Le module de Young permet de qualifier rapidement l'état de phase initial de l'échantillon ($E_A > E_M$) tandis que le module K permet de quantifier le niveau d'écrouissage (écart de contraintes de début et de fin du plateau).

Méthodologie expérimentale de l'essai de traction

Afin d'éliminer l'effet du cyclage mécanique, deux échantillons différents ont été utilisés pour caractériser les propriétés mécaniques d'un échantillon déformé à 4% et un autre jusqu'à la rupture.

Dans le cadre de ce projet, l'aire de la section des échantillons de traction est une géométrie relativement complexe dans la mesure où les échantillons ont subi un laminage à froid à partir d'un fil. La figure 41 montre les photographies de ces sections et les équations 2.1 et 2.2 présentent la façon de les calculer.

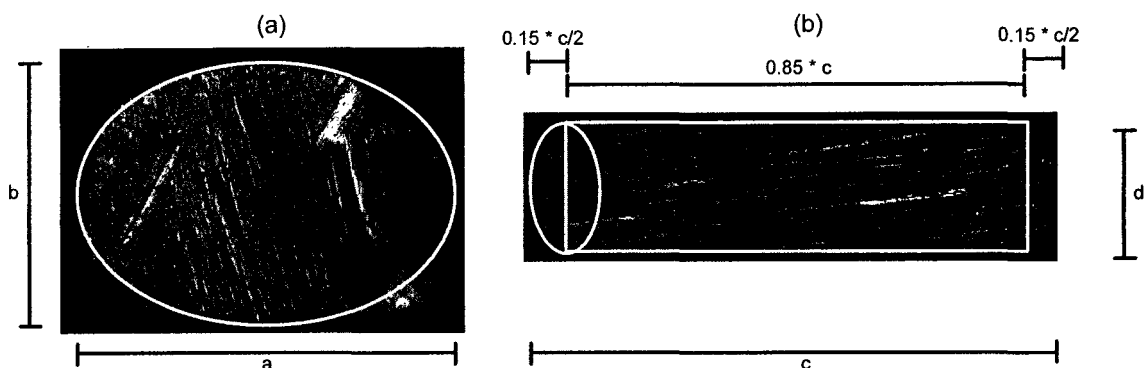


Figure 41 Sections des échantillons Ti-50.0at.%Ni utilisés pour les essais de traction
(a) LTMT $e = 0.30$; (b) LTMT $e = 0.88$

$$A_{LTMT(e=0.30)} = \pi \cdot \frac{a}{2} \cdot \frac{b}{2} \quad (2.1)$$

$$A_{LTMT(e=0.88)} = \left(0.15 \cdot \pi \cdot \frac{c}{2} \cdot \frac{d}{2} \right) + \left(0.85 \cdot c \cdot d \right) \quad (2.2)$$

Suite au LTMT $e = 0.30$, l'aire de la section est approximée par une ellipse. Les dimensions « a » et « b » représentent respectivement la grande et la petite diagonale de l'ellipse. Suite au LTMT $e = 0.88$, la combinaison d'une ellipse et d'un rectangle représente mieux l'aire de la section. À partir de la mesure « c », une proportion de 15% représente la petite diagonale de l'ellipse tandis que 85% de cette dernière représente la dimension longitudinale du rectangle. La dimension « d » représente à la fois la grande diagonale de l'ellipse et la dimension transversale du rectangle. Avant chaque essai, les dimensions « a, b, c et d » sont mesurées à l'aide d'un pied à coulisse (à raison de cinq mesures par échantillon) et la moyenne des valeurs est reportées aux équations (2.1) et (2.2).

Les essais de traction isothermes sont effectués avec le banc d'essai présenté à la figure 42. La force ainsi que l'élongation de l'échantillon sont respectivement mesurées par

une cellule de charge et un capteur de déplacement de type LVDT. Une fournaise contrôlée par un auto-transformateur variable assure le balayage pour les hautes températures (20 à 350°C). Un bain thermique est utilisé afin d'obtenir les températures basses (-20 à 20°C). La mesure de la température s'effectue à l'aide d'un thermocouple de type K. Un système d'acquisition Labview permet de mesurer et d'enregistrer simultanément la force, le déplacement ainsi que la température.

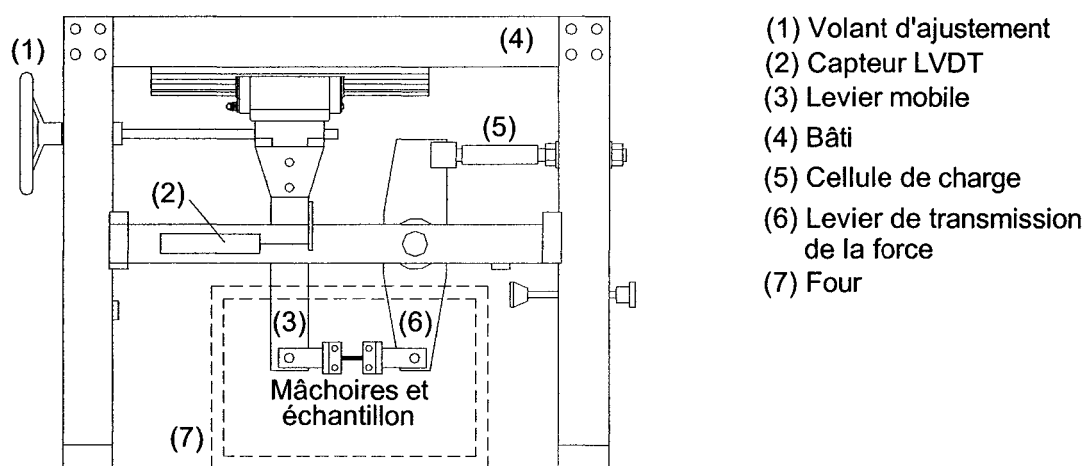


Figure 42 Banc d'essai utilisé pour les tests de traction isothermes

L'échantillon est fixé entre les mâchoires, chauffé au-dessus de A_f puis la température de la chambre thermique est maintenue constante ($T_d = -18$ à 350°C). La figure 43 schématise la séquence de chargement d'un essai de traction. L'échantillon, d'une longueur effective de 70 mm, est déformé à 4% (A-B) et déchargé (B-C). Par la suite, un deuxième échantillon est déformé jusqu'à la rupture (D-E).

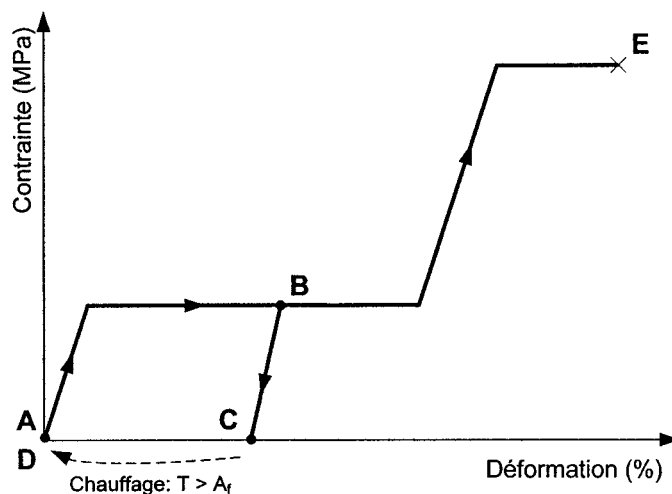


Figure 43 Séquence de chargement thermomécanique d'un essai de traction isotherme

2.4 Essais de déformation récupérable

Les essais sur la déformation récupérable (ϵ_r) et sur la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) sont effectués en mode de flexion sur les alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni. Basé sur les résultats DSC (voir chapitre 3), la température T_i a été déterminée près de M_s et/ou de T_R (voir figure 44).

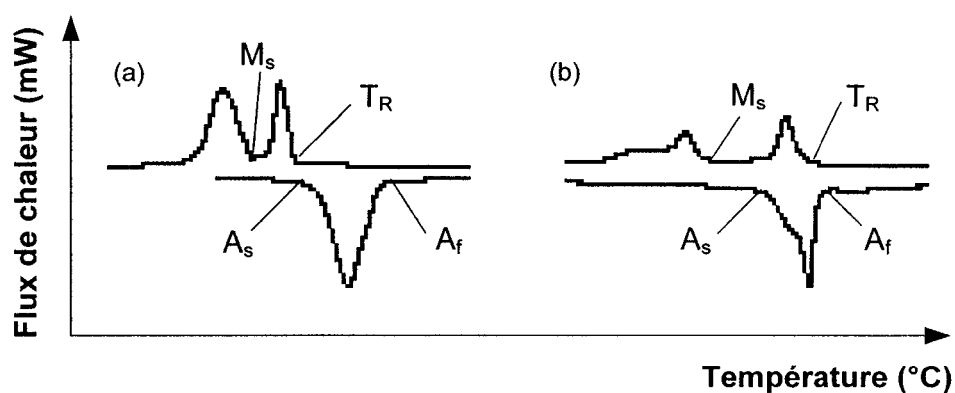


Figure 44 Courbes typiques de DSC (a) Ti-50.0at.%Ni et (b) Ti-50.7at.%Ni suite à un recuit à 350°C

La figure 45 présente la séquence de chargement et de chauffage nécessaire à la réalisation d'un essai de déformation récupérable en flexion.

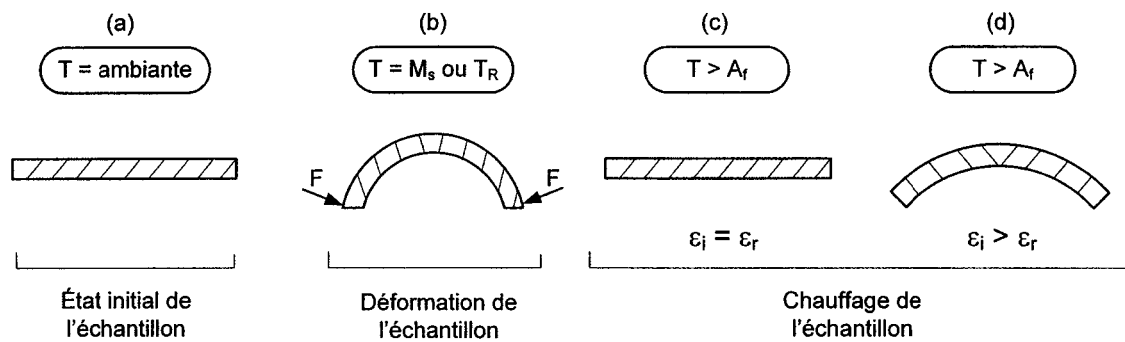


Figure 45 Représentation schématique de la séquence thermomécanique d'un essai de déformation récupérable en flexion

À partir de la température ambiante (figure 45a), l'échantillon est chauffé puis trempé à la température M_s ou T_R . Par la suite, l'échantillon est déformé en flexion (figure 45b) puis relâché permettant le retour élastique du matériau. L'échantillon est ensuite chauffé au-dessus de la température A_f .

Lorsque qu'aucune déformation plastique n'est engendrée, la déformation induite (ϵ_i) est égale à la déformation récupérable (ϵ_r) (figure 45c). Lorsque la déformation est trop importante, une déformation plastique survient et le retour de forme sera incomplet (figure 45d). Il existe donc une déformation induite pour laquelle il y aura une déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}).

Méthodologie expérimentale de l'essai de déformation récupérable

Suite aux traitements thermomécaniques (LTMT + PDA), les échantillons sont polis chimiquement afin d'éliminer la couche d'oxyde et ensuite coupés (longueur ≈ 10 mm). Les échantillons sont chauffés au-dessus de la température A_f puis refroidis à la température T_i dans un bain thermique ($0 < T_i < 100^\circ\text{C}$) ou un bain cryogénique ($-100 <$

$T_i < 0^\circ\text{C}$). Par la suite, le fil est déformé en flexion à l'aide d'un mandrin cylindrique à la température T_i . La figure 46 représente schématiquement un essai de déformation récupérable. Suite à la flexion, l'échantillon est relâché afin de permettre le retour élastique du matériau. La déformation induite $\varepsilon_i = \varepsilon_t - \varepsilon_e$ est mesurée (où $\varepsilon_t = t/D_m$ est la déformation totale, D_m est le diamètre du cylindre, t est l'épaisseur de l'échantillon et ε_e est la déformation élastique).

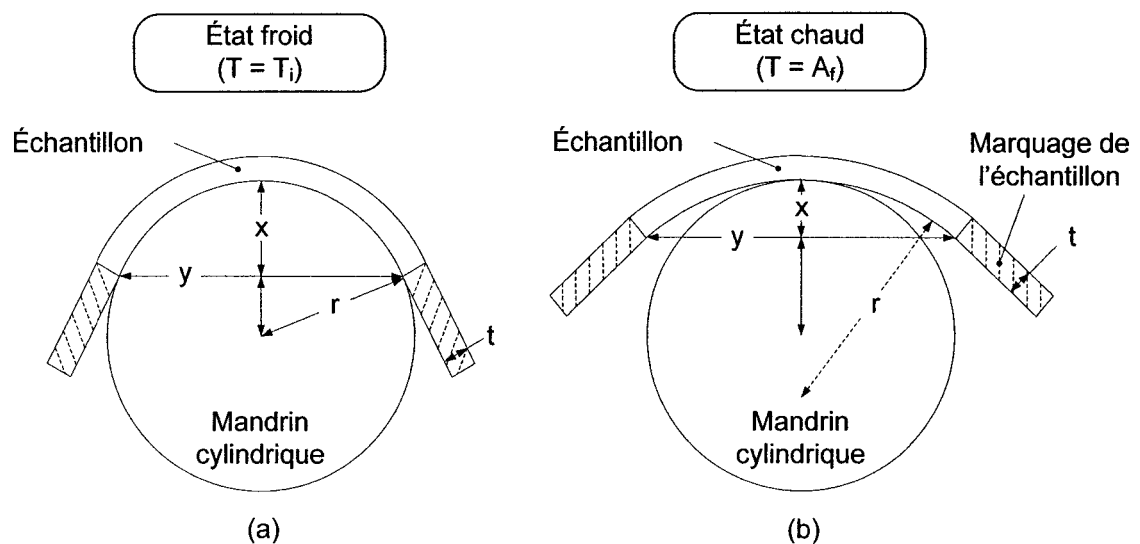


Figure 46 Représentation schématique de l'expérimentation de la déformation récupérable (ε_r): (a) déformation de l'échantillon à M_s ou T_R , (b) récupération de la forme suite au chauffage au-dessus de A_f

Les distances « x » et « y » sont mesurées à l'aide d'un papier millimétrique. Ces deux mesures représentent respectivement la hauteur et la largeur de l'arc produit par la flexion (distance entre les zones marquées). Suite à cette mesure, l'échantillon est chauffé au-dessus de la température A_f et les distances « x et y » sont mesurées de nouveau. La déformation induite (ε_i), la déformation récupérable (ε_r) ainsi que la déformation résiduelle (ε_f) sont calculées avec les équations 2.3 et 2.4.

$$\varepsilon_{i,f} = \frac{t}{D_{i,f}} \quad (2.3)$$

$$\varepsilon_r = \varepsilon_i - \varepsilon_f \quad (2.4)$$

où « t » est l'épaisseur de l'échantillon. D_i et D_f représentent le diamètre initial (après le retour élastique) et final (suite à la réalisation du retour de forme). En se basant sur la figure 46, le rayon de courbure suite à la déformation peut être calculé à l'aide de l'équation 2.5.

$$r^2 = \left(\frac{y}{2} \right)^2 + (r - x)^2 \quad (2.5)$$

où « x » et « y » représentent les distances mesurées et « r », le rayon calculé. L'équation 2.5 peut être réécrite en terme des distances initiales et finales mesurées afin d'obtenir les diamètres initiaux et finaux (équation 2.6).

$$D_{i,f} = \frac{\left(\frac{y_{i,f}}{2} \right)^2 + (x_{i,f})^2}{x} \quad (2.6)$$

Le Tableau III présente les températures T_i en fonction des alliages, LTMT et PDA qui ont été préalablement déterminées avec un essai DSC.

Tableau III

Température T_i pour les essais de déformation récupérable

	LTMT	PDA (°C)	T_i			LTMT	PDA (°C)	T_i	
			Près de M_s (°C)	Près de T_R (°C)				Près de M_s (°C)	Près de T_R (°C)
Ti-50.0at.%Ni	0.30, 0.52 0.88	700, 500	20	55	Ti-50.7at.%Ni	0.30	700	-65	-20
		450, 400					500	-40	-5
		350, 300					450	-15	20
		250, 200					400	-20	25
							350	0	40
		300	0						
		250	0						
		200	0						
Ti-50.7at.%Ni	0.56	700	Près de M_s (°C)	Près de T_R (°C)	Ti-50.7at.%Ni	0.77	700	-65	-20
		500					-40	-5	
		450					-15		
		400					-25		
		350					-10		
		300					-60		
		250					-65		
		200					-75		
		700	-65	-20					
		500	-40	-5					
		450	-15	20					
		400	-20	30					
		350	-30						
		300	0						
		250	0						
		200	0						

2.5 Génération de contrainte au chauffage

La figure 47 présente la séquence de chargement et de chauffage nécessaire à la réalisation d'un essai de génération de contrainte. Suite au chargement et au déchargement de l'échantillon, ce dernier est encastré puis chauffé. Le début de la génération de force se fera à la température A_s^σ pour se terminer à la température A_f^σ .

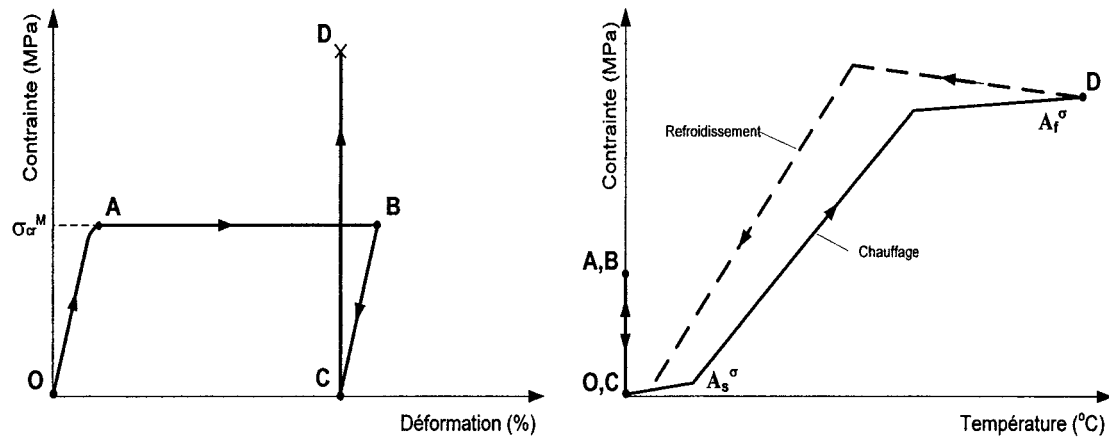


Figure 47 : Séquence de chargement thermomécanique d'un essai de génération de contrainte au chauffage

Méthodologie expérimentale de l'essai de génération de contrainte

Cette section présente la méthodologie expérimentale des essais de génération de contrainte accompagnée par la mesure de résistivité électrique sous contrainte. La longueur effective entre les mors est de 70 mm.

Suite aux traitements thermomécaniques, les échantillons sont polis chimiquement afin d'enlever la couche d'oxyde. À l'aide du banc d'essai présenté à la figure 42, l'échantillon est fixé entre les mâchoires, puis une pré-contrainte de 15N (≈ 11 MPa) est appliquée. Les branchements électriques (type montage quatre fils) et du thermocouple sont effectués. Le montage de mesure est placé dans le bain thermique (voir figure 38) puis une déformation initiale est appliquée (ϵ_i entre 2 et 11%) à une température près de M_s .

Les essais de validation du banc d'essai ont été effectués selon le mode « sans déchargement » de l'échantillon tandis que les essais sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni ont été réalisés selon le mode « avec déchargement » de l'échantillon (voir figure 13b). Par la suite, les branchements du système de mesure de la résistivité électrique ont été

effectués (voir figure 37) et un balayage en température a été imposé (20 à 250°C et 250 à 20°C). Un système d'acquisition Labview permet de mesurer et d'enregistrer simultanément la force, le déplacement, le voltage aux bornes ainsi que la température.

CHAPITRE 3

RÉSULTATS DES ESSAIS DE CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE ET DE RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE

La méthodologie expérimentale des essais de calorimétrie différentielle à balayage et de résistivité électrique se trouve aux sections 2.1 et 2.2.

3.1 Résultats des expérimentations DSC pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Cette section présente les résultats DSC obtenus sur les alliages Ti-50.0at.%Ni traités thermomécaniquement. Les données brutes et les données traitées telles que l'enthalpie de transformation, les températures de transformation ainsi que les températures de pics sont présentées. Le Tableau IV résume la méthodologie expérimentale des essais DSC pour cet alliage.

Tableau IV

Méthodologie expérimentale des essais DSC

LTMT	PDA (°C)	Taux chauffage (°C/min.)	Plage de balayage (°C)
0.30 0.52 0.88	200, 250, 300	10	chauf. : -170 à 150 ref.: 150 à -170
	350, 400		chauf. : -65 à 250 ref. : 250 à -65
	450, 500		
	550, 650, 700		chauf. : 20 à 150 ref.: 150 à 20

3.1.1 Présentation des données brutes de l'essai DSC pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

La figure 48 présente les données brutes de l'essai DSC pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni ayant subi trois niveaux de déformation à froid (LTMT, $\epsilon = 0.30, 0.52$ et 0.88) et dix niveaux de traitement thermique post déformation (PDA = 200, 250, ... 700°C).

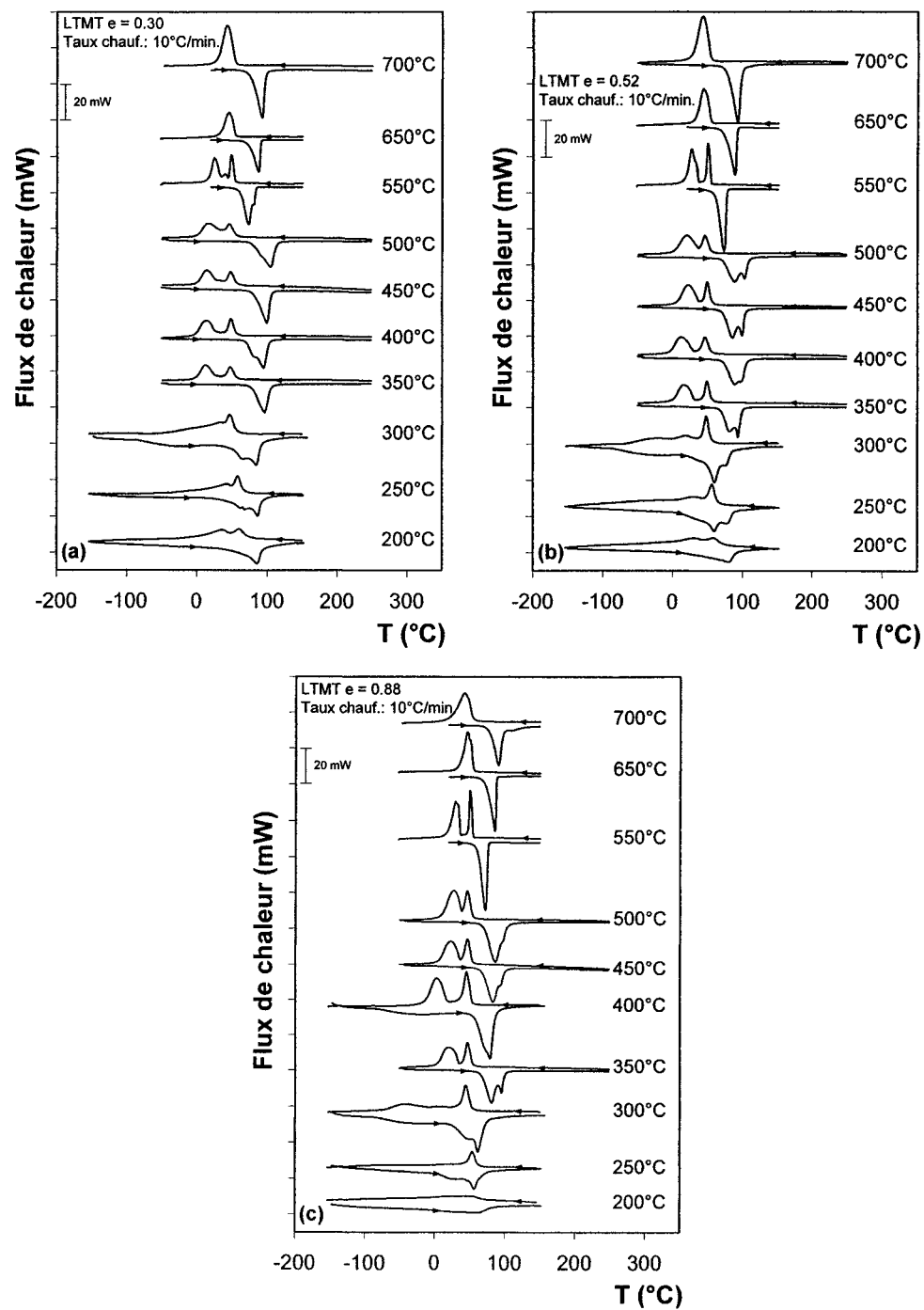


Figure 48 Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.52$, (c) LTMT $e = 0.88$

Dans la zone de températures de PDA = 200 à 300°C, les amplitudes des pics de transformation sont significativement plus basses que pour les autres températures de traitement thermique. La diminution de l'amplitude des pics lorsque la température de PDA est basse peut être expliquée par la diminution de la quantité de martensite transformée due au réseau de dislocations. En effet, le LTMT augmente la densité de dislocations et les champs de contraintes internes qui viennent contrer la germination de la phase martensitique et la propagation des interfaces de la martensite [2]. L'interprétation des résultats, pour cette plage de températures de PDA, est difficile car le début et la fin des pics ne sont pas clairement définis. En utilisant seulement les courbes DSC, il n'est pas possible de déterminer définitivement les types de transformation pendant le chauffage et le refroidissement pour ces températures de PDA.

Dans la zone de températures de PDA = 350 à 550°C, les pics de transformation sont davantage développés dû à la grande fraction de phase transformée. Pendant le refroidissement, les pics de la phase R ($B2 \rightarrow R$) n'interfèrent pas avec les pics de la phase martensitique ($R \rightarrow B19'$), alors il est plutôt facile de déterminer les débuts et fins de transformation. Pendant le chauffage, la transformation présente aussi deux stades mais il n'est pas possible de déterminer la fin de la transformation $B19' \rightarrow R$ et le début de $R \rightarrow B2$ car les pics sont imbriqués.

Dans la zone de températures de PDA = 650 à 700°C, la transformation est à un seul stade (i.e. $B2 \leftrightarrow B19'$). Dans ce cas, nous pouvons dire que pour cette plage de températures de traitement thermique, l'austénite est complètement recristallisée. Par contre, le fait d'avoir seulement un pic ne signifie pas nécessairement que la transformation directe ou inverse n'est pas accompagnée d'une phase R. En effet, un essai comparatif de DSC et de résistivité électrique a été effectué sur un échantillon Ti-50.0at.%Ni (LTMT, $e = 0.30 + PDA = 700^\circ\text{C}$). Ces deux essais mesurent des paramètres différents afin d'obtenir les températures de transformation. L'essai DSC mesure

l'échange de chaleur entre l'échantillon et l'environnement tandis que la résistivité électrique mesure le changement de conductivité électrique du matériau. Pendant le refroidissement, l'absence de phase R sur la courbe DSC et sa présence sur la courbe de résistivité électrique signifie probablement que cette dernière est bel et bien présente mais à l'intérieur du pic de transformation mesuré par l'essai DSC (figure 49). Pour cette condition thermomécanique, on pourrait dire que la transformation de la phase R a peu d'effet sur l'échange d'énergie (non détectable par l'essai DSC) tandis que cette dernière fait varier significativement les propriétés électriques (détectable par la mesure de résistivité électrique). Seules les études microstructurales telles que l'analyse par diffraction rayon X ou par microscopie à transmission peuvent donner la certitude de cette explication.

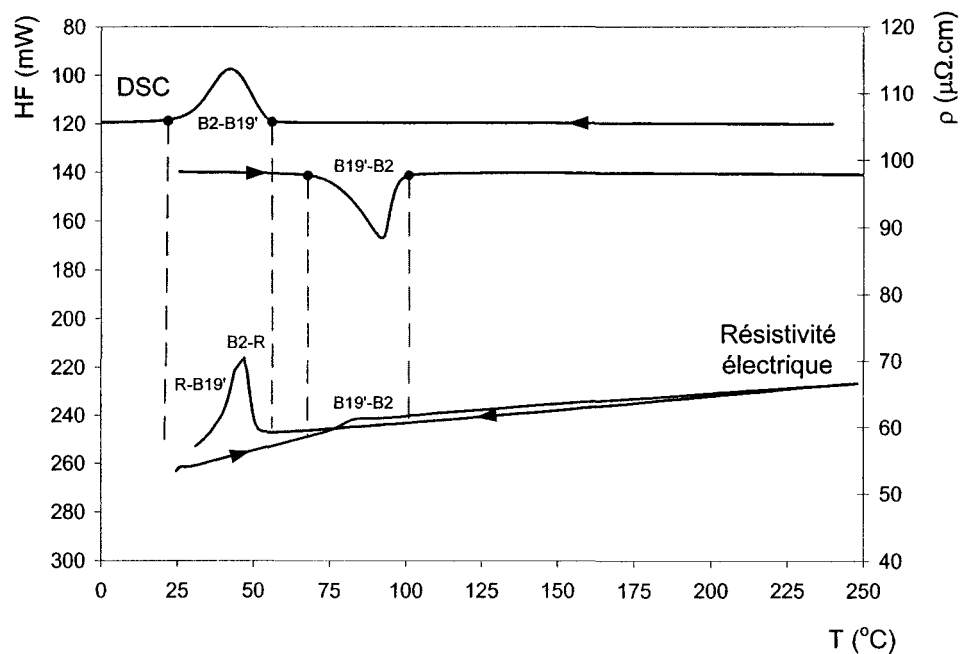


Figure 49 Comparaison d'un essai DSC et de résistivité électrique sur un échantillon Ti-50.0at.%Ni (LTMT, $e = 0.30 + PDA = 700^{\circ}\text{C}$)

Dans les sections suivantes, l'influence des conditions de traitements thermomécaniques (LTMT + PDA) sur l'enthalpie de transformation ainsi que sur les températures de transformation est discutée.

De façon générale, les résultats qui suivent ont deux buts. Le premier est de visualiser l'évolution des paramètres thermiques en fonction du traitement thermomécanique afin d'observer ou non des tendances. Le deuxième but est d'obtenir des données qui seront directement applicables à la conception et à l'optimisation de dispositifs en AMF.

3.1.2 Influence du LTMT + PDA sur l'enthalpie de transformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

La figure 50 montre l'évolution de l'enthalpie en fonction de la température du recuit post déformation pour l'alliage de Ti-50.0at.%Ni.

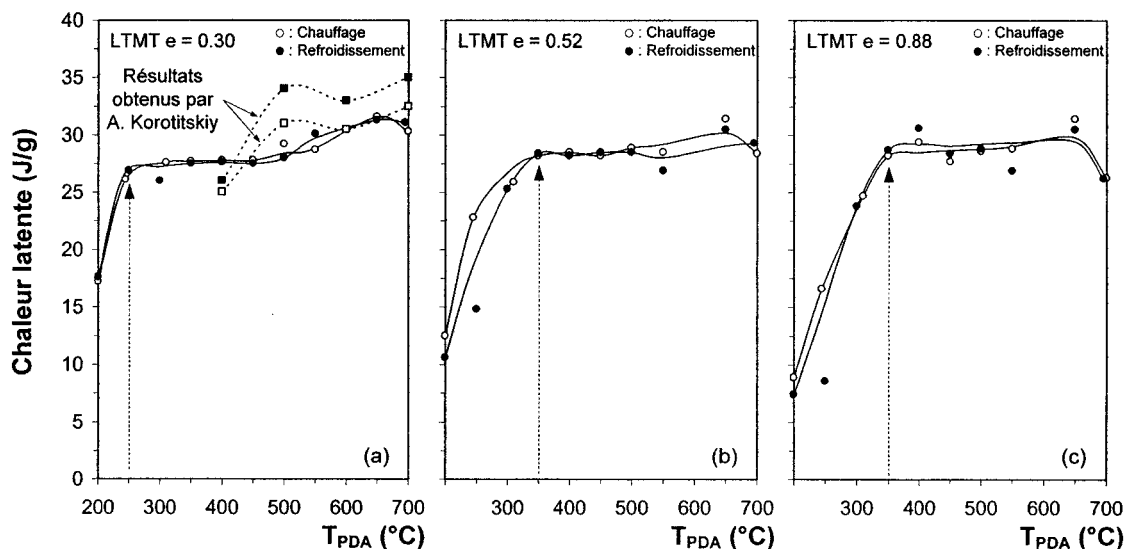


Figure 50 Influence du recuit post déformation sur la chaleur latente de transformation suite aux LTMT (a) $e = 0.30$, (b) $e = 0.52$, (c) $e = 0.88$ pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

En général, la chaleur latente de transformation pendant le chauffage et le refroidissement augmente avec la température de PDA. La chaleur latente augmente de façon significative pendant les basses températures de PDA (200-300°C) puis demeure plutôt constante pendant les températures de PDA moyennes et hautes (350-700°C). Cette hausse de l'enthalpie de transformation lorsque la température de PDA augmente s'explique par la diminution des contraintes internes ainsi que la densité de dislocations favorisant l'augmentation de la quantité de martensite formée [2]. La comparaison des résultats obtenus (LTMT, $e = 0.30$) avec ceux obtenus antérieurement⁵ montrent que la tendance générale des courbes est semblable pour cette zone de températures de PDA.

Plus le niveau de travail à froid augmente, plus haute est la température de PDA permettant d'atteindre le plateau de la courbe de l'enthalpie en fonction de la température de PDA ($\Delta H_{(e = 0.30)}^{\max}$ à PDA = 250°C et $\Delta H_{(e = 0.52, 0.88)}^{\max}$ à PDA = 350°C).

La valeur de l'enthalpie de transformation est difficile à calculer précisément lorsque la phase R interfère avec la transformation principale. Les différences entre les valeurs absolues de la chaleur latente pour ces deux essais ($\Delta \approx 5$ J/g) peuvent être expliquées principalement par cette difficulté à déterminer ce paramètre. Finalement, la différence (< 3 J/g) entre la chaleur latente obtenue au chauffage et au refroidissement est due principalement à la contribution de l'énergie élastique (libérée au chauffage et stockée au refroidissement), à la présence d'austénite résiduelle et à l'érouissage dû à la transformation (*transformation hardening*).

La figure 51 présente l'évolution de la chaleur latente au chauffage et au refroidissement en fonction du taux de travail à froid (LTMT) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni.

⁵ Étude réalisée à l'École de Technologie Supérieure par A. Korotitskiy, septembre – décembre 2001

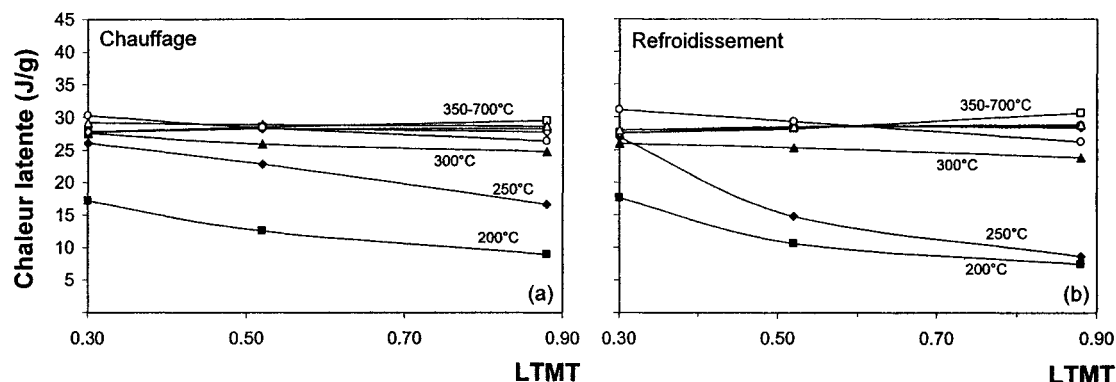


Figure 51 Influence du LTMT sur la chaleur latente de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) au chauffage, (b) au refroidissement

On peut clairement voir sur la figure 51 que le taux de déformation à froid a une influence seulement pour les basses températures de PDA (200-250°C). Pour cette plage de températures, le traitement thermique n'est pas suffisant pour éliminer l'écroutissage du matériau. Alors, pour ces basses températures de PDA plus le LTMT est sévère, moins grand sera le volume de la martensite transformée. Pour la plage des températures de PDA moyennes et fortes, la chaleur latente en fonction du LTMT est considérée comme étant constante (variation inférieure à 5 J/g).

3.1.3 Influence du LTMT + PDA sur les températures de transformation martensitique pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Les paragraphes suivants permettent de visualiser l'influence du LTMT et du PDA sur les températures de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni. La figure 52 présente l'évolution des températures de début et de fin de transformation de phase en fonction de la température du recuit post déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni.

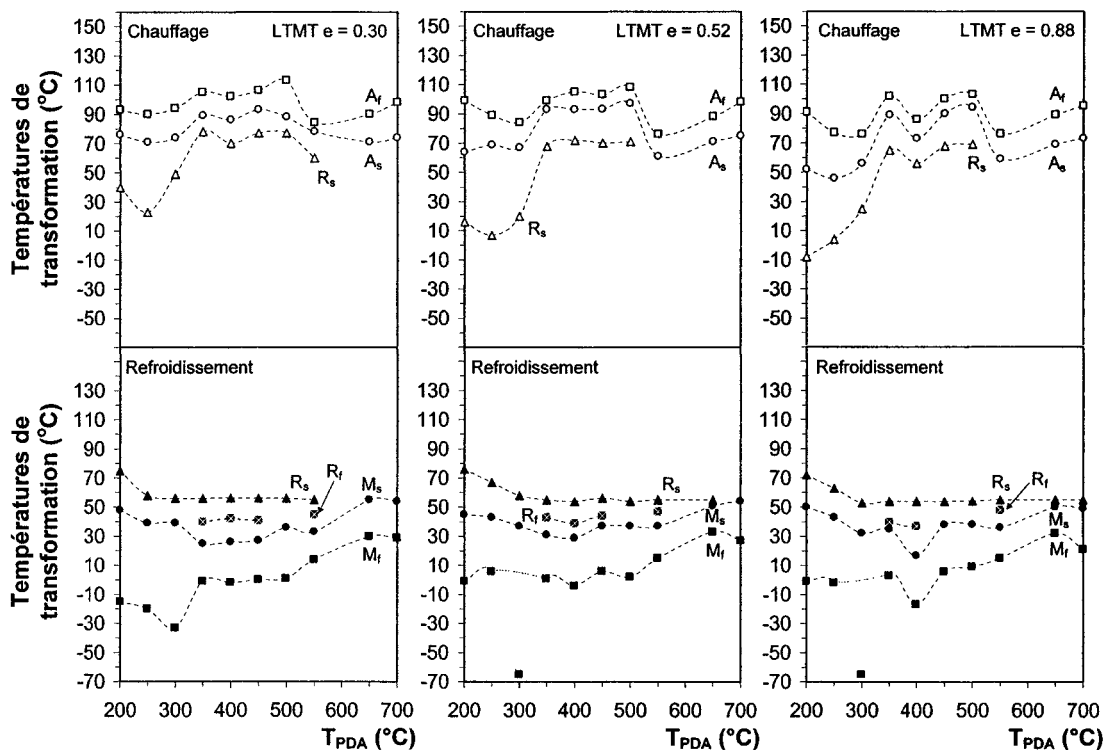


Figure 52 Évolution des températures de transformation en fonction de la température de PDA suite aux LTMT $e = 0.30$, 0.52 et 0.88 pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Bien qu'essentiel comme résultats, les températures de transformation proprement dites sont difficiles à analyser. Par contre, les températures des pics de transformation sont souvent employées dans la littérature pour comparer les effets de la cinétique de transformation pendant le chauffage et le refroidissement. En effet, l'utilisation des températures pics réduit le nombre de données à traiter (ex. : A_s et A_f substituées par A_p) tout en proposant une évaluation des températures de transformation. La figure 53 présente l'évolution des températures pics en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni.

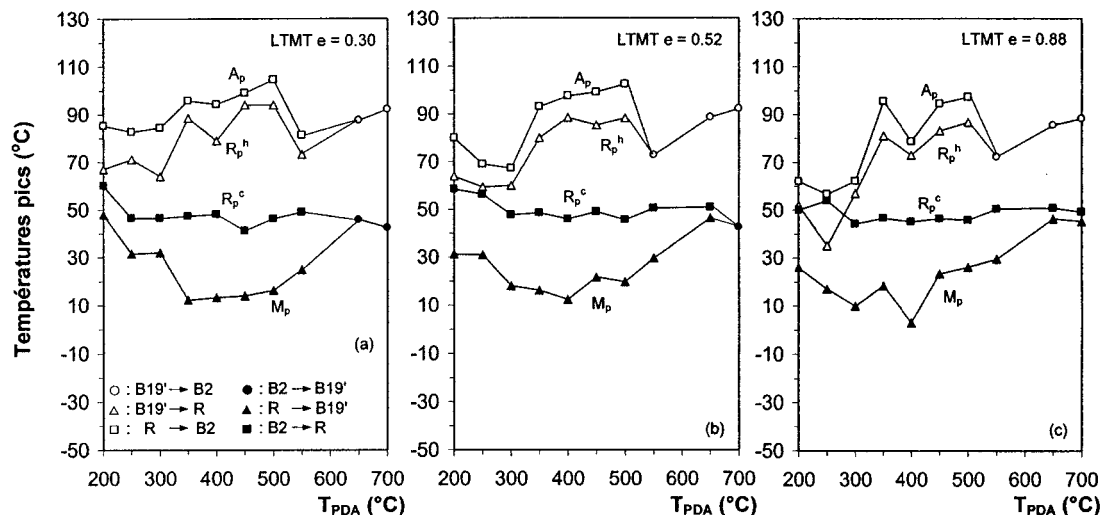


Figure 53 Évolution des pics de température en fonction de la température de PDA suite aux LTMT (a) $e = 0.30$, (b) $e = 0.52$, (c) $e = 0.88$ pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Pendant le chauffage, l'évolution des pics de température peut être divisée en trois zones de PDA. Pour les basses températures (200-300°C), les températures A_p et R_p^h sont plutôt constantes ou diminuent légèrement. Pour les températures moyennes (350-500°C), ces dernières augmentent et demeurent plutôt constantes. Dans la zone de recristallisation (550-700°C), les températures A_p et R_p^h diminuent puis augmentent légèrement. Pendant le refroidissement, la variation générale de R_p^c est plus faible que 15°C. La température M_p diminue entre 200 et 350°C puis demeure plutôt stable jusqu'à une température de PDA = 500°C et augmente pour les hautes températures de PDA (550-700°C).

Dans une optique de conception d'un dispositif utilisant un AMF, l'évolution des températures de transformation en fonction de la température de PDA doit être pris en compte afin de s'assurer que les limites réelles (en température) de l'AMF soient à l'intérieur des limites de fonctionnement du dispositif.

La figure 54 présente donc l'évolution de l'étalement de la transformation (ΔT^{f-s}) en fonction de la température de traitement thermique qui représente en fait la différence entre la température de début (R_s ou M_s ou A_s) et de fin (R_f ou M_f ou A_f) de transformation.

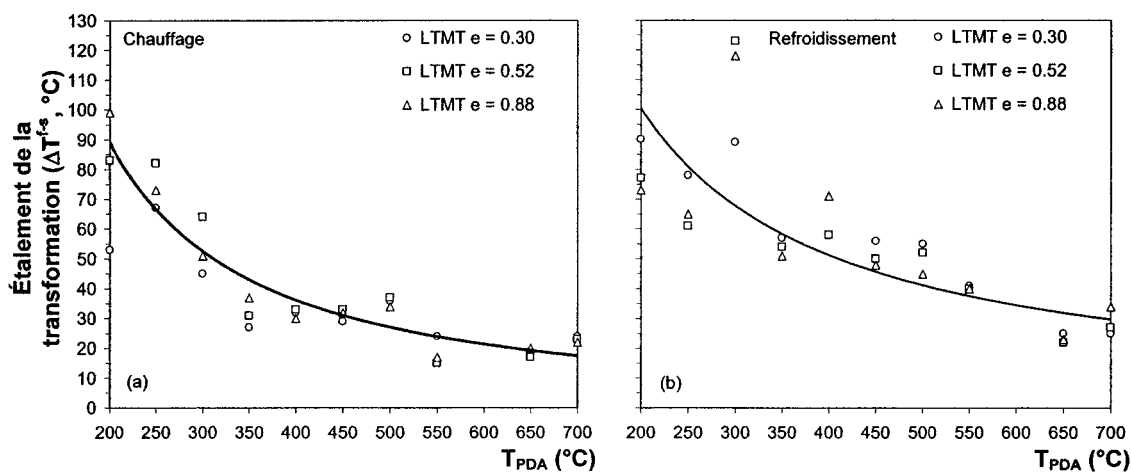


Figure 54 Évolution de l'étalement de la transformation (ΔT^{f-s}) (a) au chauffage, (b) au refroidissement en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Pendant le chauffage, on peut voir sur la figure 54 que le paramètre ΔT^{f-s} diminue significativement pendant les basses températures de PDA (200-300°C) puis légèrement par la suite. Suite aux moyennes et hautes températures de PDA, l'écart entre le début et la fin de l'activation se situe entre 20 et 35°C. Pendant le refroidissement, le paramètre ΔT^{f-s} diminue aussi en fonction du PDA. La figure 54 constitue donc un outil de conception pour une application AMF lorsque cette dernière présente une restriction au niveau de la plage d'activation de l'échantillon au chauffage et/ou au refroidissement.

La figure 55 présente l'évolution des températures de transformation en fonction du taux de travail à froid (LTMT) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni. Les températures A_s et M_s représentent respectivement le début de la transformation pendant le chauffage et le

refroidissement. De la même façon, les températures A_f et M_f représentent respectivement la fin de la transformation pendant le chauffage et le refroidissement.

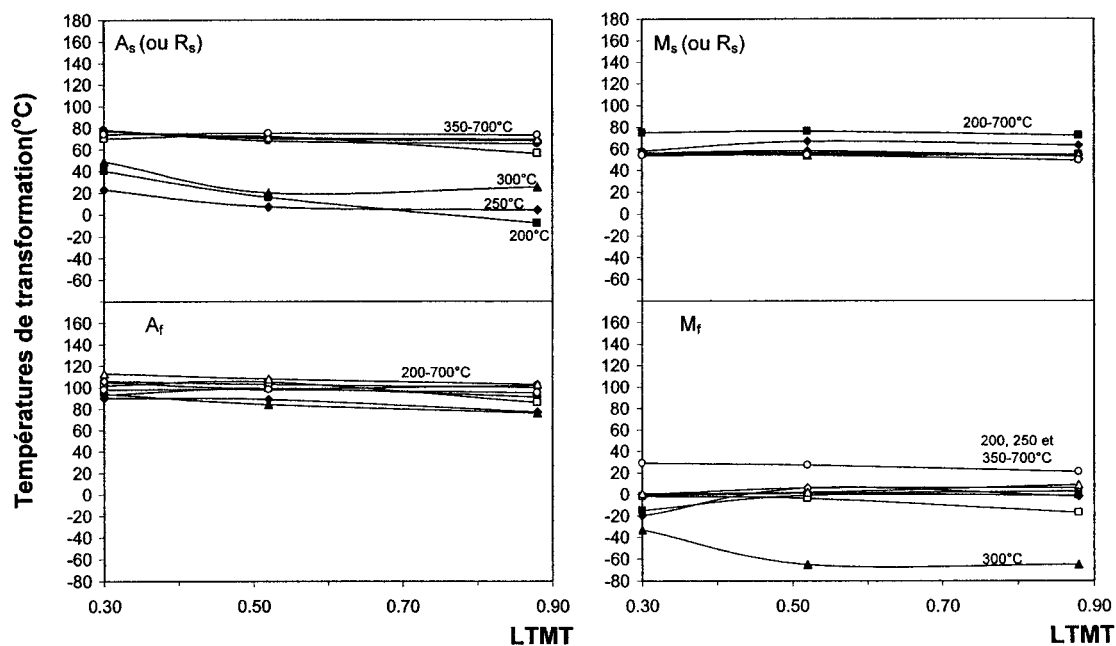


Figure 55 Influence du LTMT sur les températures de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

En général, la variation des températures A_f , M_s et M_f en fonction du LTMT est faible et ne permet pas de conclure sur une dépendance du LTMT. La variation de A_s pour les basses températures de PDA (200-300°C) et M_f après un PDA = 300°C est principalement due à la forme des courbes DSC et par conséquent, à la difficulté de lire précisément ces températures sur la courbe DSC (voir figure 48). La stabilisation de la martensite survient lorsque cette dernière est déformée plastiquement. Cette grande densité de dislocations est une cause de l'abaissement important des températures [2;36]. Donc, en toute logique, la variation des températures de transformation devrait diminuer avec le LTMT ou du moins, rester constante. À cet effet, les températures de transformation varient significativement pour un échantillon déformé (*as deformed*)

tandis que ces dernières varient peu suite à l'application d'un traitement thermique [17;19].

3.2 Résultats des expérimentations DSC pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

Cette section présente les résultats DSC obtenus sur l'alliage Ti-50.7at.%Ni traité thermomécaniquement. Les données brutes et les données traitées telles que l'enthalpie de transformation, les températures de transformation ainsi que les températures de pics sont présentées. Le Tableau V résume la méthodologie expérimentale des essais DSC pour cet alliage.

Tableau V

Méthodologie expérimentale des essais DSC

LTMT	PDA (°C)	Taux chauffage (°C/min.)	Plage de balayage (°C)
0.30	200, 250	10	chauf. : -170 à 150
0.56	300, 350		
0.77	400, 450		ref. : 150 à -170
	500, 700		

3.2.1 Présentation des données brutes de l'essai DSC pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

La figure 56 présente les données brutes de l'essai DSC pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni ayant subi trois niveaux de déformation à froid (LTMT, $\epsilon = 0.30, 0.56$ et 0.77) et huit niveaux de traitement thermique post déformation (PDA = 200, 250, ...700°C). Dans un premier temps, on peut remarquer que le refroidissement cryogénique est essentiel afin de repérer la transformation directe dans plusieurs cas pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni.

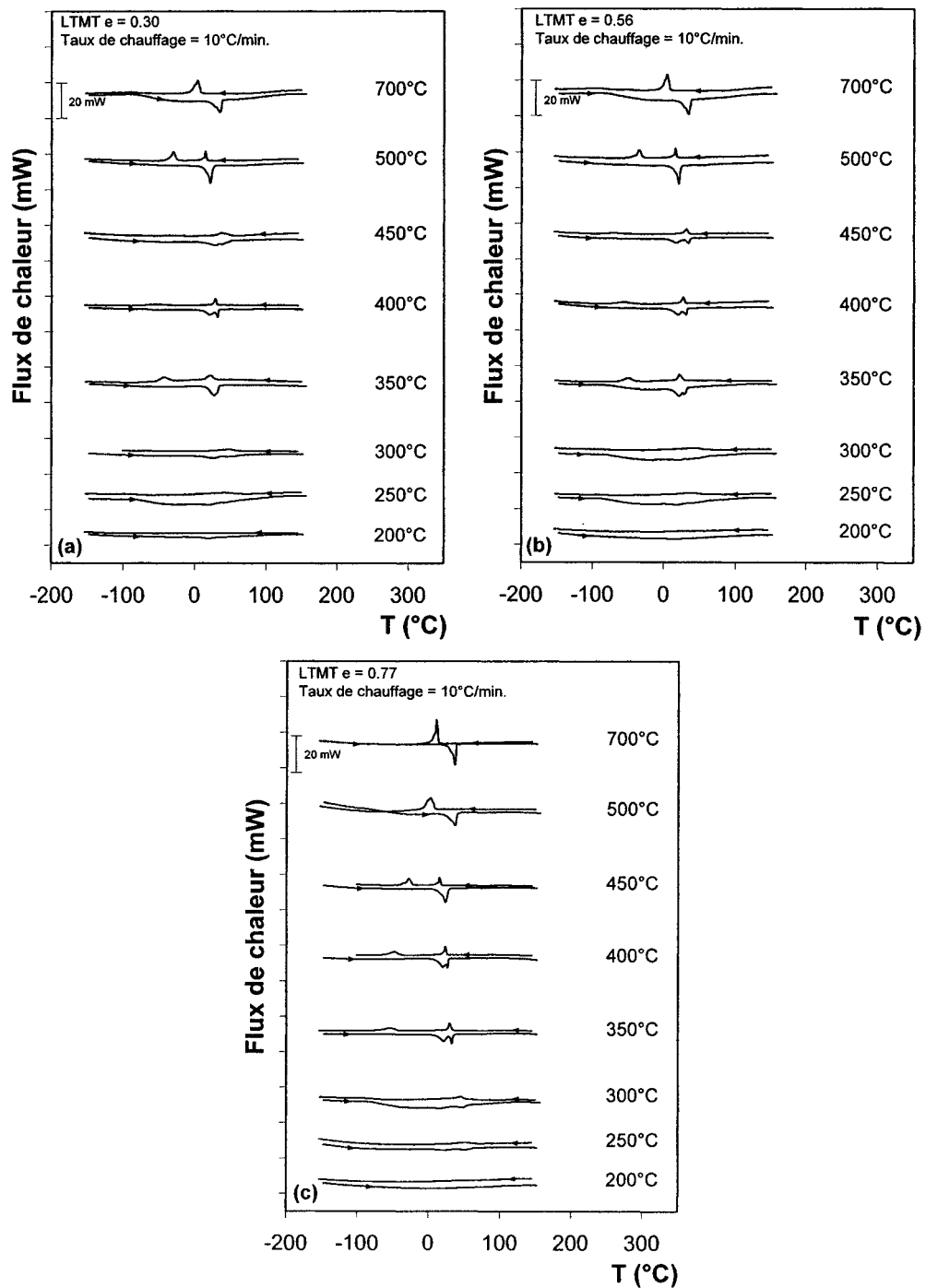


Figure 56 Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.7at.%Ni (a) LTMT e = 0.30, (b) LTMT e = 0.56, (c) LTMT e = 0.77

Pour les basses températures de PDA (200-300°C), les amplitudes des pics de transformation sont significativement plus faibles que pour les autres températures de traitement thermique. Pour les températures moyennes de PDA (350-450°C), les transformations directes et inverses sont accompagnées d'une phase R. Pendant le chauffage, cette phase R est plutôt imbriquée (B19'→ R→ B2) tandis qu'au refroidissement, cette dernière est clairement séparée (B2→ R et R→ B19').

Pour les hautes températures de PDA (500-700°C), la transformation est toujours accompagnée d'une phase R ce qui est à prime à bord étonnant. Suite à la recristallisation (PDA = 700°C), la phase R est littéralement imbriquée dans la transformation principale. L'hypothèse posée ici est que certains précipités (Ti_3Ni_4 par exemple) n'ont pas été remis en solution solide lors du traitement de recristallisation ce qui favorise la transition R [23]. Cette hypothèse pourrait être validée par une mesure de résistivité électrique ainsi que par les techniques d'analyse microstructurale (rayon X, MET).

Pour cet alliage, la température A_f semble varier entre 25 et 60°C en fonction de la plage de PDA. Cette information représente la borne inférieure de la fenêtre de superélasticité qui est le domaine en température sur lequel se produit la superélasticité. Cette fenêtre de superélasticité sera précisée suite aux essais de traction isothermes car la deuxième borne est la température M_d (voir chapitre 4).

3.2.2 Influence du LTMT + PDA sur l'enthalpie de transformation pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

La figure 57 présente l'évolution de l'enthalpie de transformation en fonction de la température de recuit post déformation pour l'alliage de Ti-50.7at.%Ni.

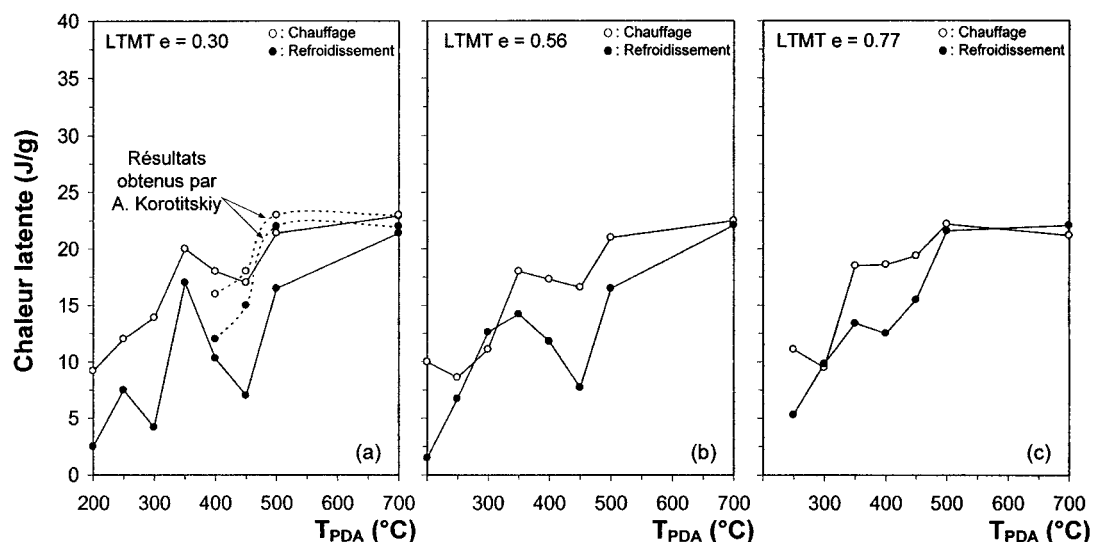


Figure 57 Influence du recuit post déformation sur la chaleur latente de transformation suite aux LTMT (a) $e = 0.30$, (b) $e = 0.52$, (c) $e = 0.88$ pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

Pendant le chauffage et le refroidissement, la chaleur latente de transformation augmente avec l'augmentation de la température de PDA. Cependant, les valeurs de l'enthalpie pendant la transformation directe et inverse ne se suivent pas dans la plage des températures moyennes de PDA (350-450°C). Cette différence importante de la chaleur latente peut être expliquée par un plus fort « écouissage dû à la transformation » accentué par la présence importante de fins précipités (champs de contrainte important dû à la précipitation pour cette plage de PDA). Suite au LTMT, $e = 0.30$, la comparaison

entre les résultats de validation⁶ et ceux obtenus dans le cadre de cette étude montrent que les valeurs et la tendance sont semblables.

La figure 58 présente l'évolution de la chaleur latente au chauffage et au refroidissement en fonction du taux de travail à froid (LTMT) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni. De façon générale, les valeurs de l'enthalpie de transformation ne dépendent pas du niveau de travail à froid.

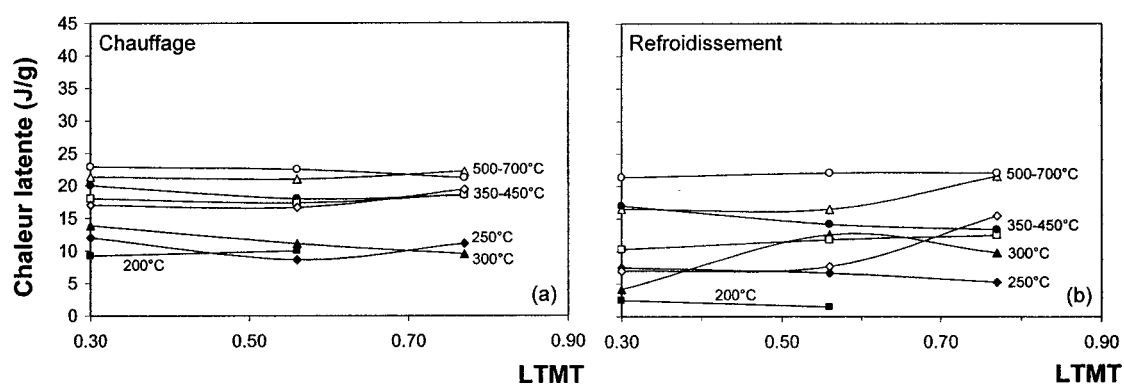


Figure 58 Influence du LTMT sur la chaleur latente de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni (a) au chauffage, (b) au refroidissement

⁶ Étude réalisée à l'École de Technologie Supérieure par A. Korotitskiy, septembre – décembre 2001

3.2.3 Influence du LTMT + PDA sur les températures de transformation martensitique pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

La figure 59 présente l'évolution des températures de transformation en fonction de la température de PDA pour l'alliage de Ti-50.7at.%Ni.

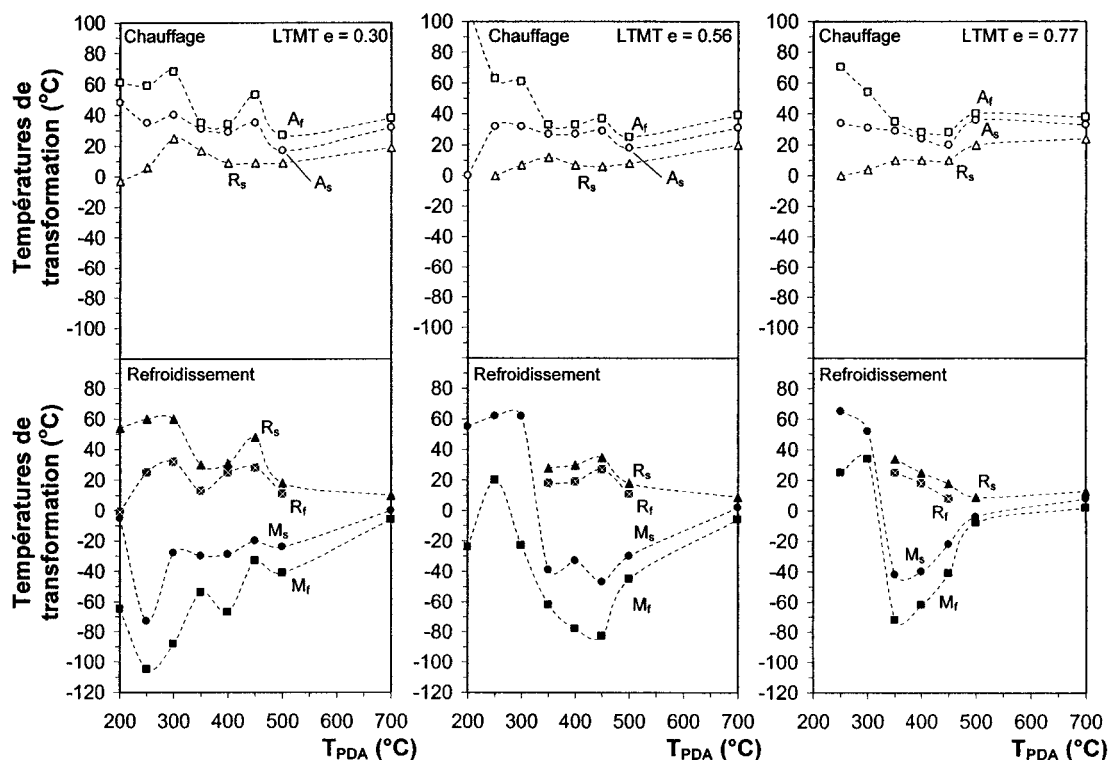


Figure 59 Évolution des températures de transformation en fonction de la température de PDA suite aux LTMT $e = 0.30$, 0.56 et 0.77 pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

De la même façon que pour l'alliage équiatomique, les températures des pics de transformation sont plus faciles à interpréter et ainsi d'avoir une vue générale de l'évolution des températures de transformation en fonction du traitement combiné. La figure 60 présente l'évolution des températures pics en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni.

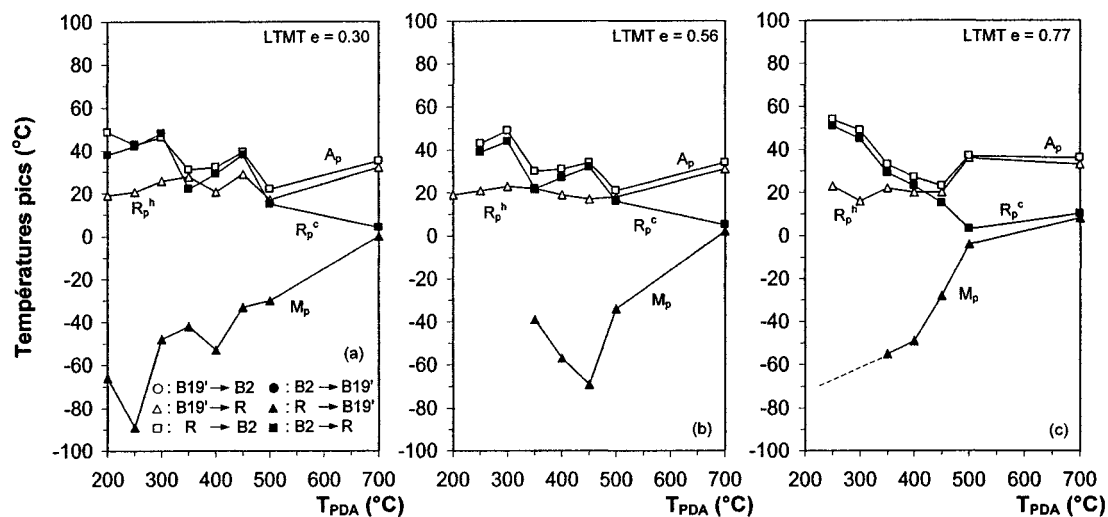


Figure 60 Évolution des températures aux pics en fonction de la température de PDA suite aux LTMT (a) $e = 0.30$, (b) $e = 0.56$, (c) $e = 0.77$ pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

Pendant le chauffage, la température A_p semble diminuer par plateaux. En effet, cette dernière est plutôt stable dans les trois paliers de PDA = 200-300°C, 350-450°C et 500-700°C. Pour sa part, la température R_p^h demeure plutôt constante dans la plage de PDA = 200-450°C.

Pendant le refroidissement, la température R_p^c varie sensiblement de la même façon (pour tous les LTMT) que la température A_p sauf après un PDA = 700°C. Suite aux faible et sévère travail à froid (LTMT $e = 0.30$ et 0.77), la température M_p augmente avec l'augmentation de la température de traitement thermique. Suite à un LTMT $e = 0.56$, l'évolution de la température M_p présente une irrégularité dans la plage de PDA = 400-450°C. En effet, la température M_p devrait plutôt augmenter avec l'augmentation de la température de PDA [20;21;61].

Contrairement à l'alliage Ti-50.0at.%Ni, on peut remarquer une influence significative du traitement thermique sur les températures de transformation pour l'alliage Ti-

50.7at.%Ni. Cette grande variation s'explique par des changements structuraux dus à la précipitation. Dans la zone des PDA = 200-300°C, l'influence de la précipitation est quasi nulle (TRMT hautes et constantes) car l'énergie fournie au matériau n'est pas suffisante afin de démarrer le processus de germination et croissance des précipités Ti_3Ni_4 . On pourrait donc dire que dans cette zone de PDA, la structure déformée (grande densité de dislocations) demeure importante et que seule la relaxation des contraintes internes joue un rôle au même titre que pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni. En effet, les températures de transformation de phase sont semblables pour les deux alliages dans la zone des basses températures du traitement thermique. Une grande densité de dislocations retarde la formation de la martensite. À cet effet, il se peut que les pics de la transformation R→ B19' pour les basses températures de PDA ne soient tout simplement pas visibles même après un balayage en températures cryogéniques.

Dans la zone de PDA = 350-450°C, le traitement thermique fourni assez d'énergie à la création des germes et à la croissance (par diffusion) des précipités. Cette énergie favorise donc la diminution de la densité de dislocations (vers la polygonisation et la recristallisation) et l'apparition de précipités qui favorisent une transformation à deux stades et qui diminuent les températures de transformation [2;21;23]. En effet, le vieillissement dans la zone PDA = 350-450°C favorise la transformation R→ B19' dû à l'appauvrissement en nickel de la solution solide. La diminution de la densité de dislocations joue donc un rôle secondaire dans ce cas. Les précipités continuent à croître (PDA = 500°C) et retournent finalement en solution solide (PDA = 700°C et plus) et n'influencent plus les températures de transformation.

Au même titre que pour l'alliage équiatomique, la plage de températures dans laquelle s'effectue la transformation devient un paramètre à prendre en compte dans le cadre d'une application utilisant les AMF. La figure 61 présente donc l'évolution de

l'étalement de la transformation (ΔT^{f-s}) en fonction de la température de traitement thermique pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni.

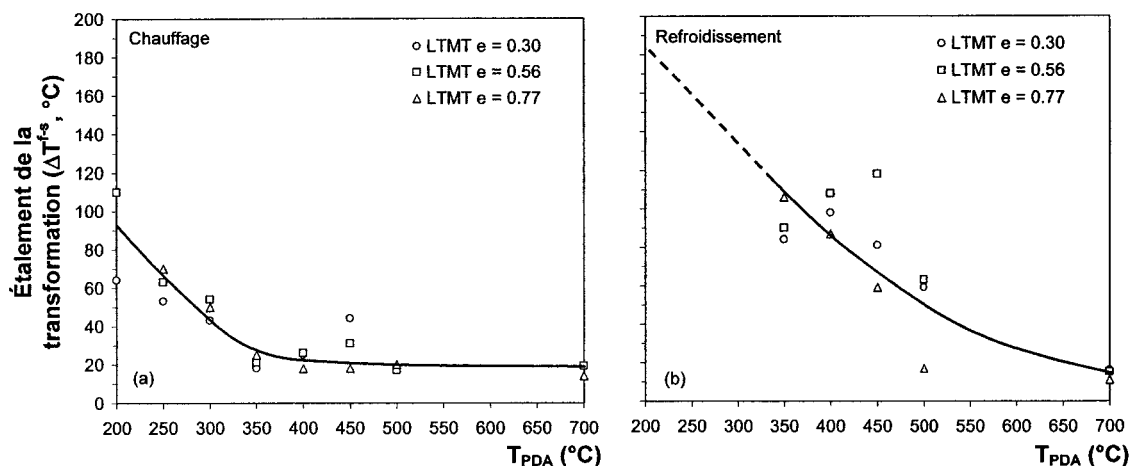


Figure 61 Évolution de l'étalement de la transformation (ΔT^{f-s}) (a) au chauffage, (b) au refroidissement en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

Pendant le chauffage, on peut voir sur la figure 61 que le paramètre ΔT^{f-s} diminue significativement pendant les basses températures de PDA (200-300°C) puis se stabilise autour de 20°C qui représente l'écart entre le début et la fin de la transformation. Pendant le refroidissement, le paramètre ΔT^{f-s} diminue en fonction du PDA. Suite aux basses températures de PDA (pendant le refroidissement), les pics de transformation ne sont pas clairement définis donc le trait pointillé (figure 61b) montre la tendance.

La figure 62 présente l'évolution des températures de transformation en fonction du taux de travail à froid (LTMT) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni. Tout comme pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, les températures A_s et M_s représentent respectivement le début de la transformation pendant le chauffage et le refroidissement. De la même façon, les températures A_f et M_f représentent respectivement la fin de la transformation pendant le chauffage et le refroidissement.

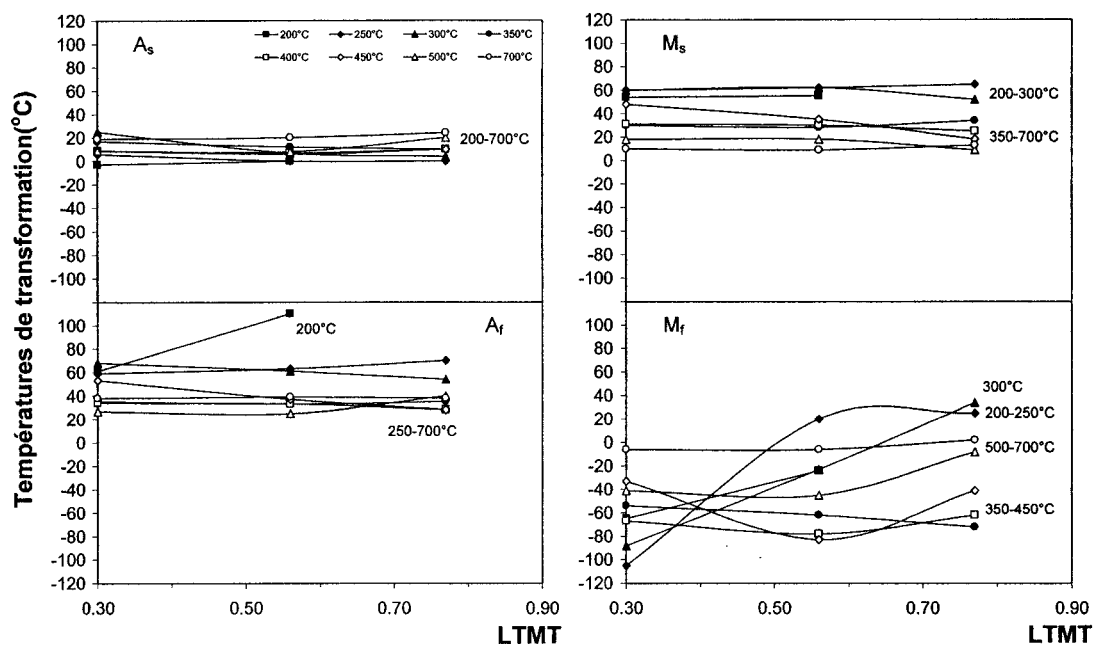


Figure 62 Influence du LTMT sur les températures de transformation de phase pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

Tout comme pour le premier alliage, le taux de déformation à froid ne semble pas avoir d'influence significative sur les températures de transformation A_s , A_f et M_s . Par contre, pour certains cas de traitements thermiques, la température M_f semble varier en fonction du LTMT. A priori, l'augmentation de M_f avec le LTMT est tout à fait contraire à la tendance espérée telle que discutée à la section précédente. Des essais de répétitivité devront donc être effectués afin de vérifier ces tendances.

3.3 Résultats des essais sur la résistivité électrique sous contrainte nulle ($\sigma = 0$)

La résistivité sous contrainte nulle est une mesure de validation du montage en ce sens qu'elle peut être directement comparée avec les résultats de calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette technique de mesure est en quelque sorte spécifique à la caractérisation des AMF. Elle nécessite donc une attention particulière au niveau de la validation du montage (résistivité électrique sous contrainte nulle) pour ensuite être

appliquée à la caractérisation proprement dite (résistivité électrique sous contrainte : voir chapitre 6).

La figure 63 montre la répétitivité des mesures de résistivité électrique sous contrainte nulle pour deux différents traitements thermomécaniques sur l'alliage Ti-50.22at.%Ni. Le but premier du test est de valider la répétitivité des mesures et de s'assurer de la stabilité du montage.

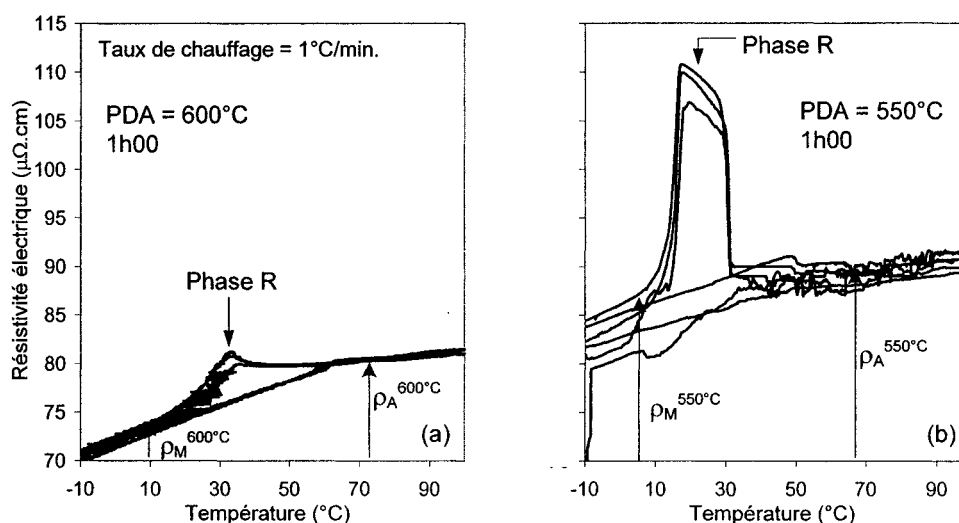


Figure 63 Résistivité électrique sous contrainte nulle de l'alliage Ti-50.22at.%Ni: (a) PDA = 600°C, 1h00 (b) PDA = 550°C, 1h00

De façon générale, la cohérence des résultats et l'allure des courbes correspondent bien avec les valeurs espérées (70 à 100 $\mu\Omega\text{cm}$ [20;59]). En effet, la transformation martensitique de l'alliage Ti-Ni est souvent caractérisée par une phase intermédiaire « R » qui apparaît comme un pic sur les courbes de résistivité [62]. À titre comparatif, la figure 63a et figure 63b peuvent être comparées avec les résultats de Uchil et al. [59] (figure 36) en ce qui a trait à la forme des courbes. Ainsi, la figure 63a est caractérisée par une transformation directe et inverse sans apparition (ou presque) de la phase R. Par contre, le pic caractéristique prédominant de la phase R est clairement montré sur la

figure 63b. De plus, les valeurs absolues de la résistivité électrique diminuent avec l'augmentation de la température de PDA ($\rho_A^{600^\circ\text{C}} < \rho_A^{550^\circ\text{C}}$ et $\rho_M^{600^\circ\text{C}} < \rho_M^{550^\circ\text{C}}$) ce qui est un résultat attendu [34]. Globalement, le montage de résistivité électrique est répétable et constitue une deuxième façon d'obtenir les températures de transformation de phase. Finalement, le Tableau VI présente un résumé des températures caractéristiques de transformation de phase (TRMT) obtenues par mesure de calorimétrie et de résistivité électrique sur l'alliage Ti-50.22at.%Ni.

Tableau VI

Comparaison des TRMT ($^\circ\text{C}$) sous contrainte nulle obtenues par calorimétrie et résistivité électrique sur l'alliage Ti-50.22at.%Ni
(a) PDA = 600-1h00 (b) PDA = 550-1h00

(a)	Chauf.		Ref.	
	ρ	DSC	ρ	DSC
M_s			30	34
M_f			20	31
R_s	(1)	52	39	(2)
R_f	(1)	54	34	(2)
A_s	60	63		
A_f	63	64		

(b)	Chauf.		Ref.	
	ρ	DSC	ρ	DSC
M_s			18	16
M_f			13	10
R_s	(1)	46	32	34
R_f	(1)	50	29	33
A_s	47	50		
A_f	50	52		

(1): Ces valeurs ne peuvent pas être lues avec cette méthode

(2): Ces valeurs n'apparaissent pas avec cette méthode

De façon générale, les valeurs des températures de transformation de l'essai de résistivité (T_ρ) concordent bien (à quelques degrés près) avec les valeurs de l'essai DSC (T_{DSC}). Par contre, certaines valeurs de T_ρ sont relativement éloignées des valeurs de T_{DSC} (de l'ordre de 15°C). Cela peut en partie s'expliquer par le fait qu'il y ait apparition d'une phase R lors de l'essai de DSC et cette transformation n'apparaît pas lors de la mesure de résistivité. En effet, c'est l'apparition de cette phase R qui empêche la bonne lecture de la température car en l'absence de superposition des deux pics (R et A), les valeurs concordent très bien (voir Tableau VIb).

3.4 Conclusions des essais de calorimétrie différentielle à balayage et de résistivité électrique

Les principaux résultats sur les essais de calorimétrie différentielle à balayage et la mesure de la résistivité électrique sont :

- Pour l'alliage équiatomique et riche en nickel, la chaleur latente de transformation augmente pendant les températures de PDA = 250-350°C puis se stabilise par la suite à 28 et 21 J/g en fonction de l'alliage et du LTMT;
- Pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, le taux de travail à froid influence l'enthalpie de transformation (ΔH) seulement pour les basses températures de PDA (200 et 250°C). Pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni, les valeurs de ΔH ne dépendent pas du LTMT;
- Le traitement thermique post déformation influence faiblement les températures de transformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni tandis qu'il influence fortement ces dernières pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni;
- L'étalement de la transformation (différence entre le début et la fin de la transformation) est significativement large pour les basses températures de PDA et faible pour les températures plus élevées à une valeur de 20°C;
- De façon générale, la variation des températures de transformation en fonction du travail à froid est faible et ne permet pas de conclure sur une dépendance du LTMT;
- En général, les valeurs des températures de transformation obtenues à l'aide d'un essai de résistivité électrique sont semblables à celles recueillies avec un essai DSC. La mesure de la résistivité électrique devient donc intéressante lorsque la géométrie

d'un échantillon ne permet pas un essai DSC (fil long et/ou de petit diamètre) ou bien qu'un échantillon est chargé mécaniquement.

CHAPITRE 4

RÉSULTATS DES ESSAIS DE TRACTION ISOTHERMES

4.1 Évaluation de l'influence du chemin thermique menant à la température d'essai de traction

Dans un premier temps, une étude de l'influence du chemin thermique sur les résultats d'un essai de traction a été effectuée. Les détails relatifs à cette investigation se trouvent à l'annexe 3. L'objectif de cette étude réside dans l'établissement d'une procédure commune en ce qui concerne la préparation des échantillons pour un essai isotherme. Compte tenu du fait qu'une même température d'essai peut être atteinte tant par chauffage que par refroidissement, chaque chemin peut mener à un état de phase différent dans le matériau (avant l'essai de traction) et ainsi provoquer l'incohérence entre les différents essais.

Les deux objectifs sont donc de vérifier l'effet de l'état de phase de l'échantillon suite à la trempe avant de procéder à un essai de traction et d'analyser l'influence du chemin thermique sur ce même essai. La figure 64 schématise la problématique de cette étude.

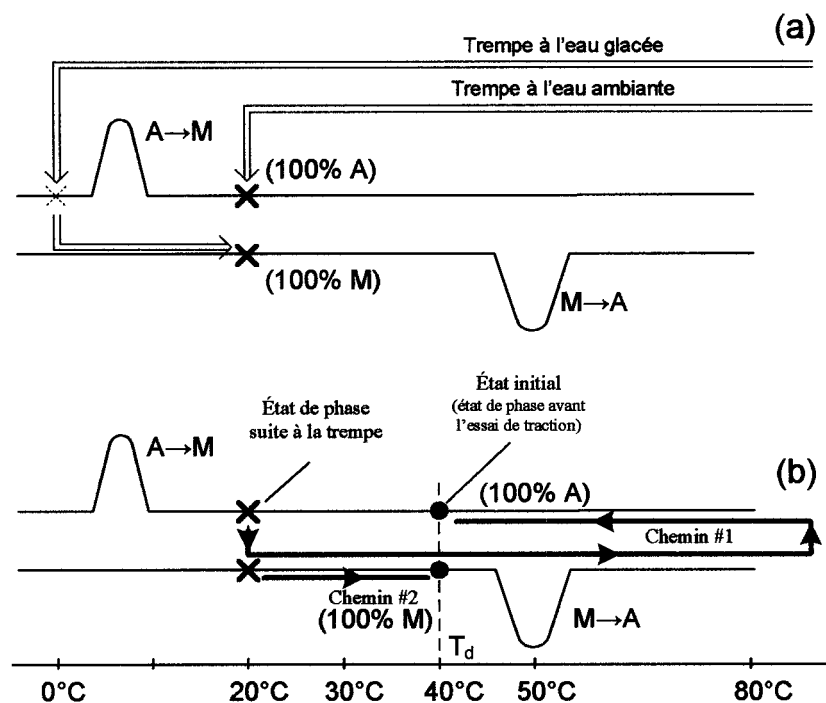


Figure 64 Schéma DSC représentant (a) l'état de phase suite à la trempe, (b) les deux chemins thermiques menant à un essai de traction à 40°C

La figure 64a montre un exemple illustrant l'influence de l'état de phase suite à un traitement thermique (PDA) et une trempe. Il faut supposer ici que l'échantillon est toujours amené à la température ambiante afin de pouvoir le manipuler et le fixer dans le banc d'essai de traction. Pour un échantillon ayant été trempé à l'eau ambiante (rouge), l'état de phase suite à la trempe serait 100% austénite. Par contre, un échantillon trempé à l'eau glacée (bleu) puis amené à la température ambiante serait 100% martensite. On peut donc clairement voir que la précision sur la température finale à laquelle se trouve l'échantillon avant l'essai (par exemple 20°C) n'est pas suffisante pour statuer sur les phases en présence mais que le chemin d'accès à cette température est aussi important.

La figure 64b présente un autre effet qui peut être produit par l'emprunt de deux chemins thermiques différents. Suite à une trempe à l'eau glacée puis un retour à l'air

ambiant (état de phase suite à la trempe : 100% martensite, voir figure 64a), un échantillon doit être déformé à 40°C donc, deux chemins thermiques sont possibles. Le premier chemin consiste à chauffer l'échantillon de 20 à 40°C (chemin #1 : bleu) et le deuxième, à le chauffer au-dessus de A_f ($\approx 60^\circ\text{C}$) puis à le refroidir jusqu'à 40°C (chemin #2 : rouge). Pour ces deux chemins, la température avant de procéder à l'essai de traction est la même mais on peut remarquer que l'état de phase final ne l'est pas (chemin #1 : 100% martensitique, chemin #2 : 100% austénitique).

Afin de valider cette conclusion, des essais DSC et de traction ont été réalisés sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni. Le Tableau VII présente les résultats de DSC suite à un traitement thermique (PDA) de 550°C pendant une heure.

Tableau VII

Températures de transformation de phase ($^\circ\text{C}$) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni

PDA	Refroidissement				Chauffage			
	M_f	M_s	R_f	R_s	R_s	R_f	A_s ($^\circ\text{C}$)	A_f
550	6	10	31	34	-	-	47	53

Les essais de traction isothermes sont effectués dans le banc d'essai de traction (voir figure 42). La figure 65a présente les courbes de traction obtenues pour différentes températures de déformation et différentes conditions initiales (état trempé + chemin thermique). Pour sa part, la figure 65b montre l'évolution de la contrainte critique de réorientation ou de transformation en fonction de la température de déformation.

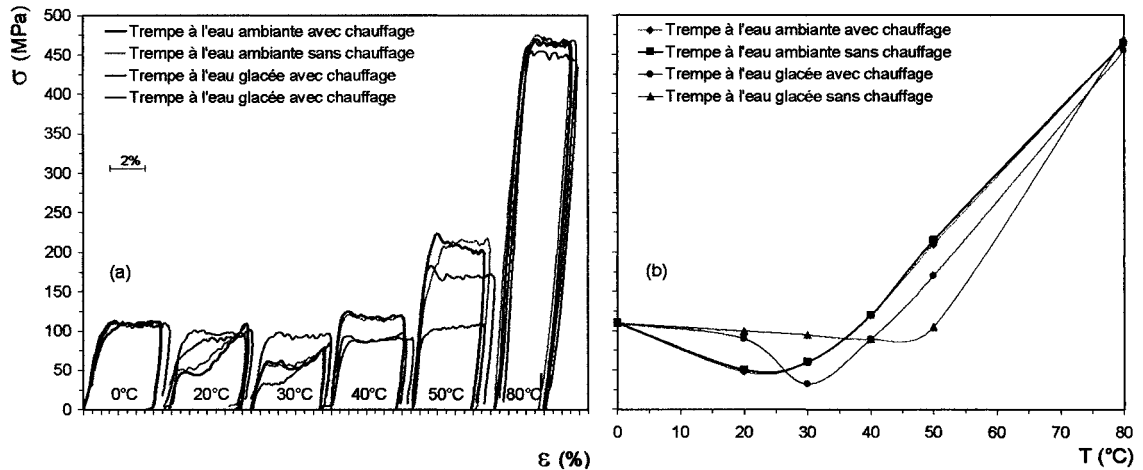


Figure 65 Essais de traction isothermes (a) et évolution de la contrainte critique pour différentes conditions initiales (b)

Dans un premier temps, on peut voir que l'évolution de la contrainte critique est différente en fonction des conditions initiales. De plus, on remarque que la contrainte critique minimum (atteinte habituellement autour de la température M_s) semble se décaler vers une plus haute température suite à la trempe à l'eau glacée (eau ambiante (noir) = 20°C vs eau glacée (rouge) = 30°C). Finalement, l'évolution de la contrainte critique de l'eau glacée sans préchauffage dans le domaine austénitique (bleu) ne représente pas la courbe standard de transformation mais plutôt l'évolution de la contrainte de réorientation (0 à 50°C). Par conséquent, on ne peut pas parler d'un décalage proprement dit de M_s pour ce cas. On doit parler plutôt de l'atteinte de A_s autour de 50°C. L'annexe 3 propose une analyse systématique des courbes de traction présentées à la figure 65 et de leurs schémas DSC correspondants. Par contre, le cas de la trempe à l'eau glacée avec et sans chauffage jusqu'à $T > A_f$ est présenté à cette section.

Ces deux essais ont été effectués afin de vérifier l'effet du chauffage pour la même condition de trempe mais aussi l'influence de la transformation martensitique complète

(A → R vs A → R → M) sur les résultats d'un essai de traction. La figure 66 présente les résultats de deux essais après une trempe à l'eau glacée « avec » et « sans » chauffage de l'échantillon avant de le mener à sa température de déformation.

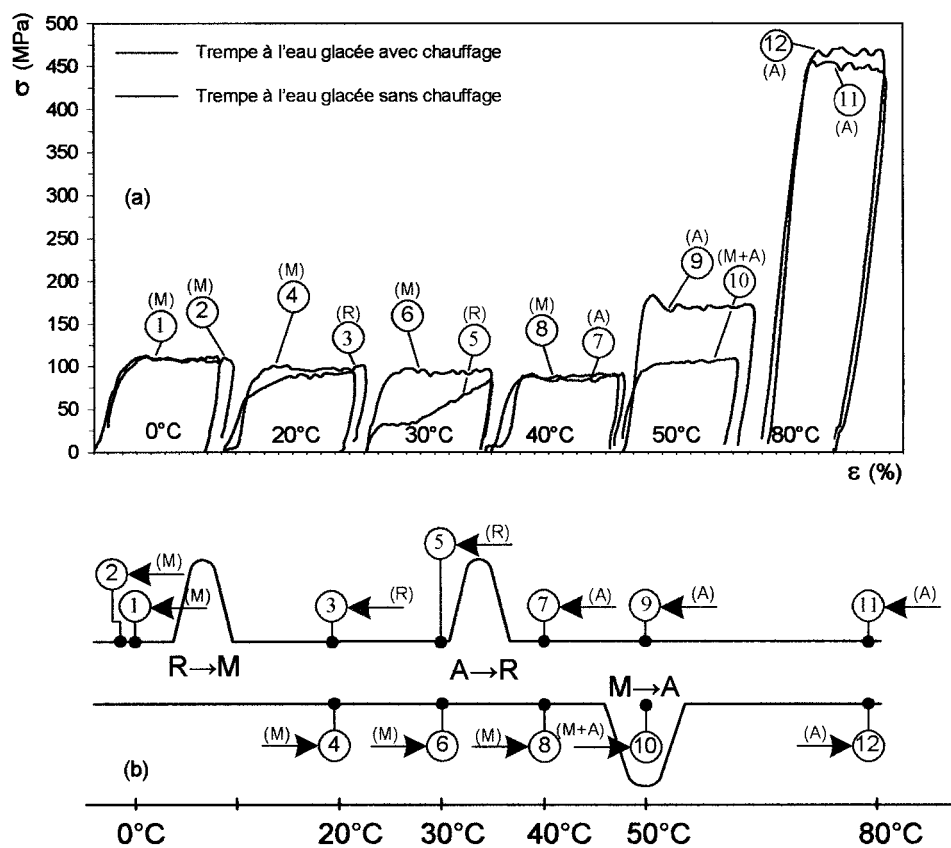


Figure 66 Essais de traction et représentation des états initiaux de l'alliage Ti-50.3at.%Ni pour la trempe à l'eau glacée avec et sans chauffage

Premièrement, les échantillons sont trempés à l'eau glacée pour les deux essais puis amenés à 20°C (état 100% martensite). À partir de ce moment, le fait de chauffer ou de ne pas chauffer l'échantillon a une grande importance sur l'état initial de ce dernier. En effet, lorsque l'échantillon n'est pas chauffé (courbes bleues), celui-ci reste à l'état martensitique pour les températures de déformation de 0 à 40°C. À 50°C, les phases sont

martensite + austénite (peut-être 80% M + 20% A)⁷ et à 80°C, l'état est monophasé austénitique. D'ailleurs, les essais de traction sans chauffage (bleu) montrent bien que le niveau du plateau de contrainte varie peu entre 0 et 50°C (état majoritairement martensitique) et rejoint le niveau de l'état austénitique à 80°C.

Les principales conclusions de l'analyse (voir l'annexe 3 pour les données complètes) sont que les conditions initiales (état après la trempe + chemin thermique emprunté) avant de procéder à un essai de traction isotherme ont une influence importante sur le résultat de traction. En effet, l'état de phase suite à la trempe combiné au chemin thermique modifie l'état de phase du matériau et par conséquent, le mécanisme de déformation pendant l'essai de traction. Afin d'obtenir l'évolution de la contrainte critique de transformation en fonction de la température de déformation, il est primo de chauffer l'échantillon au-dessus de A_f avant d'effectuer tout essai.

Il a donc été décidé que tous les échantillons devraient être chauffés dans le domaine austénitique avant de procéder aux essais de traction.

4.2 Présentation des données brutes des essais de traction sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Cette section présente les données brutes de traction pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni. La méthodologie expérimentale de ces essais se trouve à la section 2.3. Les essais de traction isothermes ont été réalisés seulement sur l'alliage équiatomique afin de pouvoir les utiliser dans le cadre des essais de génération de contrainte au chauffage (voir chapitre 6). De plus, ces derniers ont été obtenus suite aux faibles et sévères taux de travail à froid englobant ainsi les limites d'investigation de ce mémoire. Les courbes de traction sont présentées aux figures 67 (LTMT $e = 0.30$) et figure 68 (LTMT $e = 0.88$).

⁷ Nombres donnés à titre illustratif afin de visualiser que le mécanisme de réorientation de la martensite est prédominant.

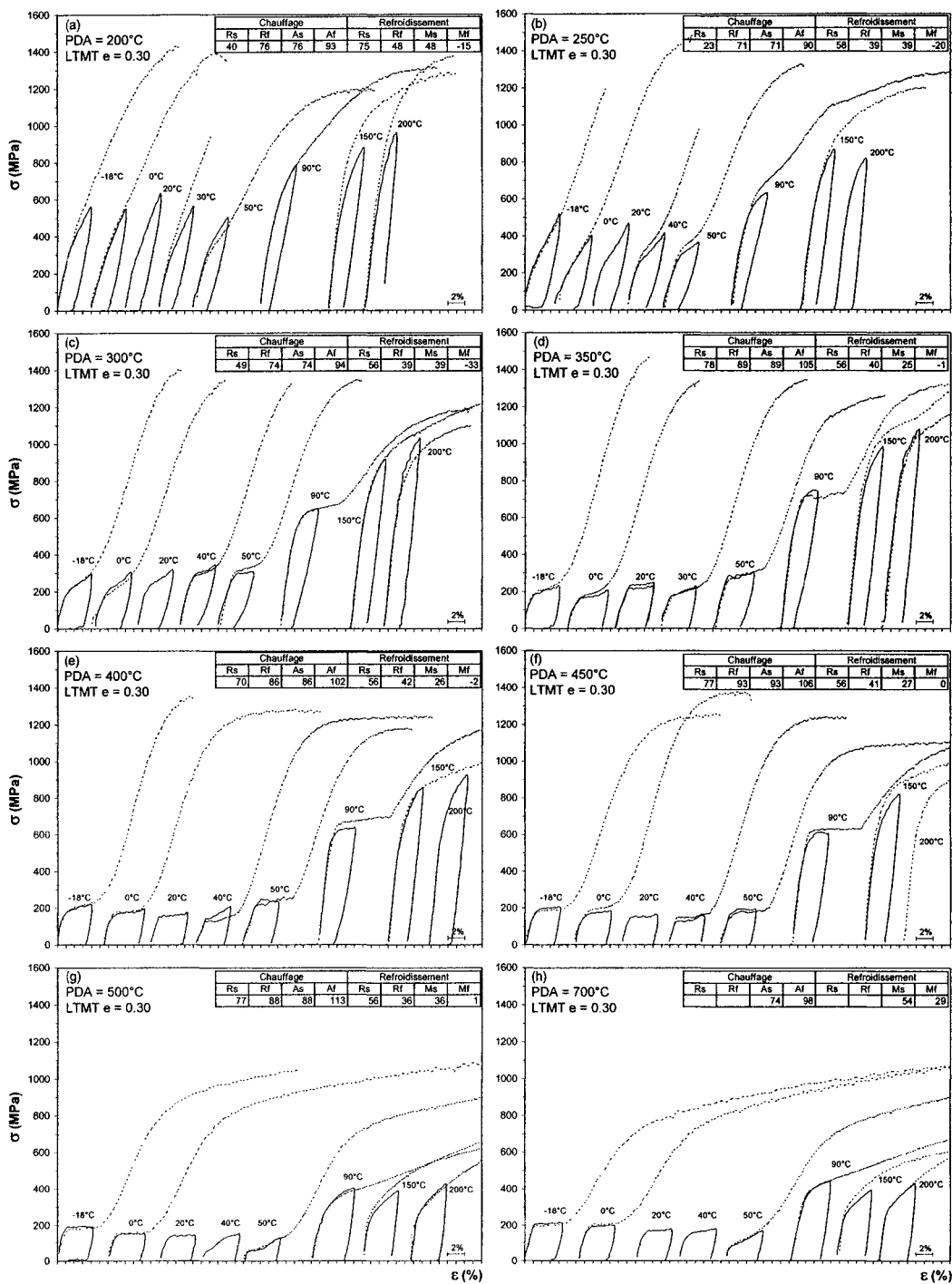


Figure 67 Essais de traction sur les alliages Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT e = 0.30 (a-h) 200-700°C, déformé à 4% et déformé à la rupture

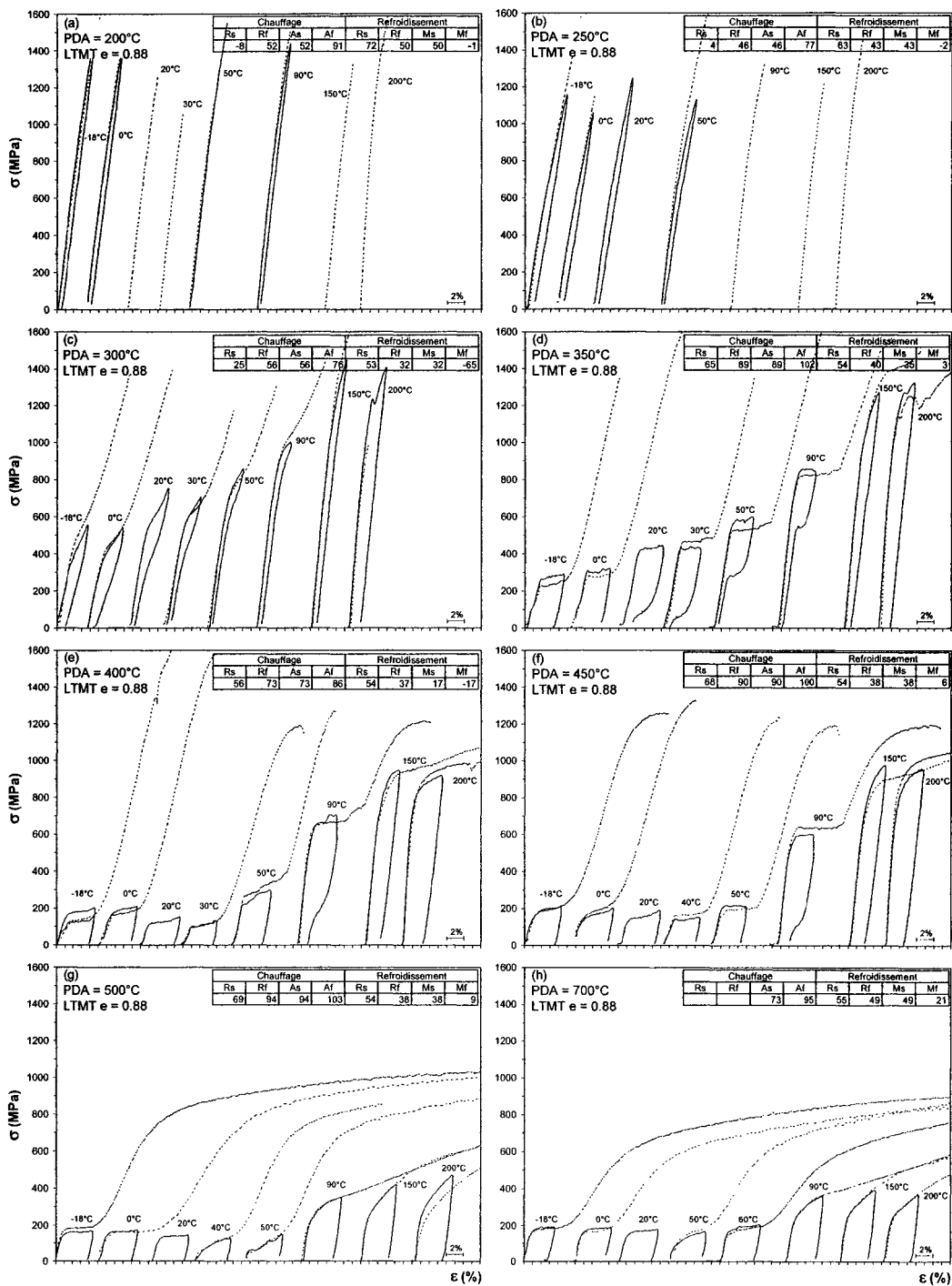


Figure 68 Essais de traction sur les alliages Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.88$ (a-h) 200-700°C, déformé à 4% et déformé à la rupture

La figure 67 et la figure 68 permettent de visualiser l'allure générale des courbes de traction suite aux faibles et sévères LTMT + PDA pour différentes températures de déformation (-18 à 200°C). Les courbes en traits pleins montrent les essais pour une déformation de 4% tandis que les traits pointillés représentent les essais à la rupture. Le fait de superposer ces deux courbes permet de valider en quelque sorte la répétitivité des essais.

L'effet superélastique est observé seulement suite à un LTMT $\epsilon = 0.88$ car en plus d'augmenter considérablement la limite élastique du matériau, le décalage des températures de transformation (pendant l'essai de traction) est éliminé. La figure 69 présente des essais DSC pour un échantillon Ti-50.3at.%Ni suite à deux températures de PDA (450 et 550°C) et trois températures d'essais. Cette figure permet de confirmer l'hypothèse d'un décalage des températures de transformation pendant l'essai de traction et donc, de l'absence de l'effet superélastique dans une zone de température où cette dernière aurait dû survenir. L'étude complète de ce sujet est présentée à l'annexe 5.

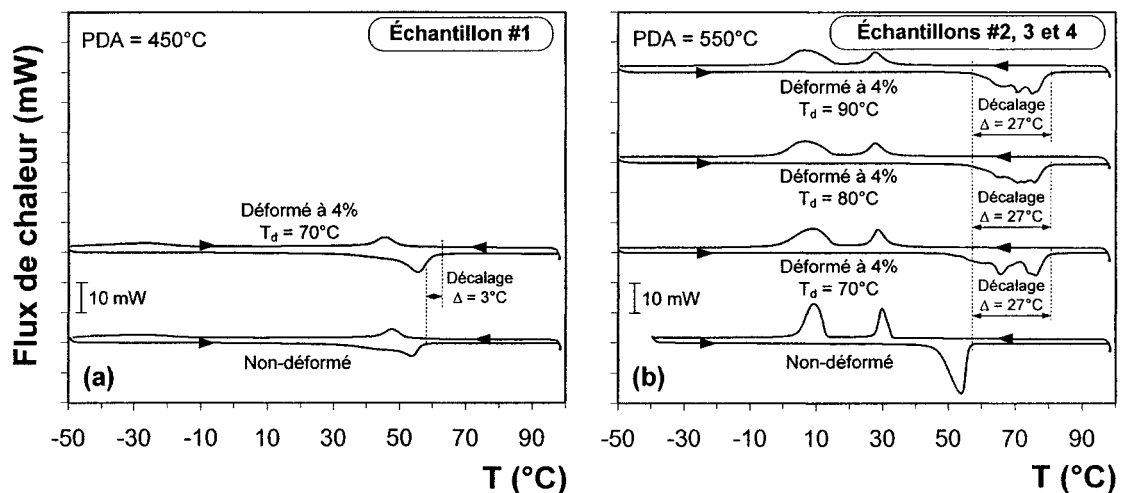


Figure 69 Essais DSC sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni pour des échantillons déformés à 4% et non-déformés en fonction de la température de déformation (T_d) (a) PDA = 450°C, (b) PDA = 550°C

Les essais DSC sur l'échantillon #1 (figure 69a) montrent que le décalage des températures A_f est pratiquement négligeable ($< 3^\circ\text{C}$). Par contre, les essais DSC sur les échantillons #2, #3 et #4 (figure 69b, c et d) montrent que ce décalage est important (27°C). Ces résultats corroborent ceux de Liu et al. [33] en ce qui a trait à l'augmentation significative des températures de transformation A_s et A_f suite à une déformation des échantillons. Ces essais DSC démontrent qu'il semble survenir un décalage relativement important des températures de transformation suite à un seul essai de traction (et peut-être même pendant l'essai lui-même) pour les échantillons dont la structure est polygonisée et/ou recristallisée.

Par contre, une température de traitement thermique plus basse ou un LTMT sévère semble éliminer ce décalage des pics de transformation. Par conséquent, la fenêtre de superélasticité (entre 20 et 90°C) est donc considérablement augmentée suite au LTMT sévère et peut être observée suite aux essais de traction.

4.3 Évolution des contraintes caractéristiques en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Les résultats de cette section sont présentés en fonction de la température de déformation (T_d). Dans un premier temps, il est possible de tracer l'évolution de la contrainte critique (σ_{cr}) ainsi que de la limite d'écoulement (σ_y) en fonction de la température de déformation (figure 70). De cette façon, il est possible de valider l'évolution des courbes (obtention d'une courbe en « S » [2]) et d'estimer la position de la température M_d . En effet, cette température est obtenue lorsque la contrainte critique est égale à la limite d'écoulement. Cette température peut seulement être obtenue par un essai mécanique puisque cette dernière ne fait pas intervenir de changement de phase.

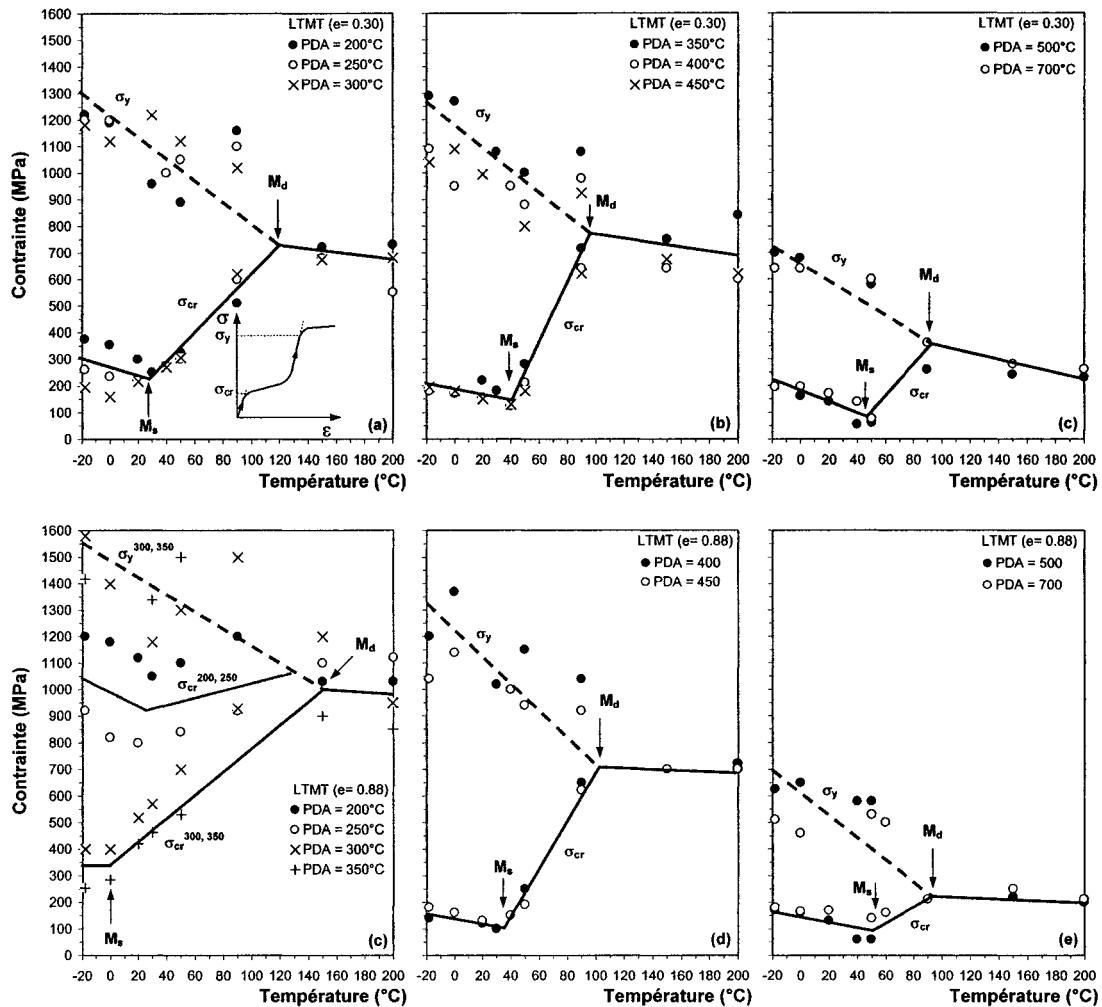


Figure 70 Évolution de la contrainte critique (σ_{cr}) et de la limite d'écoulement (σ_y) en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, suite à un LTMT $e = 0.30$: (a) PDA = 200-300°C, (b) PDA = 350-450°C, (c) PDA = 500 et 700°C; suite à un LTMT $e = 0.88$: (c) PDA = 200-350°C, (d) PDA = 400-450°C, (e) PDA = 500 et 700°C

De façon générale, on note l'apparition de l'allure en « S » espérée et la contrainte critique minimum se présente autour de la température M_s (entre 30 et 50°C). De plus, cette température se décale à mesure que la température de PDA augmente. Pour sa part, la température M_d est obtenue entre 90 et 150°C en fonction du traitement thermomécanique. En effet, les essais de traction entre les températures de déformation

90 à 150°C n'ont pas été réalisés. Il n'est donc pas possible de déterminer précisément la température M_d . La figure 71 permet de visualiser l'évolution de M_s et M_d en fonction de la zone de températures de PDA. On peut clairement voir sur la figure 71 pour les deux taux de déformation à froid que la plage thermique se rétrécit à mesure que la température de PDA augmente diminuant ainsi la zone thermique effective (en transformation) du matériau.

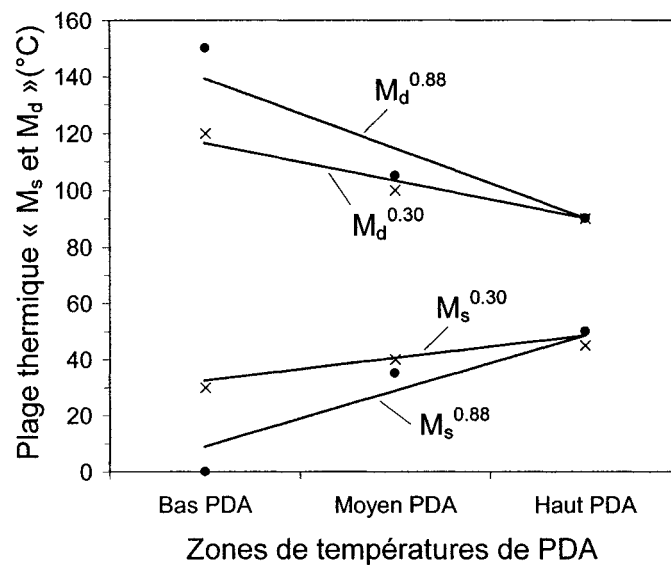


Figure 71 Évolution de la plage thermique (M_s et M_d) en fonction de la zone de températures de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Pour sa part, la figure 72 présente l'évolution de la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) en fonction de la température de déformation. Les zones de réorientation, de transformation ainsi que de plastification sont déterminées par rapport aux températures M_s et M_d . Ce critère représente en fait le potentiel de contrainte permise avant que l'échantillon ne se déforme plastiquement. Le but ici est de déterminer si la température M_s représente l'endroit où ce potentiel est le plus important.

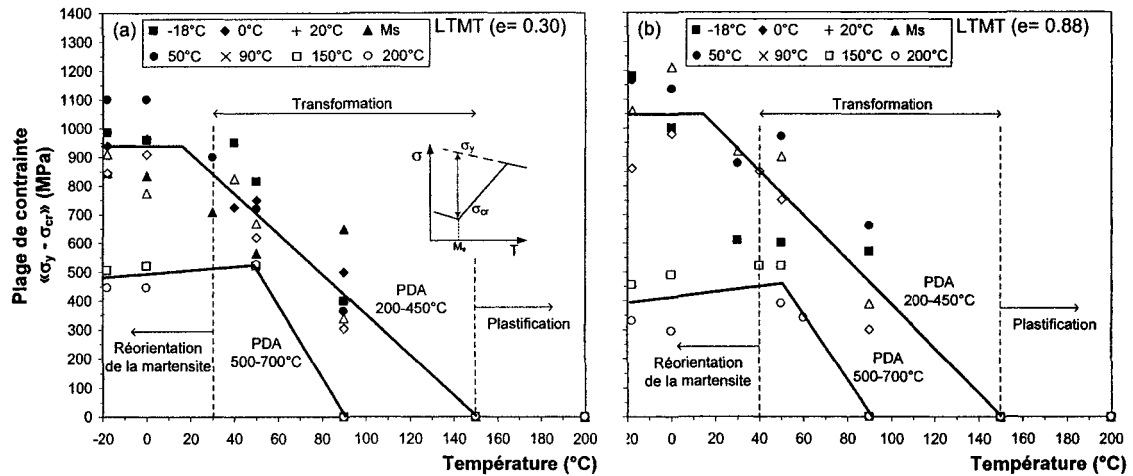


Figure 72 Évolution de la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

De façon générale, la figure 72 indique que la température M_s ne représente pas la température à laquelle ce potentiel de contrainte est le plus important. Par contre, la limite M_s représente bel et bien la température où la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) est maximum lorsque seulement la transformation est prise en compte. En d'autres mots, pour des températures inférieures à M_s et supérieures à M_d , il n'y a pas (ou peu) de transformation. Entre ces deux bornes, la température M_s représente la température où la plage de contrainte est maximum.

La figure 73 présente l'évolution du module de Young (E) en fonction de la température de déformation. Cette figure permet d'évaluer et/ou de confirmer les phases en présence par un essai mécanique.

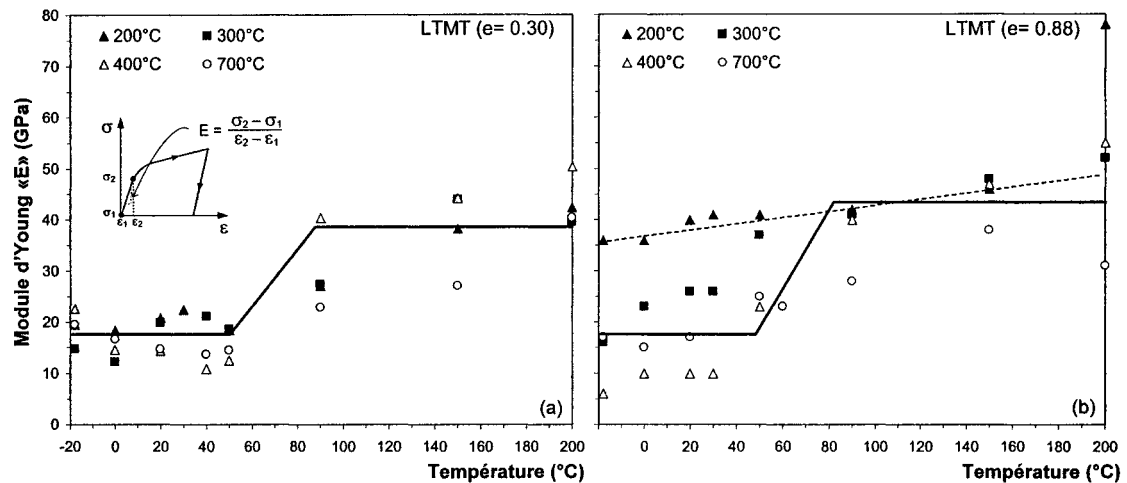


Figure 73 Évolution du module de Young (E) en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

Pour les alliages Ti-Ni, le module de Young de la martensite est inférieur à celui de l'austénite. On peut voir sur la figure 73 qu'il survient un changement de E dans la plage 50 à 90°C pour les deux LTMT et ces valeurs corroborent celles de l'essai DSC qui propose une plage de 50 à 80°C. Finalement, une faible évolution du module de Young (courbe pointillée de la figure 73b) suite à un sévère LTMT et un PDA à basse température nous renseigne sur le fait que l'échantillon se trouve probablement à l'état austénitique. En effet, l'allure de ce genre de courbe (voir figure 68) est nommée le « comportement élastique linéaire » car cette dernière ne présente pas clairement de limite élastique et de plateau superélastique mais la déformation résiduelle suite à un déchargement est faible. Finalement, ce type de comportement plutôt superélastique est utilisé à la fabrication des fils-guides pour les cathéters [63].

4.4 Évolution des contraintes caractéristiques en fonction de la température du LTMT + PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Les résultats de cette section sont tous présentés en fonction de la température de traitement thermique post déformation (PDA). Ainsi, l'évolution de ces paramètres permet de choisir un PDA optimal pour un niveau donné de ces paramètres. La figure 74 présente la validation des contraintes critiques pour une température de déformation de 20°C en fonction de la température de PDA de 400 à 700°C.

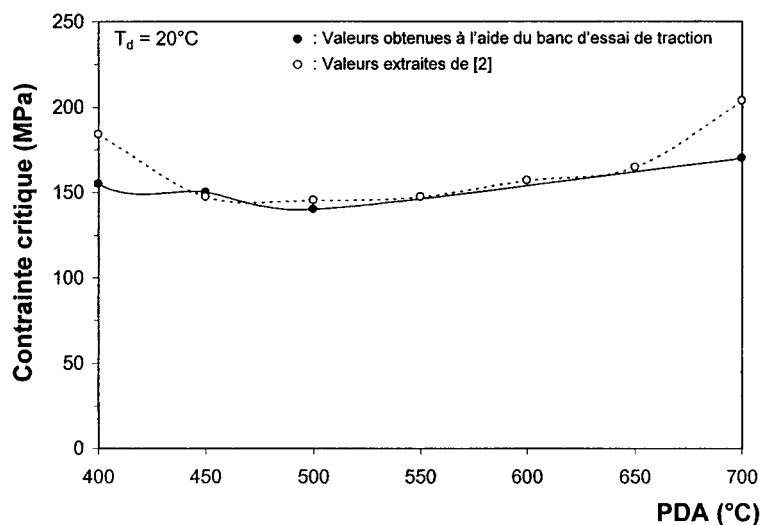


Figure 74 Validation des contraintes critiques de l'alliage Ti-50.0at.%Ni pour une température de déformation de 20°C [2]

La variation maximale entre les deux séries de valeurs est approximativement de 30 MPa et de façon générale, les résultats sont proches pour cette plage de températures de traitement thermique ce qui valide les résultats obtenus à l'aide du montage de mesure utilisé dans le cadre de ce projet.

Contraintes critiques

La figure 75 présente l'évolution de la contrainte critique (de réorientation ou de transformation) en fonction de la plage complète de températures de traitement thermique.

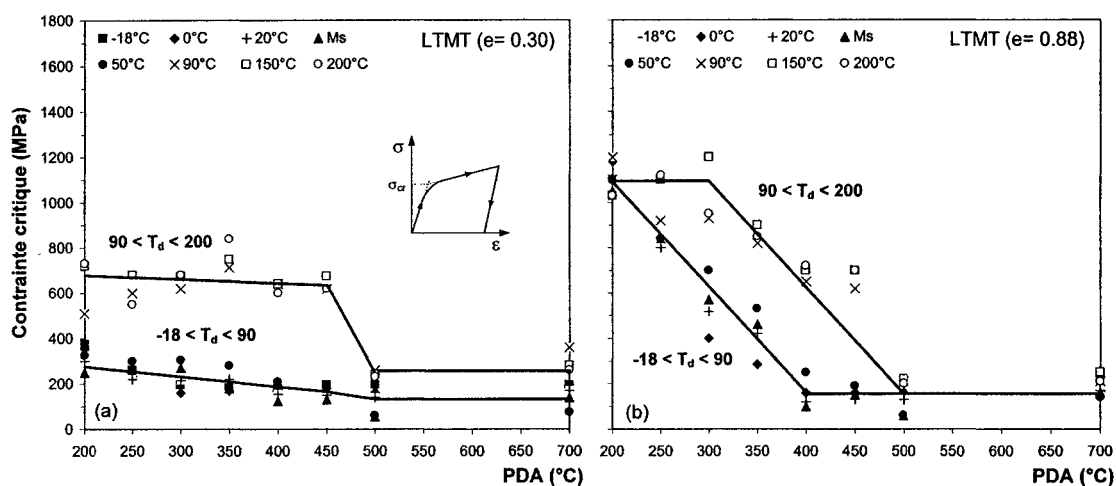


Figure 75 Évolution de la contrainte critique (σ_{cr}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

Lorsque les températures de déformation se trouvent dans la plage de réorientation de la martensite (-18 à 20°C) ou dans la plage de transformation⁸ (M_s à 90°C), la contrainte critique semble diminuer légèrement dans la plage de PDA = 200 à 500°C puis se stabilise dans la plage 500 à 700°C. En d'autres mots, la contrainte nécessaire à la réorientation ou à la transformation diminue en fonction de la relaxation des contraintes internes vers un état recristallisé. Suite aux hautes températures de déformation (90 à 200°C), les contraintes critiques suivent la même tendance que pour les basses températures de déformation mais à un niveau de contrainte supérieure. Suite aux PDA

⁸ La notation « M_s » est utilisée ici car cette température varie entre 30 et 50°C en fonction du traitement thermomécanique.

de 500 et 700°C (état polygonisé et recristallisé), la température de déformation de 90°C est supérieure à la température M_d ce qui explique cette chute de la contrainte critique due à l'atteinte de la limite d'écoulement avant la limite de transformation. Pour les températures de déformation de 150 et 200°C, la contrainte critique est égale à la limite d'écoulement du matériau pour toutes les températures de PDA.

Suite à un LTMT $e = 0.88$, l'influence de la température du traitement thermique est beaucoup plus marquée. En effet, l'incrément de la température de PDA favorise davantage l'effet de la relaxation interne du matériau car l'état initial est beaucoup plus écroui. Pour la plage de températures de traitement thermique de 200 à 400°C (relaxation des contraintes), la contrainte critique de réorientation ou de transformation ($T_d = -18$ à 90°C) diminue fortement en fonction du PDA. Par la suite, cette contrainte critique se stabilise et demeure plutôt constante dans la plage 450 à 700°C (polygonisation et recristallisation). De la même façon que pour le LTMT $e = 0.30$, la température de déformation de 90°C après un PDA de 500 et 700°C et les températures de déformation de 150 et 200°C semblent être supérieures à la température M_d .

Limite d'écoulement

Dans un premier temps, on doit s'attendre à ce que la limite d'écoulement après un LTMT $e = 0.88$ soit supérieure à un LTMT $e = 0.30$. En effet, l'équation de Hall-Petch décrit la relation qui existe entre la limite élastique (σ_y) et la dimension des grains (d).

$$\sigma_y = \sigma_0 + k d^{-1/2} \quad (4.1)$$

Avec σ_0 étant un facteur de friction interne et k , un facteur représentant la résistance des joints de grains au glissement, la limite d'écoulement augmente lorsque la dimension des grains diminue [64;65].

Suite à un LTMT $e = 0.30$, la distance entre les variantes de martensite diminue et après un LTMT $e = 0.88$, il y a formation de microcristaux et de zones amorphes de martensite [122]. Suite à un traitement thermique, ces zones amorphes devraient favoriser la croissance de petits grains (voire même d'une structure nanocristalline). Eu égard à l'équation 4.1, la limite d'écoulement du matériau suite à un LTMT sévère devrait être augmentée par rapport à un échantillon ayant subi un faible LTMT.

La figure 76 présente la limite d'écoulement du matériau (σ_y) en fonction de la température de PDA. La valeur de la limite d'écoulement représente l'endroit où la contrainte appliquée n'est plus proportionnelle à la déformation de la martensite orientée (point d'inflexion).

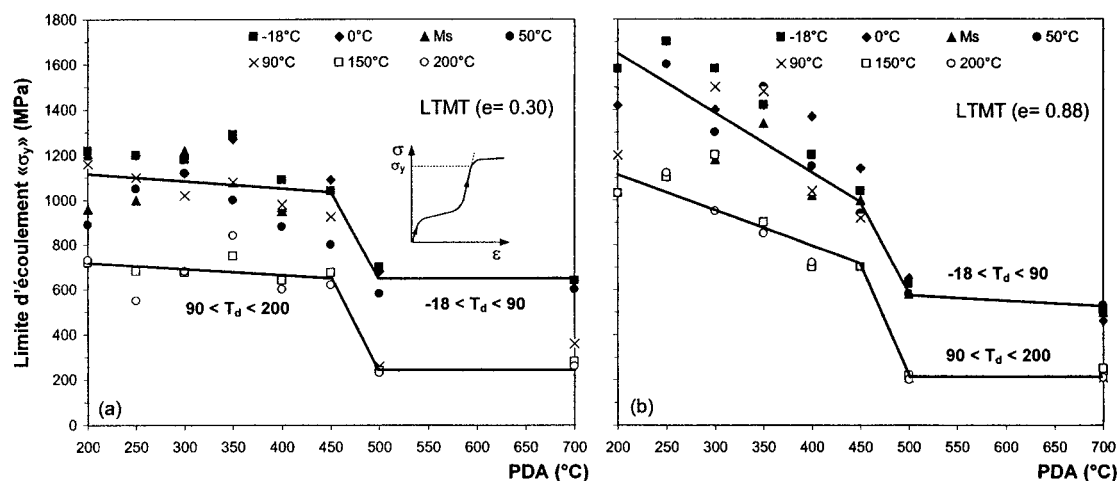


Figure 76 Évolution de la limite d'écoulement (σ_y) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

En regardant la figure 76, on peut remarquer que le travail à froid augmente la limite élastique pour les températures de PDA de 200 à 350°C et ce, pour les températures de déformation de -18 à 90°C. Ceci peut s'expliquer par le fait que dans la région des PDA

= 400 à 700°C (LTMT $e = 0.88$), la croissance des grains est si importante que la structure finale est semblable à celle obtenue après un LTMT $e = 0.30$.

Pour les deux LTMT (figure 76a-b), il est possible de distinguer deux zones au niveau de l'amplitude de la limite d'écoulement. Dans la première zone (PDA = 200-450°C), la contrainte d'écoulement diminue en fonction de la température de PDA. Tel que discuté plus haut, la variation de ce paramètre est plus importante suite au LTMT $e = 0.88$ car l'effet de la relaxation des contraintes (ou le début de la polygonisation) est plus important. Dans la deuxième zone (PDA = 500-700°C), la limite d'écoulement se stabilise pour des valeurs inférieures à la première zone. En effet, les processus de polygonisation et de recristallisation rapprochent l'amplitude de σ_y vers les mêmes valeurs pour les températures de déformation de -18 à 50°C et 90 à 200°C.

D'un autre point de vue, la figure 77 montre l'évolution de la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) en fonction de la température de PDA. Ces valeurs présentent en quelque sorte « l'étendue opérationnelle » des contraintes ou en d'autres mots, la plage de travail entre le plateau de contrainte et l'atteinte de la déformation plastique du matériau.

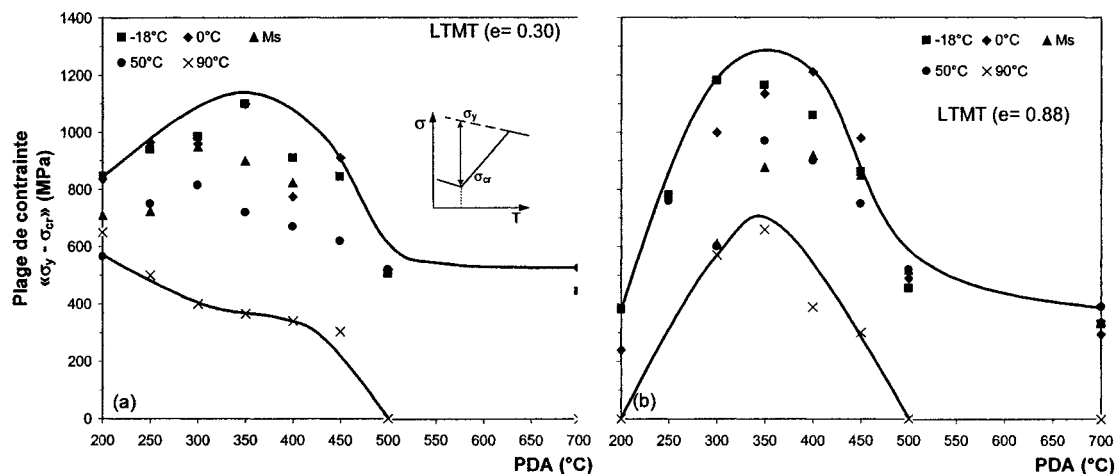


Figure 77 Évolution de la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

Pour les deux LTMT, l'amplitude de la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) diminue lorsque la température de déformation augmente.

Suite au LTMT $e = 0.30$, la plage de contrainte maximum est obtenue suite à un PDA = 350°C pour les températures de déformation de -18 et 0°C (réorientation de la martensite). Par la suite, ces maximums se décalent vers de plus basses températures pour les températures de déformation de M_s et 50°C (300 et 250°C respectivement). Pour la température de déformation de 90°C, la plage de contrainte maximum est atteinte suite à un PDA de 200°C et cette valeur diminue significativement en fonction du PDA. Pour les températures de déformation de 150 et 200°C, les plages de transformation ont des valeurs nulles car les contraintes critiques sont égales aux contraintes d'écoulement.

Suite au LTMT $e = 0.88$, les plages de transformation maximum sont atteintes dans la plage de PDA de 300 et 400°C en fonction de la température de déformation.

Coefficient d'écrouissage

La contrainte critique (σ_{cr}) définit l'amplitude de contrainte à appliquer afin d'atteindre le plateau de déformation, le coefficient d'écrouissage « K » quant à lui caractérise la pente de ce plateau. Une comparaison du coefficient « K » pour les traitements thermiques de 400 à 700°C et pour une température de déformation de 20°C a été effectuée [2]. Cette validation a démontré que les valeurs de « K » obtenues dans le cadre de ce projet variaient au maximum de 1 GPa représentant une différence de 40 MPa entre la contrainte de début et de fin du plateau (considérant une déformation de 4%) ce qui peut être considéré comme une faible variation. La figure 78 présente l'évolution du coefficient d'écrouissage en fonction de la température de PDA.

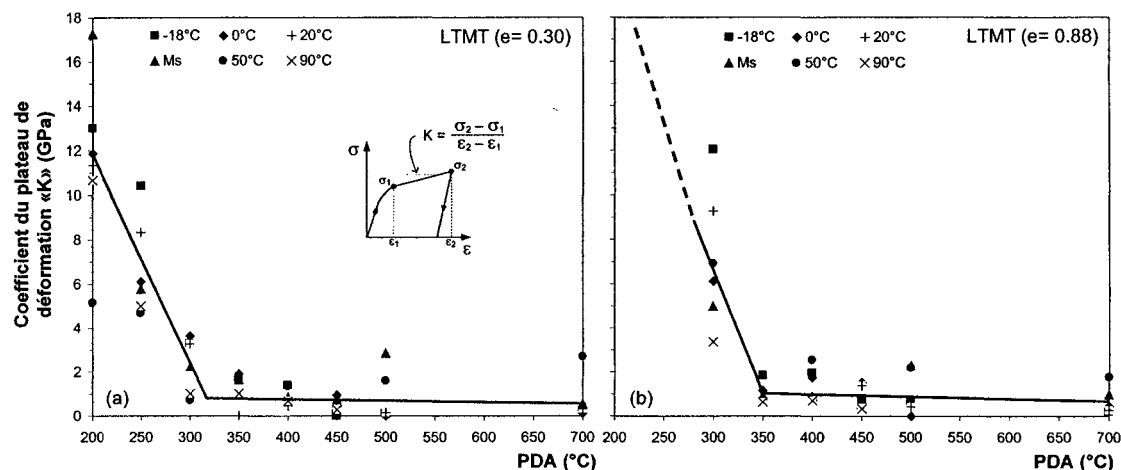


Figure 78 Évolution du coefficient d'écrouissage (K) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

Pour les deux LTMT, le coefficient du plateau de déformation est sous la valeur de 2 GPa pour les températures de PDA = 350°C et plus. Cette valeur seuil représente approximativement une différence entre la contrainte de début et de fin (σ_1 et σ_2) de 60 à 80 MPa pour un essai entre 4 et 5% de déformation.

Dans un autre ordre d'idée, la figure 79 présente l'évolution du plateau de déformation maximum (ϵ_{pl}^{max}) en fonction de la température de PDA. Ce paramètre montre la déformation maximum qui peut être obtenue avant d'atteindre la déformation élastique de la martensite réorientée.

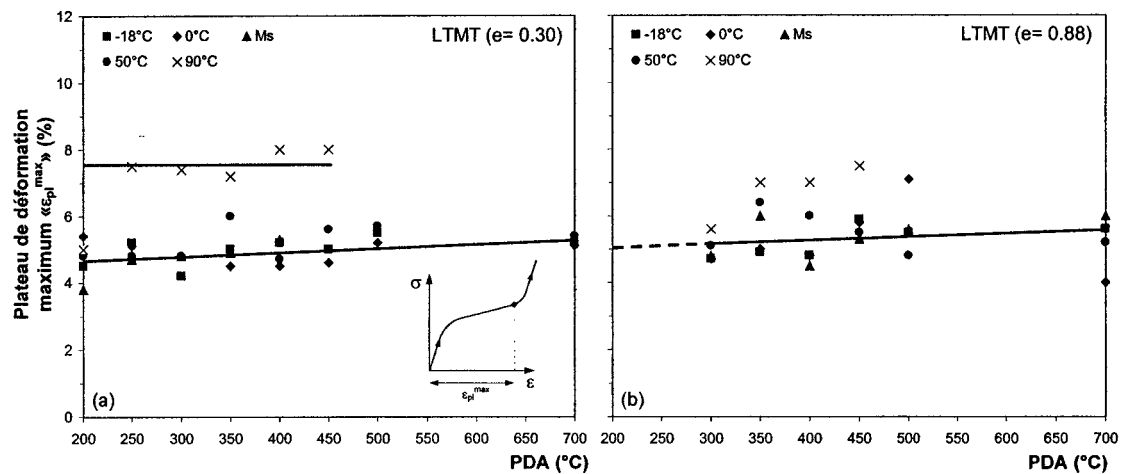


Figure 79 Évolution du plateau de déformation maximum (ϵ_{pl}^{max}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

Pour les deux LTMT, il n'y a pas de plateau de déformation pour les températures de déformation de 90 (PDA = 500 et 700°C), 150 et 200°C car ces températures sont supérieures à M_d . En d'autres mots, l'austénite se déforme plastiquement pour ces températures de déformation. Après un LTMT $e = 0.30$, les valeurs de ϵ_{pl}^{max} semblent constantes pour toutes les températures de déformation sauf 90°C. À cette température de déformation, la valeur du plateau de déformation augmente avec l'augmentation de la température de PDA pour atteindre une valeur maximum de 8%. Suite à un LTMT $e = 0.88$, la forme des courbes de traction après les températures de PDA de 200 et 250°C ne permet pas de mesurer ce paramètre. Les valeurs des plateaux de déformation maximum varient entre 4.5 et 7% en fonction de la température de PDA.

Finalement, pour confirmer les observations faites sur les courbes de traction, la figure 80 présente l'évolution de la déformation résiduelle normalisée (ϵ_r^{norm}). Ce paramètre nous renseigne rapidement sur la possibilité d'obtention de l'effet superélastique. En effet, la valeur de ϵ_r^{norm} tendra vers « 0 » pour un échantillon possédant l'effet superélastique parfait et vers la valeur de « 1 » pour un échantillon mémoire de forme⁹.

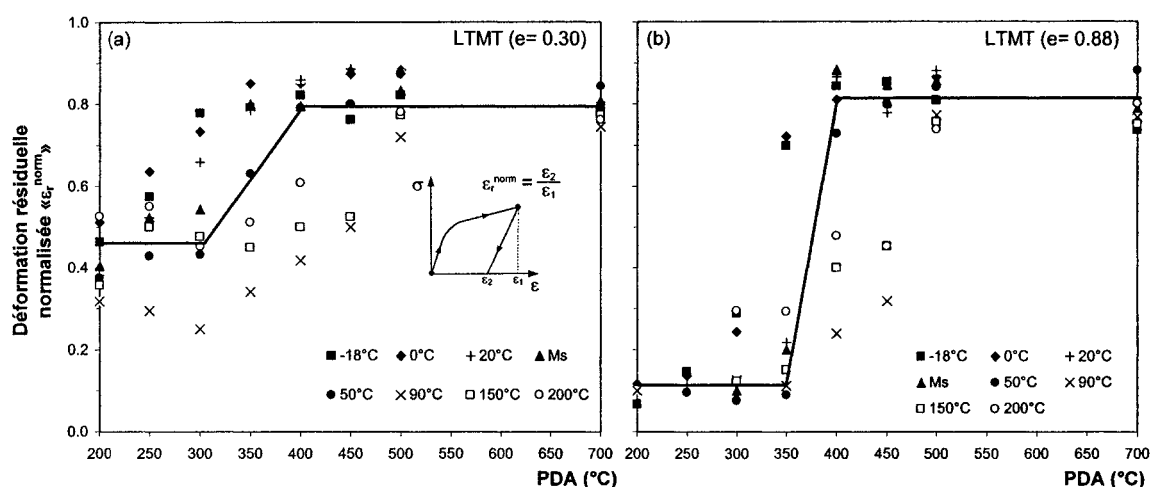


Figure 80 Évolution de la déformation résiduelle normalisée (ϵ_r^{norm}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

4.5 Conclusions des essais de traction isothermes

Les principales conclusions sur les essais de traction isothermes sont :

- Pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, l'effet superélastique est observé seulement suite à un taux de travail à froid sévère car ce dernier augmente considérablement la limite élastique du matériau;

⁹ La contribution élastique fait en sorte que la valeur de « 1 » ne peut jamais être obtenue.

- Suite à un faible LTMT, les valeurs de la contrainte critique et de la limite d'écoulement sont plutôt stables pendant les basses et moyennes températures de PDA. Ces dernières diminuent et se stabilisent pour les hautes températures de PDA. Suite à un LTMT sévère, les paramètres σ_{cr} et σ_y diminuent fortement pendant les basses et moyennes températures de PDA pour se stabiliser par la suite;
- La contrainte nécessaire à la transformation ainsi que la plage thermique ($M_d - M_s$) diminuent plus les contraintes internes sont relaxées (basses températures de PDA) vers un état recristallisé (hautes températures de PDA);
- La température M_s représente la température où la plage de contrainte est maximum et où la contrainte critique est minimum permettant ainsi de déformer l'échantillon avec une force minimum;
- L'évaluation du module de Young est une bonne indication des phases en présence lors de l'essai de traction et permet de déterminer ou de confirmer la zone de transformation de phase inverse;
- L'état de phase suite à la trempe combiné au chemin thermique modifie l'état de phase du matériau et par conséquent, le mécanisme de déformation pendant l'essai de traction. Afin d'obtenir l'évolution de la contrainte critique de transformation en fonction de la température de déformation, il est primordial de chauffer l'échantillon au-dessus de A_f avant d'effectuer un essai de traction.

CHAPITRE 5

RÉSULTATS DES ESSAIS SUR LA DÉFORMATION RÉCUPÉRABLE

Les résultats des essais sur la déformation récupérable (retour de forme libre au chauffage) obtenus pour les alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni sont présentés dans ce chapitre tandis que les essais de génération de contrainte (force générée au chauffage suite à un encastrement de l'échantillon) obtenus pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni sont exposés au chapitre 6. La méthodologie des essais sur la déformation récupérable sur les alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni est exposée à la section 2.4. Les données brutes sur la déformation récupérable (ϵ_r) ainsi que l'évolution de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) en fonction du LTMT, du PDA et de la température à laquelle le matériau est déformé (T_i) sont présentés. La déformation induite (ϵ_i) représente la déformation obtenue à la température T_i (suite au retour élastique) et la déformation récupérable (ϵ_r) est la déformation récupérée suite au chauffage au-dessus de la température A_f .

5.1 Présentation des données brutes sur la déformation récupérable

La figure 81 montre des courbes typiques de résultats bruts d'essais de déformation récupérable au chauffage. Toutes les données brutes obtenues sont présentées à l'annexe 6. La ligne diagonale représente l'axe de la déformation complètement récupérable et les flèches montrent la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}). En effet, la déformation récupérable maximale est déterminée lorsque la déformation récupérable devient inférieure à la déformation induite [44]. En d'autres mots, lorsqu'un échantillon ne reprend pas complètement sa forme lors d'un chauffage. Il a été considéré que la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) était atteinte lorsque la déformation non récupérée est plus petite ou égale à 0.2% (ce qui représente approximativement la marge d'erreur d'une mesure simple).

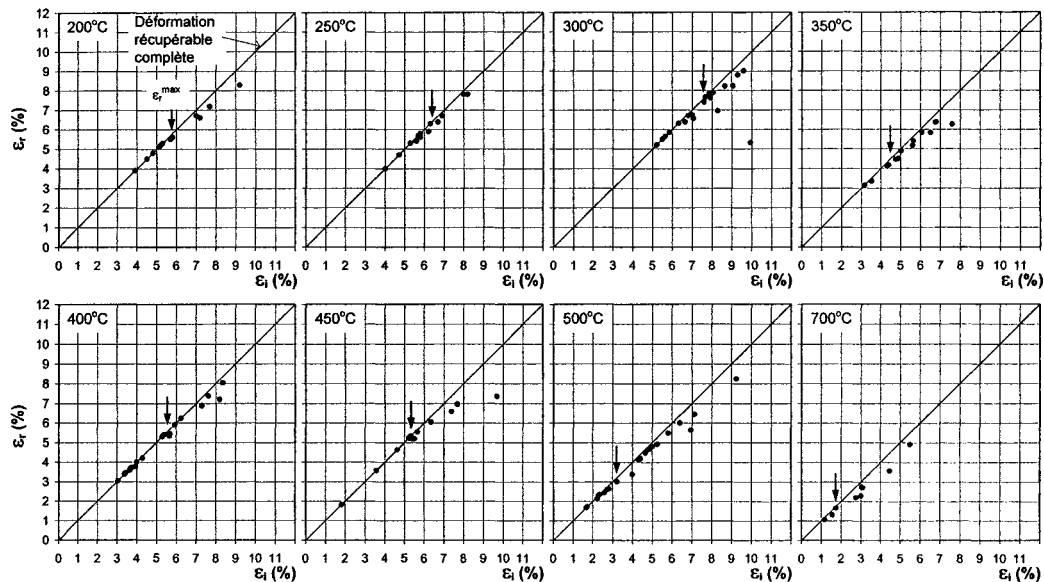


Figure 81 Courbes typiques de résultats bruts de déformation récupérable au chauffage (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$; $T_i =$ près de M_s (les flèches indiquent l'apparition d'une déformation non récupérable : ϵ_r^{\max})

5.2 Évolution de la déformation maximale complètement récupérable pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni

La figure 82 présente un résumé des essais de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni en fonction de la température de PDA pour les températures d'essai (T_i) près de M_s et T_R . Dans un premier temps, toutes les courbes sont caractérisées par un maximum et les résultats pour les températures $T_i \approx M_s$ et $\approx T_R$ ont la même tendance et des valeurs semblables. Dans le cas du LTMT $e = 0.30$, la déformation maximale est atteinte pour une température de PDA = 300°C. Suite au travail à froid moyen et sévère (LTMT $e = 0.52-0.88$), les déformations maximales sont obtenues dans la plage de PDA = 350 à 450°C. Pour les températures d'essais T_i près M_s , les valeurs de ϵ_r^{\max} se situent entre 6 et 7.5% en fonction du LTMT et lorsque T_i est près de T_R , les valeurs de ϵ_r^{\max} sont entre 6.5 et 7% pour tous les cas de LTMT.

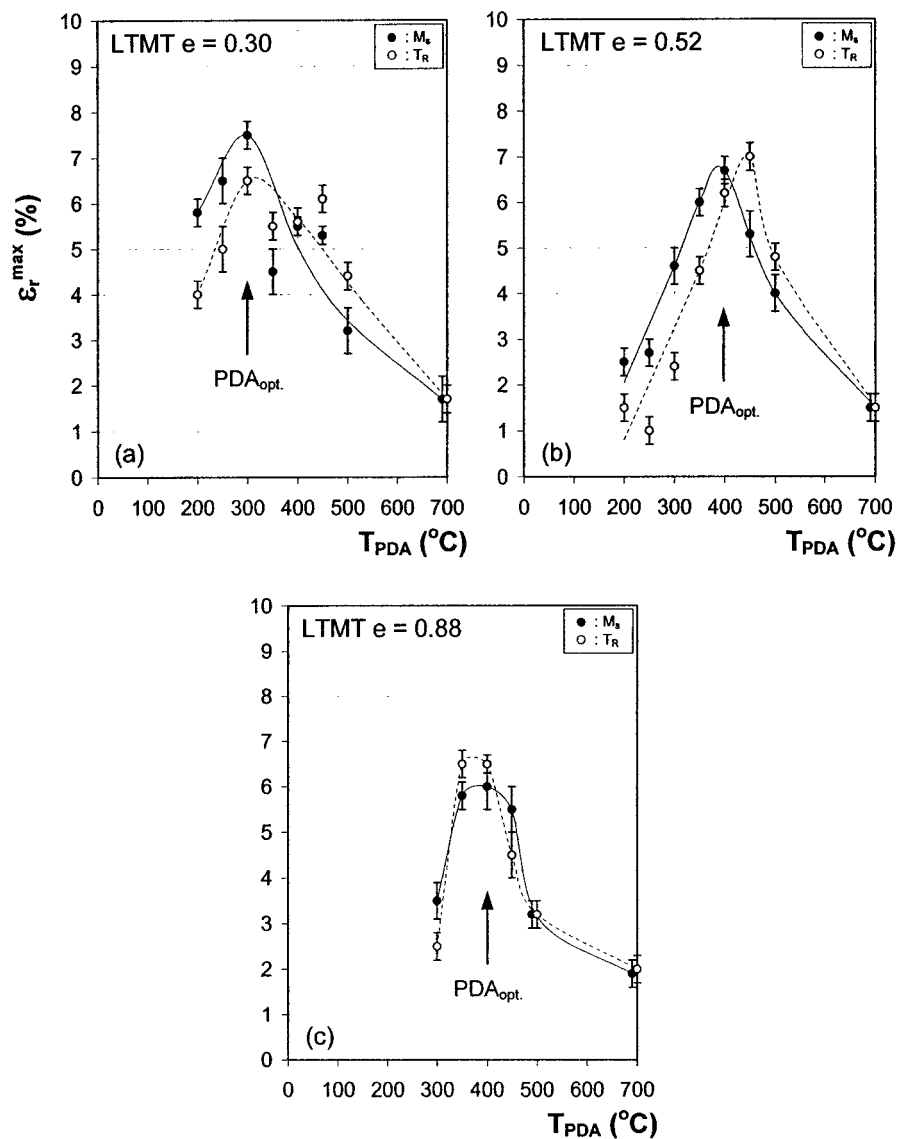


Figure 82 Déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.52$, (c) LTMT $e = 0.88$

Dans un premier temps, on peut remarquer qu'il existe une température de traitement thermique post déformation pour laquelle la déformation complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) est maximale ($PDA_{opt.}$) et que cette dernière augmente avec l'augmentation du

taux de travail à froid. Les courbes « $\epsilon_r^{\max} - T_{PDA}$ » peuvent être divisées en trois zones¹⁰ considérant les températures de PDA basses (200-350°C), PDA moyennes (350-450°C) et PDA hautes (450-700°C). Dans la première zone, les températures de recuit post déformation ne sont pas assez hautes pour diminuer la densité de dislocations ce qui résulte en de basses propriétés de récupération de forme. Il est donc logique de suggérer que la deuxième zone représente une relaxation optimale de la structure en passant par le début de la polygonisation (350°C) à un état parfaitement polygonisé (450°C) résultant en une valeur maximale¹¹ de ϵ_r^{\max} . En d'autres mots, ces températures de traitements thermiques produisent sur le matériau le meilleur compromis entre un état écroui et un état de relaxation des contraintes internes. Finalement, il est possible d'interpréter la troisième zone comme étant la formation d'une structure recristallisée (partiellement ou entièrement) qui possède de basses propriétés en récupération de forme compte tenu de la faible limite d'écoulement.

Il faut noter qu'il a été impossible d'obtenir les résultats de déformation récupérable suite aux LTMT $e = 0.88 + 200-250^\circ\text{C}$ car les échantillons se brisaient pendant les essais dû au fort écrouissage initial préservé après un traitement thermique à basse température. Une plus faible densité de dislocations résiduelles suite au LTMT $e = 0.52 + 200-250^\circ\text{C}$ permet de réaliser une faible déformation récupérable et une autre diminution des contraintes internes après un LTMT $e = 0.30 + 200-250^\circ\text{C}$ procure une légère augmentation de la déformation maximale complètement récupérable. En d'autres mots, plus le niveau d'écrouissage est faible, plus grande est la déformation maximale complètement récupérable et plus basse est la température de PDA_{opt} .

¹⁰ Les valeurs des températures pour ces trois zones varient en fonction du taux de travail à froid (LTMT).

¹¹ Suite à un LTMT $e = 0.30$, les températures de début et de fin de polygonisation sont plutôt 250 et 350°C.

5.3 Évolution de la déformation maximale complètement récupérable pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni

La figure 83 présente un résumé de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni en fonction de la température de PDA pour les températures d'essai (T_i) près de M_s et T_R . Aussi bien que pour l'alliage équiatomique, les courbes sont caractérisées par un maximum. Par contre, les courbes ne présentent pas la même tendance en fonction des températures d'essais. Pour $T_i \approx T_R$, les courbes diminuent rapidement pour les températures de PDA plus basses que 450°C car les échantillons démontrent un comportement superélastique à cette température. Les courbes DSC confirment ce fait car les pics de la phase R (ou T_R) sont situés entre les températures A_s et A_f . La figure 44b montre un exemple de la position relative de la phase R (pic de la phase R alligné avec le pic de la phase austénitique).

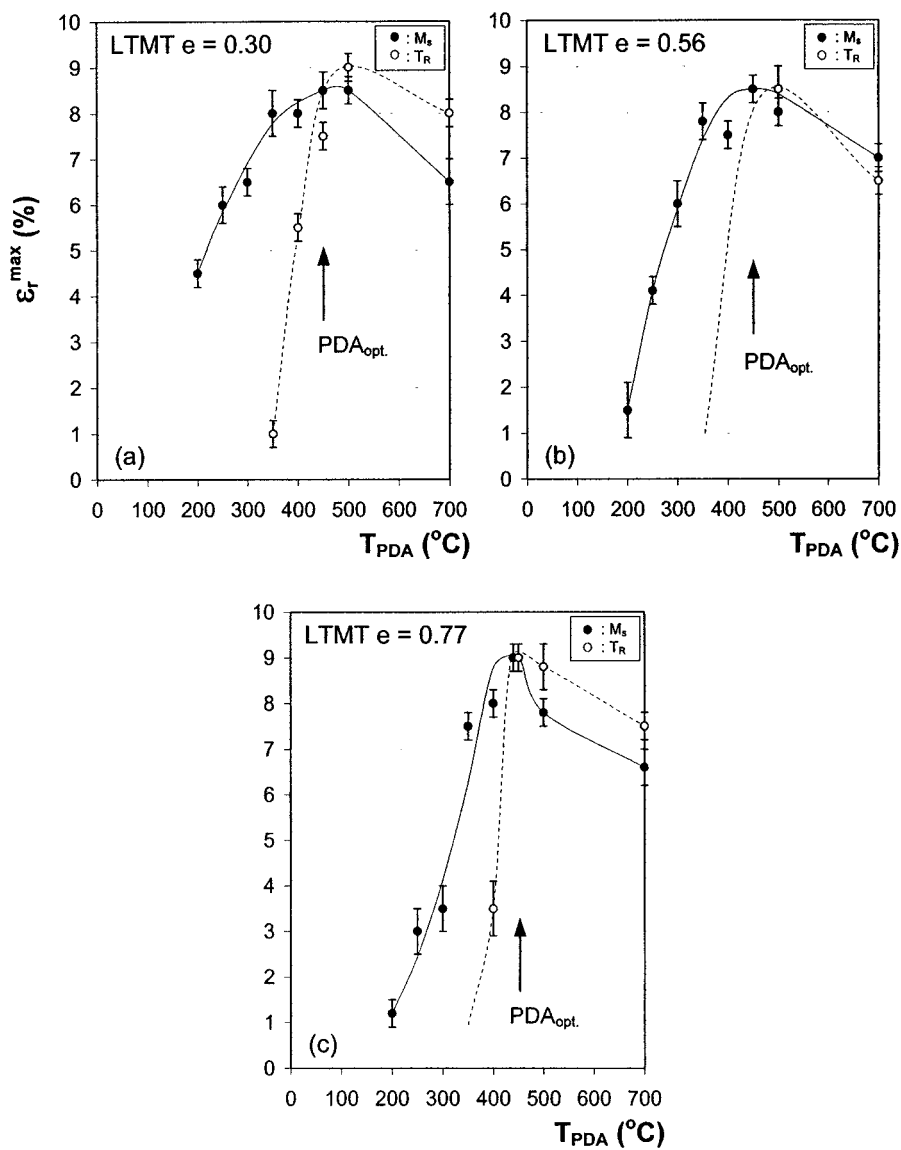


Figure 83 Déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni : (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.52$, (c) LTMT $e = 0.88$

La valeur maximale de ϵ_r^{\max} est atteinte dans la plage de températures de PDA = 350-500°C. Contrairement à l'alliage équiatomique, les températures de $PDA_{opt.}$ sont plutôt constantes en fonction du taux de travail à froid. Lorsque les températures d'essai T_i sont

près de M_s , les valeurs de ϵ_r^{\max} se situent entre 8.5 et 9% pour tous les LTMT. Comme pour l'alliage équiatomique, les courbes peuvent être divisées en trois zones pour des températures d'essais près de M_s . La seule différence par rapport à ces trois zones est que la température de polygonisation est plutôt atteinte autour de 500°C pour l'alliage superélastique comparativement à 350 ou 450°C pour l'alliage équiatomique [2].

Finalement, la figure 84 présente les mêmes résultats mais en fonction du LTMT pour les essais sur deux alliages réalisés près de M_s . Ces courbes montrent que le taux de déformation à froid a une influence significative sur la déformation récupérable seulement pour les basses températures de PDA (200 à 300°C). Cette variation diminue suite au PDA = 350°C puis est pratiquement négligeable dans la plage de PDA = 400 à 700°C.

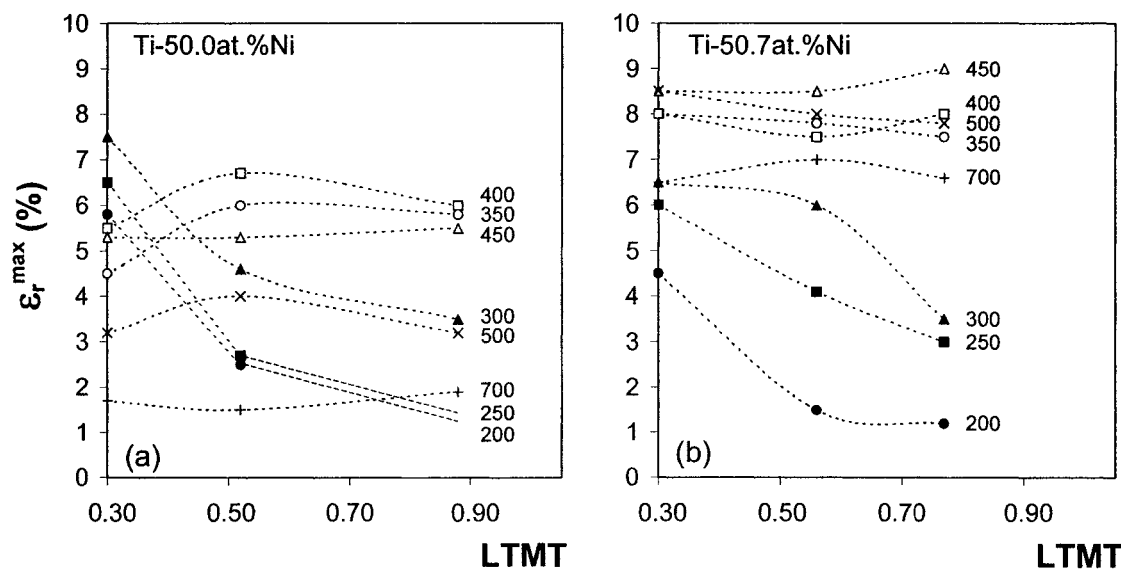


Figure 84 Déformation récupérable maximale en fonction du taux de travail à froid (LTMT) (a) alliage Ti-50.0at.%Ni (b) alliage Ti-50.7at.%Ni; T_i près de M_s

5.4 Conclusions des essais de déformation récupérable

Les principales conclusions sur les essais de déformation récupérable sont :

- Les courbes de l'évolution de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) en fonction du PDA sont toutes caractérisées par un maximum. Pour l'alliage équiatomique, les valeurs de ϵ_r^{\max} se situent entre 6 et 7.5% (PDA = 300-400°C) tandis que pour l'alliage superélastique, ces dernières oscillent entre 8.5 et 9% (PDA = 450-500°C);
- Le taux de travail à froid a une influence significative sur la déformation récupérable (ϵ_r^{\max}) seulement pour les basses températures de PDA (200 à 300°C);
- Pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, l'augmentation du LTMT diminue la valeur de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) puis augmente la température de PDA à laquelle ϵ_r^{\max} est atteinte. Pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni, l'augmentation du LTMT n'a aucun effet significatif sur la valeur de ϵ_r^{\max} .

CHAPITRE 6

RÉSULTATS DES ESSAIS SUR LA GÉNÉRATION DE CONTRAINTE AU CHAUFFAGE ET DE RÉSISTIVITÉ ÉLECTRIQUE SOUS CONTRAINTE

6.1 Validation du banc d'essai de génération de contrainte au chauffage et de résistivité électrique sous contrainte

Cette section présente la validation des techniques de mesures de la génération de contrainte ainsi que de la résistivité électrique sous contrainte car ces dernières sont spécifiques aux alliages à mémoire de forme et ne sont pas normalisées.

6.1.1 Validation du banc d'essai de génération de contrainte au chauffage

De la même manière que pour les essais de traction isothermes, des essais préliminaires de génération de contrainte au chauffage ont été effectués afin de procéder au rodage du banc d'essai et à la lecture de la résistivité électrique sous contrainte. Ces essais de validation ont été réalisés sur des rubans (Ti-50.22at.%Ni) et des fils (Ti-50.3at.%Ni) en AMF. Dans un premier temps, l'hypothèse posée était que l'évolution de la contrainte générée en fonction de la température présentait une allure en « S » (voir figure 14b) de la même manière que pour les essais de traction (voir figure 70) ou en d'autres mots de vérifier si le comportement en traction en fonction de la température est semblable à celui de la contrainte générée. Deuxièmement, l'étude de la résistivité électrique sous contrainte a permis de valider l'hypothèse de travail au sujet de la mesure des températures de transformation sous contrainte. Les détails concernant les essais préliminaires de génération de contrainte au chauffage se trouvent à l'annexe 7.

La figure 85 présente les données brutes d'une série d'essais de traction effectués sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni. À l'aide de ces données brutes, l'évolution de la contrainte critique pourra être tracée en fonction de la température d'essai et ainsi la comparer avec l'évolution de la contrainte générée.

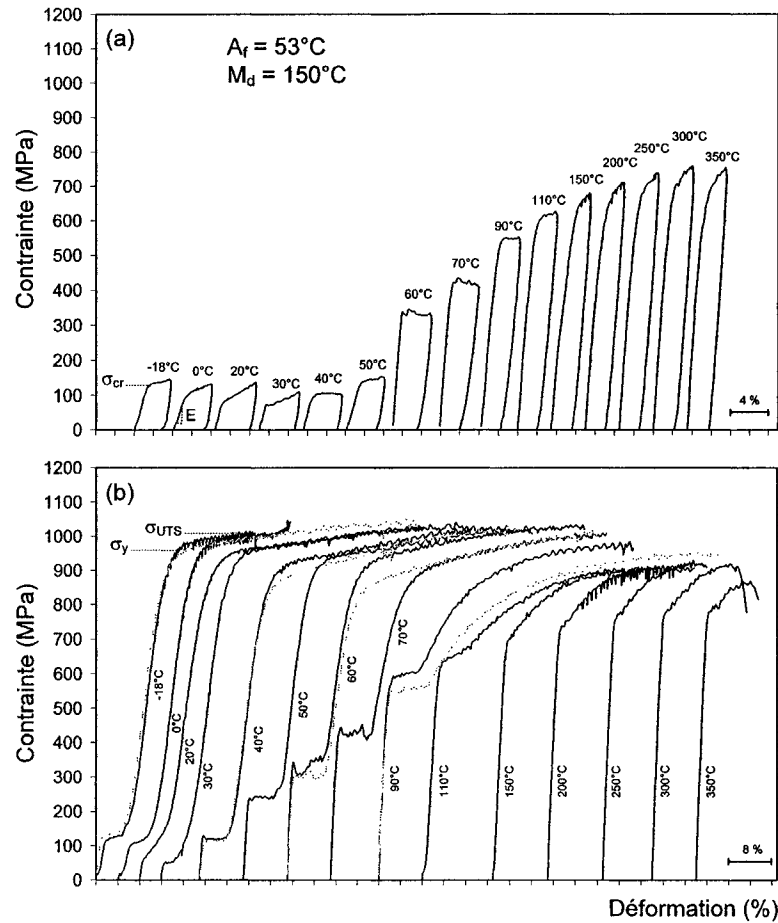


Figure 85 Essais de traction isothermes : chargement et déchargement à (a) $\epsilon_i = 4\%$ et (b) rupture de l'alliage Ti-50.3at.%Ni après un PDA = 550°C

La figure 86 montre les courbes de génération de contrainte pour une déformation initiale de 6% ainsi que l'évolution de la contrainte critique et de la limite d'écoulement (extrait de la figure 85) pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni.

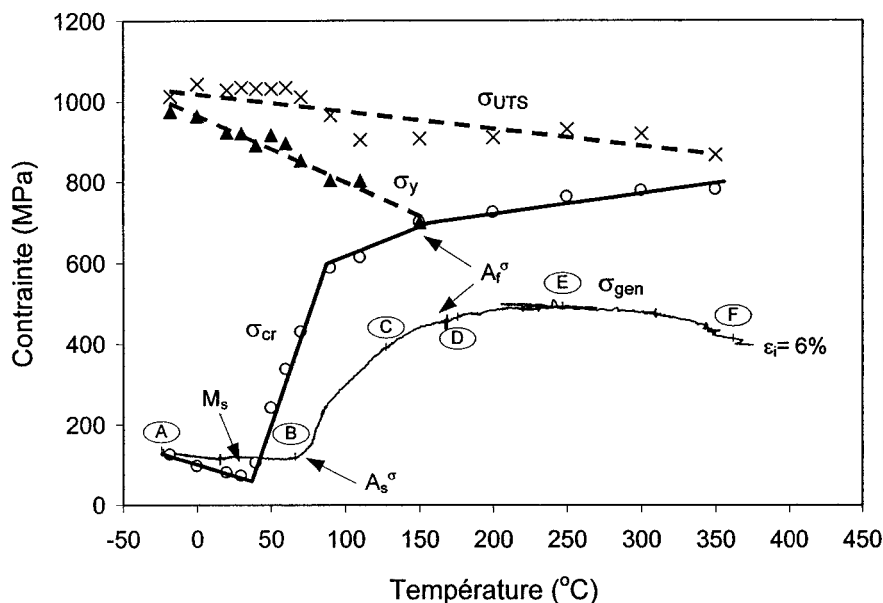


Figure 86 Évolution de la contrainte générée (σ_{gen}) lors d'un balayage en température ainsi que la contrainte critique (σ_{cr}) la limite d'écoulement (σ_y) et la contrainte ultime (σ_{UTS}) obtenues à partir d'essais de traction isothermes pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C)

De façon générale, la courbe de contrainte générée peut se diviser en cinq principaux segments (A-B à E-F). Au point « A », l'échantillon est à l'état martensitique. Le segment « A-B » montre que la contrainte interne du matériau diminue légèrement ou reste stable jusqu'à l'atteinte de la température A_s (température à laquelle la transformation martensitique inverse débute).

À partir de la température A_s , il survient une augmentation importante de la contrainte générée « B-C ». Cette section de la courbe représente l'augmentation linéaire de la contrainte générée en fonction de la température [11]. Par la suite, la contrainte générée augmente beaucoup moins rapidement « C-D » et se stabilise « D-E ». Ces sections de la courbe de génération de contrainte représentent l'endroit où la limite élastique de la phase mère est inférieure à la contrainte critique de transformation. La phase austénitique commence à plastifier et la contrainte diminue « E-F » [11].

Il est aussi pertinent de visualiser l'évolution de la contrainte critique (σ_{cr}), de la limite d'écoulement (σ_y) et de la contrainte ultime (σ_{UTS}) en fonction de la température (voir figure 85). En effet, selon Jin et Cao [11], la contrainte générée correspond à la contrainte critique de la transformation martensitique induite sous contrainte (σ_{tr}^A). La figure 86 montre que l'allure de la courbe de la contrainte critique en fonction de la température semble suivre la même tendance que les courbes de génération de contrainte. En effet, il y a diminution du niveau de la contrainte critique jusqu'à l'atteinte de la température M_s . Par la suite, il survient une augmentation drastique de la contrainte critique de transformation puis une stabilisation de ces dernières. De plus, la température M_d (ou A_f^σ) semble être atteinte aux environs de 150°C car à cet endroit, la limite élastique du matériau et la contrainte critique sont identiques [22].

Par la nature même des deux mécanismes en présence, la courbe de la génération de contrainte ne représente pas la courbe de transformation (σ_{tr}^A). Par contre, la mesure de la contrainte générée (étant beaucoup moins longue et donc plus facilement réalisable) peut être employée afin d'évaluer rapidement la température A_f^σ .

6.1.2 Validation du banc d'essai de résistivité électrique sous contrainte

La résistivité électrique est une mesure qui permet de caractériser le changement des propriétés d'un matériau pendant un balayage en température. Donc, cette mesure peut être indirectement interprétée comme étant le changement de phase du matériau et par conséquent, nous renseigner sur les températures de transformation de phase. Cet essai, comparable à un essai DSC, devient d'autant plus intéressant lorsque l'échantillon est dans un état de chargement mécanique quelconque. La figure 87 présente différents schémas de courbes de résistivité électrique en fonction de la température. Ces courbes sont schématisées à partir des valeurs expérimentales recueillies dans la littérature [20;59;66].

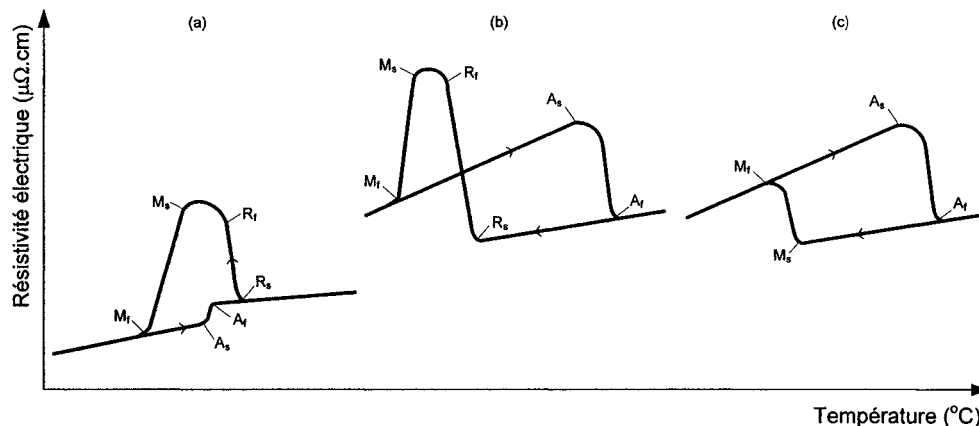


Figure 87 Représentation schématique de différentes courbes de résistivité électrique en fonction de la température pour l'alliage Ti-Ni : (a) résistivité sous contrainte nulle, présence de la phase R; (b) résistivité sous contrainte, présence de la phase R; (c) résistivité sous contrainte, sans présence de la phase R (basé sur [20;59;66])

La figure 87a présente l'allure typique d'un essai de résistivité électrique sous contrainte nulle. Pendant le chauffage, les températures de transformation inverse sont déterminées par le changement de pente (légère augmentation de la résistivité électrique). Pendant le refroidissement, on note la présence de la phase R par un pic caractéristique et les températures de transformation sont déterminées telles qu'illustrées. La figure 87b et c montrent respectivement l'allure typique de courbes de résistivité électrique sous contrainte appliquée présentant ou non une phase R pendant la transformation directe. Habituellement, l'amplitude de la résistivité électrique est plus importante pour un essai sous contrainte appliquée que pour un essai sous contrainte nulle. De plus, la transformation inverse est beaucoup plus marquée pour un échantillon sous contrainte.

Des essais expérimentaux de résistivité électrique ont été effectués sur l'alliage Ti-50.22at.%Ni suite à un traitement thermique à 550°C. Les résultats de ces essais ainsi que les courbes de contrainte générées correspondantes sont présentés à la figure 88.

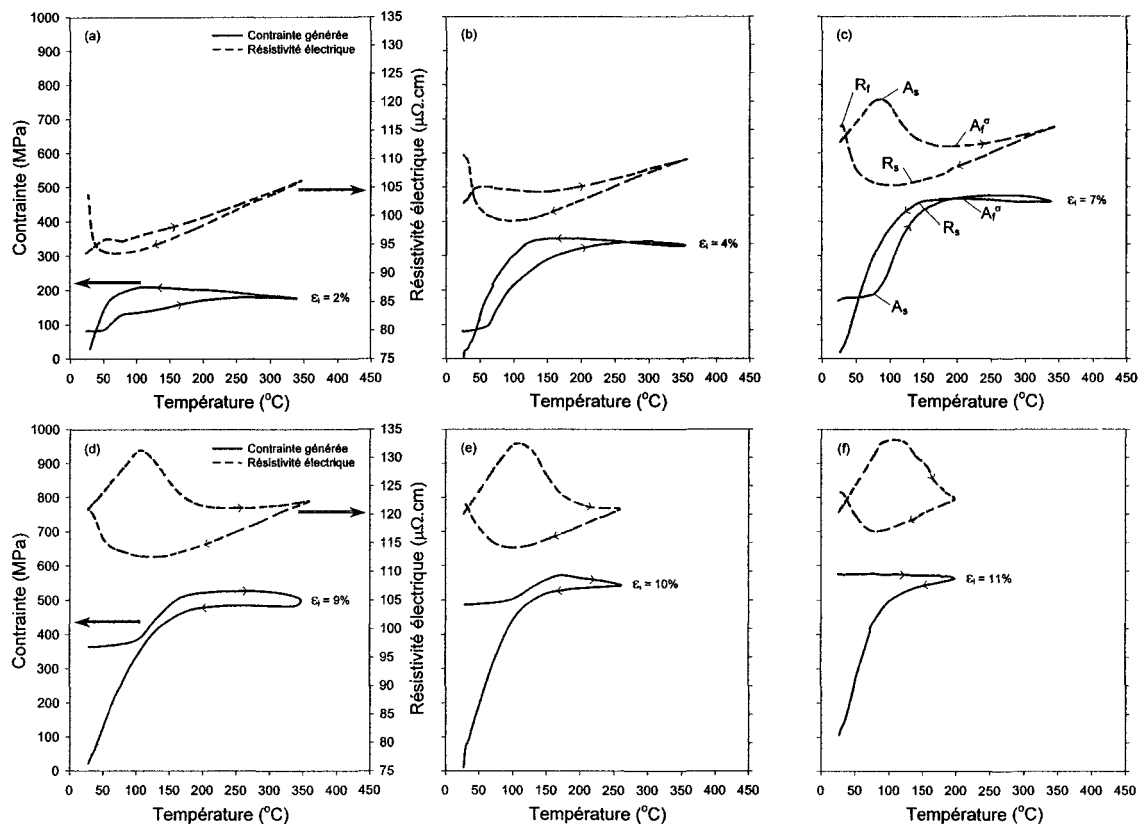


Figure 88 Évolution de la contrainte générée (échelle de gauche) et de la résistivité électrique (échelle de droite) de l'alliage Ti-50.22at.%Ni (PDA = 550°C) en fonction de la température (chauffage et refroidissement) : (a-f) 2, 4, 7, 9, 10 et 11%

Dans un premier temps, on remarque que l'amplitude de la résistivité électrique augmente en fonction du taux de déformation initiale ($\epsilon_i = 2$ à 7%) puis se stabilise pour de forts taux de déformation initiale ($\epsilon_i = 9$ à 11%). La figure 88(c) illustre la façon d'obtenir les températures de transformation sous contrainte. Pendant le chauffage, la résistivité augmente linéairement jusqu'à l'atteinte du point A_s où il y a un changement brusque de la pente de la courbe. Ce point désigne le début de la transformation [66] et correspond au début de la génération de contrainte. À ce sujet, on peut remarquer aussi bien sur la courbe « $\rho - T$ » que « $\sigma - T$ » que ce point d'inflexion évolue vers de plus

hautes températures lorsque la déformation initiale est augmentée (figure 88(a)-(c)). Par la suite, la résistivité diminue jusqu'à l'atteinte d'un nouveau point d'inflexion A_f^σ qui correspond aussi à la température de fin de génération de contrainte. Pendant un refroidissement, la courbe suit une diminution de la résistivité en fonction de la température jusqu'au début de la transformation au point R_s . Ce point concorde avec le début du relâchement de la contrainte générée par le matériau. Finalement, dans le cadre de ces essais particuliers, les températures atteintes lors du refroidissement ne sont pas assez basses pour avoir le pic caractéristique de la phase R et les points M_s et M_f .

6.2 Présentation des données brutes sur la génération de contrainte sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni

Cette section expose les résultats bruts de génération de contrainte au chauffage et de résistivité électrique obtenus avec l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite au LTMT $e = 0.30$ et 0.88 . La méthodologie expérimentale est exposée à la section 2.5. Contrairement aux essais de validation (section 2.5), les échantillons sont déformés puis déchargés jusqu'à une contrainte nulle afin de permettre le retour élastique. Les figure 89 et figure 90 présentent les courbes brutes de contrainte générée au chauffage et de résistivité électrique sous contrainte en fonction de la température de balayage ainsi que de la déformation initiale de l'échantillon.

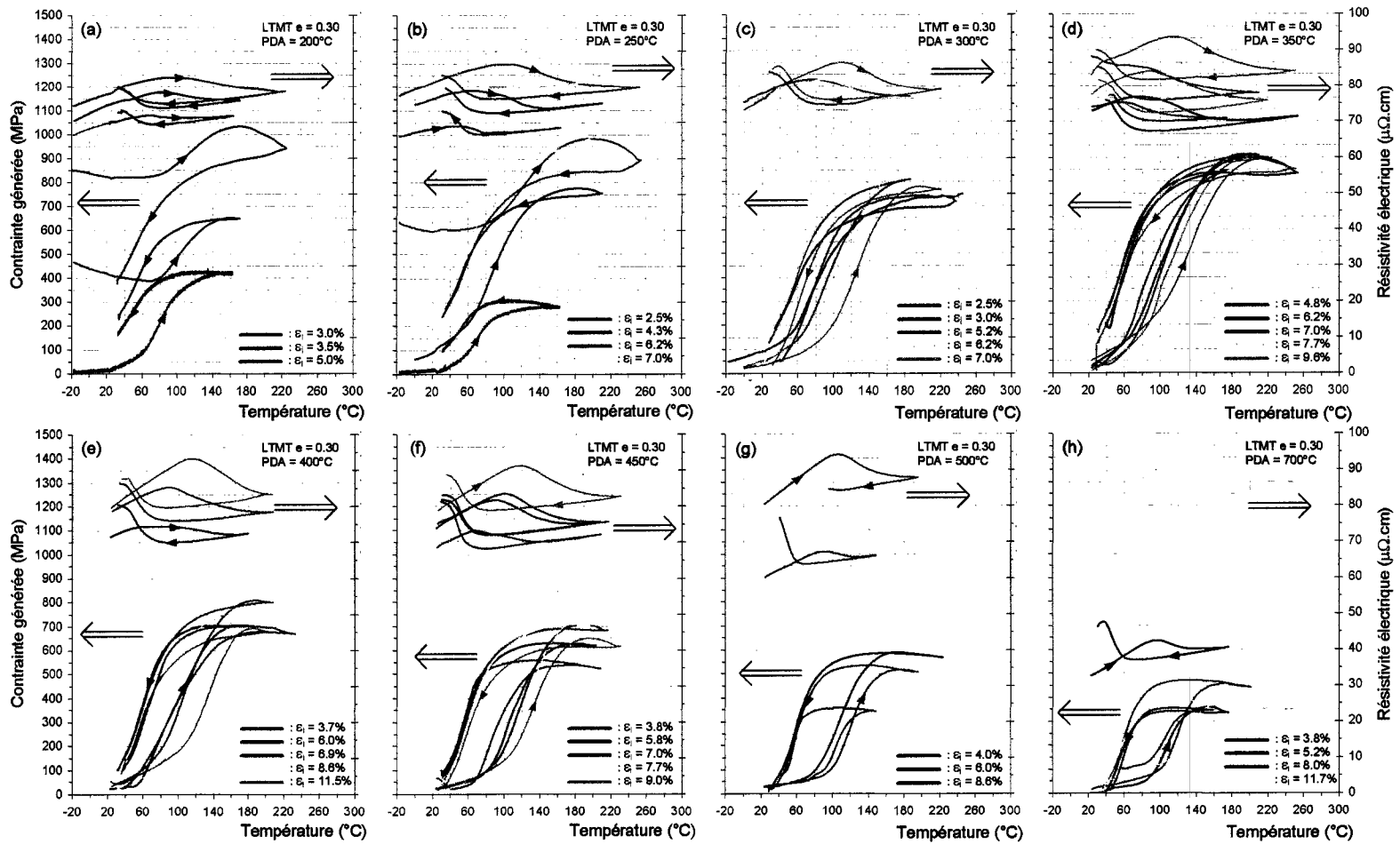


Figure 89 Contrainte générée au chauffage en fonction de la température de balayage pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$: (a-h) PDA = 200-700

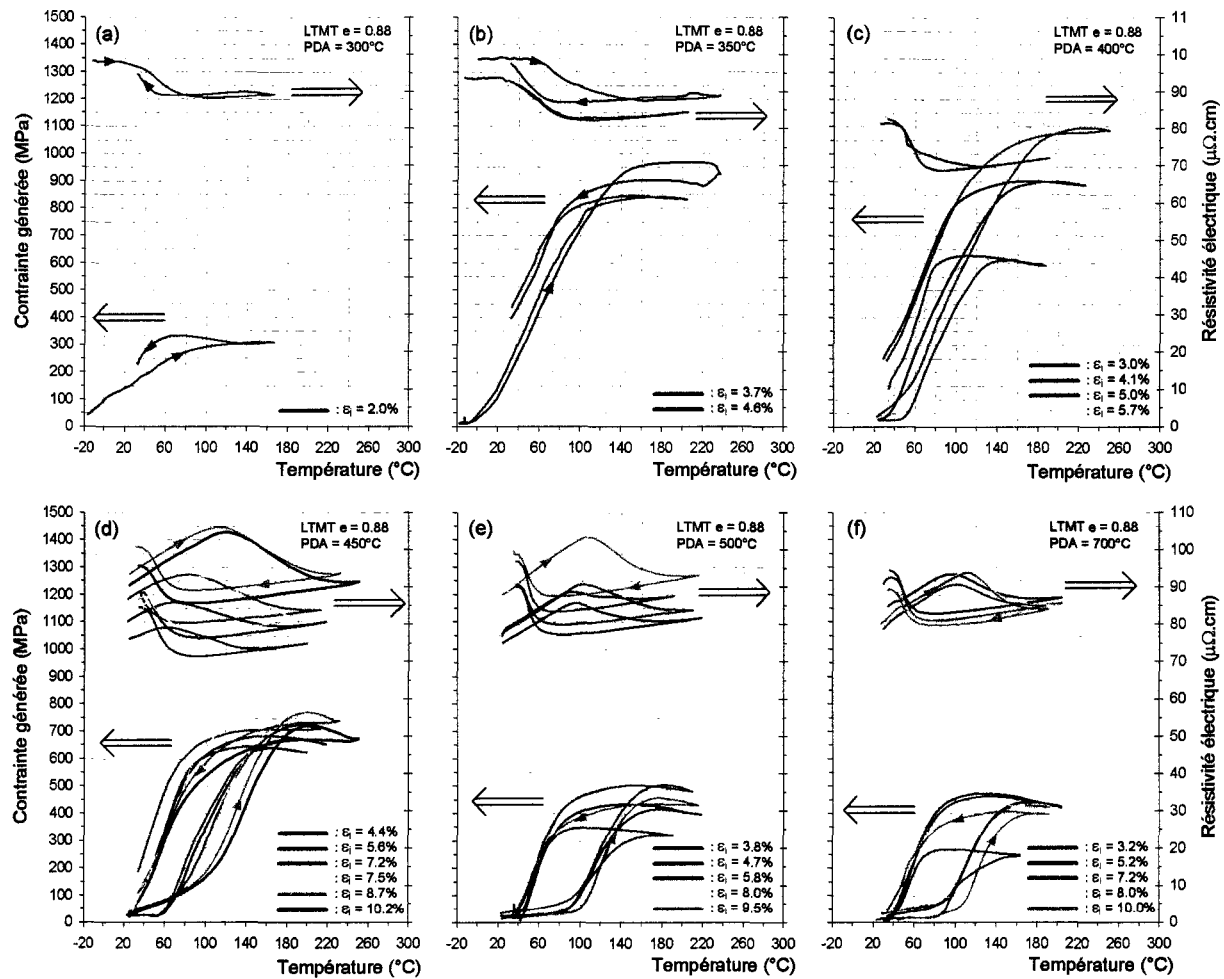


Figure 90 Contrainte générée au chauffage en fonction de la température de balayage pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.88$: (a-f) PDA = 300-700

Dans un premier temps, on peut remarquer que la contrainte générée maximale ($\sigma_{\text{gen}}^{\text{max}}$) augmente en fonction de la déformation initiale ($\varepsilon_i = 4$ à 7%) puis diminue suite à de plus hautes déformations ($\varepsilon_i \approx 8\%$). Lorsque la limite d'écoulement est atteinte, le matériau commence à se plastifier et donc, une certaine quantité du matériau ne pourra plus générer de contrainte au chauffage, ce qui explique la diminution de $\sigma_{\text{gen}}^{\text{max}}$ suite à une déformation initiale d'approximativement 8% . D'autre part, la mesure de la résistivité électrique permet, en quelque sorte, de contrôler le processus de génération de contrainte en ce sens qu'elle fournit une seconde indication des début et fin de la génération de contrainte.

6.3 Évolution de la contrainte générée en fonction de la déformation initiale

La figure 91 présente l'évolution de la contrainte générée au chauffage ($\sigma_{\text{gen}}^{\text{max}}$) en fonction de la déformation initiale (ε_i). Suite à un LTMT $e = 0.88 + \text{PDA} = 200\text{-}350^\circ\text{C}$, la rupture des échantillons pendant la génération de contrainte n'a pas permis d'obtenir de valeurs claires pour cette plage de températures de PDA.

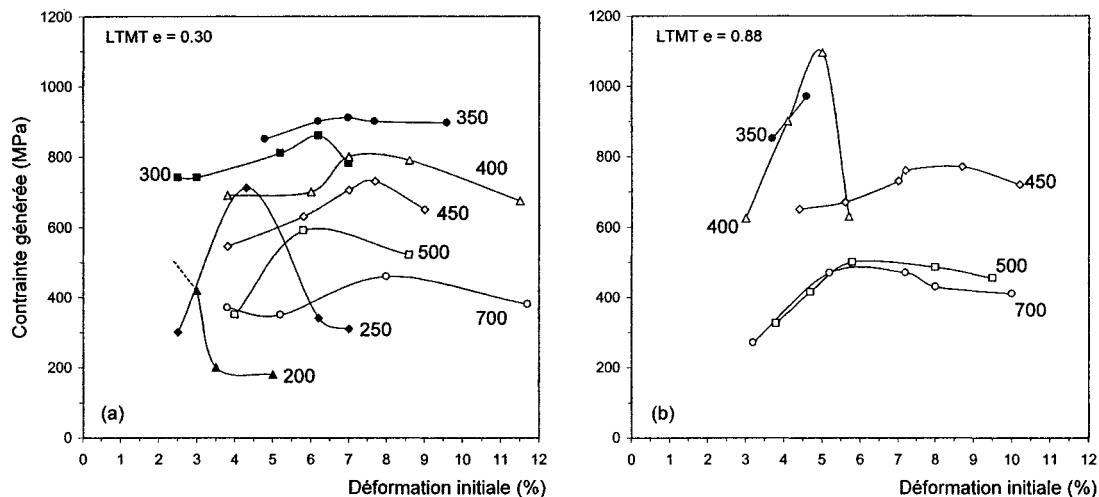


Figure 91 Évolution de la contrainte générée au chauffage en fonction de la déformation initiale pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

6.4 Évolution de la contrainte générée en fonction du PDA

La figure 92 présente l'évolution de la contrainte générée (σ_{gen}), de la déformation maximale complètement récupérable (ε_r^{max}) et de la température de génération (A_f^σ) en fonction de la température de traitement thermique.

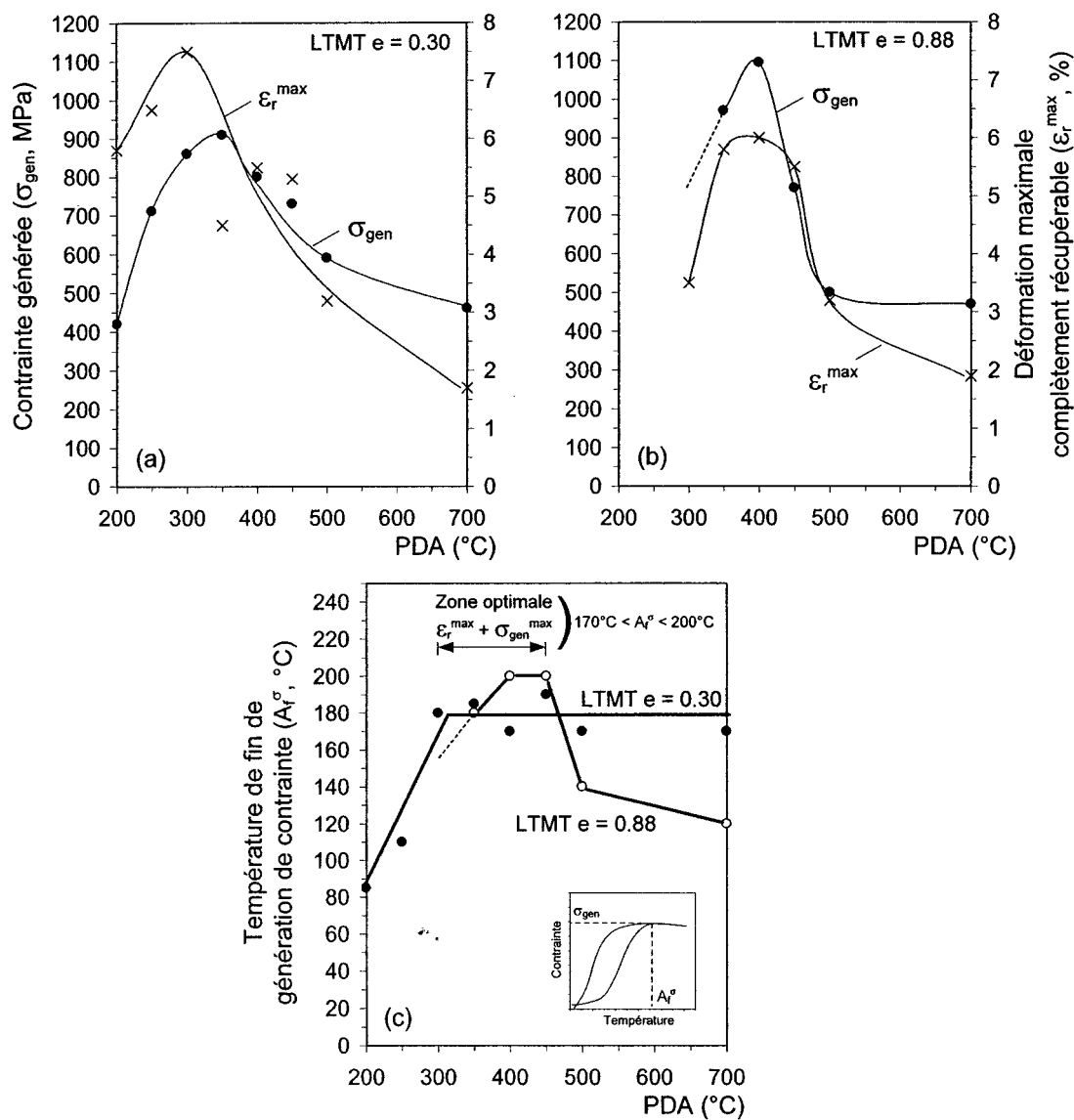


Figure 92 Évolution de la contrainte générée (σ_{gen}) et de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{max}) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$, (c) température de génération de contrainte (A_f^σ) suite aux LTMT $e = 0.30$ et 0.88

Dans un premier temps, la figure 92 montre qu'il existe une plage de températures de PDA pour laquelle la contrainte générée est maximale. En effet, suite à un LTMT $e = 0.30$ (figure 92a), l'échantillon peut générer une contrainte de 850-900 MPa dans la

plage de PDA = 300-400°C. Après un LTMT $e = 0.88$ (figure 92b), cette valeur de la contrainte générée augmente à 950-1100 MPa pour la plage de PDA = 350-400°C. Il est donc possible de conclure que la contrainte générée est maximale pour un échantillon dont la structure est en processus de polygonisation et ce, pour les faibles et forts taux de déformation à froid. Lorsque la structure du matériau est très écrouie (PDA = 200-250°C) ou plutôt recristallisée (PDA = 500-700°C), le potentiel du matériau à générer une contrainte au chauffage se voit nettement diminué. On remarque que le processus de relaxation-début de polygonisation semble être retardé pour le taux de travail à froid sévère (LTMT $e = 0.88$) car la zone de contrainte générée maximale est légèrement décalée les températures de PDA plus élevées.

Généralement pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, il existe une déformation initiale pour laquelle la contrainte générée sera maximale (figure 91 : $\varepsilon_i = 6.0$ à 8.5%). De plus, cette plage de déformation initiale englobe la plage de déformation maximale complètement récupérable ($\varepsilon_r^{\max} = 6.0$ à 7.5%). Logiquement, la génération de contrainte maximale ($\sigma_{\text{gen}}^{\max}$) et le potentiel de récupération de forme maximale (ε_r^{\max}) devraient être obtenus pour les mêmes déformations initiales parce que ces deux paramètres sont tributaires aux mêmes conditions structurales. La figure 92a-b montre effectivement que la plage de PDA dans laquelle se produit ε_r^{\max} et $\sigma_{\text{gen}}^{\max}$ est identique. En d'autres mots, pour de faibles déformations initiales, le matériau n'est pas utilisé à sa pleine capacité de génération de contrainte et de récupération de forme. D'un autre côté, de trop grandes déformations initiales engendrent des déformations plastiques qui font en sorte que la partie écrouie du matériau demeurera « inactive » pendant la génération de contrainte et le retour de forme. Il existe donc une déformation initiale permettant d'utiliser le matériau à sa capacité maximale de génération de contrainte et de déformation initiale.

De plus, on se rend compte que l'influence du LTMT amène la notion de compromis entre les valeurs absolues de ε_r^{\max} et $\sigma_{\text{gen}}^{\max}$. En effet, la valeur de la contrainte générée

est plus importante après un LTMT sévère ($\sigma_{\text{gen}}^{\text{max}, 0.30} < \sigma_{\text{gen}}^{\text{max}, 0.88}$) tandis que les résultats de la déformation récupérable le sont après un faible LTMT ($\varepsilon_r^{\text{max}, 0.30} > \varepsilon_r^{\text{max}, 0.88}$).

La figure 92c montre que la température de fin de génération de contrainte (A_f^{σ}) varie en fonction de la température de PDA. Par contre, dans la zone optimale de $\varepsilon_r^{\text{max}}$ et $\sigma_{\text{gen}}^{\text{max}}$, la température (A_f^{σ}) varie peu entre 170 et 200°C.

6.5 Conclusions des essais de génération de contrainte au chauffage

Les principales conclusions sur les essais de génération de contrainte sont :

- Il existe une plage de températures de PDA pour laquelle la contrainte générée est maximale. En effet, suite à un LTMT $e = 0.30$, l'échantillon génère une contrainte entre 850-900 MPa dans la plage de PDA = 300-400°C. Après un LTMT $e = 0.88$, cette valeur de la contrainte générée augmente à 950-1100 MPa pour la plage de PDA = 350-400°C. De plus, la plage de PDA dans laquelle se produit $\varepsilon_r^{\text{max}}$ et $\sigma_{\text{gen}}^{\text{max}}$ est identique;
- Généralement pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, il existe une déformation initiale pour laquelle la contrainte générée sera maximale ($\varepsilon_i = 6.0$ à 8.5%). De plus, cette plage de déformation initiale englobe la plage de déformation maximale complètement récupérable ($\varepsilon_r^{\text{max}} = 6.0$ à 7.5%);
- La valeur de la contrainte générée est plus importante après un LTMT sévère ($\sigma_{\text{gen}}^{\text{max}, 0.30} < \sigma_{\text{gen}}^{\text{max}, 0.88}$) tandis que les résultats de la déformation récupérable le sont après un faible LTMT ($\varepsilon_r^{\text{max}, 0.30} > \varepsilon_r^{\text{max}, 0.88}$);

- La température de fin de génération de contrainte (A_f^{σ}) varie en fonction de la température de PDA mais cette dernière varie faiblement dans la zone optimale de ε_r^{\max} et $\sigma_{\text{gen}}^{\max}$;
- L'essai de résistivité électrique effectué en parallèle avec l'essai de génération de contrainte au chauffage permet d'établir l'état de phase et confirme les températures de début (A_s^{σ}) et de fin (A_f^{σ}) de la contrainte générée.

CHAPITRE 7

DISCUSSION SUR L'OPTIMISATION DES CONDITIONS DE LA MISE EN FORME DES ALLIAGES TI-NI

Les chapitres précédents ont présenté les résultats de caractérisation des alliages Ti-50.0at.%Ni et 50.7at.%Ni soumis à différents traitements thermomécaniques. À ce stade, il est pertinent de parler de l'utilisation concrète de ces résultats. Dans un premier temps, ce chapitre présente une synthèse ainsi qu'une brève discussion des principaux résultats obtenus. Par la suite, un algorithme de désirabilité est développé puis appliqué aux résultats de caractérisation. Ce dernier permet de regrouper les données de caractérisation sur une même échelle de comparaison et ainsi, prendre une décision sur le traitement thermomécanique optimal pour une application donnée.

7.1 Discussion sur les résultats de caractérisation

La figure 93 présente un résumé des principaux paramètres caractérisés (et par le fait même des critères de performance) en fonction de la température de PDA. Les courbes en noir représentent la contrainte critique (σ_{cr}), la limite élastique (σ_y), la contrainte générée (σ_{gen}) et la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) pour un échantillon ayant été déformé à 50°C. Dans le cas de ces deux derniers paramètres (« σ_{gen} » et « $\sigma_y - \sigma_{cr}$ »), on peut remarquer qu'ils varient de la même manière. L'évolution de ces derniers est donc montrée sur une même courbe. Les courbes en rouge montrent les déformations récupérables maximales (ϵ_r^{max}) et résiduelles ($\epsilon_{résiduelle}$). Les courbes bleues présentent les températures de transformation A_p ainsi que l'étalement de la transformation au chauffage et au refroidissement (ΔT^{s-f}). Cette figure est présentée dans un premier temps afin de constater la quantité importante des données à analyser et de l'importance de développer un outil comparatif de ces données.

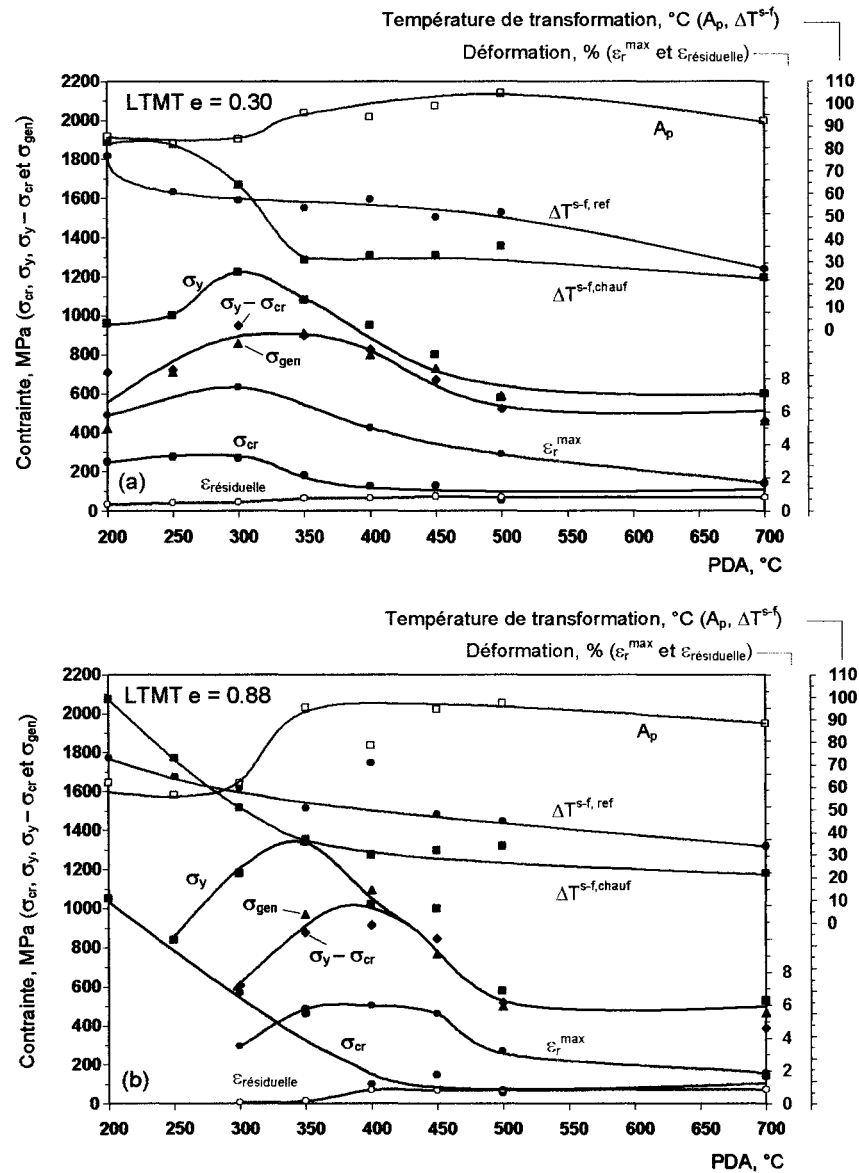


Figure 93 Évolution des contraintes (noir), déformations (rouge) et températures (bleu) en fonction de la température de PDA pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) LTMT $e = 0.30$, (b) LTMT $e = 0.88$

Il est intéressant de noter sur la figure 93 que certains paramètres mécaniques et fonctionnels varient de la même façon en démontrant un maximum de fonction situé dans la même plage. En effet, tel que discuté à la section 6.4, la contrainte générée au

chauffage (σ_{gen}) ainsi que la déformation récupérable au chauffage (ϵ_r^{max}) présente un maximum dans la plage de PDA = 300 à 450°C en fonction du travail à froid. Les valeurs maximums de ces deux critères correspondant aux mêmes conditions de traitement thermique permettent d'affirmer que le maximum du potentiel de reprise de forme et le maximum du potentiel de génération de contrainte se réalisent pour les mêmes états microstructuraux de l'alliage. Tel que discuté plus haut, l'évolution de la plage de contrainte ($\sigma_y - \sigma_{cr}$) est identique à celle de la contrainte générée (σ_{gen}). En effet, la génération de contrainte se produit dans l'enveloppe où le blocage de la déformation initiale (à la contrainte σ_{cr}) générera une force (pendant un chauffage) jusqu'à l'atteinte de la limite d'écoulement (σ_y). En d'autres mots, une structure écrouie et relaxée (voir même le début d'une structure polygonisée) favorise les conditions optimales de la génération de contrainte et de la récupération de forme car l'écart entre la contrainte critique provoquant le mouvement des interfaces de martensite et celle menant à la plastification est la plus importante.

En effet, pour une structure sévèrement écrouie (PDA = 200-250°C), la limite élastique est très élevée mais la déformation de l'échantillon à l'état martensitique est difficile à réaliser par la forte densité de dislocations. Dans certains cas (LTMT $e = 0.88$), les échantillons ont un comportement plutôt fragile. À l'opposé, une structure très ductile (PDA = 700°C) favorise la déformation de l'échantillon à l'état martensitique (plateau de déformation clair et défini) mais la limite d'écoulement est atteinte pour de faibles contraintes ce qui limite le niveau de la contrainte générée et de la déformation récupérable. Il est donc possible d'affirmer que les essais de traction isothermes permettent de prédire la plage de traitements thermomécaniques où la contrainte générée ainsi que la déformation récupérable seront maximales. De plus, il serait pertinent d'effectuer d'autres essais mécaniques (ex. : microdureté) afin de valider la connexion

entre un essai mécanique simple, un essai de traction et par conséquent, un essai de génération de contrainte.

La figure 93 présente aussi l'évolution de quelques paramètres thermiques (courbes bleues) tels que la température pic pendant le chauffage ainsi que l'étalement de la transformation (A_p et ΔT^{s-f}). Autant que la déformation résiduelle ($\epsilon_{\text{résiduelle}}$), ces paramètres thermiques n'évoluent pas de la même façon que les paramètres mécaniques et fonctionnels ce qui évoque la notion de compromis dans une optique d'optimisation. Les sections suivantes proposent un outil d'optimisation des AMF en fonction des critères de design d'une application donnée.

7.2 Optimisation des conditions de la mise en forme d'un AMF utilisant une fonction de désirabilité

La figure 93, présentée plus haut, est en quelque sorte une illustration de la quantité d'information à interpréter. En effet, il y a un nombre considérable de données obtenues lors de la caractérisation thermomécanique dont il faut effectuer le tri et la comparaison. Ainsi, le but de cette section est de proposer un outil de conception/optimisation afin d'effectuer le choix d'un matériau AMF (LTMT + PDA) pour une application donnée. Ce travail se base sur la notion de « critère d'optimisation » qui consiste à (1) minimiser, (2) maximiser ou (3) fixer les paramètres thermomécaniques et fonctionnels d'un AMF. Pour sa part, la figure 94 montre un schéma simplifié de la sélection d'un traitement thermomécanique d'un AMF.

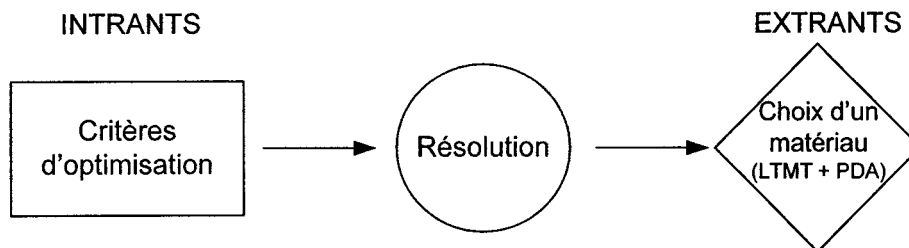


Figure 94 Schéma simplifié de l'optimisation d'un AMF

Le bloc des intrants constitue l'endroit où les critères d'optimisation sont définis. La section « résolution » représente une base de données et/ou un algorithme d'optimisation où une recherche des critères d'optimisation sera effectuée. Finalement, le bloc des extrants présente les conditions de mise en forme optimisées (LTMT et PDA). Le principe de cet outil d'optimisation est relativement simple. Il s'agit ici de lire une base de données de propriétés thermomécaniques et d'en ressortir un matériau offrant les meilleures performances pour une application définie. Les sections suivantes présentent le développement de cet algorithme d'optimisation des AMF.

Établissement des critères de performance

Dans un premier temps, il est nécessaire d'établir les paramètres qui seront à optimiser. Une application d'activation demandera des critères de conception tels que la course et la force générée maximales tandis qu'une application superélastique sollicitera une grande plage de superélasticité et une faible hystérésis mécanique par exemple. Le Tableau VIII présente une liste des principaux critères de performance pour une application utilisant les AMF. Cette liste considère seulement les critères de performance extraits des différents essais de ce projet.

Tableau VIII

Liste des principaux critères de performance en fonction de l'application visée

Application mémoire de forme :

	Critères de performance	Description	Exemple
Températures	M_s, M_f, A_s, A_f, R_s et R_f	Température de transformation de phase	Obtenir M_f supérieure à la température ambiante afin de déformer l'échantillon à l'état martensitique
	$A_f - A_s$	Intervalle de température sur laquelle s'effectue la transformation inverse	Minimiser l'intervalle de transformation dans une application de déclenchement mécanique
	$M_s - M_f$	Intervalle de température sur laquelle s'effectue la transformation directe	idem
	$A_f - M_s$	Intervalle de température entre l'état martensitique et austénitique	Minimiser l'hystérésis thermique
	A_s^σ	Température de début de la génération de contrainte au chauffage	Fixer A_s^σ comme une cible à atteindre pour une application d'activation
	A_f^σ	Température de fin de la génération de contrainte au chauffage	Minimiser A_f^σ pour une application d'activation
Contraintes	σ_{gen}	Contrainte maximale générée au chauffage	Maximiser σ_{gen} pour une application d'activation mécanique
	σ_{cr}	Contrainte critique de début de réorientation de la martensite	Minimiser σ_{cr} dans le cas d'un actuateur
	$\sigma_y - \sigma_{cr}$	Plage de contrainte	Maximiser $(\sigma_y - \sigma_{cr})$ afin de garantir le meilleur potentiel de génération de contrainte

Déformations	ε_r^{\max}	Déformation récupérable au chauffage	Maximiser ε_r^{\max} pour une application nécessitant une grande course
	ε_{pl}	Plateau de déformation	Maximiser ε_{pl} pour une application demandant une grande course

Application superélastique :

	Critères de performance	Description	Exemple
Températures	M_s, M_f, A_s, A_f, R_s et R_f	Température de transformation de phase	Fixer A_f dans une application superélastique
	$A_f - M_d$	Fenêtre de superélasticité	Maximiser la plage thermique de superélasticité
Contraintes	σ_{cr}	Contrainte critique de début de la transformation de phase directe	Minimiser σ_{cr} dans le cas dispositif devant être inséré dans un cathéter par exemple
	$\Delta\sigma$	Hystérésis mécanique	Minimiser $\Delta\sigma$ pour une application superélastique (sous-cycles)
	$\sigma_y - \sigma_{cr}$	Plage de contrainte (transformation)	Maximiser $(\sigma_y - \sigma_{cr})$ afin d'augmenter la plage de superélasticité (sécurité entre la transformation et la plastification)
	K	Coefficient d'écroutissage	Minimiser K afin de maintenir la contrainte constante
Déformations	ε_{pl}	Plateau de déformation	Maximiser ε_{pl} afin d'augmenter l'écart entre l'état déformé et déployé

Les critères seront qualifiés comme étant « restrictifs » ou « d'optimisation ». Le critère restrictif imposera une valeur cible à atteindre ou à ne pas dépasser tandis que le critère d'optimisation permettra de maximiser ou minimiser une des caractéristiques du matériau. Par exemple, un critère restrictif de la température d'opération à 37°C (échantillon travaillant à la température du corps humain) pour un échantillon superélastique devrait exister pour une application biomédicale. D'autre part, un critère d'optimisation de la force générée (maximiser la force d'un activateur) devrait être pris en compte pour une application d'activation.

Procédure d'optimisation

La méthode de prise de décision considérant de multiples attributs « *Multiple Attribute Decision Making, MADM* » considère la résolution d'une alternative associée à une série d'attributs [67]. En d'autres mots, cette méthode permet de faire un choix unique dans une série de résultats où plusieurs facteurs interagissent ensemble. Lors de la caractérisation des alliages Ti-Ni, on a pu voir que le taux de déformation à froid (LTMT) et la température de traitement thermique (PDA) influençaient grandement les propriétés telles que les températures de transformation, de la déformation récupérable, de la contrainte critique ainsi que de la contrainte générée. De ce fait, la méthode MADM permet de déterminer le traitement combiné optimal ($LTMT_{opt} + PDA_{opt}$) en fonction des besoins d'une application.

La recherche du traitement combiné optimal se fait en minimisant, en maximisant ou en fixant un ou plusieurs critères d'optimisation. Par exemple, la température de transformation A_f est un critère de conception qui sera soit minimisé (recherche de la température A_f la plus basse), soit maximisé (recherche de la température A_f la plus haute) ou simplement une valeur cible à atteindre (recherche de la température A_f la plus près d'une valeur donnée).

Algorithme de désirabilité

L'approche par fonction de désirabilité, développée par *Derringer et Suich*, est un algorithme permettant d'avoir des attributs minimaux, maximaux et cibles dans une même équation [68;69]. La figure 95 et les équations 7.1 à 7.3 présentent la fonction de désirabilité proprement dite.

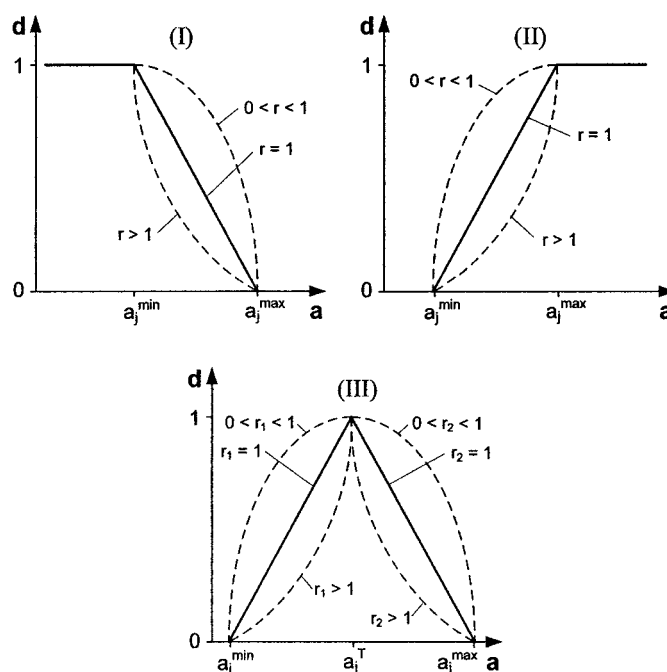


Figure 95 Représentation schématique de la fonction de désirabilité (I) critère à minimiser, (II) critère à maximiser, (III) critère le plus près possible de la cible

$$\text{Critère à minimiser : } d_{ij} = \begin{cases} 1 & \text{si } a_{ij} < a_j^{\min} \\ \left(\frac{a_j^{\max} - a_{ij}}{a_j^{\max} - a_j^{\min}} \right)^r & \text{si } a_j^{\min} \leq a_{ij} \leq a_j^{\max} \\ 0 & \text{si } a_{ij} > a_j^{\max} \end{cases} \quad (7.1)$$

$$\text{Critère à maximiser : } d_{ij} = \begin{cases} 0 & \text{si } a_{ij} < a_j^{\min} \\ \left(\frac{a_{ij} - a_j^{\min}}{a_j^{\max} - a_j^{\min}} \right)^r & \text{si } a_j^{\min} \leq a_{ij} \leq a_j^{\max} \\ 1 & \text{si } a_{ij} > a_j^{\max} \end{cases} \quad (7.2)$$

$$\text{Critère fixe : } d_{ij} = \begin{cases} 0 & \text{si } a_{ij} < a_j^{\min} \\ \left(\frac{a_{ij} - a_j^{\min}}{a_j^T - a_j^{\min}} \right)^{r1} & \text{si } a_j^{\min} \leq a_{ij} \leq a_j^T \\ \left(\frac{a_j^{\max} - a_{ij}}{a_j^{\max} - a_j^T} \right)^{r2} & \text{si } a_j^T < a_{ij} \leq a_j^{\max} \\ 0 & \text{si } a_{ij} > a_j^{\max} \end{cases} \quad (7.3)$$

Avec « i » le nombre d'essai (variant de 1 à m) et « j » le nombre de critères d'optimisation (variant de 1 à n), a_{ij} , a_j^{\min} , a_j^{\max} et a_j^T sont respectivement la réponse, la réponse minimale, la réponse maximale et la valeur cible à atteindre. L'approche générale est de convertir chaque réponse individuelle en fonction de désirabilité. En d'autres mots, il s'agit ici de transformer les réponses (a_{ij}) en réponses normalisées (d_{ij}) qui permettront de comparer ces dernières entre elles sur une échelle variant de 0 à 1. Pour une réponse à l'extérieur de la zone de désirabilité (le pire cas), la valeur de d_{ij} est de « 0 » tandis que pour une réponse s'approchant de la cible (le meilleur cas) la valeur de d_{ij} est de « 1 ». Les traits pointillés sur la figure 95 permettent de définir la fonction de désirabilité autrement que par une fonction linéaire ($r = 1$). Un facteur $r > 1$ mettra l'emphase sur l'obtention d'une réponse près de la cible et un facteur $0 < r < 1$ fera en sorte de diminuer l'importance d'atteindre la valeur désirée.

La force de cette méthode est de normaliser les vecteurs réponses afin de les présenter sur une même échelle (variant de 0 à 1) et surtout de pouvoir leur appliquer une cote de poids préférentielle (w). Donc, le traitement thermique optimal est déterminé lorsque la valeur de désirabilité s'approche de l'unité ($d = 1$). À partir de ce moment, un facteur d'importance (poids) peut être appliqué pour chaque critère d'optimisation et ainsi avoir une fonction pondérée pour les températures de traitements thermiques suite aux différents traitements thermomécaniques LTMT + PDA.

$$(LTMT + PDA)_{optimal} = \max \left(\sum_{j=1}^n w_j d_{ij} \right) \quad \begin{array}{l} i = 1, \dots, m \\ j = 1, \dots, n \end{array} \quad (7.4)$$

Avec :

$$\sum_{j=1}^n w_j = 1 \quad (7.5)$$

Ainsi, la fonction de désirabilité permet d'implémenter dans un programme tous les critères d'optimisation présentés au Tableau VIII et de créer une base de données de propriétés thermomécaniques (at.%Ni, LTMT et PDA). Cette dernière permet la recherche des critères d'optimisation en fonction des paramètres initiaux de l'application. La figure 96 propose un résumé des étapes de réalisation d'un produit fini optimisé fabriqué en alliage à mémoire de forme.

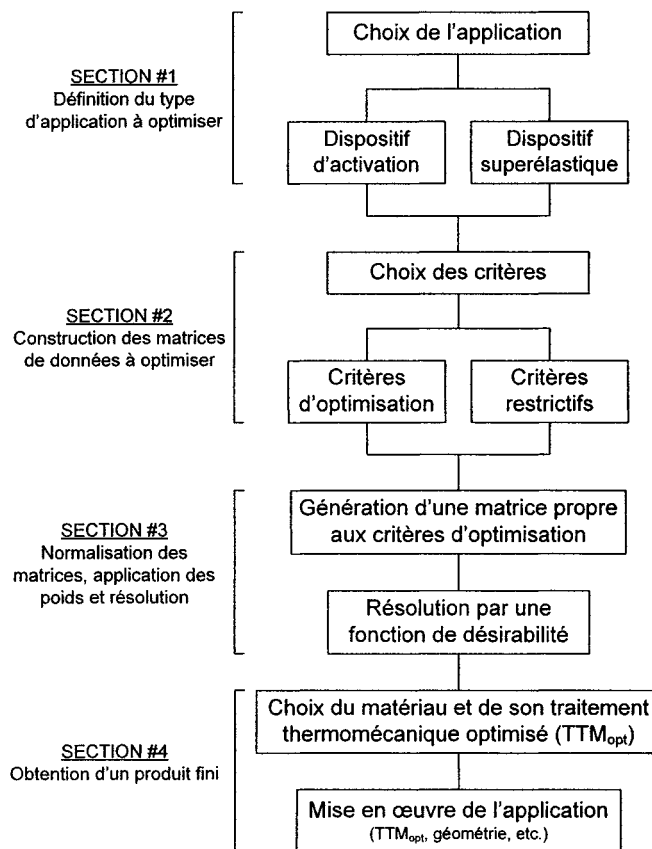


Figure 96 Schéma des étapes nécessaires à l'obtention d'un produit optimisé en AMF

Étude de cas d'un actionneur mécanique optimisé à l'aide de la fonction de désirabilité

Cette section résume les résultats d'optimisation d'un élément AMF utilisé dans un dispositif d'activation mécanique. Cette étude de cas utilise la fonction de désirabilité comme outil d'optimisation. Le choix de l'application proprement dite propose une liste de critères de conception de l'élément AMF. Ces simulations ont été effectuées seulement avec l'alliage équiatomique (Ti-50.0at.%Ni). Par contre, il est évident que la généralisation de cet algorithme peut être étendue à l'optimisation d'autres alliages.

Choix de l'application

La figure 97 montre le schéma de l'actionneur utilisé pour cette étude de cas. Le principe de fonctionnement de cet activateur mécanique se divise en deux états. Lorsque le pointeau est en position ouverte, l'élément AMF est à l'état « froid » déformé par l'application de la force du ressort. Lorsque le pointeau est en position fermée, l'élément AMF est à l'état « chaud » et ce dernier génère une force déformant le ressort qui maintient le pointeau en position.

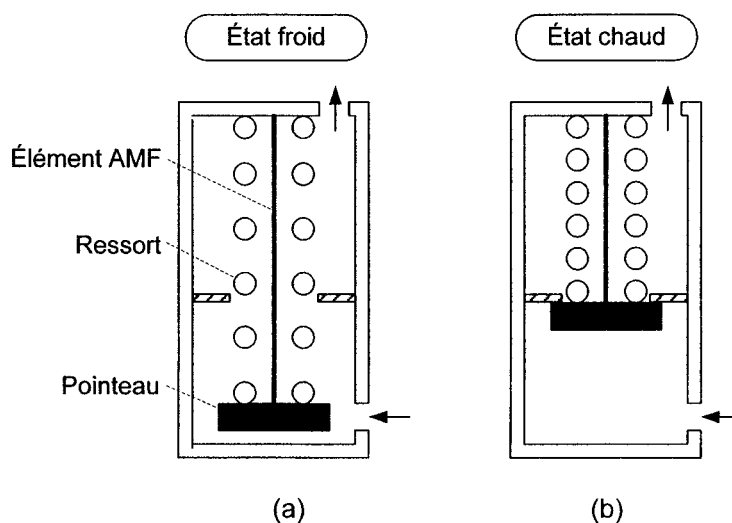


Figure 97 Schéma d'un actionneur utilisant un élément en AMF (a) état froid : l'AMF est déformé par le ressort et l'actionneur est ouvert, (b) état chaud : l'AMF génère une force, déforme le ressort et l'actionneur est fermé

Utilisation de la fonction de désirabilité

Le traitement thermomécanique optimal est déterminé comme étant celui répondant le mieux aux critères de conception de l'application. De cette application typique (figure 97), quatre critères de performance ont été déterminés comme étant des critères à optimiser (Tableau IX).

Dans cette étude de cas, la contrainte générée doit être égale ou supérieure à 450 MPa afin de garantir la fermeture étanche du système. La contrainte critique doit être minimale pour assurer de faible contrainte de déformation afin d'atteindre le plateau (le plus petit ressort possible). Ainsi, un potentiel de génération de contrainte maximum permet de définir la zone où la contrainte critique est minimum et la contrainte générée est maximum. La température de début de génération doit être le plus près possible de 70°C. Par conséquent, l'écart entre cette température cible et la température de début de la génération de contrainte doit être minimum. Finalement, l'étalement de la génération de contrainte (différence entre la température de début et de fin de génération) doit être minimum.

Tableau IX

Critères d'optimisation de l'étude de cas d'un actionneur mécanique utilisant les AMF

Critère	Description	optimisation
σ_{gen}	Contrainte générée au chauffage [≥ 450 MPa]	fixer (ou plus)
$\sigma_{gen} - \sigma_{cr}$	Potentiel de génération de contrainte	maximiser
$T - A_s^\sigma$	Écart entre une température cible ($T = 70^\circ\text{C}$) et la température de début de génération de contrainte (A_s^σ)	minimiser
$A_f^\sigma - A_s^\sigma$	Étalement de la génération de contrainte	minimiser

En quelque sorte, cette simulation d'un actionneur mécanique est un cheminement typique de prise de décision considérant de multiples attributs (MADM). Ainsi, la fonction de désirabilité est un outil performant pour résoudre ce type de problème lorsque les critères sont à minimiser, maximiser ou cible. La figure 98 présente l'évolution des quatre critères de conception pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni.

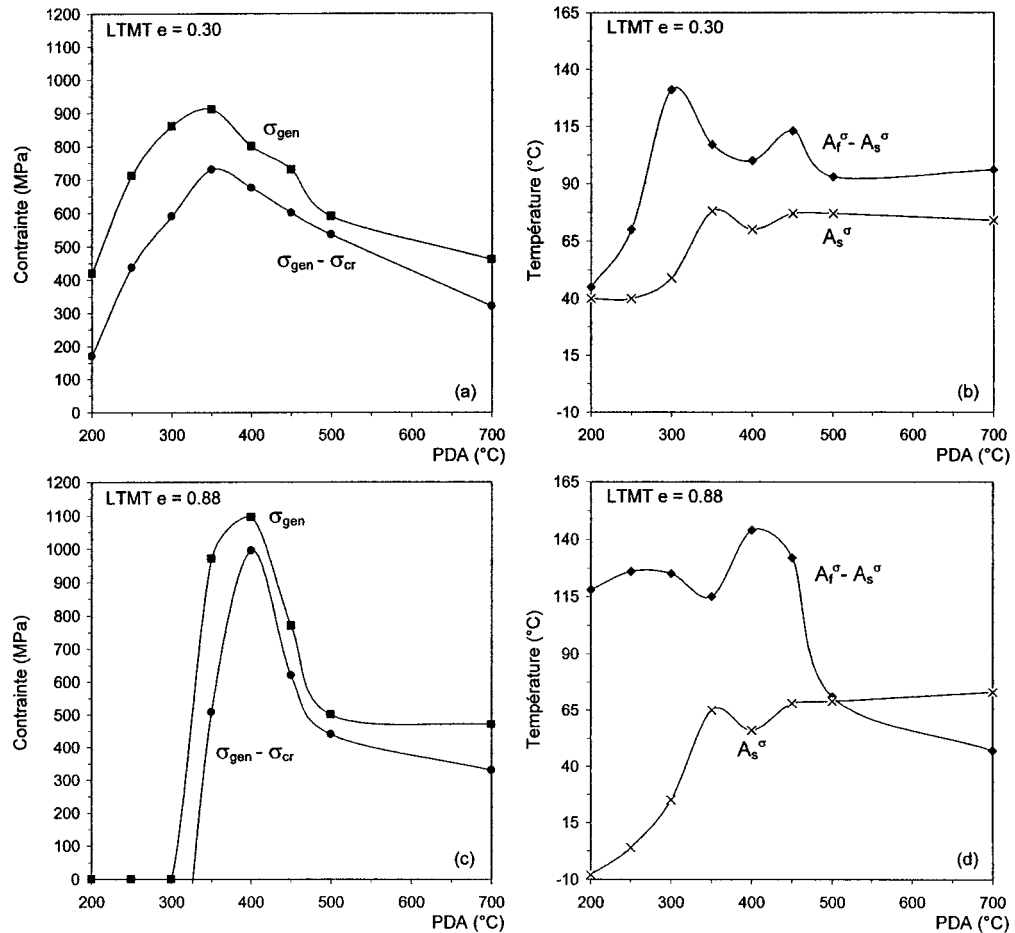


Figure 98 Évolution des critères de conception en fonction de la température de PDA de l'étude de cas d'un actionneur mécanique utilisant un élément AMF (a-b) LTMT e = 0.30, (c-d) LTMT e = 0.88

Dans un premier temps, on peut remarquer sur la figure 98 que le critère restrictif au niveau de la contrainte générée ($\sigma_{gen} \geq 450$ MPa) fait en sorte que les températures de PDA = 200 et 700°C (LTMT e = 0.30) et les températures de PDA = 200-300°C (LTMT e = 0.88) seront éliminées de l'intervalle d'optimisation car la valeur de la contrainte générée suite à ces traitements thermomécaniques est inférieure à la limite permise pour cette étude de cas.

Dans un premier temps, la Tableau X présente un exemple de calcul de la normalisation de la contrainte générée (maximiser). Afin d'alléger cette section, les calculs des matrices de données, normalisées et pondérées sont substituées par des figures présentant les résultats des calculs. Les résultats présentés à la figure 98 proviennent directement des essais de caractérisation sur l'alliage Ti-50.0at.%. Afin de pouvoir les comparer entre elles, ces données sont normalisées à l'aide des fonctions de désirabilité présentées aux équations 7.1, 7.2 et 7.3 ¹² selon la condition d'optimisation (Tableau IX) propre à chacun des critères de conception (figure 99).

Tableau X

Exemple de calcul de la maximisation du potentiel de génération de contrainte

PDA LTMT e = 0.30	a_{ij} ($\sigma_{gen} - \sigma_{cr}$, MPa)	$\frac{a_{ij} - a_{ij}^{min}}{a_{ij}^{max} - a_{ij}^{min}}$
200	170	0.00
250	437	0.00
300	590	0.52
350	730	1.00
400	675	0.81
450	600	0.56
500	535	0.33
700	320	0.00

Avec: a_{ij}^{min} 437
 a_{ij}^{max} 730

¹² Le facteur « r » est égal à l'unité (r = 1) afin de rendre la fonction de désirabilité linéaire.

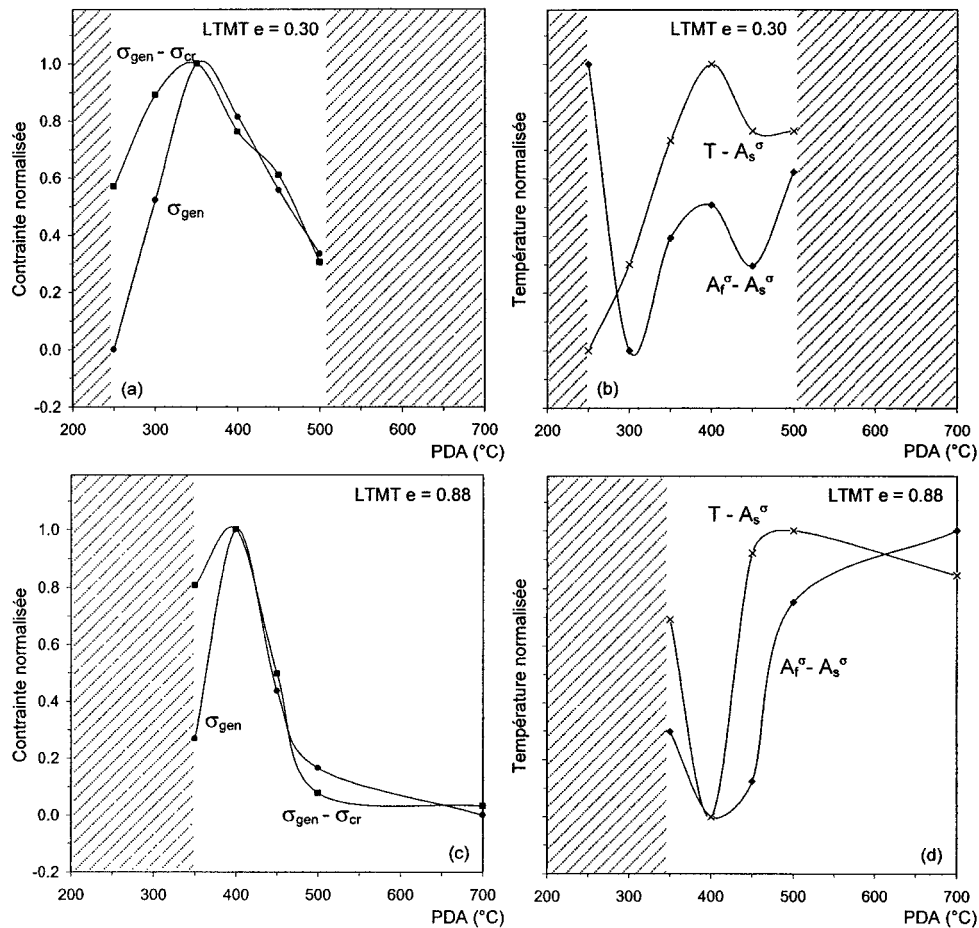


Figure 99 Évolution des critères de conception normalisés en fonction de la température de PDA de l'étude de cas d'un actionneur mécanique utilisant un élément AMF (a-b) LTMT $e = 0.30$, (c-d) LTMT $e = 0.88$

La figure 99 montre que la zone de compromis s'étend dans la zone de PDA = 250-500°C suite à un LTMT $e = 0.30$ et dans la zone PDA = 350-700°C suite à un LTMT $e = 0.88$. Par la suite, ces critères normalisés sont pondérés en utilisant un facteur de poids propre à chacun. À l'aide de l'équation 7.4, la figure 100 présente l'évolution de la fonction de désirabilité avec la température de PDA pour des conditions de pondération (w_1 , w_2 et w_3). La pondération w_1 représente l'optimisation de la fonction de désirabilité lorsque la même importance est attribuée à chacun des critères (25% pour chacun). La

pondération w_2 signifie que le critère de la contrainte générée (70%) est prédominant sur les autres (10%) et la pondération w_3 désigne que la température de début de génération de force (70%) a un rôle prépondérant sur les autres (10%).

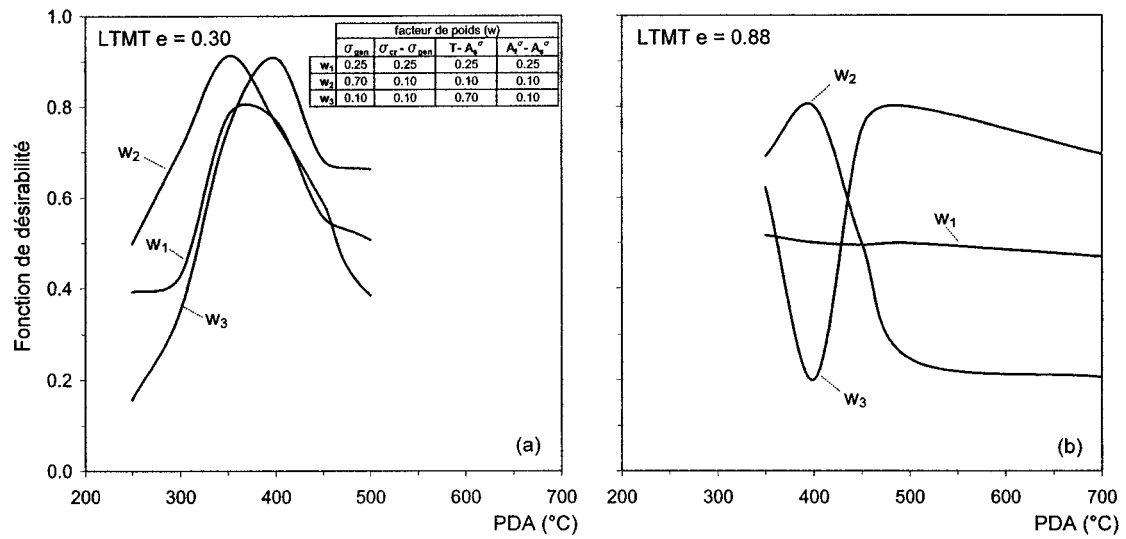


Figure 100 Évolution de la fonction de désirabilité en fonction du traitement thermique pour trois conditions de pondération [w_1 à w_3] (a) LTMT e = 0.30, (b) LTMT e = 0.88

Suite au LTMT e = 0.30, les fonctions d'optimisation proposent de procéder à un traitement thermique entre 350-400°C en fonction des critères de pondération utilisés. Plus spécifiquement, lorsque l'importance est au niveau de la contrainte générée (w_2), la fonction est maximale à 350°C tandis que lorsque l'écart « $T - A_s^\sigma$ » est un critère d'optimisation ou bien que chaque critère a un poids égal (w_1 et w_3), la fonction est maximale à 400°C.

Suite à un LTMT e = 0.88, les fonctions d'optimisation proposent de procéder à un traitement thermique entre 400-500°C. Lorsque l'importance est au niveau de la contrainte générée (w_2), l'allure de la fonction optimisée est semblable à celle obtenue pour le faible LTMT, toutefois, le maximum est légèrement décalé à 400°C. Lorsque la

pondération est semblable pour tous les critères (w_1), la fonction est plutôt stable à une valeur de désirabilité moyenne de 0.5. Lorsque l'emphase est mise sur l'écart « $T - A_s^\sigma$ » (w_3) la fonction atteint son maximum pour un PDA = 500°C. Dans le cadre de cette étude de cas, le choix final du traitement thermomécanique optimal est un taux de travail à froid LTMT $e = 0.30$ suivi d'un PDA = 350 ou 400°C en fonction des poids imposés.

La méthode d'optimisation par fonction de désirabilité permet de minimiser, maximiser mais surtout, de cibler un critère de conception afin de trouver le traitement thermomécanique optimal pour une application donnée. Finalement, les résultats de cette méthode devront être validés à l'aide d'essais complémentaires (dispositif d'activation mécanique par exemple) afin de valider cet outil d'optimisation de la mise en forme de dispositifs utilisant les AMF.

CONCLUSION

Le présent mémoire avait pour objectifs de procéder à la caractérisation systématique des propriétés thermiques (DSC et résistivité électrique), mécaniques (essai de traction) et fonctionnelles (essais de déformation récupérable et de contrainte générée). Le traitement des données empiriques permet par la suite de fournir une vue globale sur l'influence du travail froid ainsi que du traitement thermique post déformation sur les propriétés des alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni. Ce traitement des données permet d'optimiser le traitement combiné «LTMT + PDA» en fonction d'une application utilisant les AMF. Ainsi, les principales conclusions sont regroupées selon la logique suivante : (I) l'étude des propriétés thermiques, (II) l'étude des propriétés mécaniques, (III) l'étude des propriétés fonctionnelles et (IV) le développement d'algorithmes d'optimisation sont présentés.

ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS THERMIQUES ET ÉLECTRIQUES

L'étude des propriétés thermiques et électriques regroupe les conclusions sur les essais de DSC et de résistivité électrique obtenus sur les alliages équiatomique et riche en nickel.

1. La chaleur latente de transformation augmente pendant les basses températures de PDA puis se stabilise par la suite pour la plage de PDA = 250-350°C en fonction du LTMT. Le taux de déformation à froid influence l'enthalpie de transformation seulement pour les basses températures de PDA (200 et 250°C).
2. Contrairement à l'alliage Ti-50.0at.%Ni, le traitement thermique influence fortement les températures de transformation pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni. Par contre, l'étalement de la transformation (différence entre le début et la fin de la transformation) diminue significativement pendant les basses températures de PDA puis se stabilise. De façon générale, la variation des températures de transformation

en fonction du travail à froid est faible et ne permet pas de conclure sur une dépendance du LTMT.

3. Les valeurs des températures de transformation obtenues à l'aide d'un essai de résistivité électrique sont semblables à celles recueillies avec un essai DSC. La mesure de la résistivité électrique devient donc intéressante lorsque la géométrie d'un échantillon ne permet pas un essai DSC (fil long et/ou de petit diamètre) ou bien qu'un échantillon est chargé mécaniquement.

ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

L'étude des propriétés mécaniques rassemble les conclusions sur les essais de traction réalisés sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni.

1. Pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, l'effet superélastique est observé seulement suite à un taux de travail à froid sévère car ce dernier augmente considérablement la limite élastique du matériau et stabilise la phase austénitique (absence de décalage du pic de transformation).
2. Suite à un faible travail à froid (LTMT $e = 0.30$), les valeurs de la contrainte critique et de la limite d'écoulement sont plutôt stables pendant les basses et moyennes températures de traitements thermiques (PDA = 200-450°C). Ces dernières diminuent et se stabilisent pour les hautes températures de traitements thermiques post déformation (PDA = 500-700°C). Suite à un travail à froid sévère (LTMT $e = 0.88$), les paramètres σ_{cr} et σ_y diminuent fortement pendant les basses et moyennes températures de PDA pour se stabiliser par la suite.
3. La contrainte nécessaire à la transformation ainsi que la plage thermique ($M_d - M_s$) diminuent en fonction de la relaxation des contraintes internes (basses températures de PDA) vers un état recristallisé (hautes températures de PDA).

4. La température M_s représente la température où la plage de contrainte est maximum et où la contrainte critique est minimum permettant ainsi de déformer l'échantillon avec une force minimum.
5. L'évaluation du module de Young est une bonne indication des phases en présence lors de l'essai de traction et permet de déterminer ou de confirmer la zone de transformation de phase inverse.
6. L'état de phase suite à la trempe combiné au chemin thermique modifie l'état de phase du matériau et par conséquent, le mécanisme de déformation pendant l'essai de traction. Afin d'obtenir l'évolution de la contrainte critique de transformation en fonction de la température de déformation, il est primordial de chauffer l'échantillon au-dessus de A_f avant d'effectuer un essai de traction.
7. Pour un échantillon dont la température se situe au-dessus de A_f , l'absence de superélasticité n'est pas seulement attribuée à la déformation plastique de l'échantillon (atteinte de M_d) mais possiblement à un décalage important des températures A_f pendant l'essai de traction lui-même.

ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS FONCTIONNELLES

L'étude des propriétés fonctionnelles réunit les conclusions sur les essais de récupération de la déformation (alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni) et de la génération de contrainte (alliage Ti-50.0at.%Ni).

1. Les courbes de l'évolution de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) en fonction du PDA sont toutes caractérisées par un maximum variant entre 6 et 9% dans la plage des températures de PDA de 300 à 500°C en fonction de l'alliage et du travail à froid. Pour l'alliage équiatomique, les valeurs de ϵ_r^{\max} se situent entre 6 et 7.5% (PDA = 300-400°C) tandis que pour l'alliage superélastique, ces dernières oscillent entre 8.5 et 9% (PDA = 450-500°C).

2. Le taux de travail à froid a une influence significative sur la déformation récupérable maximale (ϵ_r^{\max}) seulement pour les basses températures de PDA (200 à 300°C). Pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, l'augmentation du LTMT diminue la valeur de la déformation maximale complètement récupérable (ϵ_r^{\max}) puis augmente la température de PDA à laquelle ϵ_r^{\max} est atteinte. Pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni, l'augmentation du LTMT n'a aucun effet significatif sur la valeur de ϵ_r^{\max} .
3. Il existe une plage de températures de PDA pour laquelle la contrainte générée est maximale. En effet, suite à un LTMT $e = 0.30$, l'échantillon génère une contrainte entre 850-900 MPa dans la plage de PDA = 300-400°C. Après un LTMT $e = 0.88$, cette valeur de la contrainte générée augmente à 950-1100 MPa pour la plage de PDA = 350-400°C. Il semblerait donc que la contrainte générée est optimale pour un échantillon dont la structure est en processus de polygonisation et ce, pour les faibles et forts taux de déformation à froid.
4. Généralement pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni, il existe une déformation initiale pour laquelle la contrainte générée sera maximale ($\epsilon_i = 6.0$ à 8.5%). De plus, cette plage de déformation initiale englobe la plage de déformation maximale complètement récupérable ($\epsilon_r^{\max} = 6.0$ à 7.5%).
5. La plage de PDA dans laquelle se produit ϵ_r^{\max} et $\sigma_{\text{gen}}^{\max}$ est identique. En d'autres mots, pour de faibles déformations initiales, le matériau n'est pas utilisé à sa pleine capacité de génération de contrainte et de récupération de forme. De trop grandes déformations initiales écrouissent certaines parties du matériau rendant celles-ci inactives à la génération de contrainte et au retour de forme.
6. La valeur de la contrainte générée est plus importante après un LTMT sévère ($\sigma_{\text{gen}}^{\max, 0.30} < \sigma_{\text{gen}}^{\max, 0.88}$) tandis que les résultats de la déformation récupérable le sont après un faible LTMT ($\epsilon_r^{\max, 0.30} > \epsilon_r^{\max, 0.88}$).

7. La température de fin de génération de contrainte (A_f^σ) varie en fonction de la température de PDA mais cette dernière varie faiblement dans la zone optimale de ε_r^{\max} et $\sigma_{\text{gen}}^{\max}$.
8. L'essai de résistivité électrique effectué en parallèle avec l'essai de génération de contrainte au chauffage permet d'établir l'état de phase et confirme les températures de début (A_s^σ) et de fin (A_f^σ) de la contrainte générée.

ALGORITHME D'OPTIMISATION

1. Finalement, un algorithme a été développé afin de regrouper et d'optimiser un traitement thermomécanique en fonction d'une application donnée. La fonction de désirabilité permet de minimiser, maximiser ou cibler plusieurs propriétés en se basant sur la notion de normalisation et de poids appliqués aux données recueillies lors de la caractérisation thermomécanique. L'avantage de cette méthode est que l'optimisation de plusieurs propriétés indépendantes peut être effectuée en même temps afin de trouver le meilleur compromis possible. Par contre, il est nécessaire de procéder à une série d'essais afin de former une base de données qui sera utilisée par l'algorithme de désirabilité.

Finalement, ce projet a permis de démontrer que le traitement combiné d'un travail à froid suivi d'un traitement thermique post déformation « LTMT + PDA » permet d'améliorer, de régulariser et d'optimiser les propriétés thermomécaniques et fonctionnelles des alliages Ti-Ni.

RECOMMANDATIONS

Tel que mentionné au début de ce document, ce projet se situe dans le cadre d'un projet de caractérisation et d'optimisation global des alliages Ti-Ni et représente seulement une partie de ce dernier. Les recommandations de ce mémoire proposent donc une vue générale des prochaines étapes de caractérisation.

Dans un premier temps, ce projet a démontré que l'augmentation du travail à froid augmentait la contrainte pouvant être générée pendant un chauffage. Des essais préliminaires de laminage à froid ont démontré qu'un taux d'écroutissage $LTMT_e = 1.9$ était possible à réaliser sur les alliages Ti-Ni et que ces échantillons offraient une avenue intéressante au niveau des valeurs de contraintes générées.

Le but ultime de l'étude globale des alliages Ti-Ni est d'augmenter la tenue en fatigue de ce matériau. Ainsi, il est impératif de mettre en œuvre des essais de fatigue considérant une plage systématique de travail à froid (LTMT) et de traitements thermiques (PDA).

Pour les alliages riches en nickel, une série d'essais considérant le temps de vieillissement (fixé à 1h00 dans ce projet) doit être effectuée dans la plage thermomécanique (LTMT + PDA) afin de déterminer l'évolution des températures de transformation. Ces résultats produiront une base de données (abaques) permettant de fixer et régulariser la fenêtre de superélasticité des dispositifs biomédicaux.

Finalement, des mesures de diffraction rayon X et de microscopie électronique à transmission pourront être réalisées afin de clarifier les liens entre l'état de phase et les propriétés thermomécaniques des alliages. Ainsi, l'hypothèse de l'obtention des propriétés fonctionnelles optimales pour une structure partiellement ou complètement polygonisée pourra être confirmée.

ANNEXE 1

Étude de l'influence du taux de chauffage et du type de transformation de phase

1.1 Influence du taux de balayage

Le taux de balayage de l'échantillon au chauffage et au refroidissement est une variable critique en ce qui a trait aux températures de transformation. Lorsqu'il y a augmentation du taux de chauffage, il survient un élargissement entre les températures de début et de fin de transformation ainsi qu'une augmentation apparente de l'enthalpie de transformation. Par contre, la variation des valeurs de A_s et de M_s est beaucoup moins décalée par rapport aux valeurs de A_f et M_f . La figure 101 présente l'influence du taux de chauffage pour un même échantillon.

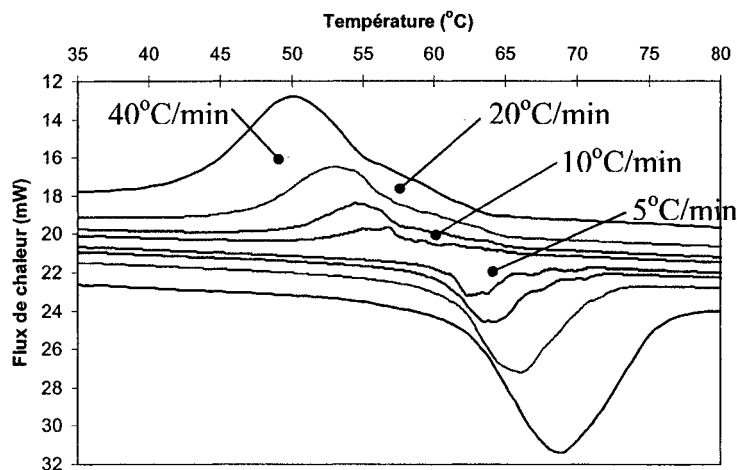


Figure 101 Représentation de l'influence du taux de chauffage

La figure 101 montre clairement que la vitesse de chauffage et refroidissement ont un effet non négligeable sur les températures de transformation. Afin de pouvoir comparer plusieurs essais DSC entre eux, il est donc impératif d'indiquer les rampes de chauffage/refroidissement. En ce sens, la norme ASTM F2004-00 [57] propose une méthodologie standard afin d'obtenir les températures de transformation pour les alliages à base de Nickel-Titane. Ainsi, la vitesse de balayage suggérée est de 10°C/min [57;58].

1.2 Types de transformation

L'essai DSC permet de déterminer le ou les types de transformations présentes lors de la transformation martensitique directe ou inverse. La figure 33, présentée plus haut, montre un changement de phase directement de la martensite vers l'austénite pendant le chauffage ($M \rightarrow A$) ainsi que de l'austénite vers la martensite pendant le refroidissement ($A \rightarrow M$). Par contre, lorsque la martensite se transforme en austénite, il peut y avoir apparition d'une phase « R » intermédiaire ($M \rightarrow R \rightarrow A$) et cette même phase intermédiaire peut apparaître lors de la transformation directe ($A \rightarrow R \rightarrow M$). La figure 102 montre deux exemples de l'apparition de cette phase R. Sur la figure 102a, la phase R apparaît pendant le refroidissement tandis que sur la figure 102b, cette dernière apparaît au chauffage.

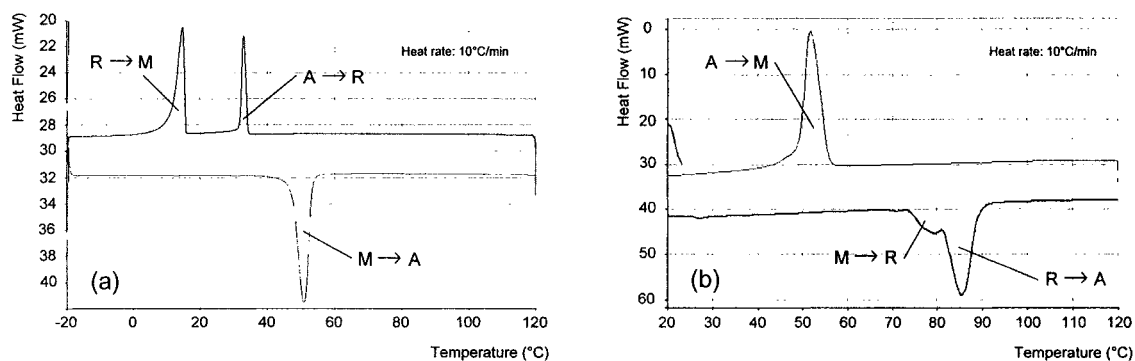


Figure 102 Représentation du type de transformation au chauffage et au refroidissement d'un échantillon Ti-Ni : (a) la phase R est séparée, (b) la phase R est imbriquée

Les thermogrammes de la figure 102 montrent que les transformations passent quelques fois par une transformation intermédiaire R bien définie et, d'autres fois, imbriquée dans la transformation directe ou inverse. En d'autres mots, les valeurs absolues du début et de fin de transformation de phase R ainsi que celles de la transformation de phase martensitique directe ou inverse ne sont pas toujours possibles à déterminer.

ANNEXE 2

Choix des températures de balayage des essais DSC

2.1 Choix des limites supérieure et inférieure de la température de balayage

Pendant la première phase des expérimentations DSC (Ti-50.0at.%Ni), le choix des limites supérieure et inférieure de balayage a été validé. Les deux hypothèses posées étaient : (1) considérer la température de traitement thermique (PDA) comme étant la limite de balayage supérieure; (2) utiliser les températures cryogéniques pour certains des cas de basses températures de PDA comme limite de balayage inférieure. L'étude de ces deux hypothèses d'expérimentation est détaillée dans cette section.

Dans un premier temps, les essais DSC ont été effectués pour les températures de traitement thermique basses et moyennes (200, 250, 300 et 350°C) avec différentes plages de température. L'objectif était de d'évaluer l'effet de cette plage de températures sur la transformation. Le Tableau XI et la figure 103 présentent respectivement la méthodologie expérimentale et les courbes DSC obtenues avec les échantillons fortement déformés (LTMT $\epsilon = 0.88$).

Tableau XI

Méthodologie expérimentale des séries #1 à #3, essais préliminaires sur l'alliage Ti-50.0at.%Ni

LTMT	PDA (°C)	Taux chauffage (°C/min.)	Plage de balayage "série #1" (°C)	Plage de balayage "série #2" (°C)	Plage de balayage "série #3" (°C)
30	200, 250	10	-	-	chauf. : 20 à T_{PDA} ref.: T_{PDA} à -65
88	300, 350		chauf. : 20 à 450 ref. : 450 à -50	chauf. : 20 à 580 ref. : 580 à -65	chauf. : 20 à T_{PDA} ref. : T_{PDA} à -65

La figure 103 montre les résultats DSC obtenus pour les deux différentes plages de balayage en température de -65 à 450°C et -65 à 580°C.

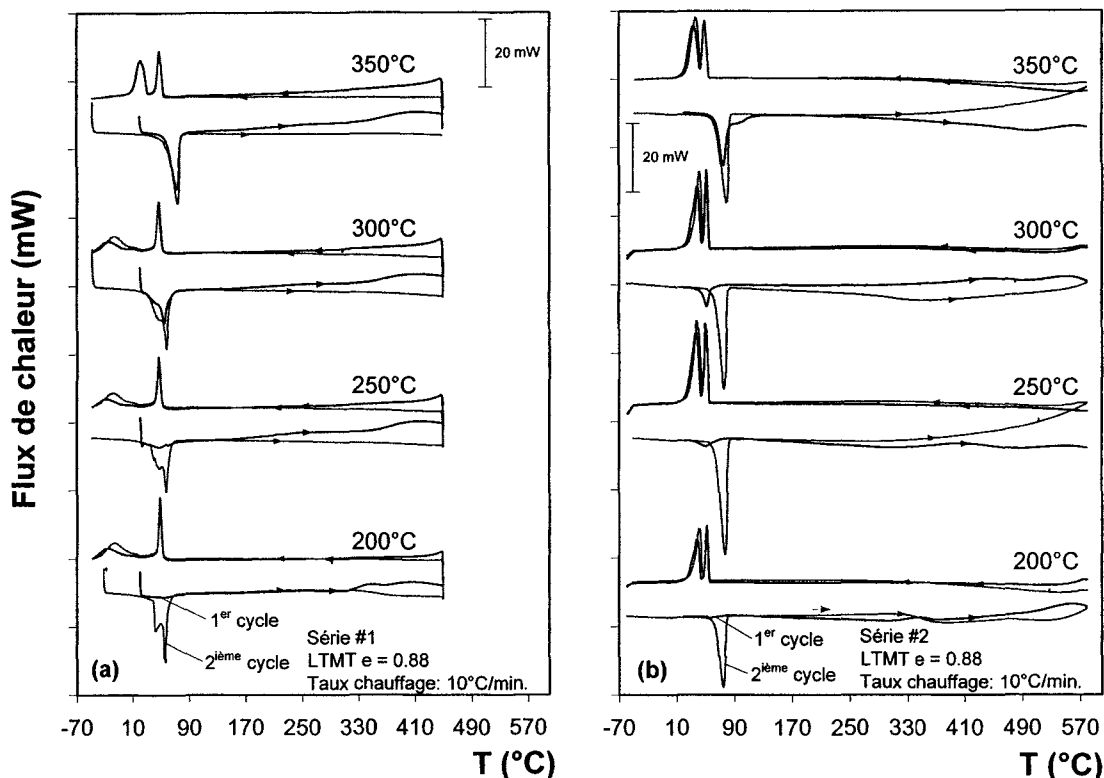


Figure 103 Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni (a) série #1 [-65 à 450°C]; (b) série #2 [-65 à 580°C]

Pendant le premier cycle de la série #1 (figure 103a : courbes noires), l'amplitude des pics DSC pendant le chauffage montre une évolution avec les températures de PDA. Suite au PDA = 200°C, aucun pic DSC n'était visible tandis que pour un PDA = 350°C, ces derniers étaient complètement développés. Entre ces deux bornes (PDA = 250 et 300°C), plus la température de PDA est élevée, plus la valeur du ΔH est grande. Lors du refroidissement, les pics DSC sont complètement développés. On peut donc conclure que le premier chauffage jusqu'à 450°C pendant l'essai de DSC débloque la transformation (relaxation de la structure interne). Pendant le deuxième cycle thermique de la série #1 (figure 103a : courbes grises), les courbes au chauffage montrent qu'il y a eu relaxation de la structure déformée pendant le premier cycle car les pics de la

transformation de phase apparaissent pour tous les traitements thermiques, y compris après un PDA = 200°C. Les courbes au refroidissement sont semblables à celles du premier cycle.

Afin d'évaluer l'effet de l'élargissement de la plage de balayage, il a été décidé pour répéter l'expérience précédente en employant une plus large plage de balayage [-65 à 580°C] (« série # 2 » (voir le Tableau XI). La valeur maximum de la plage de balayage a été fixée à 20°C sous la limite physique maximale des conteneurs d'aluminium. Quant à elle, la limite inférieure a été fixée à -65°C (limite inférieure du refroidisseur *intercooler*). Les courbes de la série #2 (figure 103b : -65 à 580°C) démontrent la même tendance que celle obtenue lors de la série #1 (figure 103a : -65 à 450°C). En effet, la même évolution des pics est observée pendant le premier cycle (courbes noires). Cependant, pendant le premier cycle de refroidissement, les pics de la transformation B2→ R et R→ B19' sont plus près l'un de l'autre suite à une température de balayage plus élevée ce qui reflète la relaxation du matériau. Pendant le refroidissement, les pics DSC sont complètement développés après le premier cycle (courbes grises vs noires).

Ces deux essais (figure 103) montrent qu'au deuxième cycle, la cinétique de la transformation inverse est relativement bien développée et ce, même pour le traitement thermique à 200°C. Ce fait est étonnant car le résultat espéré était que l'enthalpie du PDA = 200°C serait significativement inférieur à l'enthalpie du PDA =350°C. La seule explication plausible afin d'expliquer ce phénomène est que l'essai de DSC proprement dit contribue à un traitement thermique additionnel du matériau pour le cas où la température de balayage est plus haute que la température de PDA. En d'autres mots, un essai DSC jusqu'à 580°C (vitesse de balayage de 10°C/min.) effectué sur un échantillon traité thermiquement à 200°C correspond à un temps additionnel de traitement thermique de $\frac{(580-200)deg}{10deg/min} = 38min$ à une température approximative de

$\frac{(580 + 200) \text{ deg}}{2} = 390 \text{ deg}$. Plus la différence entre la température de traitement thermique et la limite supérieure de l'essai DSC est grande, plus cet effet est prononcé.

Finalement, la série #3 d'essais (figure 104) a été effectuée à une température maximale de balayage limitée par la température de traitement thermique (T_{PDA}). Les résultats de ces essais démontrent « une tendance normale » en ce qui concerne l'influence des températures de PDA sur le ΔH et les TRMT qui ne sont pas affectées par les limites de la température de balayage. Suite à ces essais, il a été décidé de limiter la température supérieure de balayage par la température de PDA.

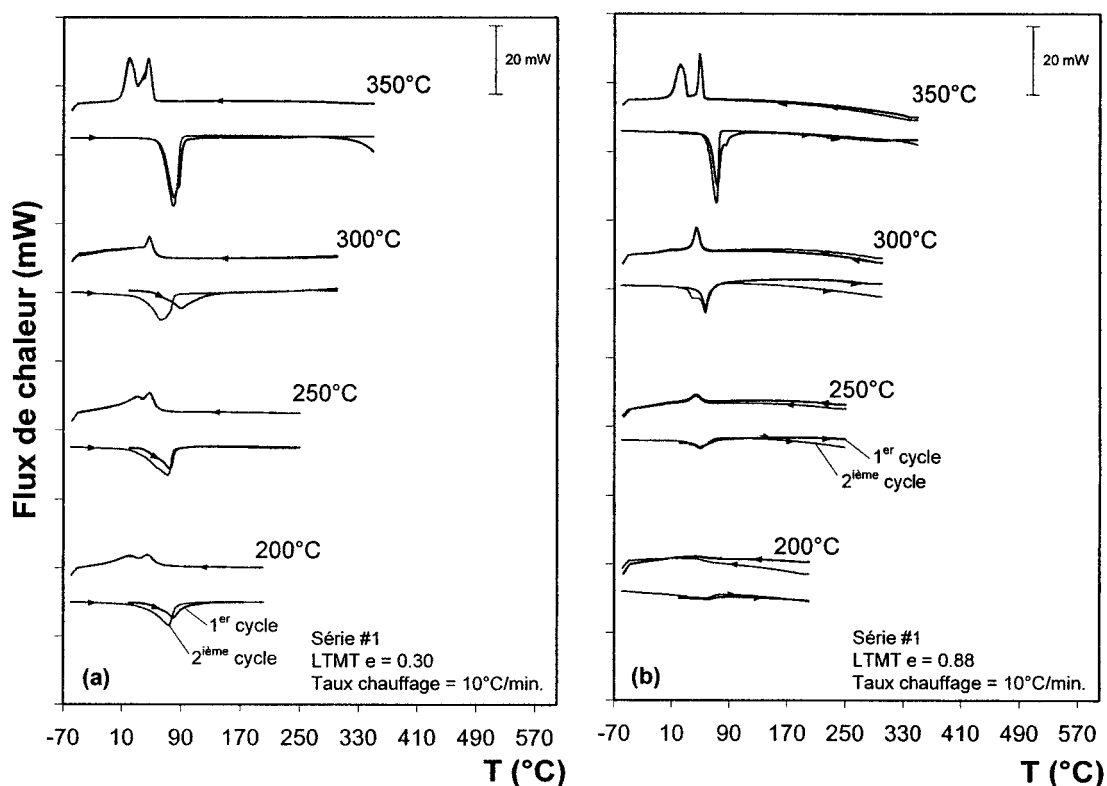


Figure 104 Thermogrammes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni, série #3 [-65 à T_{PDA}] (a) LTMT $e = 0.3$; (b) LTMT $e = 0.88$

2.2 Choix de la limite inférieure de la plage de balayage

Il a été supposé que le travail à froid (haute densité de dislocations, nanostructure et/ou structure amorphe) provoquait une diminution importante de la température M_s . Pour cette raison, des essais DSC (Ti-50.0at.%Ni) pour de basses températures de PDA ont été effectués pour une plage de températures cryogéniques. Afin de visualiser cet effet, des tests comparatifs ont été effectués (figure 105).

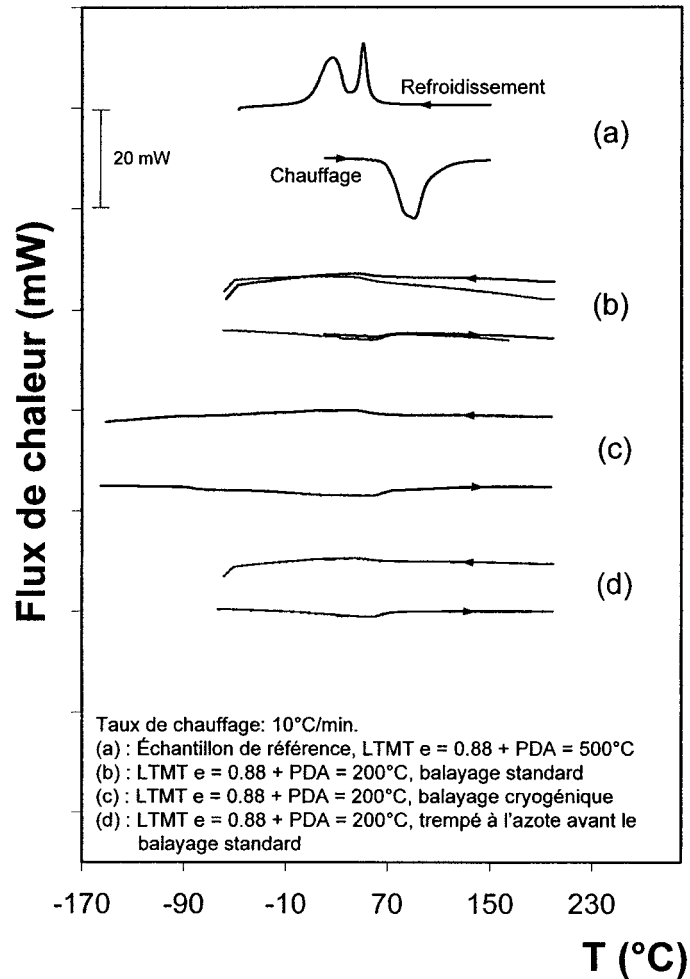


Figure 105 Courbes DSC de l'alliage Ti-50.0at.%Ni obtenues pour différentes conditions de balayage

La figure 105a présente un essai de référence (PDA = 500°C + LTMT, $e = 0.88$) afin de visualiser l'amplitude de transformation complète. Les autres courbes DSC ont été obtenues sur des échantillons ayant subi un PDA = 200°C et un travail à froid de 0.88. La figure 105b présente un essai DSC standard réalisé avec le système de refroidissement *intracooler* [plage de balayage de -65 à 200°C]. La figure 105c montre la courbe DSC obtenue en utilisant le système de refroidissement à l'azote liquide [plage de balayage de -170 à 200°C]. Finalement, un échantillon trempé à l'azote liquide avant

l'essai DSC a été testé [plage de balayage de -65 à 200°C] ce qui a permis d'obtenir la figure 105d. Dans un premier temps, on peut voir que la figure 105b à figure 105d présentent le même comportement de transformation. Les caractéristiques de la transformation et les pics DSC sont semblables. De plus, une diminution drastique de la température M_s n'est pas observée. Suite à cet essai, il est possible de statuer que le balayage standard [-65 à 200°C] est suffisant afin d'obtenir les courbes DSC pour les basses températures de PDA. Ainsi, les essais pour cette partie du projet seront réalisés en utilisant un refroidissement à l'azote liquide.

ANNEXE 3

Évaluation de l'influence du chemin thermique

3.1 Problématique

Le but de cette étude de cas est de déterminer l'influence du chauffage avant de procéder à un essai de traction isotherme. À première vue, cette question semble simple mais il suffit de regarder les mécanismes en présence afin de justifier cette étude de cas. En effet, les deux questions posées ici sont :

- 1) Quel est l'effet de l'état de phase de l'échantillon suite à la trempe avant de procéder à un essai de traction?
- 2) Quelle est l'influence du chemin thermique sur ce même essai?

Afin de bien poser la problématique, l'état de phase suite à la trempe sera considéré comme étant les phases en présence suite à la trempe et avant de mener l'échantillon à sa température de déformation. La figure 106 montre un exemple illustrant l'influence de l'état de phase suite à la trempe. Pour un échantillon ayant été trempé dans l'eau ambiante (rouge), son état de phase suite à la trempe sera 100% austénitique. Par contre, un échantillon trempé à l'eau glacée (bleu) puis amené à la température ambiante sera 100% martensitique. On peut clairement voir ici que la température à laquelle se trouve l'échantillon (par exemple 20°C) n'est pas suffisante afin de statuer sur les phases en présence.

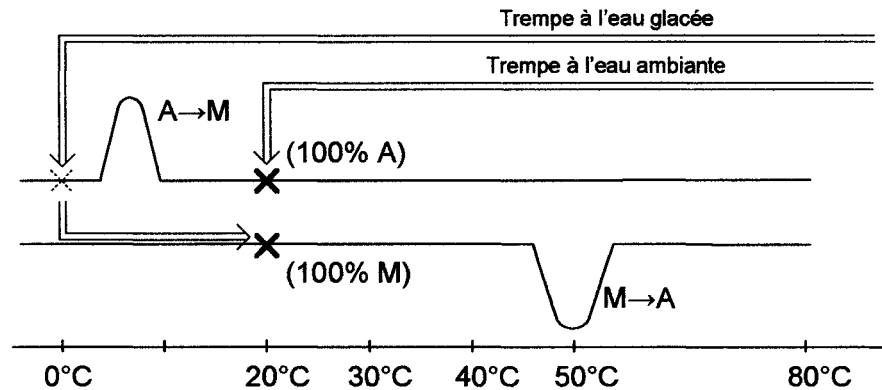


Figure 106 Schéma DSC représentant l'état de phase suite à la trempe

Le chemin thermique représente quant à lui la direction empruntée (chauffage ou refroidissement) à partir de l'état trempé afin d'amener l'échantillon à sa température d'essai de traction. La figure 107 présente l'effet d'emprunter deux chemins thermiques différents. Suite à une trempe à l'eau glacée puis à un retour à l'air ambiant (état de phase suite à la trempe : 100% martensitique, voir figure 106), un échantillon doit être déformé à 40°C donc, deux chemins thermiques sont possibles. Le premier chemin consiste à chauffer l'échantillon de 20 à 40°C (chemin #1 : bleu) et le deuxième, à le chauffer au-dessus de A_f puis à le refroidir jusqu'à 40°C (chemin #2 : rouge). Pour ces deux chemins, la température avant de procéder à l'essai de traction est la même mais on peut remarquer que l'état de phase final ne l'est pas (chemin #1 : 100% martensitique, chemin #2 : 100% austénitique).

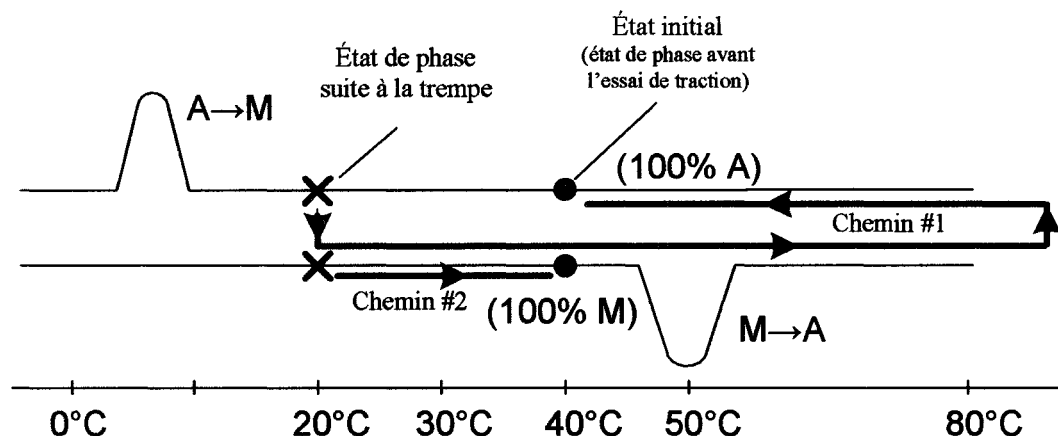


Figure 107 Schéma DSC représentant les deux chemins thermiques menant à un essai de traction à 40°C

Ultimement, l'évaluation des deux critères ne peut se faire séparément. En effet, il n'est pas possible de visualiser l'influence de l'état de phase suite à la trempe¹³ sans parler du chemin thermique et vice versa. Ces deux paramètres seront donc étudiés en même temps et on parlera plutôt de l'état initial du matériau. L'état initial du matériau représente les phases en présence à la température de déformation (i.e. l'état de phase suite à une trempe quelconque suivi d'un chauffage ou d'un refroidissement afin d'amener l'échantillon à sa température de déformation).

Les hypothèses de travail de cette étude de cas sont : (1) le chauffage de l'échantillon avant de procéder à l'essai de traction assure l'obtention des contraintes critiques de transformation; (2) le chauffage de l'échantillon annule l'influence de l'état de phase trempé.

¹³ Possible seulement lorsque la température de déformation est égale à la température de trempe et que l'échantillon n'est pas chauffé avant de procéder à l'essai de traction (i.e. aucun effet du chemin thermique).

3.2 Essais et mécanismes de déformation

Cette section présente les essais qui seront réalisés afin de vérifier les hypothèses de travail. De plus, une revue des mécanismes de déformation est présentée afin de comparer avec les résultats expérimentaux. Les quatre cas suivants seront expérimentés :

- Cas #1 → trempe à l'eau ambiante et chauffage de l'échantillon avant de procéder à l'essai de traction;
- Cas #2 → trempe à l'eau glacée sans chauffage avant l'essai de traction;
- Cas #3 → trempe à l'eau ambiante sans chauffage avant l'essai de traction;
- Cas #4 → trempe à l'eau glacée et chauffage de l'échantillon avant l'essai de traction.

La figure 108 présente un schéma de l'évolution de la contrainte critique (de transformation ou de réorientation de la martensite) en fonction de la température d'essai. Les sections suivantes présentent un résumé des mécanismes de déformation en fonction de la plage de températures de déformation (T_d). Les positions des états initiaux juste avant d'amener les échantillons à leur température de déformation sont marquées d'un « X ». Par exemple (figure 108a), suite à une trempe à l'eau ambiante et un chauffage au-dessus de A_f (1), l'échantillon est refroidi à A_s (2) puis étiré à 4% (3). Donc, le point (3) représente la contrainte critique de transformation de ce matériau à la température A_s .

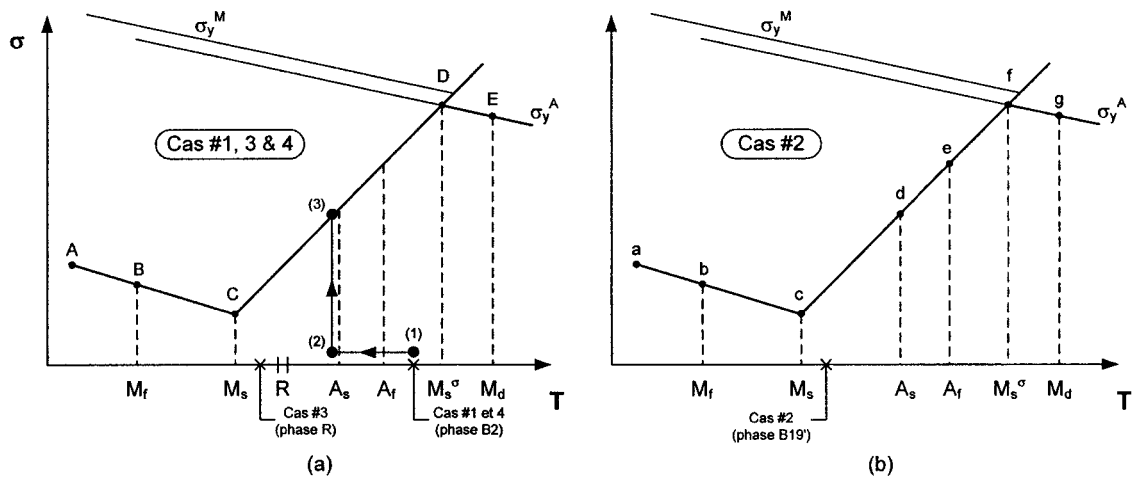


Figure 108 Schéma de l'évolution de la contrainte critique en fonction de la température de déformation

CAS #1, 3 et 4

$$\underline{T_d < M_f (A-B)}$$

À cette température, la martensite est qualifiée d'auto-accommodante. Sous l'effet d'une contrainte externe, la martensite se réoriente.

$$\underline{M_f < T_d < M_s (B-C)}$$

Sous contrainte nulle, les phases présentes sont la martensite auto-accommodante et l'austénite ou la phase R (près de M_s = quantité plus importante d'austénite; près de M_f = quantité plus importante de martensite). Pendant un essai de traction, deux mécanismes sont activés : (1) transformation de la martensite sous contrainte (à partir de l'austénite ou de la phase R); (2) réorientation de la martensite auto-accommodante.

$$\underline{M_s < T_d < M_s^\sigma \text{ (C-D)}}$$

Suite au refroidissement, l'état de phase est uniquement de l'austénite. Lorsqu'une contrainte est appliquée, la transformation de la martensite débute à la contrainte critique de transformation (σ_{cr}^A).

$$\underline{M_s^\sigma < T_d < M_d \text{ (D-E)}}$$

Pour cette plage de températures de déformation, la limite d'écoulement du matériau est atteinte avant la limite de transformation et la déformation plastique de l'austénite par glissement des dislocations débute à σ_y^A . La déformation plastique peut être accompagnée par une transformation A → M si la limite σ_{cr}^A est atteinte. Par contre, la température M_d représente la limite supérieure pour laquelle il n'est plus possible de transformer de martensite sous contrainte.

CAS #2

$$\underline{T_d < M_f \text{ (a-b)}}$$

De la même façon que pour les cas #1, 3 et 4, la martensite auto-accommodante se réoriente sous l'effet d'une contrainte.

$$\underline{M_f < T_d < M_s \text{ (b-c)}}$$

Pour cette plage de températures, l'échantillon est à l'état complètement martensitique donc, le mécanisme présente seulement une réorientation de la martensite.

$$\underline{M_s < T_d < A_s \text{ (c-d)}}$$

À l'intérieur de ces limites, aucune transformation ne peut survenir car l'échantillon est encore initialement à l'état martensitique. Pour cet alliage, la phase R apparaît seulement pendant le refroidissement du matériau. La courbe présente donc le début de réorientation de la martensite.

$$\underline{A_s < T_d < A_f (d-e)}$$

Sous contrainte nulle, les phases présentes sont la martensite et l'austénite (près de A_s = quantité plus importante de martensite; près de A_f = quantité plus importante d'austénite). Sous contrainte, deux mécanismes sont activés : (1) transformation de la martensite sous contrainte; (2) réorientation de la martensite.

$$\underline{A_f < T_d < M_s^\sigma (e-f)}$$

Dans cette zone, l'état de phase est uniquement de l'austénite. Lorsqu'une contrainte est appliquée, la transformation de la martensite débute à la contrainte critique de transformation (σ_{cr}^A).

$$\underline{M_s^\sigma < T_d < M_d (f-g)}$$

De la même façon que pour les cas #1, 3 et 4, cette zone représente la déformation plastique de l'austénite.

3.3 Matériau et méthodologie expérimentale

Les données expérimentales des essais DSC et des essais de traction ont été obtenues sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni fourni par la compagnie Special Metal Co. Ce matériau est un fil d'un diamètre de 1 mm étiré à froid de 40%.

Afin de valider les hypothèses posées, cette étude de cas est réalisée pour six températures de déformation (0, 20, 30, 40, 50 et 80°C), pour une température de recuit (550°C) et pour quatre conditions initiales avant déformation : (1) trempé à l'eau ambiante et chauffé avant l'essai; (2) trempé à l'eau glacée sans chauffer avant l'essai; (3) trempé à l'eau ambiante sans chauffer avant l'essai; (4) trempé à l'eau glacée et chauffé avant l'essai.

Tableau XII

Conditions d'expérimentation de l'alliage Ti-50.3at.%Ni

PDA	T _d	Cas #1	Cas #2	Cas #3	Cas #4
550	0	trempé à l'eau ambiante [avec chauffage]	trempé à l'eau glacée [sans chauffage]	trempé à l'eau ambiante [sans chauffage]	trempé à l'eau glacée [avec chauffage]
	20				
	30				
	40				
	50				
	80				

Les essais DSC sont effectués sur des fragments d'une masse de 20 mg, tandis qu'une longueur effective de 70 mm a été utilisée pour les essais de traction isothermes. Les échantillons ont été recuits à 550°C pendant 1h00 puis trempés à l'eau ambiante ou glacée. Les températures de transformation de phase ont été déterminées à l'aide de l'appareil de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) Pyris 1 DSC (Perkin Elmer) dans une plage de températures de -50 à 100°C avec un taux de balayage de 10°C/min. Le Tableau XIII présente les températures de transformation de phase.

Tableau XIII

Températures de transformation de phase (°C) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni

PDA	Refroidissement				Chauffage			
	M _f	M _s	R _f	R _s	R _s	R _f	A _s (°C)	A _f
550	6	10	31	34	-	-	47	53

Les essais de traction isothermes sont effectués dans le banc d'essai de traction. La force ainsi que l'élongation de l'échantillon sont respectivement mesurées par une cellule de charge et un capteur de déplacement de type LVDT. Un bain thermique est utilisé afin d'assurer les températures de déformation (0, 20, 30, 40, 50 et 80°C). Un système

d'acquisition Labview permet de mesurer et d'enregistrer simultanément la force ainsi que le déplacement de l'échantillon.

3.4 Résultats et discussion

La figure 109a présente les courbes de traction obtenues pour différentes températures de déformation et différentes conditions initiales (état trempé + chemin thermique). Pour sa part, la figure 109b montre l'évolution de la contrainte critique de réorientation ou de transformation en fonction de la température de déformation.

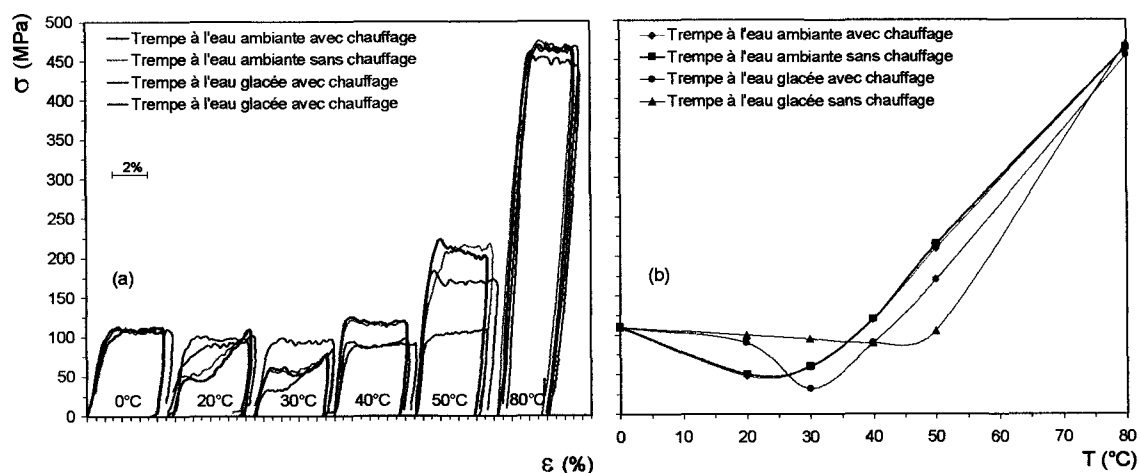


Figure 109 Essais de traction isothermes (a) et évolution de la contrainte critique pour différentes conditions initiales (b)

Dans un premier temps, on peut voir que l'évolution de la contrainte critique est différente en fonction des conditions initiales. De plus, on remarque que la contrainte critique minimum (atteinte habituellement autour de la température M_s) semble se décaler vers une plus haute température suite à la trempe à l'eau glacée (eau ambiante (noir) = 20°C vs eau glacée (rouge) = 30°C). Finalement, l'évolution de la contrainte critique de l'eau glacée sans chauffage (bleu) ne représente pas la courbe standard de transformation mais l'évolution de la contrainte de réorientation (0 à 50°C). Par

conséquent, on ne peut pas parler d'un décalage proprement dit de M_s pour ce cas. On doit parler plutôt de l'atteinte de A_s autour de 50°C . Ce point est traité plus loin à la section 3.7. Les sections suivantes proposent donc une analyse systématique des courbes de traction et de leurs schémas DSC correspondants. Ainsi, les quatre cas sont présentés par paire afin de visualiser l'influence de l'état initial du matériau (état trempé + chemin thermique).

3.5 État de phase suite à la trempe

Tel que discuté plus haut, il n'est pas possible de vérifier l'influence de l'état de phase suite à la trempe seule et l'impact du chemin thermique seul mais bel et bien l'influence de ces deux paramètres combinés (état initial). Par contre, il est important ici de définir clairement l'état de phase suite à la trempe qui a un impact sur les résultats de traction même après un chauffage (discuté à la section 3.8). La figure 110 présente donc les états de phase trempés c'est-à-dire avant d'appliquer un chemin thermique quelconque. Ce schéma montre une courbe DSC obtenue pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni. On peut voir que pendant le chauffage, la transformation inverse est à un stade ($M \rightarrow A$) tandis que la transformation directe est à deux stades séparés ($A \rightarrow R$ et $R \rightarrow M$).

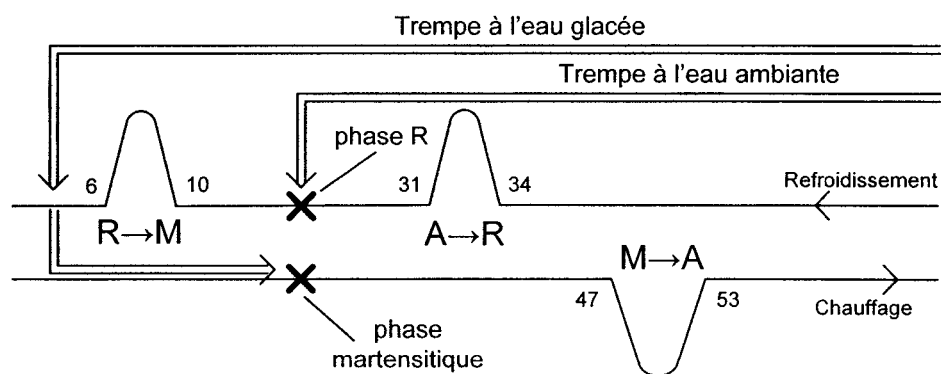


Figure 110 Représentation schématique de l'état de phase après trempe pour les quatre cas étudiés sur une courbe DSC

Suite à une trempe à l'eau ambiante, la phase en présence est la phase R. Par contre, après une trempe à l'eau glacée et un retour à la température ambiante, la phase en présence est de la martensite. Sur les schémas DSC des sections suivantes, les états de phase avant de chauffer ou de refroidir (chemin thermique) seront considérés tel que présentés à la figure 110.

3.6 Trempe à l'eau ambiante avec chauffage vs trempe à l'eau ambiante sans chauffage

Cet essai a été réalisé afin de visualiser l'effet du chauffage pour la même condition de trempe. La figure 111 présente les résultats des essais de traction ainsi que les états initiaux (suite à la tempe et à l'application d'un chemin thermique) sur un schéma DSC. Finalement, les phases en présence sont notées entre parenthèses et une flèche indique le chemin thermique emprunté.

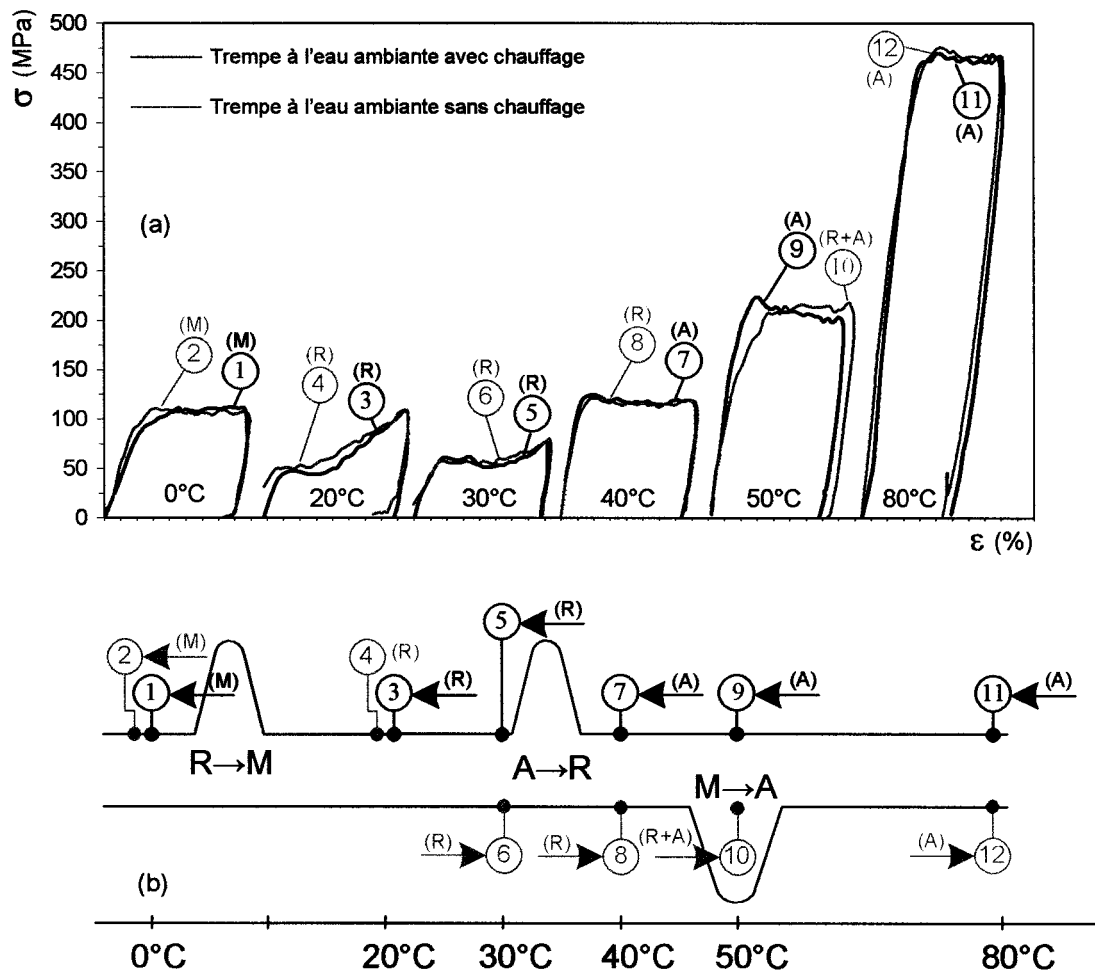


Figure 111 Essais de traction et représentation des états initiaux du matériau pour la trempe à l'eau ambiante avec et sans chauffage

Pour ces deux cas, la phase en présence suite à la trempe à l'eau ambiante est la phase R (voir figure 110). De façon générale, les courbes de traction pour les deux essais sont semblables (figure 111a : courbes noires et grises). En effet, les états initiaux sont les mêmes pour les températures de déformation de 0, 20, 30 et 80°C (figure 111b). Par contre, les phases en présence pour les températures de déformation de 40 et 50°C sont différentes. L'hypothèse posée ici est que la phase R et l'austénite se comportent

mécaniquement à peu près de la même façon. Cette supposition se base sur le fait que les paramètres cristallins de la phase R se rapprochent de ceux de l'austénite.

Donc, le fait de chauffer l'échantillon à partir de la phase R n'a pas d'influence significative sur les courbes de traction. En d'autres mots, le fait de chauffer la phase R au-dessus de A_f puis de refroidir l'échantillon à sa température de déformation ($R \rightarrow A \rightarrow$ phase à T_d) ne modifie pas la structure du matériau par rapport au fait d'amener l'échantillon à sa température de déformation directement à partir de la phase R ($R \rightarrow$ phase à T_d).

3.7 Trempe à l'eau glacée avec chauffage vs trempe à l'eau glacée sans chauffage

Considérant les résultats précédents, deux autres essais ont été effectués afin de vérifier l'effet du chauffage pour la même condition de trempe mais aussi l'influence de la transformation martensitique complète ($A \rightarrow R$ vs $A \rightarrow R \rightarrow M$). La figure 112 présente les résultats de deux essais trempés à l'eau glacée « avec » et « sans » chauffage de l'échantillon avant de le mener à sa température de déformation.

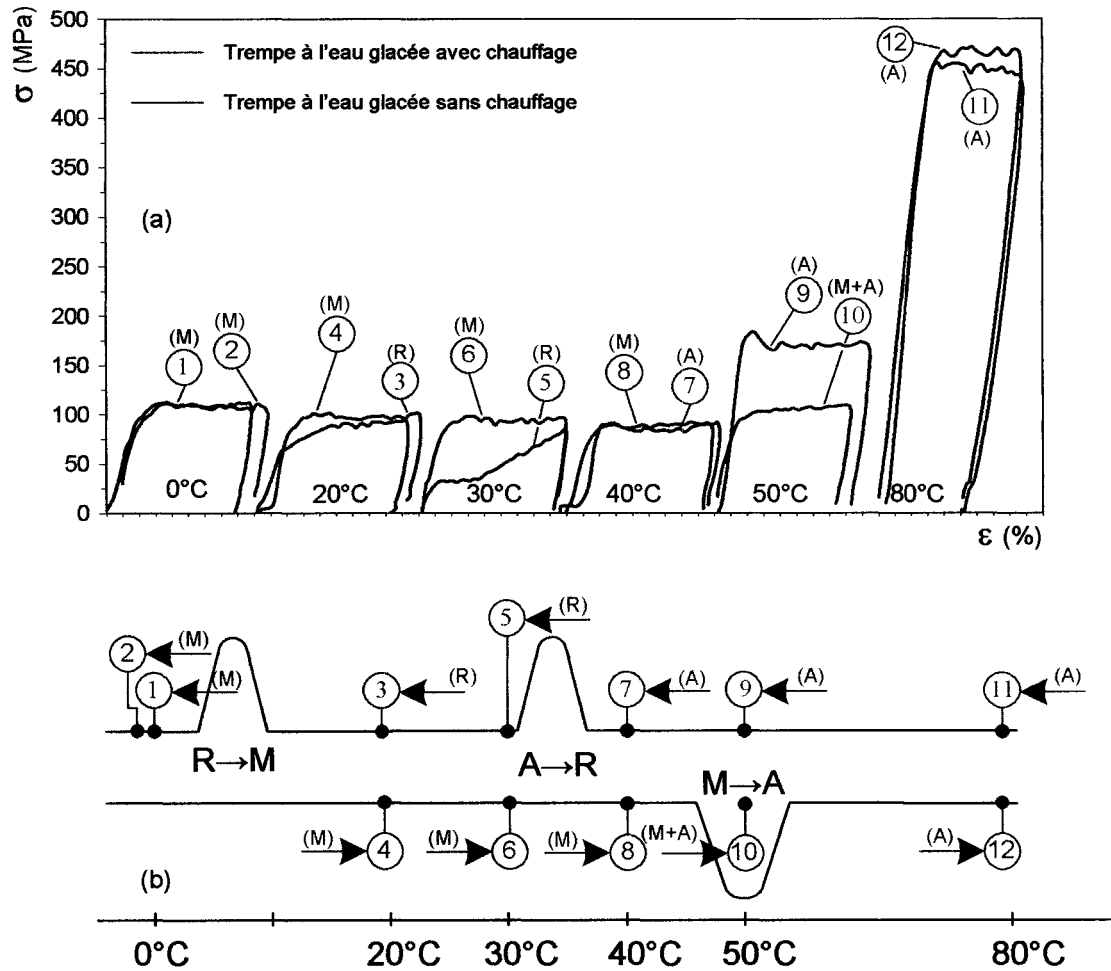


Figure 112 Essais de traction et représentation des états initiaux du matériau pour la trempe à l'eau glacée avec et sans chauffage

Premièrement, les échantillons sont trempés à l'eau glacée pour les deux essais puis amenés à 20°C (état 100% martensitique : voir figure 110). À partir de ce moment, le fait de chauffer ou de ne pas chauffer l'échantillon a une grande importance sur l'état initial de ce dernier. En effet, lorsque l'échantillon n'est pas chauffé (courbes bleues), celui-ci reste à l'état martensitique pour les températures de déformation de 0 à 40°C. À

50°C, les phases sont martensite + austénite (peut-être 80% M + 20% A)¹⁴ et à 80°C, l'état est monophasé austénitique. D'ailleurs, les essais de traction sans chauffage (bleu) montrent bien que le niveau de la contrainte critique varie peu entre 0 et 50°C (état majoritairement martensitique) et rejoint le niveau de l'état austénitique à 80°C.

Lorsque l'état après trempe est de la martensite et que ce dernier n'est pas chauffé avant d'effectuer l'essai de traction, la variation de la contrainte critique ne représente pas une limite de transformation mais bien une limite de réorientation de la martensite (figure 109b courbe bleue). L'analyse des résultats de traction de la trempe à l'eau glacée suivie d'un chauffage est présentée à la section suivante.

3.8 Trempe à l'eau ambiante avec chauffage vs trempe à l'eau glacée avec chauffage

La comparaison des résultats de deux conditions de trempe suivie d'un chauffage permet d'évaluer l'effet de la transformation de phase sur les données de traction. Il s'agit ici d'évaluer l'hypothèse que le chauffage « annule » l'état trempé. La figure 113 présente les résultats des essais de traction ainsi que les états initiaux d'une trempe à l'eau ambiante ainsi que d'une trempe à l'eau glacée toutes deux suivies d'un chauffage.

¹⁴ Nombres donnés à titre illustratif afin de visualiser que le mécanisme de réorientation de la martensite est prédominant.

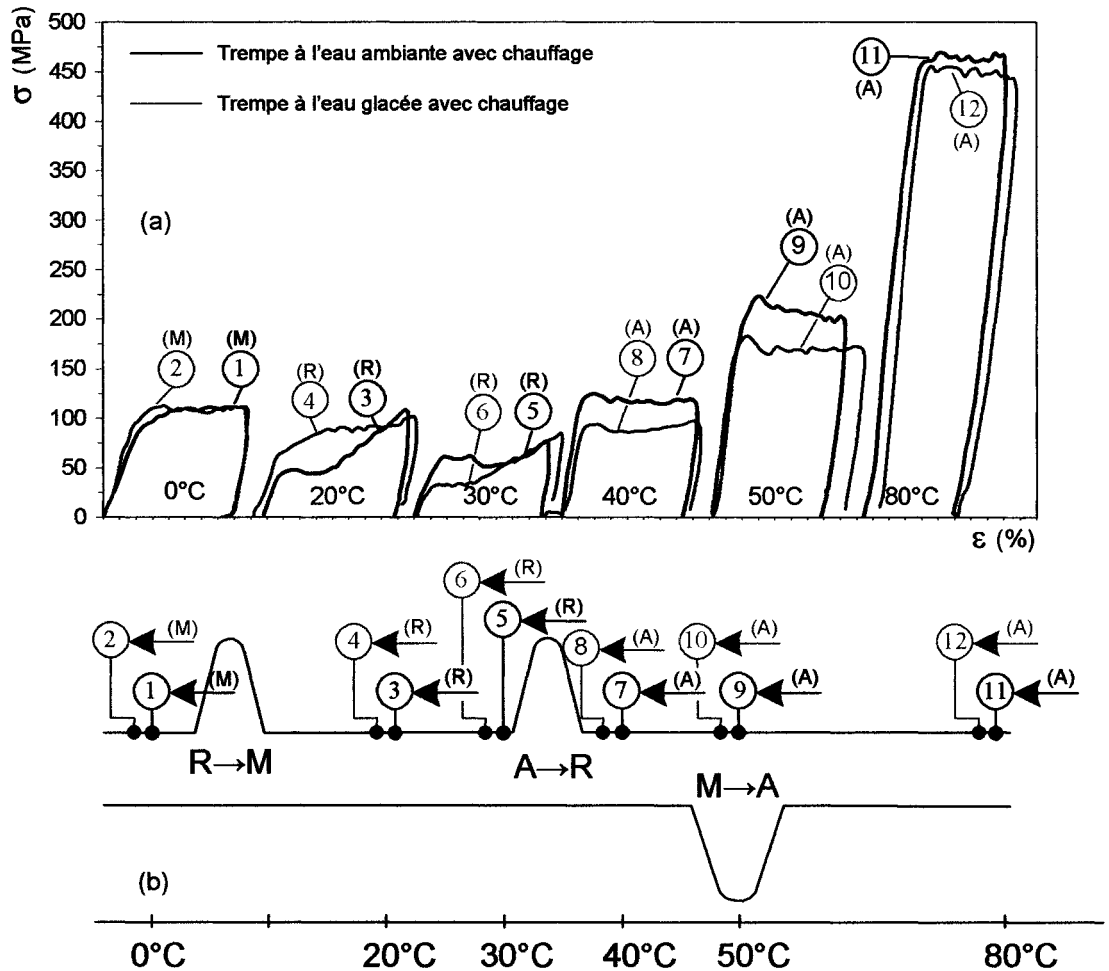


Figure 113 Essais de traction et représentation des états initiaux du matériau pour la trempe à l'eau ambiante avec chauffage et la trempe à l'eau glacée avec chauffage

Fait étonnant, les résultats de traction de la trempe à l'eau glacée suivie d'un chauffage (courbes rouges) ne correspondent pas à ceux ayant subi une trempe à l'eau ambiante avec chauffage (courbes noires) pour les températures de déformation de 20 à 50°C. En effet, l'hypothèse de départ était que le fait de chauffer « éliminait » l'état de phase après trempe et que l'état initial dépendait uniquement du chemin thermique suite au chauffage.

Donc, la nouvelle hypothèse posée ici est que la transformation libre (sans contrainte) $M \rightarrow A$ comparativement à $R \rightarrow A$ induit des changements structuraux (écrouissage dû à la transformation) et modifie l'allure des courbes de traction ainsi que la température à laquelle la contrainte critique est minimale. En d'autres mots, le cycle $M \rightarrow A$, $A \rightarrow M$ (ou R) favorise « fortement » une direction de transformation au même titre que le cyclage thermique mais que la transformation $R \rightarrow A$, $A \rightarrow M$ (ou R) ne favorise pas vraiment (ou faiblement) une direction de transformation. De plus, la direction de la transformation libre sera privilégiée par la direction de l'étirage du fil (travail à froid) qui correspond aussi à la direction de l'application de la force pendant l'essai de traction.

Cette hypothèse explique qu'à 30°C (voir figure 113), il est plus facile d'atteindre le plateau de transformation suite à une trempe à l'eau glacée (1 cycle $M \rightarrow A$; $A \rightarrow M$ (ou R)) qu'après une trempe à l'eau ambiante (1 cycle $R \rightarrow A$; $A \rightarrow M$ (ou R)). Finalement, la comparaison des contraintes critiques à 20°C (voir figure 109b) montre qu'après une trempe à l'eau glacée, la contrainte critique s'approche de celle de la martensite (courbes rouges vs bleues) ce qui indique un état de phase quasi-monophasé martensitique (100% M ou 90% M + 10% R). En d'autres mots, il y a probablement eu un décalage du pic $R \rightarrow M$ faisant en sorte qu'après une trempe à l'eau glacée et un chauffage, l'échantillon se trouve complètement à l'état martensitique.

3.9 Trempe à l'eau ambiante avec chauffage vs trempe à l'eau glacée sans chauffage

La comparaison de ces deux conditions est montrée ici à titre illustratif car elle n'apporte rien de nouveau par rapport à ce qui a été présenté à la section 3.7. Les courbes de traction obtenues suite à la trempe à l'eau ambiante représentent les contraintes critiques de transformation tandis que celles obtenues suite à la trempe à l'eau glacée sans chauffage montrent les contraintes critiques de réorientation.

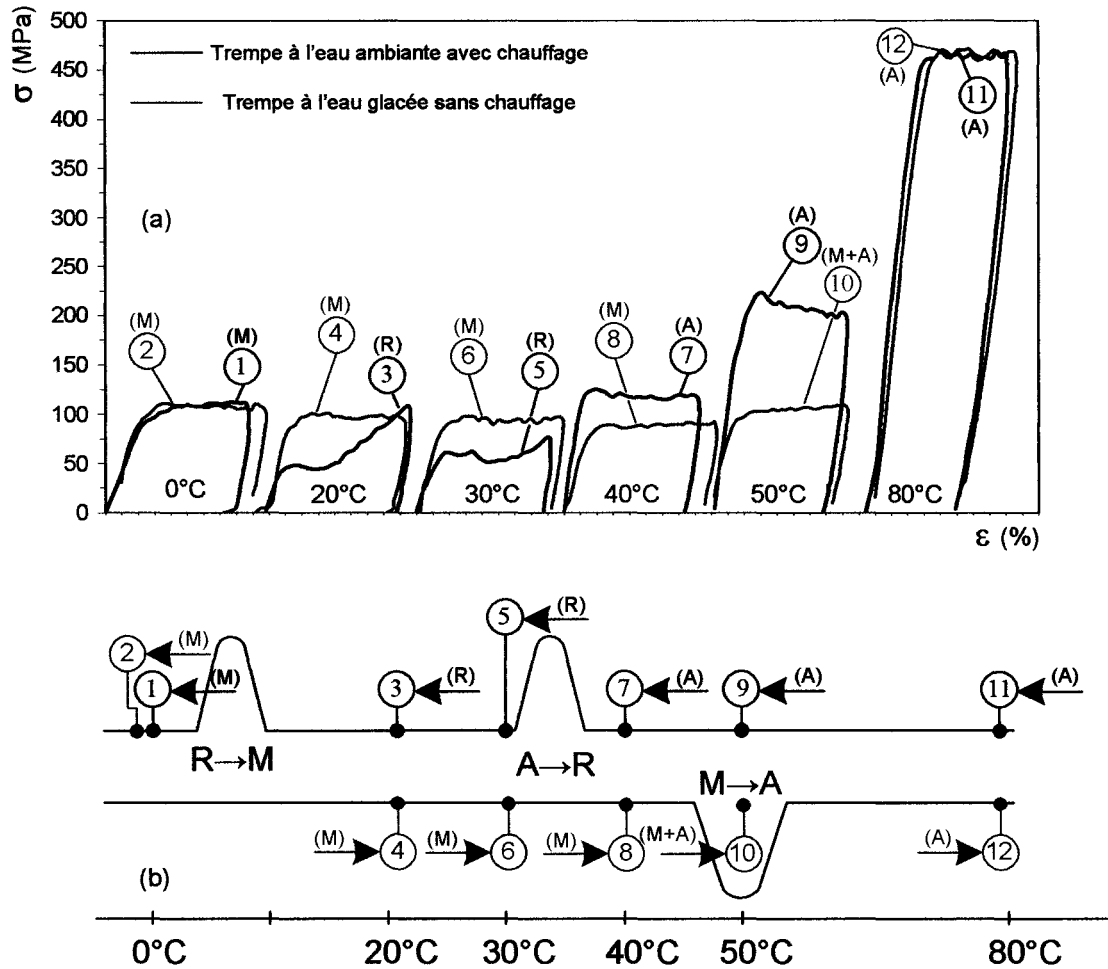


Figure 114 Essais de traction et représentation des états initiaux du matériau pour la trempe à l'eau ambiante avec chauffage et la trempe à l'eau glacée sans chauffage

3.10 Conclusions

- Les conditions initiales (état après la trempe + chemin thermique emprunté) avant de procéder à un essai de traction isotherme ont une influence importante. En effet, l'état de phase suite à la trempe combiné au chemin thermique modifie l'état de phase du matériau et par conséquent, le mécanisme de déformation pendant l'essai de traction;

- Afin d'obtenir l'évolution de la contrainte critique de transformation en fonction de la température de déformation, il est primordial de chauffer l'échantillon au-dessus de A_f avant d'effectuer un essai de traction. Par contre, l'état de phase suite à la trempe modifie la contrainte critique de transformation. En effet, le cycle de transformation $M \rightarrow A$, $A \rightarrow M$ favorise une direction de transformation pour les cycles suivants tandis que le cycle $R \rightarrow A$, $A \rightarrow R$ n'engendre aucun changement au niveau de la structure;
- Suite au cyclage thermique $M \rightarrow A - A \rightarrow M$, la température M_s semble se décaler vers une plus haute température (à 30°C) comparativement au cycle $R \rightarrow A - A \rightarrow R$ (à 20°C);
- Les hypothèses posées dans ce document se basent toutes sur le fait qu'en général, les températures de transformation de l'essai DSC ne se décalent pas pendant les essais de traction. Afin d'émettre une conclusion finale rigoureuse sur ce sujet, les essais de traction pour les différentes conditions de trempe et chemins thermiques pourraient être effectués en considérant la résistivité électrique et ainsi, statuer plus précisément sur l'état de phase de chaque essai.

ANNEXE 4

**Essais préliminaires de traction à
température constante sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni**

Cette section présente les essais préliminaires de traction isothermes effectués sur l'alliage à mémoire de forme Ti-50.3at.%Ni (fil). Les essais de traction isothermes ont été réalisés pour une déformation de 4% puis, par la suite, amenée à la rupture. Les températures d'essais se situent entre -18 et 350°C . Ainsi, cet essai permet d'obtenir la contrainte critique de transformation (σ_{cr}), la limite d'écoulement du matériau (σ_y), la contrainte ultime (σ_{UTS}), le module de Young (E) ainsi que le comportement du matériau (mémoire de forme vs superélastique).

4.1 Méthodologie expérimentale

Les données expérimentales des essais de traction ont été obtenues avec un matériau fourni par la compagnie Special Metal Co. Le Tableau XIV présente les spécifications relatives de ce matériau.

Tableau XIV

Spécifications du matériau utilisé pour les essais de traction

Composition chimique	Déformation à froid (LTMT)	Traitement thermique (PDA)	Géométrie	Longueur effective
Ti-50.3at.%Ni	étiré (40%)	450, 550°C	fil dia. = 1 mm	70 mm

Les échantillons ont été recuits pendant 1h00 puis trempés à l'eau à la température ambiante. Les températures de transformation de phase ont été déterminées à l'aide de l'appareil de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) Pyris 1 DSC (Perkin Elmer) dans une plage de températures de -40 à 200°C avec un taux de balayage de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Les échantillons pour l'essai DSC ont été préalablement coupés ($\approx 20\text{mg}$) puis traités thermiquement. Le Tableau XIV présente les températures de transformation de l'alliage Ti-50.3at.%Ni.

Tableau XV

Températures de transformation de phase (°C) de l'alliage
Ti-50.3at.%Ni suite aux traitements thermiques post déformation (PDA)

PDA	Refroidissement				Chauffage			
	M_f	M_s	R_f	R_s	R_s	R_f	A_s (°C)	A_f
450	-55	-10	43	53	30 (*)		58 (*)	
550	6	10	31	34			47	53

(*) : Les résultats des essais DSC ne permettent pas de séparer les deux stades de la transformation de phase.

Les essais de traction isothermes ont été effectués avec le banc d'essai présenté à la figure 115. La force ainsi que l'élongation de l'échantillon sont respectivement mesurées par une cellule de charge et un capteur de déplacement de type LVDT. Une fournaise contrôlée par un auto-transformateur variable assure le balayage pour les hautes températures (20 à 350°C). Un bain thermique est utilisé afin d'obtenir les températures basses (-20 à 20°C). La mesure de la température s'effectue à l'aide d'un thermocouple de type K. Un système d'acquisition Labview permet de mesurer et d'enregistrer simultanément la force, le déplacement, le voltage aux bornes de l'échantillon ainsi que la température.

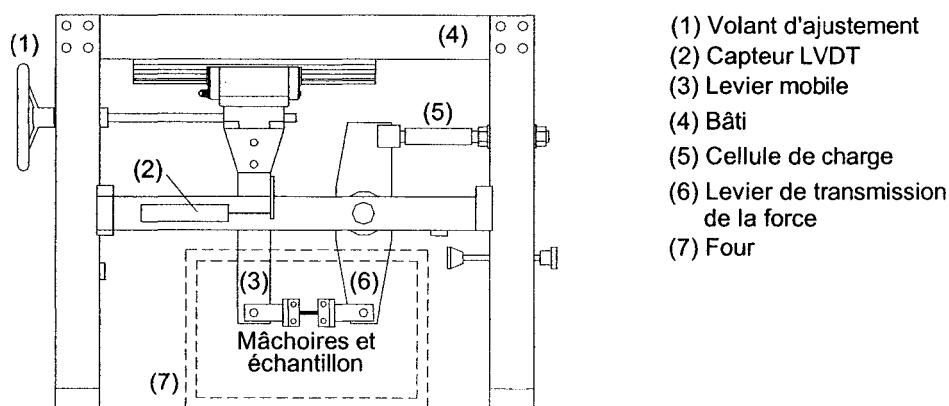


Figure 115 Banc d'essai utilisé pour les tests de traction isothermes

4.2 Essais de traction isothermes

Les essais de traction isothermes ont été réalisés sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni. L'échantillon est fixé entre les mâchoires, chauffé au-dessus de A_f puis la température de la chambre thermique est maintenue constante ($T_d = -18$ à 350°C). La figure 116 schématise la séquence de chargement d'un essai de traction. L'échantillon, d'une longueur effective de 70 mm, est déformé à 4% (A-B), déchargé (B-C) puis chauffé à une température supérieure à A_f (C-D). Par la suite, un deuxième échantillon est déformé jusqu'à la rupture (D-E).

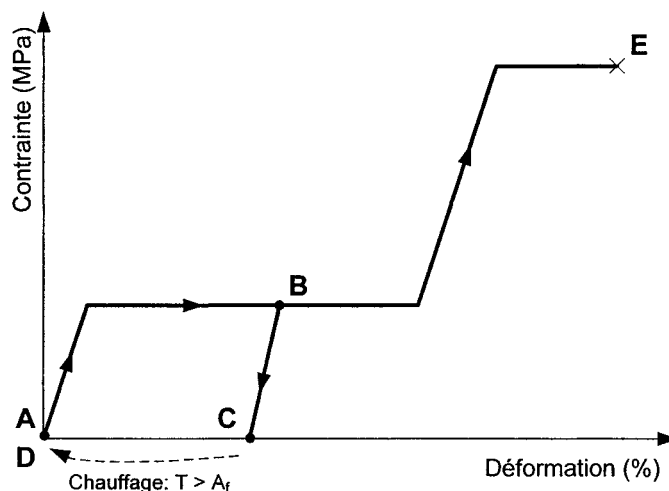


Figure 116 Séquence de chargement thermomécanique d'un essai de traction isotherme

4.3 Validation du banc d'essai

Dans un premier temps, la validation du banc d'essai a été effectuée en utilisant les données comparatives provenant de l'appareil de traction Enduratec. Par la suite, des mesures de répétitivité ont été effectuées pour les températures de déformation (T_d) de 60, 70 et 90°C . La figure 117 présente ces résultats.

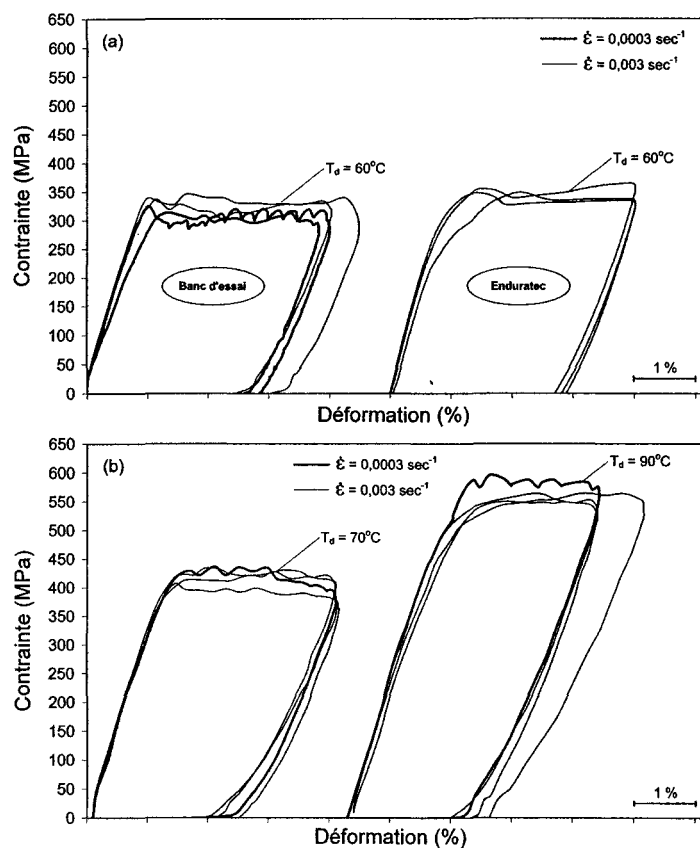


Figure 117 Essais de traction isothermes ($\epsilon_i = 4\%$) pour un alliage Ti-50.3at.%Ni (matériau 1; $T_T = 550^\circ\text{C}$) : (a) validation du banc d'essai ($T_d = 60^\circ\text{C}$); (b) répétitivité ($T_d = 70$ et 90°C)

Les valeurs moyennes de la contrainte critique (σ_{cr}) et des modules d'élasticité (E) pour le banc d'essai et l'Enduratec sont extraites de la figure 117a et présentées au Tableau XVI.

Tableau XVI

Validation des paramètres mécaniques ($T_d = 60^\circ\text{C}$)

	Banc d'essai	Enduratec	Erreur (%) ²
σ_{cr} (MPa) ¹	318	342	7
E (GPa) ¹	30.8	40.5	25

1: Valeurs moyennes

2: Les valeurs obtenues à l'aide de l'appareil Enduratec sont considérées comme étant des valeurs absolues pour le calcul d'erreur

L'allure générale des courbes obtenues à l'aide des deux montages est semblable (figure 117a). De plus, la comparaison des valeurs σ_{cr} est satisfaisante. Par contre, les modules d'élasticité sont relativement écartés. À cet effet, une attention particulière devra être prise si ces valeurs doivent être utilisées de façon absolue. Finalement, la vitesse de déformation est un autre paramètre modifiant les résultats de traction (figure 118).

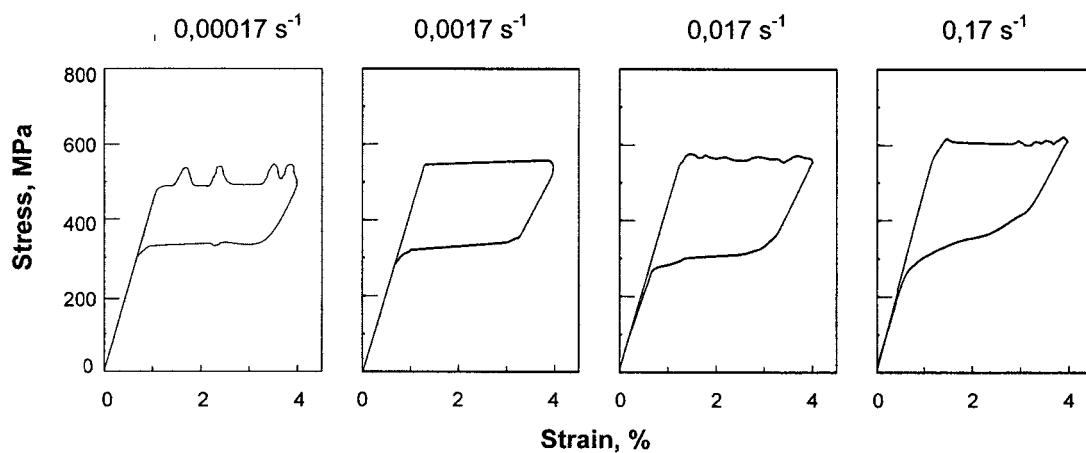


Figure 118 Influence de la vitesse de déformation [2]

On peut voir sur la figure 117a-b (trait gras) que l'utilisation d'une vitesse de déformation trop basse engendre beaucoup de bruit sur la courbe σ - ϵ . Par la suite, des

essais de traction isothermes ($T_d = -18$ à 350°C) ont été effectués afin d'obtenir les caractéristiques mécaniques de cet échantillon.

4.4 Essais de traction isothermes ($\epsilon_i = 4\%$)

Cette section présente les résultats des essais de traction isothermes obtenus pour des fils (Ti-50.3at.%Ni) ayant été déformés à 4%. La figure 119 présente les résultats de ces essais de traction.

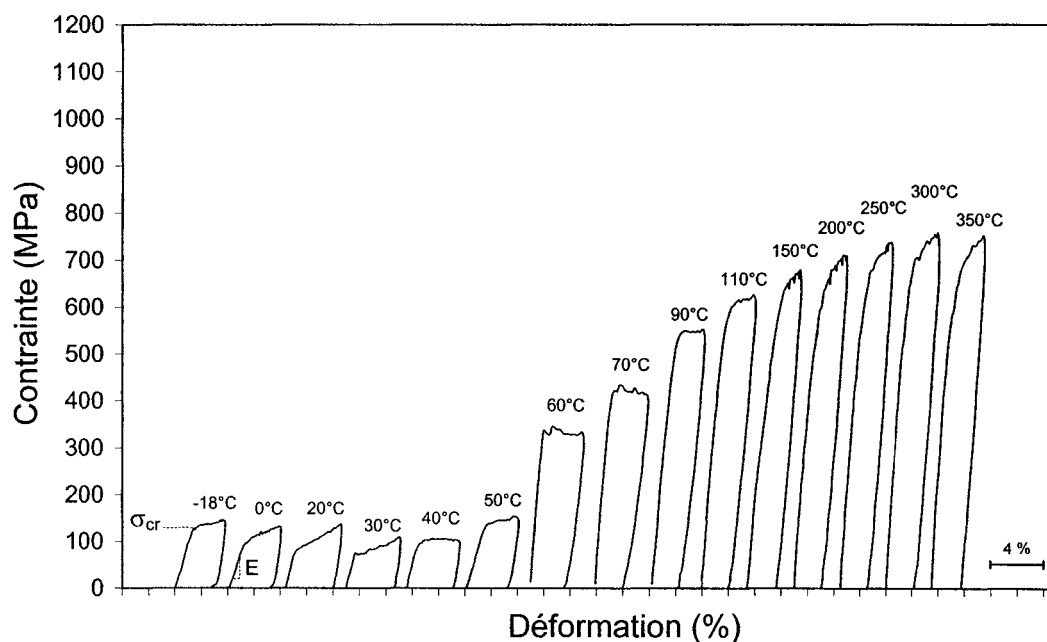


Figure 119 Essais de traction isothermes ($\epsilon_i = 4\%$) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C ; T_R , A_s et $A_f = 34, 47$ et 53°C)

Dans un premier temps, on remarque que la contrainte critique (σ_{cr}) diminue pour les températures de déformation de -18 à 30°C . Par la suite, les valeurs des plateaux de transformation augmentent ($T_d = 40$ à 90°C) puis se stabilisent ($T_d = 150$ à 350°C). L'évolution de la contrainte critique semble représenter la tendance espérée qui se

traduit par une diminution et une augmentation des valeurs de σ_{cr} pour des températures d'essai inférieures et supérieures à M_s (voir la figure 2). À la température de déformation de 150°C, l'allure de la courbe de traction se présente comme celle d'un matériau standard. Cela signifie donc que la température M_d est atteinte [59].

Finalement, l'effet superélastique n'est pas observé pour ce traitement thermique. Cela est surprenant car la superélasticité aurait dû être observée pour des températures de déformation supérieures à 60°C ($A_f = 53^\circ\text{C}$). Afin de vérifier si le changement de phase a lieu pendant l'essai (changement des propriétés mécaniques du matériau), la figure 120 a été tracée.

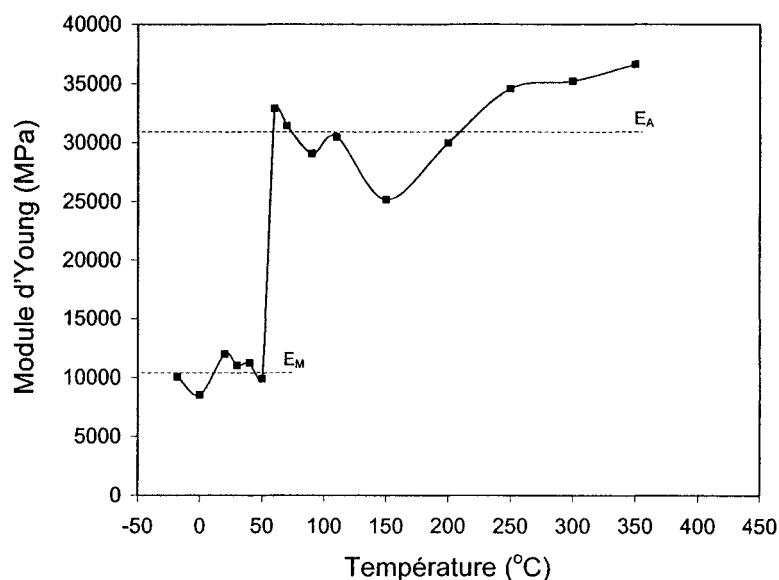


Figure 120 Évolution du module de Young en fonction de la température de déformation pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C; T_R , A_s et A_f = 34, 47 et 53°C) : données extraites de la figure 119

Il est évident qu'un changement de phase a lieu entre 50 et 60°C ($E_M \approx 10$ GPa vs $E_A \approx 30$ GPa) ce qui corrobore l'essai DSC. Alors, l'absence de superélasticité peut s'expliquer par le fait que le matériau atteint sa limite d'écoulement réelle avant de

pouvoir induire de la martensite sous contrainte ou qu'il survient un décalage important de A_f pendant l'essai de traction. La figure 121 présente une vérification effectuée avec le même matériau selon un traitement thermique à 450°C.

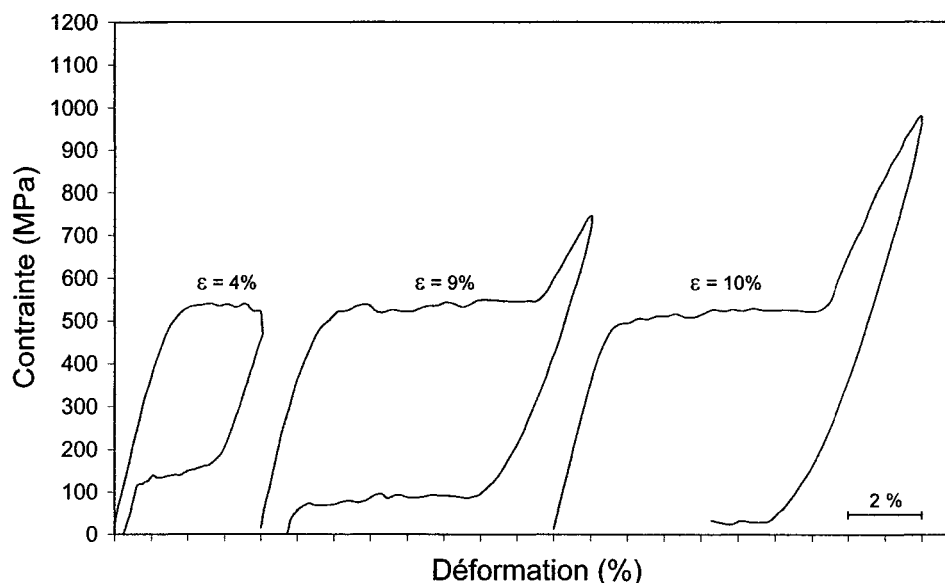


Figure 121 Essais de traction isothermes ($T_d = 70^\circ\text{C}$) de $\varepsilon_i = 4, 9$ et 10% de l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 450°C ; T_R, A_s et $A_f = 53, 30$ et 58°C)

Lorsque la température de recuit est diminuée (augmentation de la limite élastique), on peut clairement voir que l'effet superélastique est observé. De plus, on observe que l'amplitude du plateau de contrainte inférieure diminue lorsque la déformation appliquée augmente. En d'autres mots, on pourrait dire que l'amplitude du plateau inférieur tend vers une valeur nulle lorsque la déformation plastique du matériau augmente.

4.5 Essais de traction isothermes à la rupture

Suite aux essais de traction à une déformation de 4%, ces mêmes échantillons ont été amenés à la rupture. La figure 122 présente les courbes de traction isothermes à la rupture.

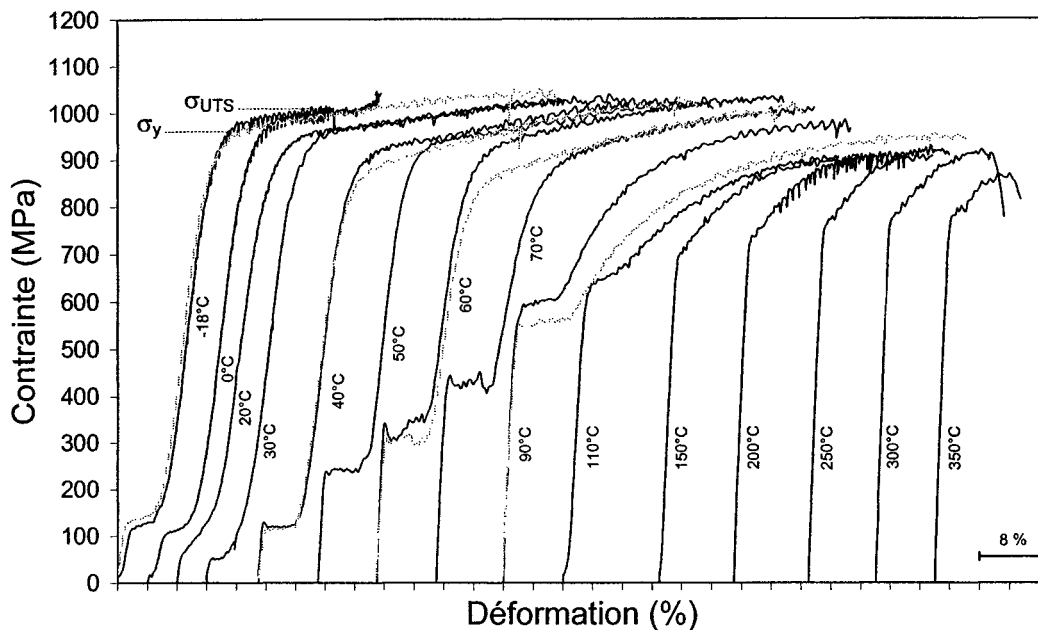


Figure 122 Essais de traction isothermes à la rupture de l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C; T_R , A_s et A_f = 34, 47 et 53°C)

Ce type de graphique nous informe sur les valeurs de la limite d'écoulement (σ_y) ainsi que sur la contrainte ultime (σ_{UTS}). Des essais de répétitivité (traits pointillés) ont été effectués pour les températures de -18, 40, 60 et 90°C afin de visualiser l'impact de l'utilisation d'un même échantillon pour effectuer un essai à 4% et un essai à la rupture. Lorsque l'essai est réalisé à une température supérieure à A_f , les résultats suggèrent que l'utilisation d'un même échantillon pour exécuter les deux tests augmente la contrainte critique. Pour les températures plus basses que A_f , le chauffage effectué entre les deux essais restitue la déformation, donc il n'y a pas d'effet au niveau de la contrainte critique pour ces températures de déformation.

ANNEXE 5

Absence de l'effet superélastique

5.1 Problématique

Suite à une série d'essais de traction isothermes au-dessus de A_f (voir annexe 4), les courbes de traction effectuées sur l'échantillon Ti-50.3at.%Ni ne présentent pas l'effet superélastique (suite à un PDA = 550°C). En effet, l'allure des courbes de traction est semblable au comportement mémoire de forme. Par contre, la pente élastique possède le module de Young de la phase austénitique ($E_M = 10$ GPa vs $E_A = 30$ GPa). De plus, le comportement superélastique de ce matériau est obtenu pour une température de traitement thermique plus basse (PDA = 450°C).

Les deux hypothèses soulevées sont : (1) la phase austénitique subie des déformations plastiques qui empêchent la transformation sous contrainte; (2) un décalage des températures de transformation A_s et A_f (et peut-être R_s^h et R_f^h) dû à la contrainte appliquée ne permet pas l'obtention de la superélasticité (essai de traction effectué dans le domaine A_s - A_f).

5.2 Matériau et méthodologie expérimentale

Afin de vérifier ces deux hypothèses, cette étude de cas est réalisée pour trois températures de déformation (70, 80 et 90°C), ainsi que pour deux températures de recuit (450 et 550°C).

Tableau XVII

Traitements thermiques et températures de déformation l'alliage Ti-50.3at.%Ni

échantillon	PDA (°C)	T _d (°C)
#1	450	70
#2	550	70
#3	550	80
#4	550	90

Des essais DSC sont effectués suite à une déformation de 4% afin de quantifier le décalage des températures A_s - A_f . La mesure de la résistivité électrique permet d'évaluer les changements de phase pendant l'essai de traction. Les données expérimentales des essais DSC, des essais de traction et de résistivité électrique ont été obtenues sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni fourni par la compagnie Special Metal Co. Ce matériau est un fil d'un diamètre de 1mm étiré à froid de 40%. Les essais DSC sont effectués sur des fragments d'une masse de 20 mg, tandis qu'une longueur effective de 70 mm a été utilisée pour les essais combinés de traction et de résistivité électrique.

Les échantillons ont été recuits à 450 et 550°C pendant 1h00 puis trempés à l'eau à la température ambiante. Les températures de transformation de phase ont été déterminées à l'aide de l'appareil de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) Pyris 1 DSC (Perkin Elmer) dans une plage de températures de -50 à 100°C avec un taux de balayage de 10°C/min. Le Tableau XVIII présente les températures de transformation de phase en fonction du traitement thermique.

Tableau XVIII

Températures de transformation de phase (°C) de l'alliage Ti-50.3at.%Ni en fonction des traitements thermiques post déformation (PDA)

PDA	Refroidissement				Chauffage			
	M _f	M _s	R _f	R _s	R _s	R _f	A _s (°C)	A _f
450	-55	-10	43	53	30 (*)		58 (*)	
550	6	10	31	34	-	-	47	53

(*) : Les résultats des essais DSC ne permettent pas de séparer les deux stades de la transformation de phase.

Les essais de traction isothermes et de résistivité électrique sont effectués simultanément dans le banc d'essai de traction. La force ainsi que l'élongation de l'échantillon sont respectivement mesurées par une cellule de charge et un capteur de déplacement de type LVDT. Le voltage aux bornes de l'échantillon est mesuré à l'aide d'un multimètre Keitley 2100. Un bain thermique est utilisé afin d'assurer les températures de déformation (70, 80 et 90°C). Un système d'acquisition Labview permet de mesurer et d'enregistrer simultanément la force, le déplacement ainsi que le voltage aux bornes de l'échantillon.

5.3 Résultats et discussion

La façon la plus rapide de valider la présence (ou non) de déformation plastique suite à l'essai de traction est de simplement vérifier la reprise de forme au chauffage. Il s'est avéré que les échantillons #2 (PDA = 550°C, T_d = 70°C) et #3 (PDA = 550°C, T_d = 80°C) ont présenté un retour de forme parfait lors du chauffage, tandis que les échantillons #1 (PDA = 450°C, T_d = 70°C) et #4 (PDA = 550°C, T_d = 90°C) ont affiché une déformation permanente de 0.4 et 0.9% respectivement suite à une déformation de 4%. Ce simple test permet donc d'éliminer l'hypothèse de l'influence des déformations plastiques de la phase austénitique pour les échantillons #2 et #3.

La figure 123 présente les résultats DSC de l'alliage Ti-50.3at.%Ni pour les quatre échantillons étudiés. L'essai DSC d'un échantillon « non-déformé » représente un essai standard suite au traitement thermique et d'une trempe à l'eau. L'échantillon « déformé à 4% » indique que ce dernier a été déformé à 4% dans le banc de traction avant l'essai DSC. Le but de ce test est de quantifier le décalage des températures A_f « avant » et « après » déformation afin d'expliquer le comportement des courbes de traction.

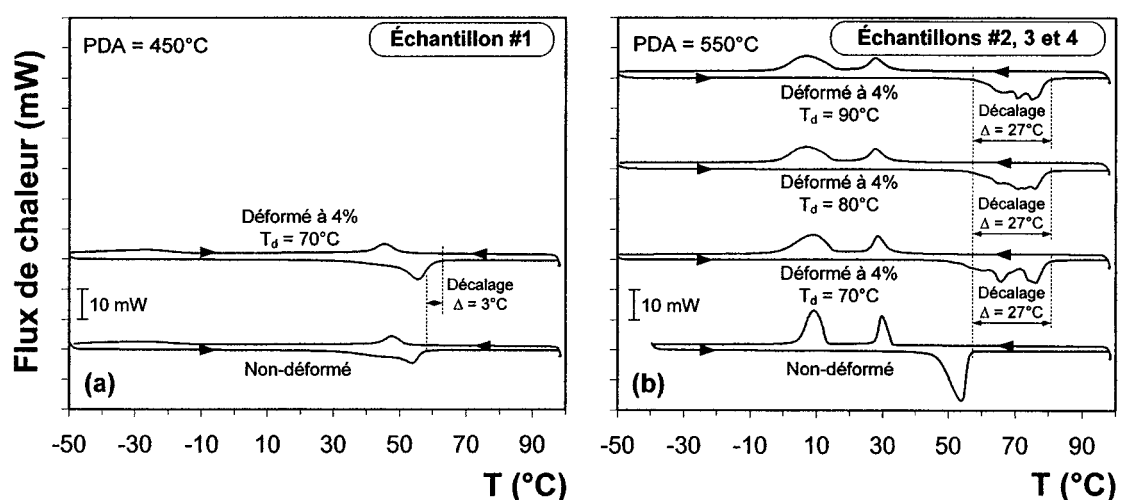


Figure 123 Essais DSC sur l'alliage Ti-50.3at.%Ni pour des échantillons déformés à 4% et non-déformés en fonction de la température de déformation (T_d) (a) PDA = 450°C, (b) PDA = 550°C

Les essais DSC sur l'échantillon #1 (figure 123a) montrent que le décalage des températures A_f est pratiquement négligeable ($< 3^\circ\text{C}$). Par contre, les essais DSC sur les échantillons #2, #3 et #4 (figure 123b, c et d) montrent que ce décalage est important (27°C). Ces résultats corroborent ceux de Liu et al. [33] en ce qui a trait à l'augmentation significative des températures de transformation A_s et A_f suite à une déformation des échantillons. Ces essais DSC démontrent donc que l'effet superélastique doit être observé pour les échantillons #1 et #4 et que l'effet mémoire de

forme (et peut-être un effet superélastique partiel) doit être noté pour les échantillons #2 et #3 (essais dans le domaine A_s - A_f).

La forme non habituelle des pics de transformation peut s'expliquer par le fait que l'état de contrainte et l'état de phase du matériau évoluent pendant le chauffage à l'intérieur de l'appareil DSC. En d'autres mots, la martensite formée sous contrainte n'a pas les propriétés homogènes (propriétés différentes) et chaque pic de transformation représente la transformation $M \rightarrow A$ de ces martensites.

Finalement, le décalage important des températures A_f (échantillons #2, #3 et #4) provient du fait que la déformation à 4% provoque l'écrouissage additionnel de l'échantillon dû à la transformation (*transformation-induced hardening*) et ainsi, augmente l'énergie à fournir afin de favoriser la transformation (décalage important des pics). L'écrouissage résiduel de l'échantillon soumis à un PDA = 450°C est plus important que celui provoqué lors de la déformation en traction, ce qui explique que cette contribution est moindre que dans le cas de PDA = 550°C (décalage de 3°C contre 27°C).

La figure 124 présente les résultats de résistivité électrique ainsi que la contrainte en fonction de la déformation de l'échantillon. Les changements de pente significatifs de la résistivité électrique nous informent d'un début de changement de phase. Pour leurs parts, les courbes σ - ε montrent les contraintes critiques de transformation ainsi que la superélasticité (partielle ou complète) ou l'effet mémoire de forme.

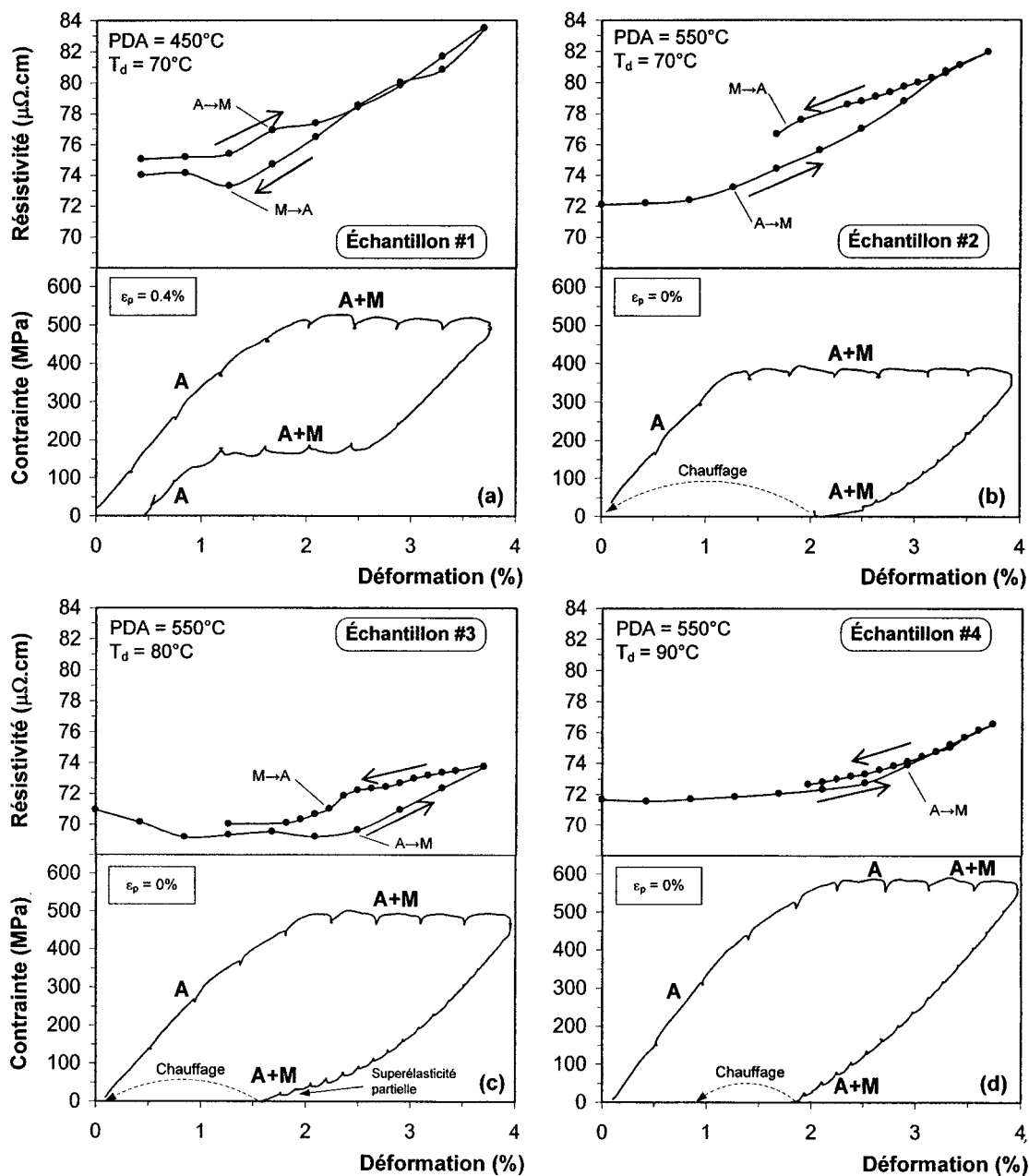


Figure 124 Résistivité électrique et contrainte en fonction de la déformation de l'échantillon Ti-50.3at.%Ni pour différents traitements thermiques (PDA) et températures de déformation (T_d)

Tel que discuté plus haut, les courbes de traction effectuées sur les échantillons #1, #2 et #3 se comportent selon les résultats obtenus aux essais DSC. Par contre, les résultats de l'échantillon #4 ne montrent pas l'effet superélastique.

La figure 124a montre clairement que l'effet superélastique est obtenu. De plus, la courbe de résistivité électrique présente deux changements importants de la pente ce qui concorde avec les points de transformation de la courbe de traction. L'échantillon est initialement à l'état austénitique pour ensuite transformer (sous contrainte) cette dernière en martensite. Ainsi, le comportement superélastique est possible car l'augmentation de A_f pendant l'essai de traction est négligeable. La déformation permanente ($\epsilon_p = 0.4\%$) est due à la déformation plastique de l'échantillon.

Les courbes de traction des figure 124b et figure 124c semblent se comporter, a priori, tel qu'un échantillon à mémoire de forme dont l'état de phase initial serait la martensite. Par contre, les courbes de résistivité électrique montrent que l'état de phase initial est de l'austénite car ces dernières présentent clairement un changement de phase au chargement (figure 124b et figure 124c) et au déchargement (figure 124c). De plus, le module de Young est celui de l'austénite. Tel que présenté plus haut, l'effet superélastique n'est pas visible ici car les températures A_f augmentent pendant l'essai de traction lui-même. Donc, l'état de phase suite au déchargement est un mélange austénite + martensite (présence plus importante d'austénite pour l'échantillon #3 car on note une superélasticité partielle comparativement à l'échantillon #2). Finalement, la déformation résiduelle est complètement récupérée au chauffage ($\epsilon_p = 0\%$).

La courbe de traction de l'échantillon #4 ne présente pas l'allure espérée car l'essai DSC suggérait un comportement superélastique. Par contre, on peut voir que le changement de pente de la résistivité électrique s'effectue pendant le plateau de contrainte ($\epsilon = 2.8\%$) et non pas à l'intersection du plateau et de la zone élastique. Cette température de

déformation (90°C) représente donc la limite à laquelle l'austénite commence à se déformer plastiquement ce qui engendre un retour de forme de seulement 0.9% et une déformation permanente de 0.9%.

5.4 Conclusions

- Pour un échantillon recuit à 550°C, l'essai de traction engendre un décalage (augmentation) important des températures A_f ce qui augmente la température de référence à laquelle ce comportement superélastique peut être obtenu. De plus, une baisse importante de la limite d'écoulement se manifeste. Ces deux phénomènes (qui se manifestent simultanément) diminuent drastiquement la fenêtre de superélasticité;
- Pour un échantillon recuit à 450°C, l'essai de traction ne produit pas de décalage significatif des températures A_f . De plus, la limite d'écoulement n'est pas affectée ce qui permet d'obtenir l'effet superélastique;
- Les échantillons déformés à 70 et 80°C présentent un retour de forme parfait suite au chauffage;
- Les échantillons déformés à 90°C se déforment plastiquement pendant l'essai de traction résultant en un retour de forme partiel suite au chauffage.

ANNEXE 6

**Résultats bruts des essais de déformation récupérable
au chauffage en flexion sur les alliages Ti-50.0at.%Ni et Ti-50.7at.%Ni**

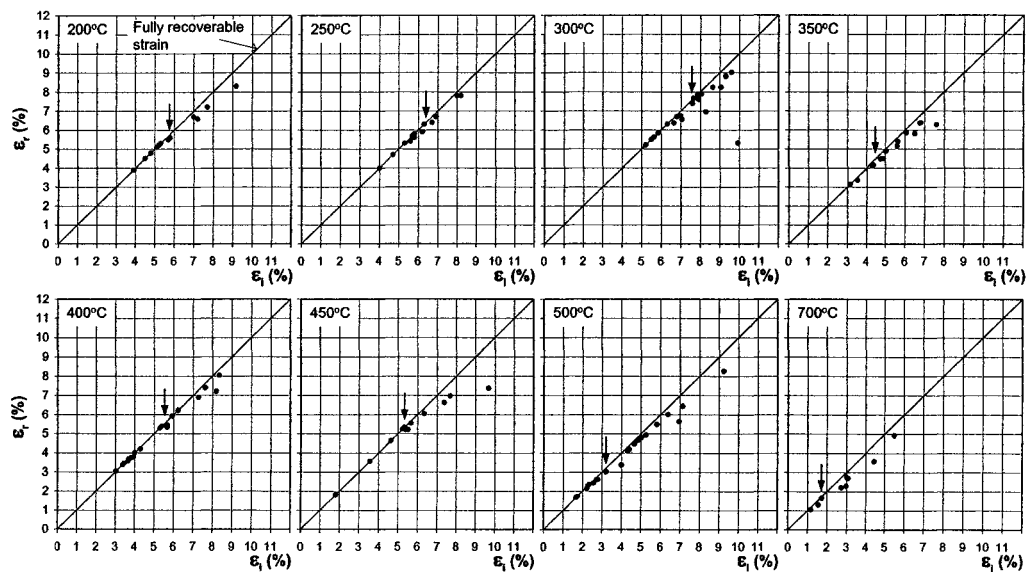


Figure 125 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$, $T_i =$ près de M_s

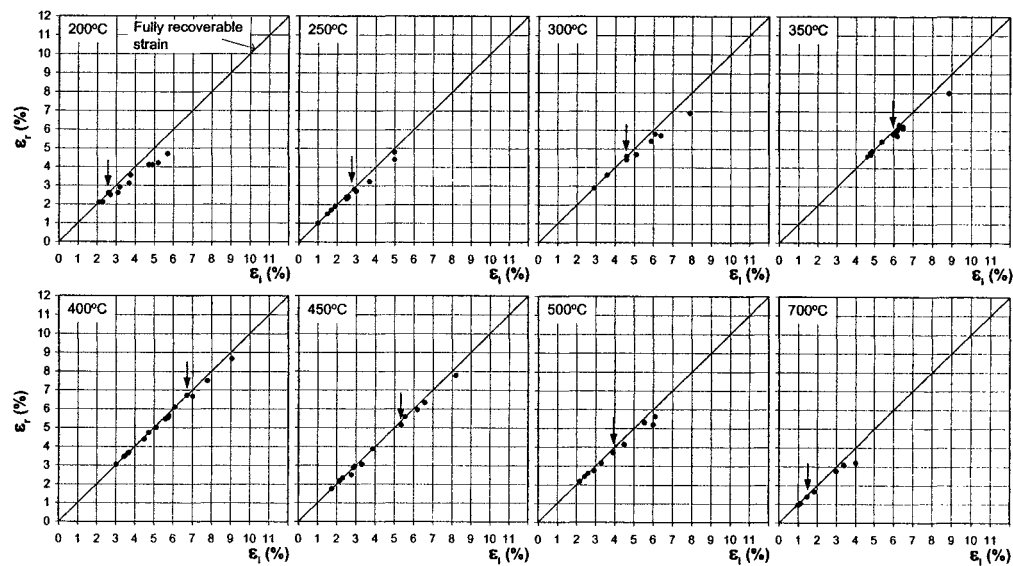


Figure 126 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.52$, $T_i =$ près de M_s

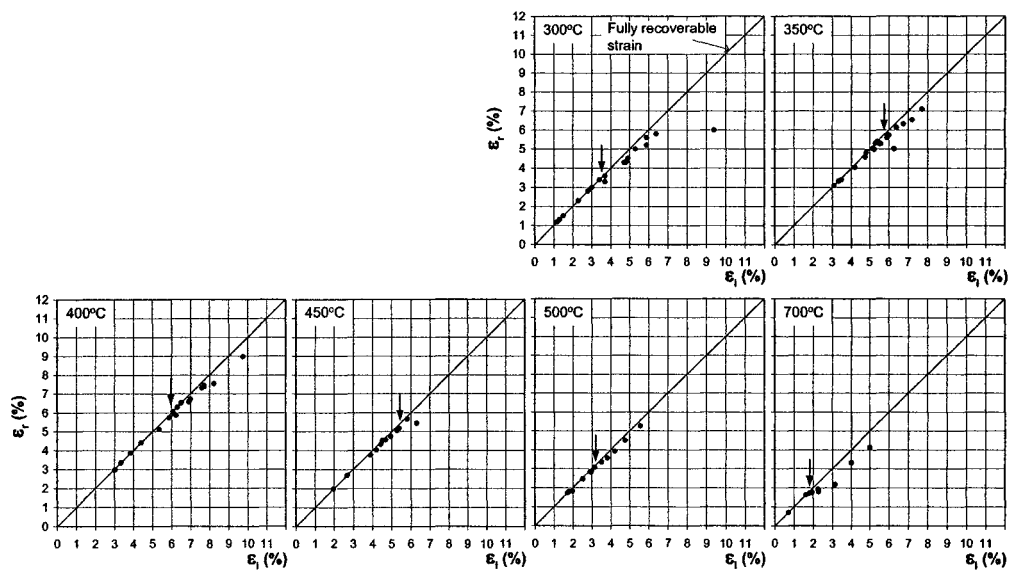


Figure 127 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.88$, $T_i =$ près de M_s

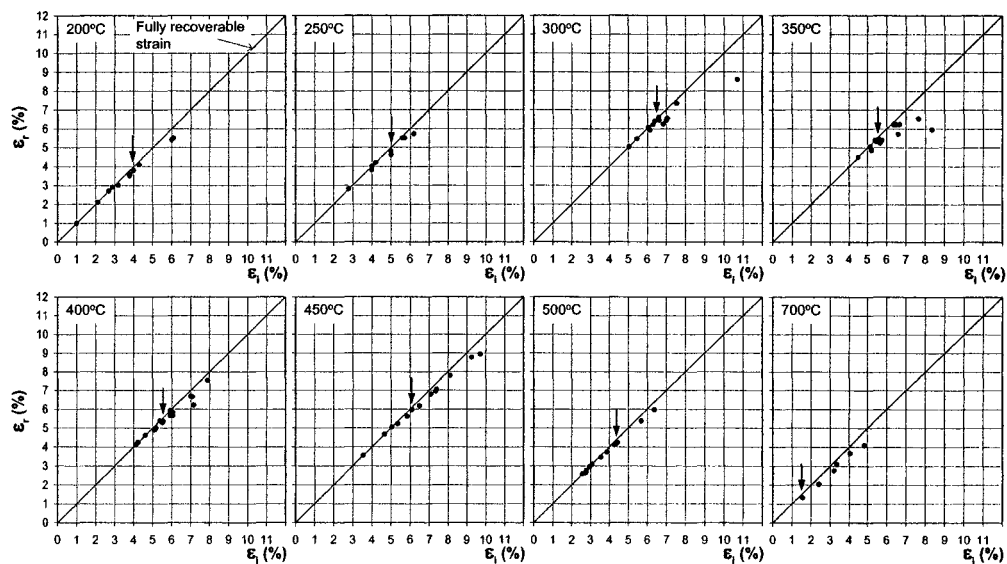


Figure 128 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$, $T_i =$ près de T_R

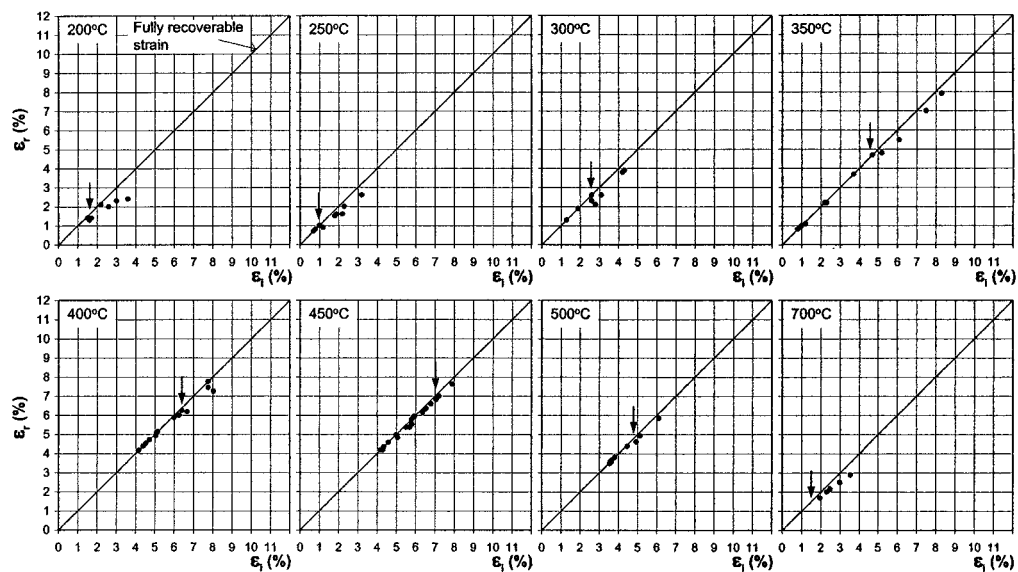


Figure 129 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.52$, $T_i = \text{près de } T_R$

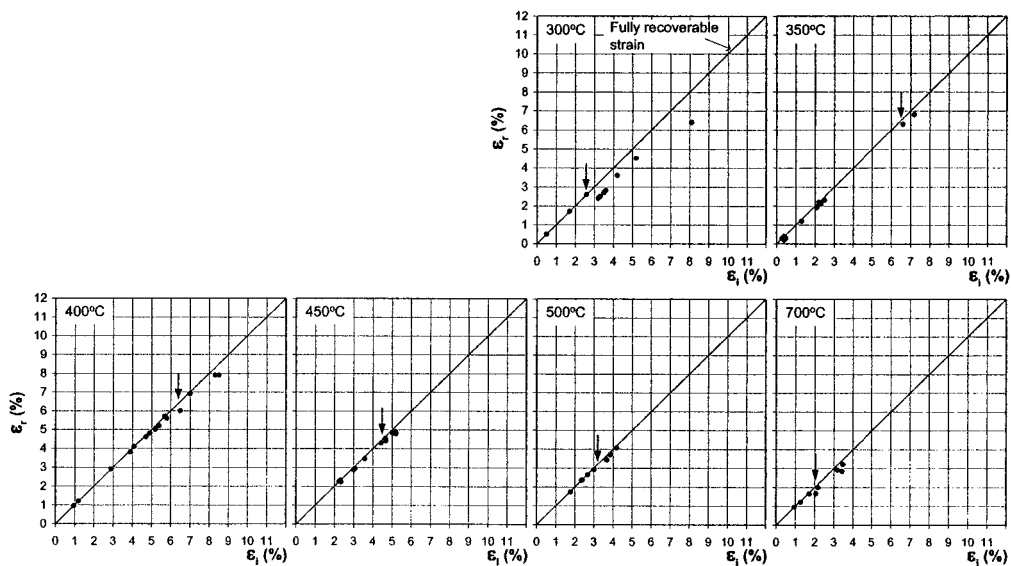


Figure 130 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.0at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.88$, $T_i = \text{près de } T_R$

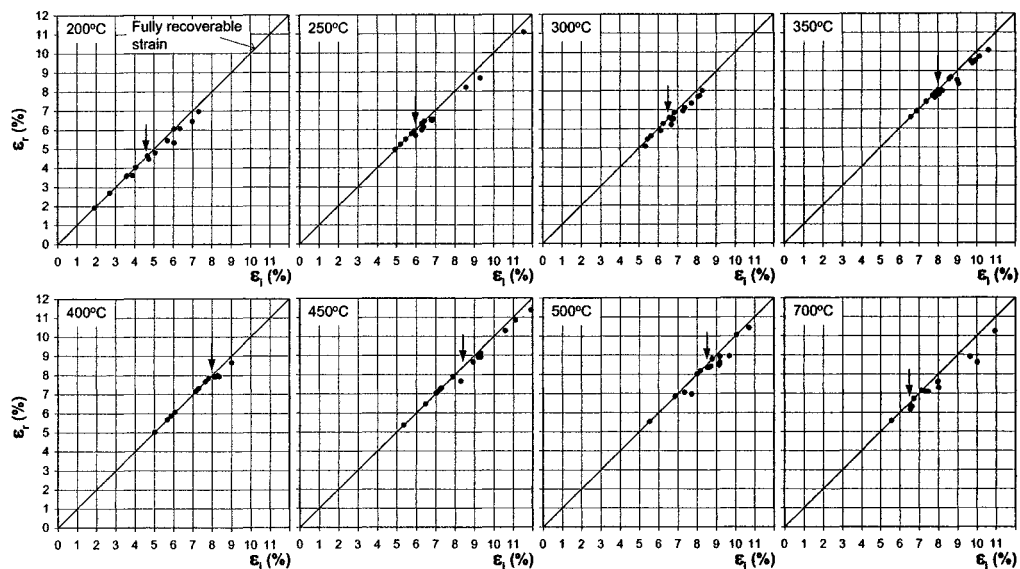


Figure 131 Déformation récupérable (ε_r) en fonction de la déformation induite (ε_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$, $T_i = \text{près de } M_s$

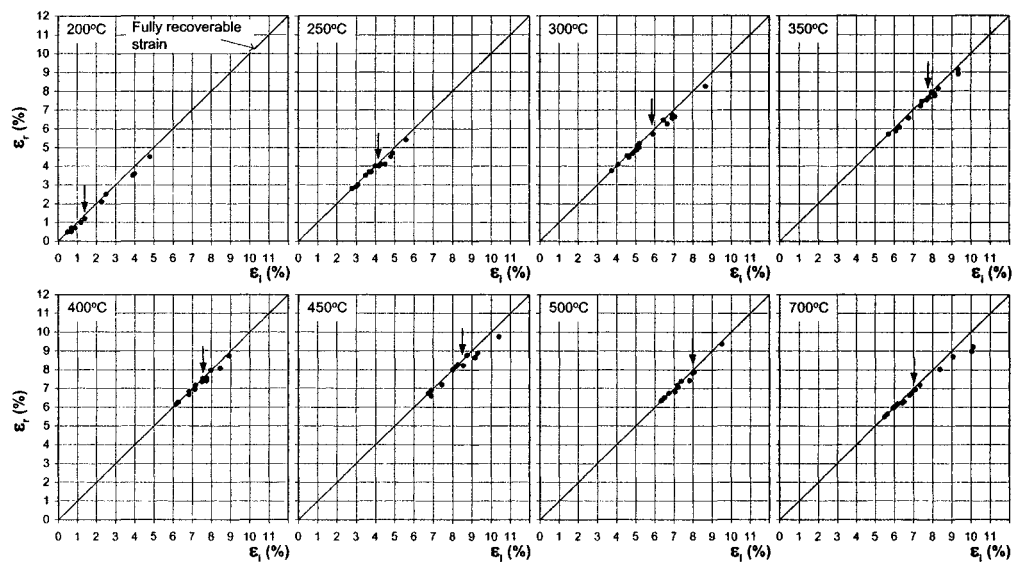


Figure 132 Déformation récupérable (ε_r) en fonction de la déformation induite (ε_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.56$, $T_i = \text{près de } M_s$

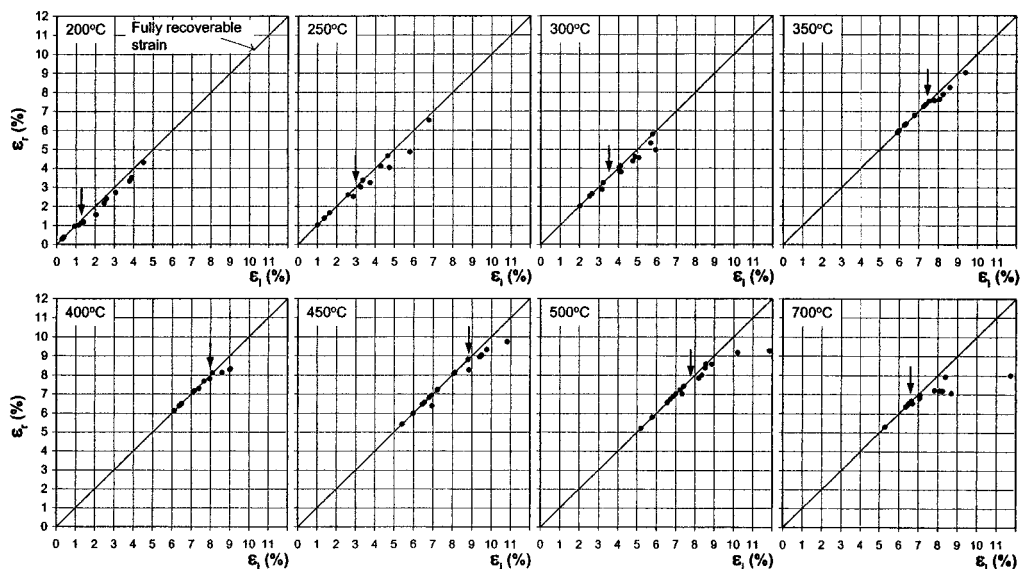


Figure 133 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.77$, $T_i = \text{près de } M_s$

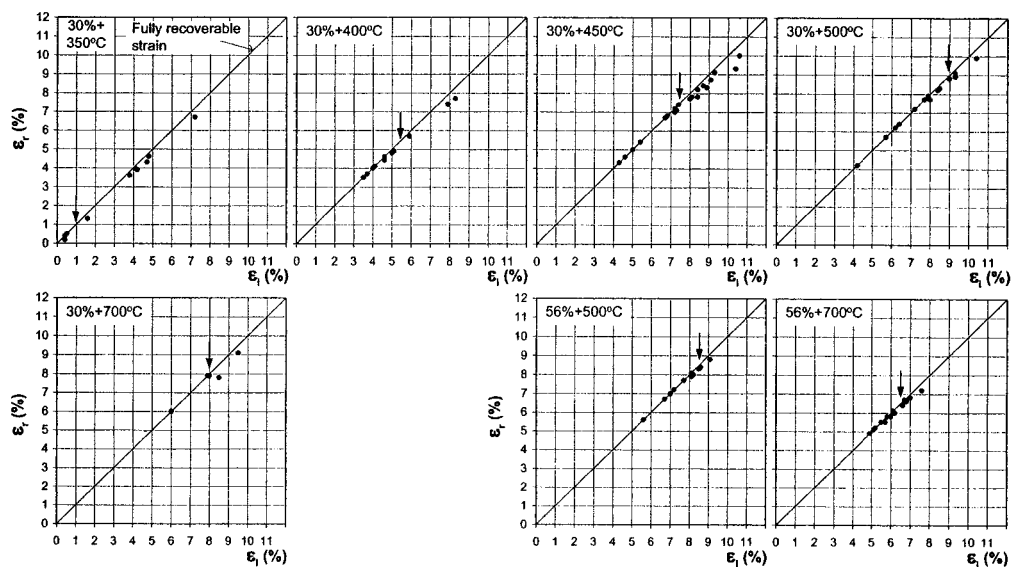


Figure 134 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.30$ et 0.56 , $T_i = \text{près de } T_R$

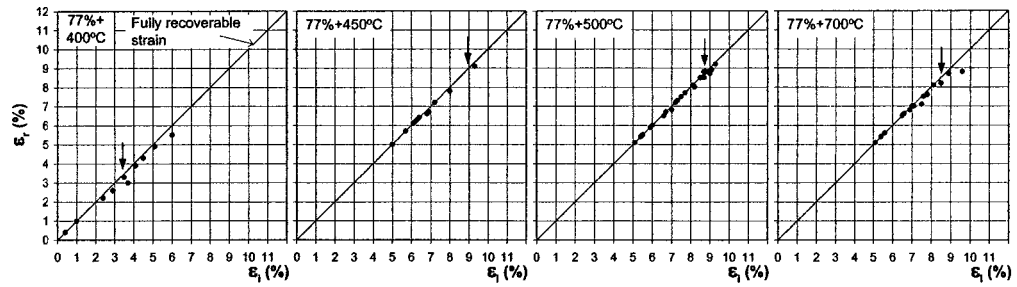


Figure 135 Déformation récupérable (ϵ_r) en fonction de la déformation induite (ϵ_i) pour l'alliage Ti-50.7at.%Ni suite à un LTMT $e = 0.77$, $T_i = \text{près de } T_R$

ANNEXE 7

**Validation du banc d'essai de génération de
contrainte au chauffage (Ti-50.3at.%Ni) et de la mesure de la
résistivité électrique sous contrainte (Ti-50.22at.%Ni)**

7.1 Essais de génération de contrainte

Les essais de génération de contrainte proprement dits ont été réalisés sur les alliages Ti-50.3at.%Ni (matériau 1) et Ti-50.22at.%Ni (matériau 2). Les essais de résistivité électrique ont été réalisés sur le matériau 2 seulement. Suite aux traitements thermiques, l'échantillon est fixé entre les mâchoires puis la température de la chambre thermique est descendue à -18°C . Lorsque l'essai de résistivité est effectué, le multimètre Keitley 2100 est branché selon la méthode à quatre fils. La figure 136 schématise la séquence de chargement d'un essai de génération de contrainte. L'échantillon, d'une longueur effective de 70 mm, est déformé entre 2 et 11% à une température de déformation de -18°C (A-B). L'échantillon est ensuite chauffé ($\varepsilon = \text{constante}$) jusqu'à la stabilisation de la contrainte générée (B-C). Dans le cas du matériau 2, ce dernier a été refroidi jusqu'à la température ambiante (C-D).

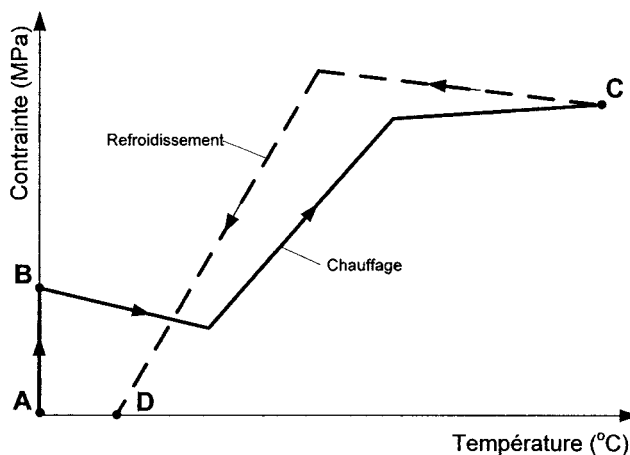


Figure 136 Séquence de chargement thermomécanique d'un essai de génération de contrainte

7.2 Génération de contrainte au chauffage de l'alliage à mémoire de forme Ti-50.3at.%Ni

La figure 86 montre une courbe de génération de contrainte ainsi que les données extraites des figure 119 et figure 122. L'échantillon n'ayant pas été retiré du montage suite à la déformation initiale, le niveau de la contrainte initiale représente en fait la contrainte obtenue suite à la déformation.

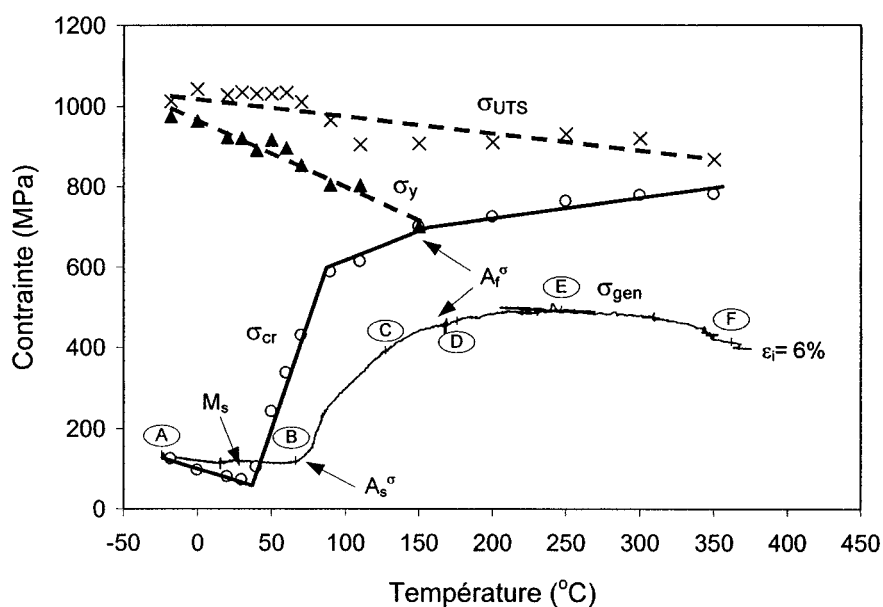


Figure 137 Évolution de la contrainte générée (σ_{gen}) lors du balayage en température ainsi que la contrainte critique (σ_{cr}), la limite d'écoulement (σ_y) et la contrainte ultime (σ_{UTS}) obtenues à partir d'essais de traction isothermes pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 550°C)

De façon générale, la courbe de contrainte générée peut se diviser en cinq principaux segments (A à F). Dans un premier temps, l'échantillon est à l'état martensitique. Le segment « A-B » montre que la contrainte interne du matériau diminue jusqu'à l'atteinte de la température A_s^σ (température à laquelle la transformation martensitique inverse débute). Il faut remarquer ici que cette température A_s semble évoluer vers de plus

hautes températures en fonction de la déformation initiale (ϵ_i). Des résultats similaires obtenus par Li et al. [7] démontrent que la température de transformation inverse augmente lorsque la déformation initiale du matériau augmente.

À partir de la température A_s^σ , il survient une augmentation importante de la contrainte générée « B-C ». Selon Jin et Cao [11], cette section de la courbe représente l'augmentation linéaire de la contrainte en fonction de la température. Par la suite, la contrainte générée augmente beaucoup moins rapidement « C-D » et se stabilise « D-E ». Ces sections de la courbe de génération de contrainte représentent l'endroit où la limite élastique de la phase mère est inférieure à la contrainte critique de transformation. La phase austénitique commence à plastifier et la contrainte diminue « E-F » [11].

Il est aussi pertinent de visualiser l'évolution de la contrainte critique, de la limite d'écoulement et de la contrainte ultime en fonction de la température. La figure 137 montre que l'allure de la courbe de la contrainte critique semble suivre la même tendance que les courbes de génération de contrainte. En effet, il y a diminution de la contrainte critique jusqu'à l'atteinte de la température M_s . Par la suite, il survient une augmentation drastique de la contrainte critique de transformation puis une stabilisation de ces dernières. De plus, la température M_d (ou A_f^σ) semble être atteinte aux environs de 150°C car à cet endroit, la limite d'écoulement du matériau et la contrainte critique sont semblables [22].

Par la nature même des deux mécanismes en présence, la courbe de la génération de contrainte ne représente pas la courbe de transformation (σ_{tr}^A). Par contre, la mesure de la contrainte générée (étant beaucoup moins longue et donc plus facilement réalisable) peut être employée afin d'évaluer rapidement la température A_f^σ .

Afin de vérifier que les changements de pente sur la courbe de génération de contrainte (figure 137 : sections « B-C » et « C-D ») n'étaient pas dus à la lecture de la contrainte apparente, une mesure du changement de géométrie du fil a été effectuée. Un appareil vidéo extensiomètre de marque *Messphysik ME46* a été utilisé afin de mesurer le changement de diamètre du fil. La figure 138 présente les résultats de cet essai.

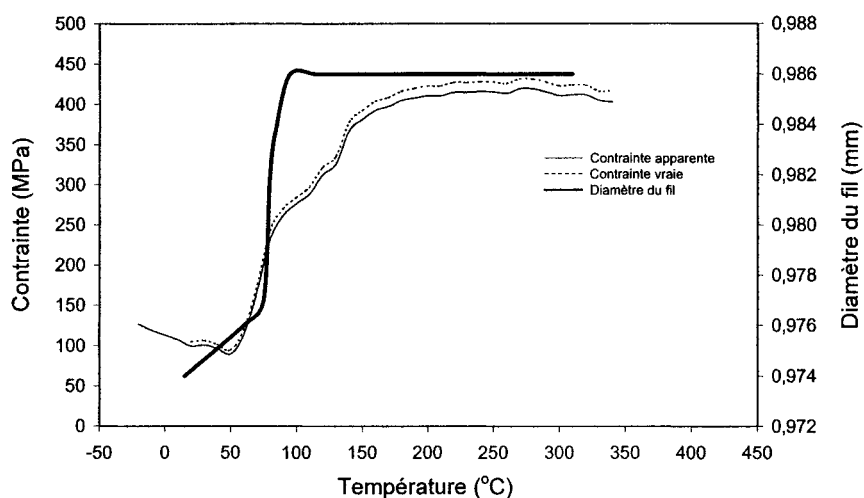


Figure 138 Évolution de la contrainte apparente, de la contrainte vraie et du diamètre du fil en fonction de la température pour l'alliage Ti-50.3at.%Ni (PDA = 450°C)

On peut clairement voir qu'il y a un changement du diamètre du fil à une température de 80°C (température à laquelle il y a changement de pente de la courbe de génération de contrainte). Par contre, il est tout aussi évident que ce changement de diamètre n'affecte pas significativement la contrainte réelle. Par conséquent, l'utilisation de la contrainte apparente dans le cadre de ce projet est tout à fait adéquate.

7.3 Influence de la déformation initiale et du traitement thermomécanique de l'alliage Ti-50.22at.%Ni

Cette section présente les résultats de génération de contrainte au chauffage en fonction de la température de balayage pour l'alliage Ti-50.22at.%Ni (matériau 2). De la même façon pour ces courbes (figure 139), la contrainte minimale (σ_{\min}) est la contrainte appliquée afin de déformer l'échantillon (ϵ_i) et la contrainte maximale (σ_{\max}) est la contrainte maximale absolue atteinte pendant l'essai.

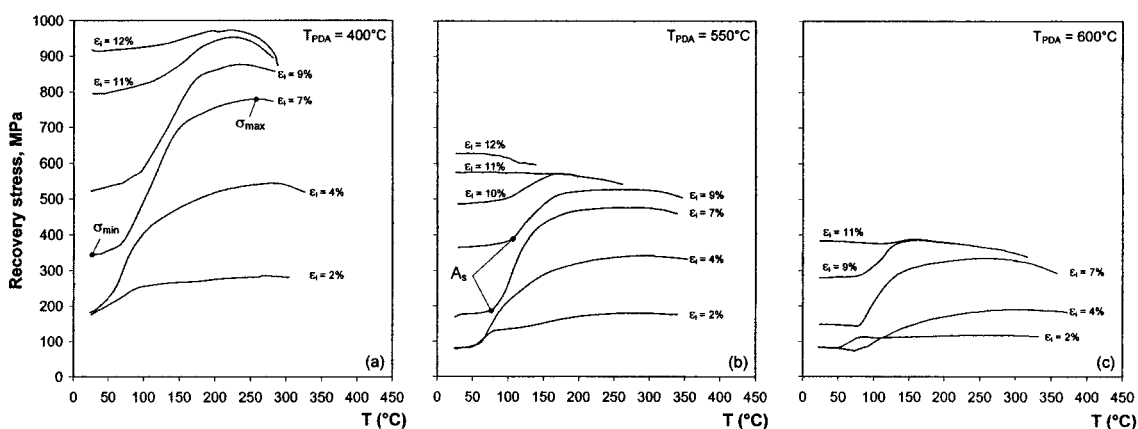


Figure 139 Évolution de la contrainte générée au chauffage de l'alliage Ti-50.22at.%Ni pour différents taux de déformation initiale (a) PDA = 400°C, (b) PDA = 550°C, (c) PDA = 600°C

La figure 139 montre que les températures de début et de fin de génération de contrainte (A_s et A_f^σ) semblent évoluer vers de plus hautes valeurs lorsque la déformation initiale augmente. Pour sa part, la figure 140 présente l'évolution de la contrainte générée relative ($\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$) en fonction du taux de déformation initiale.

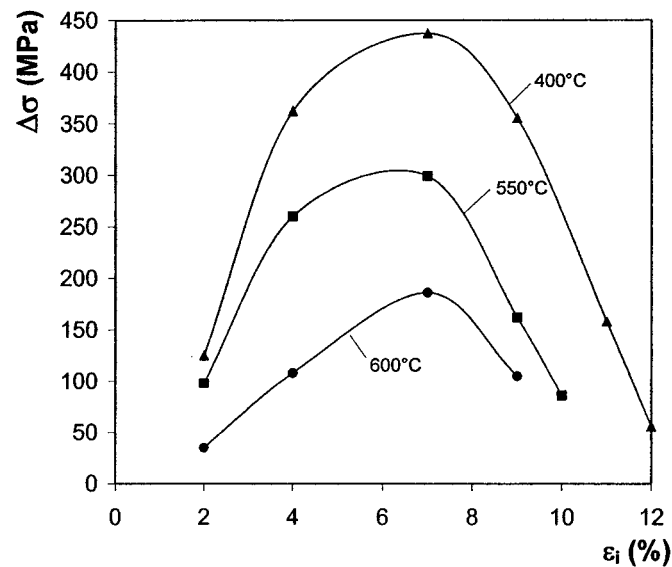


Figure 140 Influence de la déformation initiale sur la contrainte pouvant être générée par l'alliage Ti-50.22at.%Ni, données extraites de la figure 139

On peut clairement voir sur la figure 140 qu'il existe une déformation initiale où la contrainte pouvant être générée est optimale. Pour ce matériau, cette déformation initiale se situe à 7%. De plus, il existe aussi une température de traitement thermique (ici, 400°C) où ce matériau fournira une contrainte générée maximale.

7.4 Résistivité électrique de l'alliage Ti-50.22at.%Ni

La résistivité électrique est une mesure qui permet de caractériser le changement des propriétés d'un matériau pendant un balayage en température. Cette mesure peut donc être indirectement interprétée comme étant le changement de phase du matériau et peut nous renseigner sur les températures de transformation de phase. Cet essai, comparable à un essai DSC, devient d'autant plus intéressant lorsque l'échantillon est dans un état de chargement mécanique quelconque. La figure 87 présente différents schémas de courbes

de résistivité électrique en fonction de la température. Ces courbes sont schématisées à partir de courbes expérimentales recueillies dans la littérature [20;59;66].

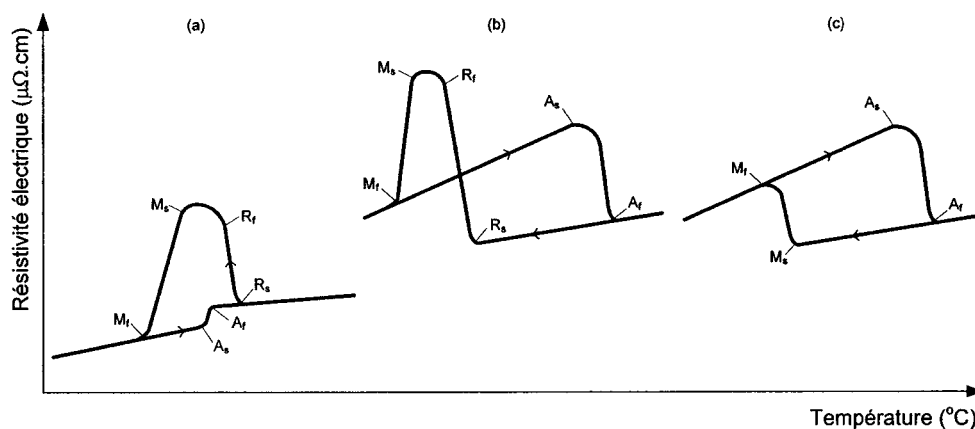


Figure 141 Représentation schématique de différentes courbes de résistivité électrique en fonction de la température : (a) résistivité sous contrainte nulle, présence de la phase R; (b) résistivité sous contrainte, présence de la phase R; (c) résistivité sous contrainte, sans présence de la phase R (basé sur [20;59;66])

La figure 87(a) présente l'allure typique d'un essai de résistivité électrique sous contrainte nulle. Pendant le chauffage, les températures de transformation inverse sont déterminées par le changement de pente (légère augmentation de la résistivité électrique). Pendant le refroidissement, on note la présence de la phase R par un pic caractéristique et les températures de transformation directe sont déterminées telles qu'illustrées. La figure 87(b) et (c) montrent respectivement l'allure typique d'une courbe de résistivité électrique sous contrainte appliquée présentant (b) ou non (c) une phase R pendant la transformation directe. Habituellement, l'amplitude de la résistivité électrique est plus importante pour un essai sous contrainte appliquée que pour un essai sous contrainte nulle. De plus, la transformation inverse est beaucoup plus marquée pour un échantillon sous contrainte. De la même façon que pour l'échantillon sous contrainte

nulle (non présenté ici), la transformation directe peut présenter, ou non, une phase R qui est caractérisée par son pic de transformation.

Des essais expérimentaux de résistivité électrique ont été effectués sur l'alliage Ti-50.22at.%Ni pour un traitement thermique à 550°C. Les résultats de ces essais ainsi que les courbes de contrainte générée correspondantes sont présentés à la figure 142.

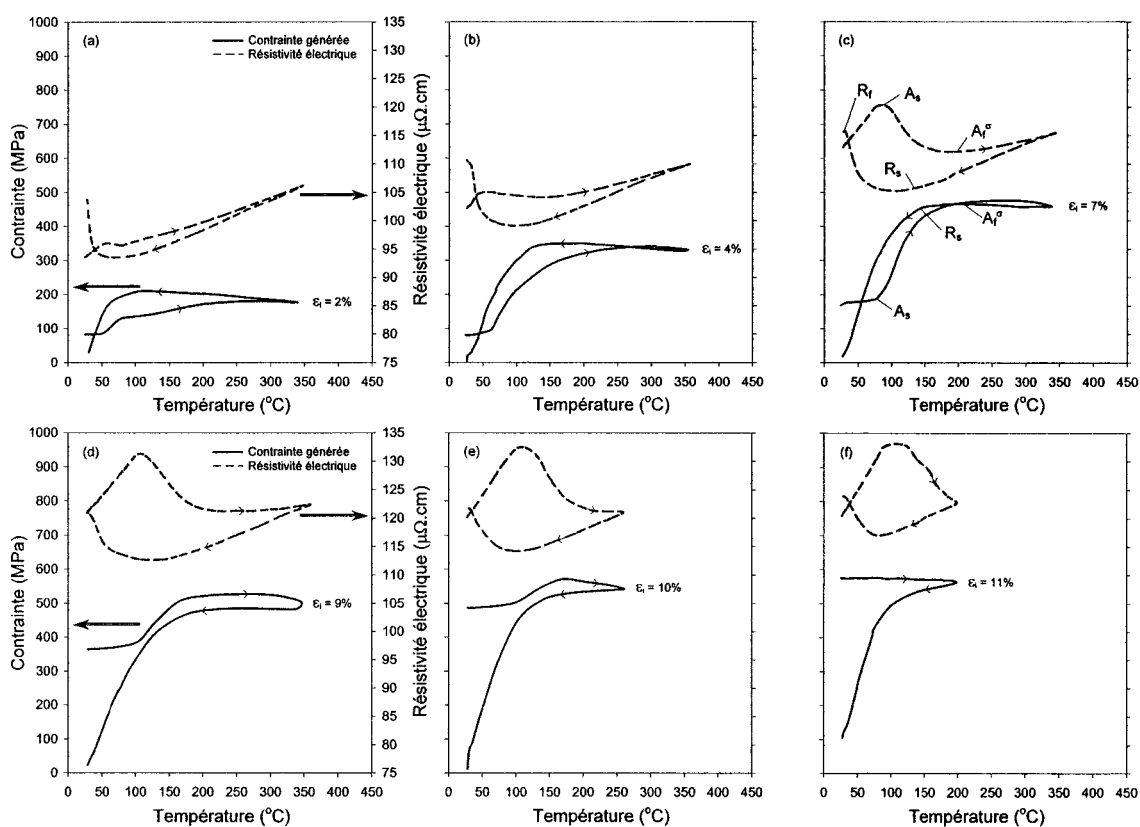


Figure 142 Évolution de la contrainte générée (échelle de gauche) et de la résistivité électrique (échelle de droite) de l'alliage Ti-50.22at.%Ni (PDA = 550°C) en fonction de la température (chauffage et refroidissement)

Dans un premier temps, on remarque que l'amplitude de la résistivité électrique augmente en fonction du taux de déformation initiale ($\epsilon_i = 2$ à 7%) puis se stabilise pour

de forts taux de déformation initiale ($\epsilon_i = 9$ à 11%). La figure 88(c) illustre la façon d'obtenir les températures de transformation sous contrainte. Pendant le chauffage, la résistivité augmente linéairement jusqu'à l'atteinte du point A_s où il y a un changement brusque de la pente de la courbe. Ce point désigne le début de la transformation [66] et correspond au début de la génération de contrainte. À ce sujet, on peut remarquer aussi bien sur la courbe « $\rho - T$ » que « $\sigma - T$ » que ce point d'inflexion évolue vers de plus hautes températures lorsque la déformation initiale est augmentée (figure 88(a)-(c)). Par la suite, la résistivité diminue jusqu'à l'atteinte d'un nouveau point d'inflexion A_f^σ qui correspond aussi à la température de fin de génération de contrainte. Pendant un refroidissement, la courbe suit une diminution de la résistivité en fonction de la température jusqu'au début de la transformation au point R_s . Ce point concorde aussi avec le début du relâchement de la contrainte générée par le matériau. Finalement, dans le cadre de ces essais particuliers, les températures atteintes lors du refroidissement ne sont pas assez basses pour avoir le pic caractéristique de la phase R et les points M_s et M_f .

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Trochu, F., Brailovski, V., Vachon, N., Terriault, P. (1997). *Les alliages à mémoire de forme et leurs applications industrielles*. Montréal: École Polytechnique de Montréal.
- [2] Brailovski, V., Prokoshkin, S., Terriault, P., Trochu, F. (Ed.). (2003). *Shape memory alloys: fundamentals, modeling and application* (1ère ed.). Montréal: École de Technologie Supérieure.
- [3] Patoor, É., & Berveiller, M. (1994). *Technologie des alliages à mémoire de forme* (1ère ed.). Paris: Hermès.
- [4] Otsuka, K., Ren, X. (1999). Martensitic transformation in nonferrous shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, A-273-275, 89-105.
- [5] Duerig, T. W., Melton, K. N., Stockel, D., Wayman, C. M. (1990). *Engineering aspects of shape memory alloys*. Essex.
- [6] Hehemann, R. F., Sandrock, G.D. (1971). Relations between the premartensitic instability and the martensite structure in TiNi. *Scripta Met.*, 5(9), 801-806.
- [7] Li, Y., Cui, L.S., Xu, H.B., Yang, D.Z. (2003). Constrained phase-transformation of a TiNi shape-memory alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34A(February), 219-223.
- [8] Sittner, P., Vokoun, D., Dayananda, G. N., & Stalmans, R. (2000). Recovery stress generation in shape memory Ti50Ni45Cu5 thin wires. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 286(2), 298-311.
- [9] Lin, P. H., Tobushi, H., Tanaka, K., LExcellent, C., Ikai, A. (1995). Recovery stress of TiNi shape memory alloy under constant strain. *Archives of Mechanics*, 47(2), 281-293.
- [10] Cross, W. B., Kariotis, A.H., Stimler, F.J. (1969). *Nitinol characterization study*.
- [11] Jin, W., Cao, M. (2003). Effect of pre-strain on shape memory strain and recovery stress of Ni-50.4Ti shape memory alloys. *Materials Science Forum*, 426-432, 2303-2308.

- [12] Cai, W., Zhang, C.S., Zhao, C.L. (1994). Recovery stress of Ni-Ti-Nb wide-hysteresis shape memory alloy under constant strain and thermomechanical cycling. *Journal of Materials Science Letters*, 13, 8-9.
- [13] Gilbertson, R. G. *Muscle wires project book*.
- [14] Waram, T. C. Design considerations for shape memory Belleville washers (pp. Technical pamphlet): Raychem Corporation.
- [15] Duerig, T. W., Pelton, A.R., Stockel, D. (1996). The utility of superelasticity in medicine. *Biomedical Materials and Engineering*, 6(4), 255-266.
- [16] Thériault, P. (2004). *Conception et modélisation par la méthode des éléments finis d'une prothèse endovasculaire en alliage à mémoire de forme muni d'un dispositif de déploiement progressif*. Unpublished Mémoire, École de Technologie Supérieure, Montréal.
- [17] Wu, S. K., Lin, H. C., & Chen, S. H. (2001). Phenomenological analysis of martensitic transformation in cold-rolled TiNi-base shape memory alloys. *Materials Chemistry and Physics*, 68(1-3), 149-156.
- [18] Thoma, P. E., Angst, D. R., & Schachner, K. D. (1995). The effect of cold work, heat treatment, and composition on the austenite to R-phase transformation temperature of Ni-Ti shape memory alloys. *Journal de physique IV, Colloque C8, supplément au Journal de Physique III*, 5, 557-562.
- [19] Gupta, S., Sczerzenie, F. (1997). *Effect of cold work on mechanical properties and on TTR's of nickel titanium shape memory alloy*. Paper presented at the SMST-97, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA.
- [20] Uchil, J., Mohanchandra, K. P., Kumara, K. G., & Mahesh, K. K. (1998). Study of critical dependence of stable phases in Nitinol on heat treatment using electrical resistivity probe. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 251(1-2), 58-63.
- [21] Huang, X., & Liu, Y. (2001). Effect of annealing on the transformation behavior and superelasticity of NiTi shape memory alloy. *Scripta Materialia*, 45(2), 153-160.
- [22] Pelton, A. R., DiCello, J., & Miyazaki, S. (2000). *Optimisation of processing and properties of medical-grade nitinol wire*. Paper presented at the SMST-2000, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA.

- [23] Khalil-Allafi, J., Dlouhy, A., Eggeler, G. (2002). Ni₄Ti₃ precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformations. *Acta Materialia*, 50, 4255-4274.
- [24] Wurzel, D. (2001). Effects of different thermomechanical treatments on fatigue of NiTi shape memory alloys. *Journal de physique IV*, 11, 535-540.
- [25] Pons, J., Jordan, L., Morniroli, J.P., Portier, R. (1995). Study of dislocations generated by thermal cycling in Ni-Ti-Co shape memory alloy. *Journal de physique IV*, 5(C2), 293-298.
- [26] Jordan, L., Masse, M., Collier, J.-Y., Bouquet, G. (1994). Étude comparative des évolutions structurales intervenant dans des alliages à mémoire de forme du type NiTi et Ni-Ti-Co. *Journal de physique IV*, 4, 157-162.
- [27] Morgan, N. B., Friend, C.M. (2001). A review of shape memory stability in NiTi alloys. *Journal de physique IV*, 11, 325-332.
- [28] Uchil, J., Kumara, K. G., & Mahesh, K. K. (2002). Effect of thermal cycling on R-phase stability in a NiTi shape memory alloy. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 332(1-2), 25-28.
- [29] Li, S., Matsuzaki, N., Morizono, Y., & Nishida, M. (2000). Effect of thermal cycling and aging on microstructure in near- equiatomic Ti-Pd alloys. In *Shape Memory Materials* (Vol. 327-3, pp. 167-170).
- [30] Tadaki, T., Nakata, Y., & Shimizu, K. (1987). Thermal cycling effects in an Ni-rich Ti-Ni shape memory alloy. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 28(11), 883-890.
- [31] Matsumoto, H. (2003). Transformation behaviour with thermal cycling in NiTi alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 350(1-2), 213-217.
- [32] Miyazaki, S. (1990). *Thermal and stress cycling effects and fatigue properties of Ni-Ti alloys, en gineering aspects of shape memory alloys*. London: Butterworth-Heinemann.
- [33] Liu, Y. N., & Tan, G. S. (2000). Effect of deformation by stress-induced martensitic transformation on the transformation behaviour of NiTi. *Intermetallics*, 8(1), 67-75.

- [34] Uchil, J. (2002). Shape memory alloys - characterization techniques. *Pramana-Journal of Physics*, 58(5-6), 1131-1139.
- [35] Uchil, J., Mahesh, K. K., & Kumara, K. G. (2001). Calorimetric study of the effect of linear strain on the shape memory properties of Nitinol. *Physica B-Condensed Matter*, 305(1), 1-9.
- [36] Prokoshkin, S. D., Khmelevskaya, I.Yu., Brailovski, V., Trochu, F., Turilina, V. Yu. (2001). Structure and deformation diagrams of Ti-Ni alloys subjected to a low - temperature thermomechanical treatment with postdeformation heating. *Physics of metals and metallography*, 91(4), 423-431.
- [37] Orgeas, L., & Favier, D. (2001). Stress state effect on mechanical behaviour of shape memory alloys: Experimental characterisation and modelling. *Journal De Physique Iv*, 11(PR8), 67-74.
- [38] *Shape Memory Alloys*. (1987). Gordon and Breach Science Publishers.
- [39] Gall K., S. H., Anderson, R., Karaman, I., Chumlyakov, Y. I., Kireeva, I.V. (2001). On the mechanical behavior of single crystal NiTi shape memory alloys and related polycrystalline phenomenon. *Materials Science and Engineering*, A317, 85-92.
- [40] Tobushi, H., Yamada, S., Hachisuka, T. Ikai, A., Tanaka, K. (1996). Thermomechanical properties due to martensitic and R-phase transformations of TiNi shape memory alloy subjected to cyclic loadings. *Smart Materials and Structures*, 5(6), 788-796.
- [41] Miyazaki, S., Imai, T., Igo, Y., & Otsuka, K. (1986). Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of Ti-Ni alloys. *Metallurgical Transactions A*, 17A, 115-120.
- [42] Cai, W., Zhang, C.S., Znao, C.L. (1994). Recovery stress of Ni-Tb wide-hysteresis shape memory alloy under constant strain and thermomechanical cycling. *Journal of Materials Science Letters*, 13, 8-9.
- [43] Tobushi, H., Kimura, K., Sawada, T., Hattori, T., Lin, P. (1994). Recovery stress associated with R-phase transformation in TiNi shape memory alloy. *JSME International Journal*, 37(2), 138-142.

- [44] Duerig, T. W., Pelton, A.R. (1994). Ti-Ni shape memory alloys. In A. International (Ed.), *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys* (pp. 1035-1048).
- [45] Tobushi, H., Ohashi, Y., Saida, H., Hori, T., & Shirai, S. (1992). Recovery stress and recovery strain of TiNi shape memory alloy. *JSME International Journal*, 35(1).
- [46] Grosdidier, T., & Philippe, M. J. (2000). Deformation induced martensite and superelasticity in a beta- metastable titanium alloy. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 291(1-2), 218-223.
- [47] Khmelevskaya, I. Y., S.D., P., Kaputkina, L. M., Morozova, T. V., Shipsha, V. G., & Bazhenov, I. P. (1997). *Low-temperature thermomechanical treatment of TiNi alloys wire for regulation of shape memory properties*. Paper presented at the SMST-97, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA.
- [48] Brailovski, V. (2002). *Quality control and standardization of nitinol for medical applications*. Paper presented at the Metallurgists of CIM, Montreal, Canada.
- [49] Brailovski, V., Terriault, P., & Prokoshkin, S. (2002). Influence of the post-deformation annealing heat treatment on the low-cycle fatigue of NiTi shape memory alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 11(6), 614-621.
- [50] Khmelevskaya, I. Y., Prokoshkin, S.D., Shipsha, V.G., Bazhenov, I. P., Ryklina, E.P. (2002). Thermomechanical strengthening of titanium nickelide and structure changes upon generation and forced isothermal relaxation of reactive stress. *Physics of metals and metallography*, 93(2), 189-195.
- [51] Castelhana, V. *Principe du durcissement de précipitation ou durcissement structural*. Retrieved 01 octobre, 2004, from http://v.castelhana.free.fr/probatoire/dur_structural.htm
- [52] Oleynikova, S. V., Khmelevskaya, I.Y., Prokoshkin, S.D., Kaputkina, L.M. (1992). *Effect of aging on martensitic transformation in Ti-50.7at.%Ni alloy*. Paper presented at the ICOMAT-92, Monterey Institute of Advanced Studies, Carmel, USA.
- [53] Schey, J. A. (2000). *Introduction to manufacturing processes* (Third ed.). United States of America.

- [54] Dorlot, J. M., Bailon, J.P., Masounave, J.,. (1986). *Des matériaux* (2e ed.). Montréal.
- [55] Dutkiewicz, J. (1994). Plastic deformation of CuAlMn shape-memory alloys. *Journal of Materials Science*, 29, 6249-6254.
- [56] Koike, J. I., Parkin, D.M., Nastasi, M. (1990). The role of shear instability in amorphization of cold-rolled NiTi. *Philosophical Magazine Letters*, 62(4), 257-264.
- [57] ASTM. (2000). Standard test method for transformation temperature of nickel-titanium alloys by thermal analysis. *ASTM, F 2004-00*, 1473-1474.
- [58] Marquez, J., Slater, T., Sczerzenie, F. (1997). *Determining the transformation temperatures of NiTi alloys using differential scanning calorimetry*. Paper presented at the SMST-97, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA.
- [59] Uchil, J., Mahesh, K. K., & Kumara, K. G. (2002). Electrical resistivity and strain recovery studies on the effect of thermal cycling under constant stress on R-phase in NiTi shape memory alloy. *Physica B-Condensed Matter*, 324(1-4), 419-428.
- [60] Arrigoni, M., Auricchio, F., Cacciafesta, V., Petrini, L., & Pietrabissa, R. (2001). Mechanical characterisation of orthodontic superelastic Ni-Ti wires. *Journal De Physique Iv*, 11(PR8), 577-582.
- [61] Cai, W., Zheng, Y. F., Zhang, C. S., & Zhao, L. C. (2000). *Microstructure and mechanical behavior of Ni-Ti-Nb shape memory alloys with wide hysteresis*. Paper presented at the SMST-2000, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA.
- [62] *Travaux pratiques: Caractérisation des alliages à mémoire de forme par mesure de leur résistance électrique*. (1992). Toulouse: Programme Europeen Comett II.
- [63] Furukawa, e. (2004). *Furukawa techno materials*. Retrieved 16 novembre, 2004, from http://www.fitec.co.jp/ftm/nt-e/index_f.htm
- [64] Li, Z. C., Zhao, X. K., Zhang, H., Liu, L., & Xu, Y. B. (2003). Microstructure and superelasticity of severely deformed TiNi alloy. *Materials Letters*, 57(5-6), 1086-1090.

- [65] Shang, C. H., Cammarata, R.C., Weihs, T.P. (2000). Microstructure and Hall-Petch behavior of Fe-Co-based Hiperco alloys. *Materials Research Society*, 15(4), 835-837.
- [66] Miyazaki, S., Liu, Y., Otsuka, K., & McCormick, P. G. (1992). *Electrical resistance change in a Ti-Ni alloy during a thermal cycle under constant load*. Paper presented at the International Conference on Martensitic Transformations, Monterey, California, USA.
- [67] Ma, J., Fan, Z. P., & Huang, L. H. (1999). A subjective and objective integrated approach to determine attribute weights. *European Journal of Operational Research*, 112(2), 397-404.
- [68] Derringer, G., & Suich, R. (1980). Simultaneous optimization of several response variables. *Journal of quality Technology*, 12(4), 214-219.
- [69] Myers, R. H., Douglas, M. C. (2002). *Response surface methodology* (2nd ed.). New York.