L'EFFET DU LA DEFORMATION A FROID SUR LE COMPORTEMENT DE TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DE L'ALLIAGE A MEMOIRE DE FORME TINI EQUIATOMIQUE

S. CHOUF¹; M. BENCHIHEUB¹, S. BELKAHLA¹, M. MORIN²

1. Laboratoire LEAM, Département de Physique, Faculté des Sciences, Université Annaba, BP 12, 23000, Annaba, Algérie 2. laboratoire MATEIS, INSA de Lyon, France

Adresse mail: saida.chouf@gmail.com

Résumé

Les alliages à mémoire de forme font partie d'une nouvelle classe de matériaux dite matériaux intelligents, ces alliages sont reconnus pour leurs propriétés thermomécaniques insolites qui existent sous plusieurs effets tels que l'effet mémoire de forme simple et double sens et la pseudoélasticité qui contient la superélasticité et l'effet caoutchoutique. Ces effets sont à l'origine d'une transformation structurale displacive de type martensitique thermoélastique, ces alliages sont employés dans un grand nombre d'application dans tous les domaines tels que: industrie, automobile, robotique, militaire ainsi que la médecine, etc. ...

Parmi ces alliages on prendra le TiNi équiatomique qui est l'alliage de notre étude, on choisira cinq échantillons homogénéisés 20 min à 820°C, écrouis à froid à plusieurs pourcentages, 0, 15, 20, 30 et 40%, ensuite recuit pendant 300 min à 520°C, par l'utilisation de deux techniques différentes, la résistance électrique (RE) méthode de quatre points et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

Du point de vue pratique, différents résultats ont été établis :

- Les traitements thermomécaniques utilisés favorisent l'apparition de la phase prémartensitique (la phase R).
- L'augmentation du taux de déformation décale les points de transformation vers les basses températures (spécialement M_S , M_F). Ceci est lié fortement à la quantité de défauts qui augmente avec le taux de déformation.
- . La stabilisation de la phase R.

Mots clés : alliage à mémoire de forme, TiNi, DSC, RE, PTE, phase R.

1. Introduction:

Les première civilisations se sont construites grâce à des matériaux naturels (le bois, la pierre, le cuire...etc.), nous avons ensuite connu, mais plus récemment l'émergence des matières plastiques puis des composites et les employées dans des différents domaines tels que le bâtiment, l'automobile, le sport.

L'utilisation de ces matières dépend de leurs caractéristiques mais progressivement, les chercheurs ont eu besoin d'utiliser des matériaux comportant euxmêmes leurs propres fonctions. Des matériaux multifonctionnels capables de s'adapter à leur environnement, c'est l'avènement des matériaux intelligents. Ces matériaux sont sensibles, adaptatifs et évolutifs, capables de modifier spontanément leurs propriétés physiques (la forme, la conductivité...etc.) en réponse à des excitations naturelles ou provoquées venant de l'extérieur ou de l'intérieur du matériau. Les alliages à mémoire de forme font partie de cette gamme de matériaux.

Les alliages à mémoire de forme à base de Cu, Fe, TiNi et leurs familles [1, 2, 3] sont liés à la transformation martensitique thermoélastique de la phase haute température (austénite) vers une phase basse température (martensite), sous certaines conditions, (vieillissement [4], addition d'un troisième élément [5] écrouissage suivi d'un recuit à des températures modérées [6, 7, 8]), l'alliage Ti-Ni équiatomique présente, au refroidissement, une nouvelle phase dit phase R, qui précède la phase martensitique donc la transformation se fait en deux étapes: l'austénite (A) de \rightarrow la phase cubique centrée (\mathbf{B}_2) structure prémartensitique (R) de structure rhomboédrique \rightarrow la phase martensitique de structure monoclinique (B19'). Au chauffage, il y'a une seule étape de la phase martensitique (B19') à la phase austénitique (B₂).

Dans le but d'identifier les phénomènes qui se produisent lors de traitements thermomécaniques [9], des travaux précédents ont été étudiés l'influence du temps de recuit sur la transformation martensitique de l'alliage à mémoire de forme Ti-Ni équiatomique ainsi sur la présence de la phase R [10, 11].

Notre travail a pour but d'étudier l'influence de la déformation à froid sur le comportement de transformation martensitique, la phase R, les points de transformations, aussi l'écart thermique $\Delta T = R - M$.

2. Matériau et techniques expérimentales: 2.1. Alliage et traitements thermomécaniques:

L'alliage à mémoire de forme de type Ti-Ni 50/50 est utilisé sous forme de fil laminé, subit le traitement thermomécanique suivant:

- Homogénéisé 20 min à 820°C
- Déformation à froid de: 15; 20; 30 et 40%

- Recuit pendant 2h à 520°C

Le tableau 1 récapitule les différents échantillons traités lors de ce travail:

N°	Traitement	déformation	Traitement	
	standard		de recuit	

1	20 min à 820°C	0%: Echant. de référence			
2		15 %			
3	20min à 820°C	20 %	2h à 520°C		
4		30 %			
5		40 %			

Tableau 1: récapitulatif des traitements utilisés

2. Techniques expérimentales:

Dans cette étude on a utilisé deux techniques :

* Les mesures de résistance électrique (RE) sont établies en fonction de la température en utilisant la méthode des quatre points entre -40° C et $+140^{\circ}$ C.

* Les mesures de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ont été effectuées sur un appareil Setaram DSC131 dans une gamme de température de 40° C à 140° C avec une vitesse de balayage en température de 5° C/min.

3. Résultats et discussions:

3.1. Caractérisation thermique:

La figure (1) présente les courbes de RE et de DSC obtenues pour l'échantillon qui a subit un traitement standard (20min à 820°C).

A partir de ces courbes on note l'apparition de la phase martensitique (directe et inverse) qui est présenté respectivement sur le thermogramme de DSC par un seul pic exothermique et endothermique lors du refroidissement et du chauffage. Le même résultat est montré sur la courbe de résistance électrique.

Si maintenant on déforme à froid par laminage nos échantillons à différents pourcentages (15, 20, 30 et 40%), on note des comportements de transformations complètement bloqués comme montrés sur les figures 2 et 3.



Figure 1: Thermogramme de DSC (a) et courbe de résistance électrique (b) obtenu pour l'échantillon n°1



Figure 2: Thermogramme de DSC (a) et courbe de résistance électrique (b) obtenu pour l'échantillon n°2



Figure 3: Thermogramme de DSC (a) et courbe de résistance électrique (b) obtenu pour l'échantillon n°4

Afin de débloquer la transformation, un recuit de 2h à 520°C est nécessaire. On note sur les figures 4 et 5 les thermogrammes de DSC et les courbes de résistance électrique pour les échantillons 2 et 5.



Figure 4: Thermogramme de DSC (a) et courbe de résistance électrique (b) obtenu pour l'échantillon n°2



Figure 5: Thermogramme de DSC (a) et courbe de résistance électrique (b) obtenu pour l'échantillon n°5

La transition dans ce cas c'est la transformation martensitique inverse de $M \rightarrow A$ qui débute à la température A_S et se termine à A_F , ainsi la pente ici est augmente avec l'augmentation du taux de déformation. Tandis qu'au refroidissement la RE augmente rapidement dans le domaine de température $[R_S, R_F]$ après on a un palier qui s'élargie avec le taux de la déformation à froid et qui présente le stade de ΔT ($\Delta T = R_S - M_S$) après il y'a un décroissement de la RE qui est notée à l'intervalle $[M_S, M_F]$ et se termine d'une manière linéaire, parallèle et supérieure à celle du processus de chauffage qui montre la fin de transformation.

Ces résultats sont confirmés par les thermogrammes de DSC où on note l'apparition des deux pics et lors du refroidissement caractérisant ainsi respectivement la présence de la phase R ($A \rightarrow R$) et la phase martensitique ($R \rightarrow M$). Alors que l'écart entre les deux pics s'élargie en fonction du taux de laminage des deux échantillons.

3.1. <u>L'effet de la déformation à froid sur les points et</u> <u>l'étalement de transformations</u>

A partir des résultats présentés précédemment on peut sortir les points et l'étalement de transformation et les tableaux ci-dessous récapitulent les caractéristiques de nos échantillons.

	As	A _F	R _s	R _F	Ms	M _F	ΔT
0	35	29	non	non	55	65	
15	50	65	45	37	30	2	15
20	49	63	44	39	17	-5	27
30	42	53	47	37	34	8	13

40	47	63	44	39	10	2	34
Table	au 2:	Réca	pitulatif	des	caracté	ristiques	s des
échantillons utilisées par DSC							

	As	A _F	R _s	R _F	Ms	M _F	$\Delta \mathbf{T}$
0	47	65			40	25	
15	50	60	55	48	32	17	23
20	47	62	42	32	13	-2	29
30	50	61	49	44	14	4.4	35
40	42	61	39	34	8	1.2	31

Tableau 3: Récapitulatif des caractéristiques deséchantillons utilisées par RE

Ou: ΔT c'est l'écart entre le début de la phase R et le début de la phase M comme suit $\Delta T = R_s \cdot M_s$

Les échantillons déformés à 0% se sont les échantillons qui ont été recuit à 850°C pendant 20min.

A partir de ces tableaux on peut montrer l'effet de la déformation sur les points de transformations ainsi sur l'étalement comme le présentent les figures (6) et (7).



Figure 6: L'évolution des températures de transformations déduites par les thermogrammes de DSC



Figure 7: L'évolution des températures de transformations déduites par les courbes de résistance électrique.

On peut noter que l'augmentation du taux de la déformation diminue les valeurs des points de transformation de manière lente pour A_S , A_F au début, et

deviennent plus au moins stable à partir de $\epsilon = 30\%$, et pour les points de la phase R on constate une stabilité dans la gamme de 40°C, finalement M_S et M_F diminue de manière plus rapide.

On observe à la figure (7) une diminution rapide de la température M_s avec l'augmentation du taux de déformation à froid qui due à l'augmentation de la quantité de défauts induite lors de la déformation tandis que la phase R reste stable en fonction de la déformation. Le décalage de la température M_s augmente l'écart thermique $\Delta T = R^* \cdot M^*$ avec la croissance de la déformation à froid.

Conclusion

L'utilisation de ces deux techniques nous confirme les notes suivantes:

- les traitements thermomécaniques favorisent l'apparition de la phase R.

- la confirmation des étapes de transformation martensitique qui sont de la forme suivante:

Au chauffage: martensite \rightarrow austénite

Au refroidissement: austénite \rightarrow phase R \rightarrow martensite

- l'augmentation de la déformation déplace les points de transformation (M_S, M_F) vers les basses températures qui s'expliquent par l'augmentation des défauts.

 $-\Delta T = R^* - M^*$ croit avec le taux d'écrouissage et ceci est du au déplacement de M_s vers les basses températures. Tout cela est lié à la quantité de défauts qui est introduite lors de la déformation à froid.

Bibliographie

 S. Belkahla, H. Flores Zuniga, G. Guénin, Materials Science and Engineering A, A169, 1993, pp. 119-124
 Montecinos, Materials and Design 68 (2015) 215– 220

[3]. S. Chabungbam, P. Borgohain, S. Ghosh, N. Singh; Journal of Alloys and Compounds 689 (2016); 199-207

[4]. R. Amireche, M. Morin, S. Belkahla; Journal of Alloys and Compounds, Vol. 516, (2012), pp. 5-8

[5]. A. Nespoli*, E. Villa, F. Passaretti; Thermochimica Acta 641 (2016) 85–89.

[6]. S. Chouf, M. Morin, S. Belkahla, G. Guenin, Materials Science and Engineering A 438–440 (2006) pp. 671–674.

[7]. S. Chouf, F. Alirachedi, S. Belkahla; Matériaux & Techniques Vol. 95 2007; pp. 325-330.

[8]. S. Chouf, M. Benchiheub; S. Belkahla; Advances in Materials and Processing Technologies, 2016; VOL . 2, NO . 02, 1–6.

[9]. Y. Soejima a, S. Motomura a, M. Mitsuhara b, T. Inamura c, M. Nishida; Acta Materialia 103 (2016) 352–360.

[10]. C. H. Chen, S. K. Wu; Materials Characterization 107 (2015) 202–210

[11]. H. Hong, J. T. Kim, H. J. Park, Y. S. Kim, J. Y. Suh, Y. S. Na, K. R. Lim, C. H. Shim, J. M. Park, K. B. K. Sung; Journal of Alloys and Compounds 692 (2017) 77-85.