

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À  
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE  
À L'OBTENTION DE LA  
MAITRISE EN GÉNIE MÉCANIQUE  
M. Ing

PAR  
KARIM LARBI SETTOUANE

CARACTÉRISATION MULTI-AXIALE  
DES ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME

MONTREAL, LE 28 AVRIL 2003

© Droits réservés de Karim Larbi Settouane

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ  
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Patrick Terriault, professeur, directeur de mémoire  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Vladimir Brailovski, professeur, président de jury  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Hakim Bouzid, professeur  
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

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

LE 22 AVRIL 2003

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

# **CARACTÉRISATION MULTI-AXIALE DES ALLIAGES À MÉMOIRE DE FORME**

KARIM LARBI SETTOUANE

## **SOMMAIRE**

Dans le but de mettre au point des outils de conception fidèles à la réalité, les alliages à mémoire de forme doivent être étudiés selon différents cas de chargement complexes afin de développer des modèles qui prédiront convenablement la réponse de ces matériaux sous sollicitations multi-axiales.

Le matériau étudié dans le cadre de ce travail est un alliage titane-nickel qui ne présente pas le phénomène de superélasticité à haute température. Dans les AMF, à haute température, la limite élastique correspond à la limite de transformation du matériau de l'austénite en martensite. À basse température, cette limite correspond à la limite du début de réorientation de la martensite. Une série d'expériences ont donc été menées à différentes températures afin de déterminer dans quelle mesure ces limites obéissent au critère de Von Mises.

Dans un premier temps, nous avons conçu des montages expérimentaux permettant de tester des échantillons d'AMF selon des sollicitations multi-axiales à partir d'une machine de traction uni-axiale. La procédure expérimentale et la méthodologie de mesure ont été discutées. Enfin, les résultats ont été analysés et synthétisés.

Il s'avère que le Nitinol étudié à basse température présente une limite de réorientation de la martensite qui obéit au critère d'énergie de distorsion maximale de Von Mises.

À haute température, il apparaît aussi, selon les expériences menées, que la limite du début de martensite satisfait également le critère de Von Mises. Cependant, les résultats obtenus ne permettent pas d'affirmer si la superélasticité à haute température obéit également au critère de Von Mises car de toute évidence, des déformations plastiques sont générées dans l'échantillon lors des chargements.

# MULTIAXIAL CHARACTERIZATION OF SHAPE MEMORY ALLOYS

KARIM LARBI SETTOUANE

## ABSTRACT

The mechanical behavior of shape memory alloys (SMA) under tensile loading is well known but their behavior under multiaxial loading is not so well documented. However, the industrial applications of SMA exclusively under tensile loading are very rare. In order to develop design tools closer to reality, SMA should be studied under multiple and complex loading cases. Models could then be developed to accurately predict the response of these materials under multiaxial loading.

The material studied in this project is a shape memory alloy of Titanium-Nickel that does not show a superelastic phenomena at high temperature.

In shape memory alloys (Nitinol in this case), the elastic limit represents the onset of the phase transformation of themartensite to austenite at high temperature, whereas at low temperature, this limit represents the martensitic reorientation stress. The purpose of this work is to conduct a series of experiments aiming to show whether these limits follow systematically the Von Mises plasticity criteria.

Prior to the mechanical tests, samples of the SMA were analysed by a differential scanning calorimeter (DSC) in order to establish the onset temperatures of both the forward and the reverse transformations.

The first stage is the design of experimental assemblies allowing the multiaxial loading of SMA samples using a tensile testing machine. Samples adapting to these assemblies (cruciform Nitinol samples) have also been manufactured. The following step was the realization of the tests. Tests have been conducted in both uniaxial tension and biaxial tension. The whole experimental procedure and the methodology of measurement are discussed. Finally the results of these different tests have been analyzed and synthesized.



They will eventually be used to develop models that properly predict the behavior of these alloys.

The results of this study have indeed shown that at low temperature as well as at high temperature, the onset of martensitic reorientation (at low temperature) and the onset of the austenite to martensite transformation (at high temperature) follow a Von Mises criteria. However, due to plastic deformations, it is unclear that the superelasticity of this particular alloy is governed by the Von Mises criteria.

A better knowledge of the SMA behavior under various combined loadings will lead to a better use of their mechanical properties in new industrial applications.

## REMERCIEMENTS

La réalisation de ce travail a nécessité la collaboration, l'aide et le soutien de nombreuses personnes pour lesquelles je suis extrêmement reconnaissant.

Je voudrais tout d'abord remercier infiniment mon directeur de recherche, Monsieur Patrick Terriault pour son soutien moral et financier, ses précieux conseils et ses encouragements. Tout au long de la réalisation de ce mémoire, j'ai eu l'opportunité de profiter de ses larges connaissances en matière d'alliages à mémoire de forme, de son savoir faire dans l'utilisation d'instruments d'analyse et de ses capacités à résoudre les problèmes liés aux montages expérimentaux.

Je tiens également à remercier vivement Monsieur Vladimir Brailovski pour sa grande disponibilité ainsi que toute l'équipe du laboratoire des alliages à mémoire de forme.

Mes remerciements vont également aux professeurs et aux administrateurs de l'ÉTS qui ont tout fait pour me faciliter la tâche, en particulier Messieurs Anh Dung Ngo, Le Van Ngan, Jacques Massounave et Azzedine Soulaïmani.

Je remercie aussi les techniciens de laboratoire Serge Plamondon, Jean Guy Gagnon et Yan Boutin pour leur précieuse assistance.

Je remercierais également toute ma famille et mes amis pour leur soutien en particulier mon épouse Karima pour son aide, ses encouragements et sa présence à mes côtés.

Je termine par dédier ce mémoire à mon nouveau né Bilal âgé tout juste de cinq mois, qui est venu égayer ma vie.

## TABLE DES MATIERES

	Page
SOMMAIRE.....	iii
ABSTRACT.....	iv
REMERCIEMENTS .....	vi
TABLE DES MATIÈRES .....	vii
LISTE DES TABLEAUX.....	ix
LISTE DES FIGURES.....	x
LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES .....	xiii
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1 PRÉSENTATION DES AMF .....	3
1.1 Généralités.....	3
1.2 Comparaison entre les métaux conventionnels et les AMF .....	7
1.3 Mécanisme de déformation de la transformation martensitique : .....	7
1.4 Propriétés thermodynamiques de la transformation martensitique .....	9
1.5 Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme (AMF) .....	11
1.5.1 Effet de mémoire de forme .....	11
1.5.2 Superélasticité .....	14
1.5.3 Effet amortissant .....	15
1.6 Généralités sur le Nitinol .....	16
1.6.1 Fabrication.....	17
1.6.2 Propriétés: .....	18
1.6.3 Perspectives d'utilisation .....	19
CHAPITRE 2 REVUE BIBLIOGRAPHIQUE .....	20
2.1 Introduction .....	20
2.2 Comportement mécanique des AMF .....	20
2.2.1 Comportement sous chargement uni-axial. ....	21
2.2.2 Comportement sous chargement multi-axial.....	23
2.3 Conclusion.....	27
CHAPITRE 3 CARACTÉRISATION THERMIQUE PAR CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE (DSC) .....	28
3.1 Introduction .....	28

3.2	Traitement thermique des échantillons.....	28
3.3	Principe de mesure par DSC.....	29
3.4	Application aux AMF.....	31
3.5	Caractérisation de l'alliage de Nickel-Titane.....	32
3.5.1	Préparation des échantillons.....	32
3.5.2	Analyse des résultats de la DSC.....	34
CHAPITRE 4 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE UNI-AXIALE (1D).....		44
4.1	Introduction.....	44
4.2	Découpe des échantillons.....	44
4.3	Traitement thermique.....	46
4.4	Procédure expérimentale.....	47
4.5	Résultats et commentaires.....	51
CHAPITRE 5 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE BI-AXIALE (2D).....		59
5.1	Introduction.....	59
5.2	Validation des propriétés mécaniques déduites par les essais uni-axiaux.....	60
5.2.1	Courbes et commentaires.....	61
5.2.2	Vérification de l'isotropie du matériau.....	65
5.3	Validation des essais uni-axiaux par éléments finis.....	68
5.3.1	Nécessité de l'étude.....	68
5.3.2	Réalisation du modèle.....	68
5.3.3	Résultats du chargement uni-axial.....	69
5.3.4	Résultats du chargement bi-axial.....	72
5.4	Présentation du pantographe.....	73
5.5	Vérification des cellules de force.....	75
5.6	Modélisation du comportement multi-axial des AMF.....	77
5.7	Procédure expérimentale.....	79
5.8	Détermination des contraintes et des déformations équivalentes.....	83
5.8.1	Contraintes équivalentes.....	83
5.8.2	Déformations équivalentes.....	85
5.8.3	Coefficient de Poisson.....	86
5.9	Résultats et commentaires.....	89
5.9.1	Essais bi-axiaux en martensite.....	90
5.9.2	Essais bi-axiaux en austénite.....	94
CONCLUSION.....		100
ANNEXE 1 Essais significatifs.....		103
ANNEXE 2 Normes ASTM.....		117
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		120

## LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau I Comparaison des AMF aux métaux ordinaires.....	7
Tableau II Traitements thermiques examinés .....	33
Tableau III Résultats des analyses par DSC .....	41
Tableau IV Dimensions et angles de coupe des échantillons .....	46
Tableau V Propriétés mécaniques de l'alliage de NiTi .....	58



## LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Fraction volumique de martensite en fonction de la température .....5
Figure 1.2	Diagramme d'état pour la transformation de l'austénite en martensite .....6
Figure 1.3	Réarrangement des atomes du matériau au cours de la transformation displacive .....8
Figure 1.4	Phase de transition austénite-martensite dans un AMF Cu-Zn-Al .....9
Figure 1.5	Variation des énergies libres de l'austénite et de la martensite en fonction de la température.....10
Figure 1.6	Effet mémoire de forme .....12
Figure 1.7	Représentation tridimensionnelle de l'effet mémoire de forme.....13
Figure 1.8	Représentation de l'effet superélastique .....14
Figure 1.9	Variation de l'amortissement dans un AMF en fonction de la déformation à différentes phases.....16
Figure 1.10	Structure du NiTi en austénite et en martensite .....18
Figure 3.1	Pyris 1 DSC de Perkin-Elmer .....31
Figure 3.2	Diagramme DSC typique pour un alliage NiTi .....32
Figure 3.3	DSC de l'alliage NiTi traité à 550 °C pendant 30minutes .....35
Figure 3.4	DSC de l'alliage NiTi traité à 550 °C pendant 60 minutes .....36
Figure 3.5	DSC de l'alliage NiTi traité à 500 °C pendant 30 minutes .....37
Figure 3.6	DSC de l'alliage NiTi traité à 500 °C pendant 60 minutes .....38
Figure 3.7	DSC de l'alliage NiTi traité à 450 °C pendant 60minutes .....39
Figure 3.8	DSC de l'alliage NiTi traité à 450 °C pendant 30 minutes .....40
Figure 3.9	DSC de l'échantillon 2 de NiTi soumis à 5 cycles thermiques .....42
Figure 4.1	Direction de coupe des échantillons standards .....45
Figure 4.2	Diagramme d'état de l'échantillon de NiTi .....47
Figure 4.3	Mode de chargement des éprouvettes .....48
Figure 4.4	Machine de traction MTS 810 munie d'une enceinte thermique et système d'acquisition de données.....49
Figure 4.5	Principe de la saisie des données en 1D .....50
Figure 4.6	Fixation de l'échantillon muni des cibles sur la mâchoire de la MTS .....51

Figure 4.7	Essai de traction à 25°C pour différentes orientations sur la plaque .....	52
Figure 4.8	Essai de traction à 40°C pour différentes orientations sur la plaque .....	53
Figure 4.9	Essai de traction à 55°C pour différentes orientations sur la plaque .....	53
Figure 4.10	Cycles de chargement appliqués à l'échantillon1 à 25°C .....	54
Figure 4.11	Influence du sens de chauffage .....	55
Figure 4.12	Variation de la fraction de martensite lors du chauffage et du refroidissement.....	56
Figure 4.13	Courbes de traction à différentes températures.....	57
Figure 5.1	L'échantillon en cruciforme.....	60
Figure 5.2	Comparaison des essais sur cruciformes et éprouvettes standards à 25 °C.....	61
Figure 5.3	Représentation analogique du début de la phase transitoire .....	62
Figure 5.4	Comparaison des essais sur cruciformes et éprouvettes standards à 40 °C.....	64
Figure 5.5	Comparaison des essais sur cruciformes et éprouvettes standards à 55 °C.....	65
Figure 5.6	Comparaison de la traction 1D selon X et Y à 25 °C.....	66
Figure 5.7	Comparaison de la traction 1D selon X et Y à 40°C.....	67
Figure 5.8	Comparaison de la traction 1D selon X et Y à 55°C.....	67
Figure 5.9	Conditions aux frontières du modèle (2D) réalisé sur Pro/Mechanica .....	69
Figure 5.10	Contraintes équivalentes dans le cuciforme sollicité en 1D .....	70
Figure 5.11	Contraintes équivalentes dans le cuciforme sollicité en 2D .....	72
Figure 5.12	Dessin du pantographe.....	74
Figure 5.14	Réponse des cellules de force à 60°C .....	76
Figure 5.15	Essai de traction bi-axiale .....	77
Figure 5.17	Principe de la saisie des données en bi-axial .....	79
Figure 5.18	Photo de l'échantillon monté sur le pantographe.....	80
Figure 5.19	Équipements d'acquisition, enceinte thermique et machine de traction.....	81
Figure 5.21	Contraintes et déformations selon les deux directions de chargement .....	83
Figure 5.22	Déformation de l'échantillon dans les deux directions à 25°C.....	86
Figure 5.23	Déformation de l'échantillon dans les deux directions à 60°C.....	87
Figure 5.24	Courbe contrainte-déformation selon X pour l'essai à 25°C .....	89

Figure 5.25	Courbe contrainte-déformation selon Y pour l'essai à 25°C.....	89
Figure 5.26	Courbe contrainte-déformation équivalente pour l'essai à 25°C.....	90
Figure 5.27	Diagramme des contraintes principales à 25°C .....	91
Figure 5.28	Superposition des courbes de contrainte équivalente et de la contrainte uni-axiale à 25°C .....	92
Figure 5.29	Échantillon brisé lors d'un essai à 60°C .....	93
Figure 5.30	Courbe contrainte-déformation selon X pour l'essai à 60°C.....	94
Figure 5.31	Courbe contrainte-déformation selon Y pour l'essai à 60°C.....	94
Figure 5.32	Courbe contrainte-déformation équivalente pour l'essai à 60°C.....	95
Figure 5.33	Superposition des courbes de contrainte équivalente et de la contrainte uni-axiale à 60°C .....	95
Figure 5.34	Diagramme des contraintes principales à 60°C .....	96

## LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES

A	Section du ressort, mm <sup>2</sup>
A <sub>eff</sub>	Section effective, mm <sup>2</sup>
A <sub>f</sub>	Température de fin de la transformation austénitique, °C
AMF	Alliage à mémoire de forme
A <sub>p</sub>	Température de pic de la transformation austénitique, °C
A <sub>s</sub>	Température de début de la transformation austénitique, °C
ASTM	American Society for Testing and Materials
dσ/dT	Pente contrainte-température, Mpa/°C
dσ/dε	Pente contrainte-déformation, Mpa
e	Épaisseur de l'échantillon, mm
E <sub>A</sub>	Module d'élasticité de Young en austénite, Mpa
E <sub>M</sub>	Module d'élasticité de Young en martensite, Mpa
E <sub>équ</sub>	Module d'élasticité de Young apparent, MPa
F	Force appliquée, N
G <sub>A</sub>	Énergie libre de Gibbs de l'austénite, J
G <sub>M</sub>	Énergie libre de Gibbs de la martensite, J
H <sub>A</sub>	Entropie de l'austénite, J
H <sub>M</sub>	Entropie de la martensite, J
L	Longueur du ressort, mm
M <sub>f</sub>	Température de fin de la transformation martensitique, °C
M <sub>p</sub>	Température de pic de la transformation martensitique, °C
M <sub>s</sub>	Température de début de la transformation martensitique, °C
NF	Normes Françaises
S <sub>A</sub>	Enthalpie de l'austénite
S <sub>M</sub>	Enthalpie de la martensite
T <sub>E</sub>	Température de l'échantillon, °C
T <sub>R</sub>	Température du matériau de référence, °C



$\delta$	Allongement de la pièce, mm
$\varepsilon$	Déformation longitudinale du matériau, %
$\varepsilon_x$	Déformation du matériau selon la direction x, %
$\varepsilon_y$	Déformation du matériau selon la direction y, %
$\varepsilon_R$	Déformation résiduelle, %
$\sigma_x$	Contrainte appliquée dans la direction X, MPa
$\sigma_y$	Contrainte appliquée dans la direction Y, MPa
$\sigma_1$	Contrainte principale dans la direction 1, MPa
$\sigma_2$	Contrainte principale dans la direction 2, MPa
$\sigma_{Af}$	Contrainte de fin d'induction de la transformation austénitique, MPa
$\sigma_{As}$	Contrainte de début d'induction de la transformation austénitique, MPa
$\sigma_{Mf}$	Contrainte de fin d'induction de la transformation martensitique, MPa
$\sigma_{Ms}$	Contrainte de début d'induction de la transformation martensitique, MPa
$\sigma_{ij}$	Tenseur de l'état de contrainte, MPa
$\sigma'_{ij}$	Composante déviatorique de la contrainte, MPa
$\varepsilon_{ij}$	Tenseur de l'état de déformation
$\varepsilon'_{ij}$	Composante déviatorique de la déformation
$\nu$	Coefficient de Poisson
$\Delta H$	Énergie de transformation, J/g
$\Delta T$	Différence de température, °C
$\sigma_{equ}^M$	Contrainte équivalente de Von Mises, MPa
$\varepsilon_{equ}^M$	Déformation équivalente de Von Mises, MPa



## INTRODUCTION

Les alliages à mémoire de forme (AMF) appartiennent à la classe des matériaux actifs ou matériaux intelligents. Contrairement aux matériaux passifs, les matériaux actifs, sous certaines conditions de chargement mécanique ou thermique, peuvent à la fois jouer le rôle de capteurs ou d'actuateurs. Ce comportement est rendu possible grâce à des changements au niveau de la microstructure dans le matériau.

La dénomination « mémoire de forme » ne couvre en fait qu'une partie des multiples aspects du comportement de ces alliages. En effet, d'autres phénomènes sont mis en évidence par ces matériaux, à savoir la superélasticité, l'effet caoutchoutique et l'effet amortissant. Depuis quelques décennies, de nombreux travaux de recherche sont menés sur ces matériaux afin d'en étudier le comportement.

D'un point de vue d'ingénierie, il existe un intérêt spécial à étudier le comportement structurel d'une composante en AMF avant sa mise en production. C'est ainsi qu'un modèle du matériau en termes de relations mathématiques est nécessaire pour en prédire le comportement. De telles lois de comportement ne sont valables que si elles sont validées par des études expérimentales approfondies du matériau.

La plupart des études expérimentales sur les AMF qui se trouvent dans la littérature sont des essais de traction uni-axiale sur des fils minces. Quelques études de caractérisation en torsion et en compression ont également été menées. Pour ce qui est de la caractérisation multi-axiale, quelques études ont été réalisées sur des AMF à base de cuivre.

Dans cette étude, il s'agira de pousser l'investigation dans la caractérisation multi-axiale des AMF en introduisant des essais bi-axiaux sur des échantillons de Nitinol qui n'a quasiment pas fait l'objet de ce genre d'expérimentation auparavant. On examinera tout particulièrement si la limite de réorientation de la martensite (à basse température) et la limite de début de martensite (à haute température) satisfont le critère de Von Mises basé sur l'énergie de distorsion maximale.

Le matériau en question fera donc l'objet d'une caractérisation selon plusieurs étapes, à commencer par une analyse par calorimétrie différentielle à balayage (DSC), puis par des essais de traction uni-axiaux et, finalement, une série de tests sous chargements complexes pour différentes phases du matériau.

La caractérisation multi-axiale se fera par l'entremise d'une machine de traction universelle avec l'aide d'un pantographe spécialement élaboré pour la circonstance. Les résultats des essais multi-axiaux serviront à déterminer une loi de comportement du matériau dans chacune des ces phases.

Le présent mémoire comportera donc un premier chapitre consacré à la présentation générale des AMF, de leurs différentes propriétés et des principaux effets qui les caractérisent.

Dans le deuxième chapitre consacré à la revue bibliographique, nous allons exposer les principaux travaux qui ont été réalisés dans le domaine de la caractérisation mécanique des AMF.

Les troisième et quatrième chapitres traiteront respectivement de la caractérisation de l'AMF par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et de la caractérisation mécanique uni-axiale (traction) où nos différents essais et commentaires seront exposés.

Enfin, le cinquième et dernier chapitre portera sur la caractérisation multi-axiale. Les différents essais bi-axiaux seront présentés, discutés et exploités pour l'élaboration d'un modèle théorique de comportement.

# CHAPITRE 1

## PRÉSENTATION DES AMF

### 1.1 Généralités

Le chercheur Arne Ölander observe en 1932, le comportement superélastique d'un alliage d'or et de cadmium (Au-Cd). À la suite de cette découverte, les recherches s'intensifient. L.C Chang et T.A. Read (1950), de l'université de New York, utilisent les rayons X pour comprendre les changements dans la structure cristalline de cet alliage. Ces deux chercheurs découvrent par la suite un autre alliage aux propriétés surprenantes, à savoir l'indium-thallium. Le coût élevé de l'or et de l'indium et la nature toxique du cadmium ralentissent considérablement les recherches. C'est en 1963 que la découverte d'un alliage à faible coût et surtout non toxique donne un nouvel élan à la recherche dans ce domaine. Une équipe dirigée par W.J. Buehler, du U.S. Naval Ordnance Laboratory (NOL) observe le phénomène de mémoire de forme chez un alliage équiatomique de nickel-titane (NI-TI-NOL). Cet alliage, maintenant appelé « Nitinol », s'est avéré moins coûteux, non corrosif et présente un pourcentage de déformation plus grand que chez les alliages déjà connus. Ces événements ont mené en 1969, au développement de la première application industrielle bénéficiant de la mémoire de forme, notamment dans l'industrie de la tuyauterie des avions F14. Les matériaux métalliques possédant une mémoire de forme sont simplement appelés « alliages à mémoire de forme » ou plus succinctement « AMF ».

Le comportement remarquable des AMF dépend essentiellement d'une transformation martensitique qui se manifeste à une température dépendant de divers facteurs dont les plus importants sont la composition de l'alliage et le traitement thermique appliqué au matériau.

Il existe plusieurs types d'alliages qui présentent le phénomène de mémoire. Beaucoup d'entre eux ne sont pas sortis des laboratoires, pour des raisons évidentes de manque d'intérêt pour l'industrie. Le plus courant et celui qui fait l'objet de cette étude est le



nickel-titane que l'on trouve breveté sous le nom de Nitinol. Il est généralement à l'équilibre stoechiométrique entre le titane et le nickel, et il demande une grande maîtrise du processus d'élaboration.

La transformation martensitique est à distinguer d'autres modifications structurales qu'un matériau peut subir, tels que la précipitation ou la diffusion. Elle se distingue par les caractéristiques suivantes :

- Un changement de phase à l'état solide
- Une transformation quasi-instantanée; il peut y avoir coexistence des deux phases à un état d'avancement donné.
- La déformation est accompagnée d'une très faible variation de volume, mais d'un cisaillement important.
- Les variations thermodynamiques externes (température) et les contraintes mécaniques sur le matériau ont un effet sur cette transformation martensitique.

C'est en référence à la transformation martensitique des aciers, que l'on appelle «austénite» la phase-mère à haute température, tandis que la phase issue de la transformation martensitique est appelée «martensite ».

Selon le chargement thermomécanique (augmentation ou diminution de la contrainte, augmentation ou diminution de la température), la transformation martensitique peut être divisée en trois principaux types :

- La transformation directe de la phase mère à haute température (austénite) à la martensite.
- La transformation inverse de la martensite à basse température à la phase mère (austénite).
- La réorientation des variantes de martensite sous l'action d'une contrainte mécanique à basse température.

Lors de la transformation martensitique, la fraction de martensite dans le matériau, dénotée  $f$  varie entre 0 (complètement en austénite) et 1 (complètement en martensite), comme le montre la figure 1.1. La fraction de martensite varie de façon différente au chauffage et au refroidissement.

Au chauffage, la fraction de martensite  $f$  passe de 1 à 0 entre les températures  $A_s$  et  $A_f$ , où  $A_s$  est la température de début de l'austénite et  $A_f$  est la température de la fin de l'austénite. Au refroidissement,  $f$  passe de 0 à 1 entre les températures  $M_s$  et  $M_f$  où  $M_s$  est la température de début de la martensite et  $M_f$  est la température de fin de la martensite. La figure 1.1 montre également que le cheminement au chauffage et au refroidissement n'est pas le même, ce qui fait apparaître une hystérésis

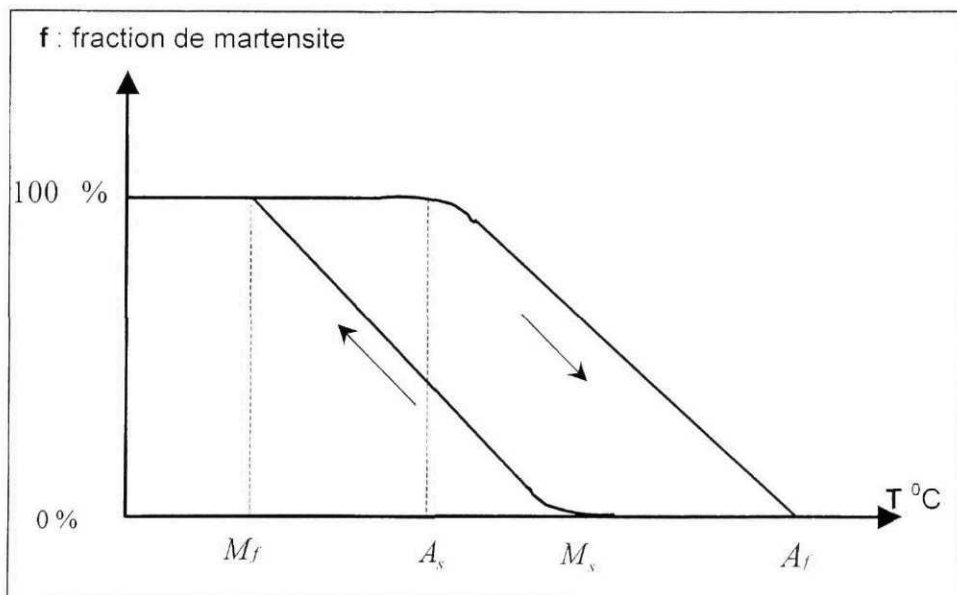


Figure 1.1 Fraction volumique de martensite en fonction de la température

Les températures caractéristiques de l'alliage ( $A_s$ ,  $A_f$ ,  $M_s$ ,  $M_f$ ) telles que présentées à la figure 1.1, caractérisent le début et la fin de la transformation de phase, mais seulement lorsque aucune contrainte n'est appliquée. Si le matériau est soumis à une contrainte mécanique et que la température est variée, le début et la fin de la transformation de



phase surviennent à des températures supérieures à celles observées si aucune contrainte n'était appliquée au matériau. La figure 1.2 montre le diagramme d'état d'un AMF pour la transformation d'austénite en martensite.

Ce diagramme indique, selon la valeur de la contrainte  $\sigma$  et de la température  $T$  si l'alliage est dans le domaine martensitique, austénitique ou dans un état biphasé martensite-austénite. En dessous de la droite  $M_f$ , le matériau est complètement en martensite et au delà de la droite  $A_f$ , il est à l'état austénitique pur. Entre ces deux bornes, le matériau est biphasé (austénite+martensite). Ainsi, à partir du point A de la figure 1.2 représentant un état complètement austénitique du matériau, l'austénite peut être transformée en martensite soit en augmentant la contrainte pour aller vers le point B, ou en diminuant la température pour aller au point C.

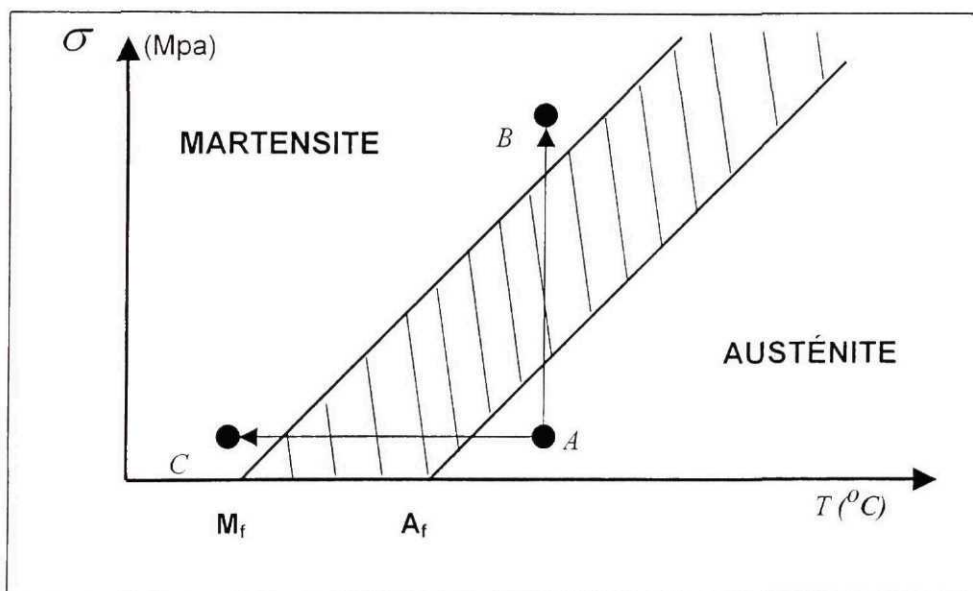


Figure 1.2 Diagramme d'état pour la transformation de l'austénite en martensite

## 1.2 Comparaison entre les métaux conventionnels et les AMF

Comparativement aux alliages et métaux ordinaires, les AMF ont des comportements mécaniques et thermodynamiques tout à fait différents, d'où la nécessité des travaux de caractérisation. Le tableau I illustre les différences majeures que peuvent présenter les AMF par rapport aux matériaux métalliques ordinaires.

Tableau I

Comparaison des AMF aux métaux ordinaires

	Les matériaux métalliques	Les alliages à mémoire de forme
<b>Domaine élastique ou superélastique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Petites déformations (&lt;1%)</li> <li>• Déformations réversibles</li> <li>• Déformation linéaire.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Grandes déformations (5 à 8%)</li> <li>• Déformations réversibles.</li> <li>• Déformations non linéaires.</li> </ul>
<b>Propriétés thermiques</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Manifestation de la dilatation thermique lors des variations de température.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Manifestation de la dilatation thermique lors des variations de température.</li> <li>• Phénomène de mémoire de forme lors du chauffage entre <math>A_s</math> et <math>A_f</math>.</li> </ul>

## 1.3 Mécanisme de déformation de la transformation martensitique :

À l'état solide, deux types de transformations peuvent exister : le changement de phase par diffusion et le changement de phase par cisaillement. Pour le premier type, les atomes du solide se forment par un déplacement aléatoire avec de longues distances car la nouvelle phase possède une composition chimique différente de celle de la matrice d'origine (matrice de formation). Quant au deuxième type de transformation, le changement de phase se produit par une transformation displacive en d'autres termes, les

déplacements atomiques sont faibles relativement aux dimensions de la maille. Pour ce type de transformation, le matériau garde la même composition chimique de la phase mère c'est-à-dire l'austénite. Pour ce cas, les atomes se réarrangent pour former une structure stable (figure 1.3).

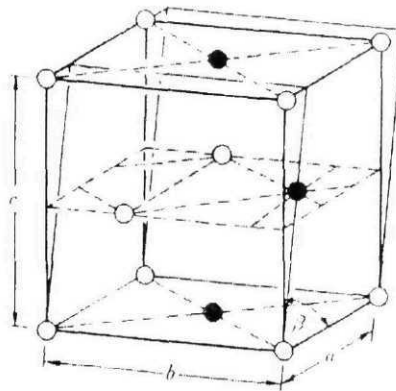


Figure 1.3 Réarrangement des atomes du matériau au cours de la transformation displacive

Ce type de transformation est également appelé transformation par cisaillement. La déformation de transformation est dans ce cas, composée d'une faible dilatation volumique et d'une forte composante déviatorique.

La transformation martensitique se forme par refroidissement à partir d'une phase stable à haute température appelée austénite pour se stabiliser ensuite à une phase à basse température appelée martensite. La transformation martensitique est alors une transformation qui se produit par un changement de phase par cisaillement (second type). La phase à haute température (austénite) et la phase à basse température (martensite) sont séparées par une interface nette appelée plan invariant, plan d'accrolement ou plan d'habitat. Le cisaillement caractérisant cette transformation se produit alors dans cette interface.

Lorsqu'il y a coexistence de la phase mère à haute température (austénite) et celle à basse température (martensite), on dit que la transformation martensitique est une

transformation du premier ordre comme le montre la figure 1.4 tirée des travaux de J. Pons (1999).

La transformation martensitique est caractérisée géométriquement par :

- Une déformation homogène du réseau : les mailles cristallographiques de l'austénite (phase mère) sont différentes de celle de la martensite.
- Une déformation hétérogène du réseau invariant : la présence d'une déformation additionnelle due essentiellement à un glissement ou à un maclage ou à des fautes d'empilement tout en gardant un plan invariant.
- Une rotation rigide

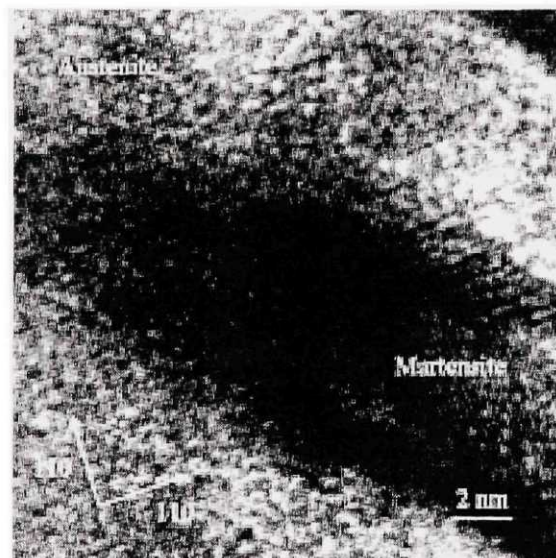


Figure 1.4 Phase de transition austénite-martensite dans un AMF Cu-Zn-Al

#### 1.4 Propriétés thermodynamiques de la transformation martensitique

La compréhension du comportement thermodynamique de la transformation martensitique d'un matériau solide nous amène à analyser ce dernier dans son état



monocristallin. Dans cet état, nous pouvons observer un comportement linéaire de l'énergie libre de Gibbs de la phase mère (austénite),  $G_A$  et celle de la martensite  $G_M$  par rapport à la température; ce qui revient à écrire :

$$G_A = H_A - T S_A \quad (1.1)$$

$$G_M = H_M - T S_M \quad (1.2)$$

où  $H_A$ ,  $H_M$ ,  $S_A$ ,  $S_M$  représentent respectivement les entropies et les enthalpies de l'austénite et de la martensite et  $T$  est la température.

Si on exprime l'énergie libre de la transformation  $\Delta G_{AM}$ , nous obtenons :

$$\Delta G_{AM} = G_A - G_M = \Delta H_{AM} - T \Delta S_{AM} \quad (1.3)$$

$\Delta H_{AM}$  et  $\Delta S_{AM}$  sont respectivement la différence d'enthalpie et la différence d'entropie entre l'austénite et la martensite.

La figure 1.5 donne les courbes des énergies libres de l'austénite et de la martensite en fonction de la température où  $T_0$  est la température d'équilibre.

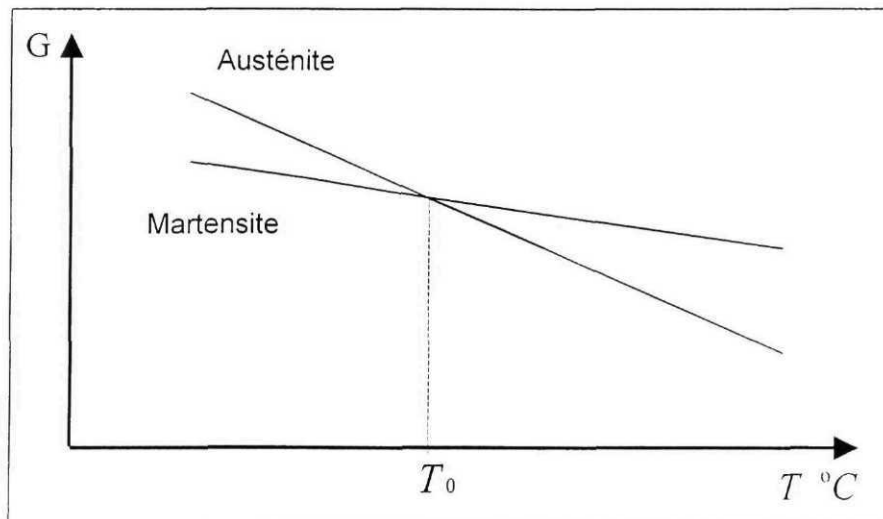


Figure 1.5 Variation des énergies libres de l'austénite et de la martensite en fonction de la température



D'après le diagramme de la figure 1.5 nous constatons que :

- Si  $T > T_0$ ,  $\Delta G_{AM} < 0$  il s'agit donc de l'austénite qui est stable à ces températures.
- Si  $T < T_0$ ,  $\Delta G_{AM} > 0$  il s'agit donc de la martensite qui est stable à ces températures.

Selon la figure 1.5, l'énergie libre  $\Delta G_{AM}$  s'annule ( $\Delta G_{AM}=0$ ) à la température  $T = T_0$ , ce qui indique que la transformation de phase se produit à une température unique. Cette situation n'existe pas dans la réalité car la phase martensitique est créée par nucléation et croissance à partir de la phase austénitique. Les deux phases sont donc séparées par une interface. Ainsi, le bilan énergétique n'est donc pas aussi simple et doit tenir compte des énergies d'interface suivantes :

- L'énergie d'interface des variantes de martensite
- L'énergie dissipée par frottement des interfaces au cours de la transformation
- L'énergie élastique de déformation causée par les contraintes extérieures appliquées

C'est pour cette raison que les transformations directe et inverse ne se produisent pas à une seule température déterminée  $T_0$ , mais plutôt étalées sur un intervalle de températures qui n'est pas le même pour les transformations directe et inverse.

## 1.5 Propriétés thermomécaniques des alliages à mémoire de forme (AMF)

### 1.5.1 Effet de mémoire de forme

Ce comportement est obtenu à partir d'un chargement thermomécanique qui comprend une déformation à froid suivie d'un chauffage au delà de la température  $A_f$ . Plus spécifiquement, l'alliage subit le changement séquentiel illustré à la figure 1.6 :

1. Le matériau est refroidi à partir d'une température  $T_i$  supérieure à la température  $A_f$  ( $T_i > A_f$ ) jusqu'à une température  $T_f < M_f$  sans application de contrainte mécanique ( $\sigma = 0$ ).
2. À la température  $T_f$ , on applique puis on relâche la contrainte sur le matériau. Il en résulte une certaine déformation résiduelle.
3. On réchauffe le matériau jusqu'à une température  $T_i$  et la déformation résiduelle est récupérée.
4. Le matériau revient alors à sa forme initiale.

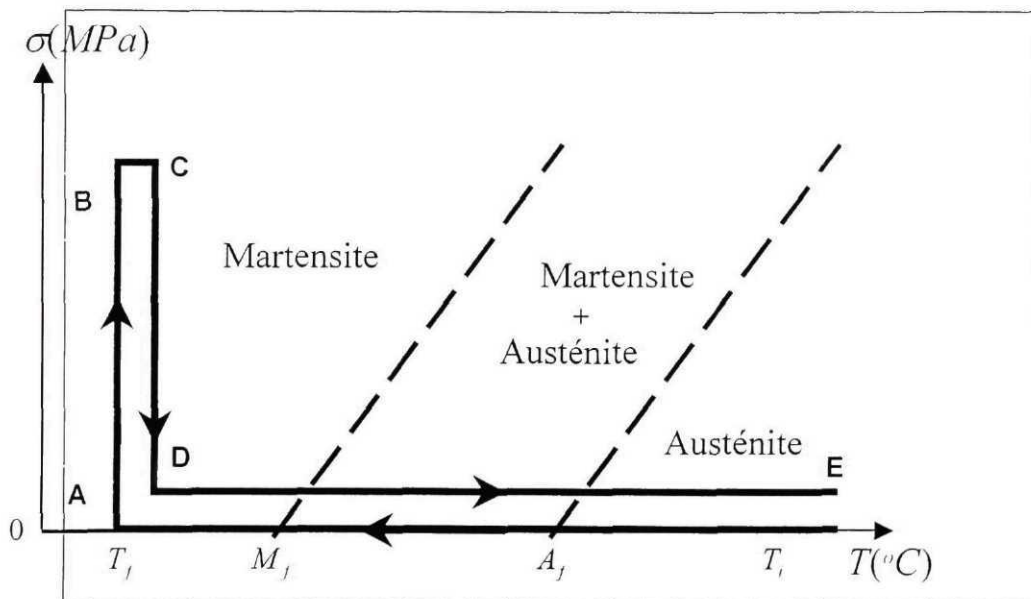


Figure 1.6 Effet mémoire de forme

L'effet mémoire de forme peut également être représenté par un diagramme tridimensionnel contrainte-déformation-température comme le montre la figure 1.7.

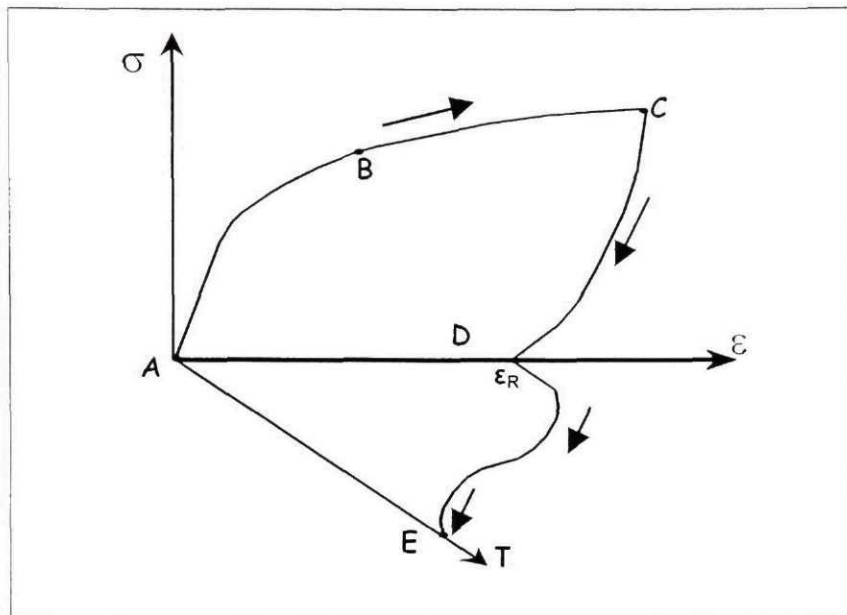


Figure 1.7 Représentation tridimensionnelle de l'effet mémoire de forme

À partir de la représentation tridimensionnelle de l'effet mémoire de forme (figure 1.7), nous constatons que :

- La contrainte croissante  $\sigma$  (portion A-B-C), produit des déformations également croissantes mais non linéaires par rapport à la contrainte. Ici, il n'y a aucune transformation de phase, mais plutôt de la réorientation des variantes de martensite.
- Lors du déchargement (portion C-D), on constate un retour quasi élastique. Il en résulte alors une déformation résiduelle,  $\varepsilon_R$  qui est le résultat de la réorientation des variantes de la martensite pendant le chargement. La déformation résiduelle maximale,  $\varepsilon_R^{\max}$  représente la limite de la déformation par réorientation.
- Enfin, lors du chauffage subséquent (portion D-E), on constate la disparition de la déformation résiduelle  $\varepsilon_R$  à cause de la transformation inverse martensite-austénite induite par le réchauffage, ce qui permet au matériau de retrouver sa forme initiale, d'où le nom « effet mémoire de forme ».

### 1.5.2 Superélasticité

La superélasticité se manifeste à des températures supérieures à  $A_f$ . On observe une déformation réversible beaucoup plus élevée ( $>5\%$ ) que pour les métaux ordinaires ( $<1\%$ ). Elle fait également intervenir la transformation martensitique.

La figure 1.8 montre l'allure d'une courbe contrainte-déformation obtenue lors d'un essai de chargement superélastique (à gauche), et le chargement thermomécanique illustré sur un diagramme d'état (à droite).

À partir d'un état purement austénitique ( $T > A_f$ ), la contrainte dans le matériau est augmentée jusqu'au point où la zone de transformation est complètement traversée. La contrainte est par la suite relâchée pour revenir à l'état initial. On remarque qu'aucune déformation résiduelle n'est présente après un chargement suivi d'un déchargement. Il s'agit donc d'un comportement élastique dit réversible, mais non linéaire.

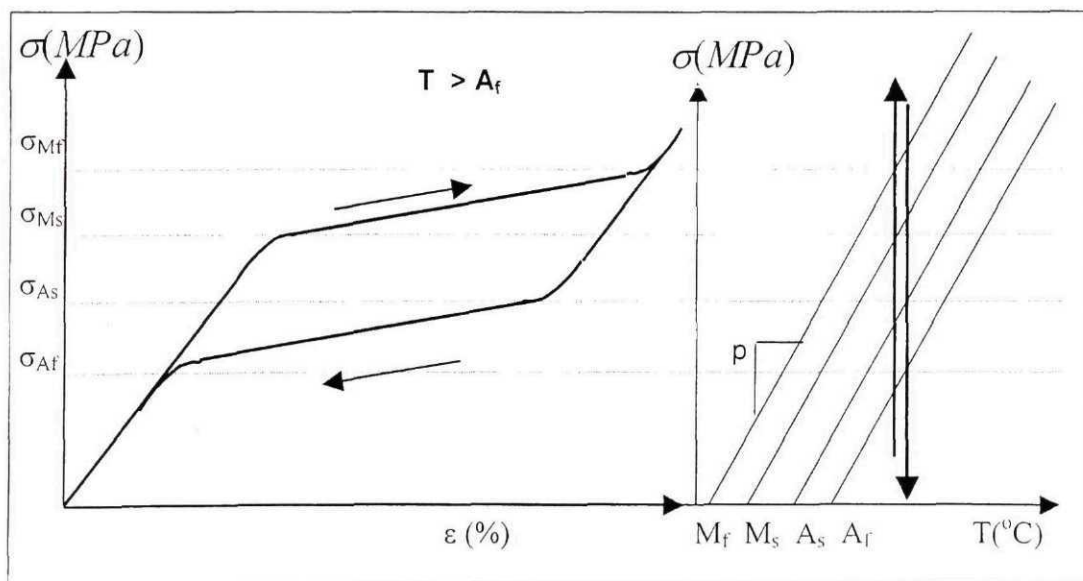


Figure 1.8 Représentation de l'effet superélastique



L'examen de la figure 1.8 nous permet également de faire les commentaires suivants :

- Les contraintes de début et de fin de transformation dépendent de la température de l'essai. Elles sont d'autant plus importantes que la température augmente et dépendent aussi de la pente "p" des droites de transformation du diagramme d'état. Pour le nitinol, la pente "p" varie de 4 à 20 MPa/°C.
- La contrainte limite à partir de laquelle l'austénite ne présente plus un comportement élastique linéaire mais plutôt la transformation de l'austénite vers la martensite est notée  $\sigma_{Ms}$ .
- Lorsque la contrainte passe de 0 à  $\sigma_{Ms}$ , le comportement est linéaire et correspond à l'austénite élastique caractérisée par le module de Young du matériau en austénite. Dans la région de transformation de phase, la contrainte varie entre  $\sigma_{Ms}$  et  $\sigma_{Mf}$  avec une rigidité apparente inférieure au module de Young en austénite. Au delà de la contrainte  $\sigma_{Mf}$ , on retrouve le régime élastique de la martensite. À partir du moment où la contrainte est relâchée, les mêmes étapes se reproduisent, mais la transformation a lieu à des niveaux de contraintes plus bas, c'est-à-dire entre  $\sigma_{As}$  et  $\sigma_{Af}$ . C'est précisément pour cette raison qu'il y a apparition d'une hystérésis.

### 1.5.3 Effet amortissant

Également appelé frottement interne, l'amortissement mécanique des matériaux est le résultat d'une transformation irréversible d'énergie mécanique en énergie thermique dissipée. Dans le cas des AMF, le frottement interne prend différentes valeurs selon l'état du matériau et sa déformation. La figure 1.9 illustre la variation du frottement interne des AMF en fonction de l'état du matériau et de sa déformation.

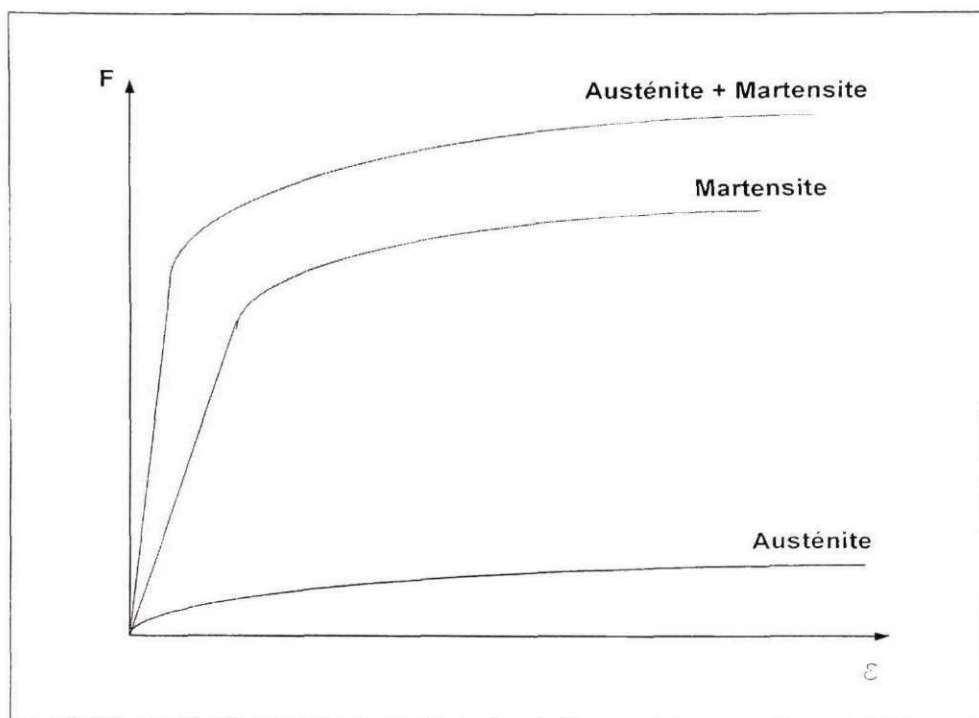


Figure 1.9 Variation de l'amortissement dans un AMF en fonction de la déformation à différentes phases

En austénite, le frottement interne est dû au mouvement réversible des dislocations, tandis qu'en martensite, il est dû au mouvement réversible des interfaces entre les différentes variantes

La figure 1.9 montre que le frottement intérieur et donc l'amortissement est faible en austénite, il est plus grand en martensite et encore plus important lorsque les deux phases coexistent parce qu'il y a présence d'interfaces supplémentaires entre la martensite et l'austénite.

## 1.6 Généralités sur le Nitinol

L'alliage qui fera l'objet de l'expérimentation dans le cadre de ce mémoire est un alliage ayant des propriétés remarquables. C'est le nitinol, un alliage à mémoire de forme qui a

fait l'objet de toutes sortes d'études, mais dont certaines propriétés mécaniques sous certaines conditions restent à découvrir.

### 1.6.1 Fabrication

Les alliages de nickel-titane contiennent pour la plupart le même nombre d'atomes de nickel et de titane (figure 1.10). Une variation de moins de 1% dans la composition en Nickel ou en titane ou encore la présence de contaminants comme le fer ou l'oxygène changent radicalement les propriétés recherchées en élargissant l'intervalle de transformation et en modifiant les températures de transition de  $\pm 200^{\circ}\text{C}$ .

La dureté du nitinol et ses habiletés à changer de forme rendent difficile l'usinage dans ce matériau et causent des problèmes comme lors du perçage d'un trou. La friction produit de la chaleur, ce qui affecte la forme du matériau. Pour y remédier, on utilise des EDM (en anglais : Electric Discharge Machining), des "couteaux" laser ou des lames de diamant avec refroidissement.

Le processus de fabrication de l'alliage consiste à mesurer soigneusement les composants (le nickel et le titane), puis les mélanger pour ensuite chauffer le tout dans un four à  $1300^{\circ}\text{C}$ . Il suffit ensuite de refroidir le mélange pour former des lingots. Les feuilles ou les fils sont obtenus par des traitements subséquents tels que le laminage ou le tréfilage.

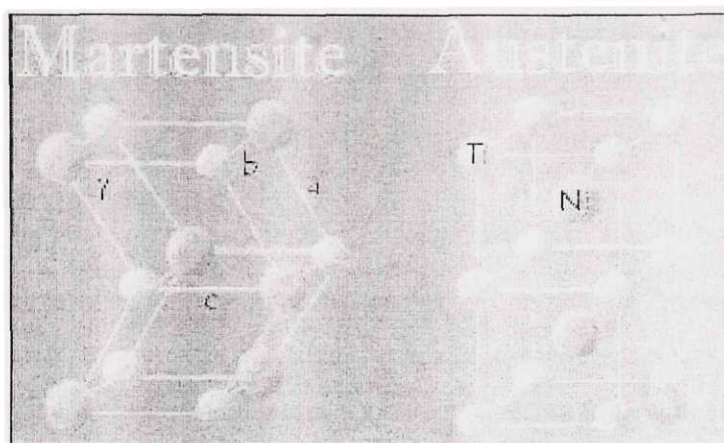


Figure 1.10 Structure du NiTi en austénite et en martensite

### 1.6.2 Propriétés:

La propriété la plus remarquable et la plus recherchée du nitinol est sa capacité à garder en mémoire la forme acquise à haute température lors d'un traitement thermique (à environ  $500^{\circ}\text{C}$ ) et de la reprendre lorsque celui-ci est chauffé à des températures supérieures à  $A_f$  après avoir été déformé à une température inférieure à  $M_f$ .

La déformation induite par transformation de phase dans le nitinol peut atteindre 8%. La plupart des alliages ne peuvent supporter de telles déformations que pendant quelques cycles de chargement, c'est pourquoi on recommande de n'utiliser que de 3 à 5% de déformation.

Le nitinol peut être soumis sans dommages à des contraintes allant jusqu'à plus de 600 MPa. Il peut néanmoins se briser si les contraintes excèdent cette valeur. Avant la rupture, le nitinol peut atteindre des déformations de 15 à 30 %.

Selon la littérature, le module d'élasticité (ou module de Young) du nitinol est d'environ 70 000 MPa au minimum en austénite et de 27 000 à 41 000 MPa en martensite. La densité moyenne du nitinol est de  $6,45 \text{ g/cm}^3$  et sa température de fusion est de  $1300^{\circ}\text{C}$ . Sa conductibilité thermique est de  $8 \text{ Watt/m}^{\circ}\text{C}$  en martensite et de  $18 \text{ Watt/m}^{\circ}\text{C}$  en austénite. C'est donc un bon conducteur de chaleur et d'électricité.



Son coût est relativement élevé. Il est réputé pour son inoxydabilité, particulièrement en contact avec le corps humain, d'où ses intérêts médicaux indéniables.

### **1.6.3 Perspectives d'utilisation**

Depuis sa toute première apparition, le nitinol a conquis de vastes domaines de l'industrie. Son utilisation s'est étendue d'applications mécaniques simples à la robotique, à l'instrumentation médicale et à l'industrie aérospatiale entre autres. C'est un alliage formidable dont les capacités et les caractéristiques lui permettent de percer dans de nombreux domaines.

Des recherches plus approfondies et une expérimentation plus poussée sur le nitinol, notamment en ce qui a trait à son comportement mécanique et en fatigue, permettront une meilleure utilisation de cet alliage. Une meilleure compréhension du comportement du nitinol aura sans aucun doute de fortes répercussions technologiques et des retombées économiques importantes sur l'industrie.

## **CHAPITRE 2**

### **REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

#### **2.1 Introduction**

L'objectif de ce chapitre est de dresser un récapitulatif de certains travaux en relation avec les alliages à mémoire de forme et surtout de passer en revue ceux concernant la caractérisation mécanique uni-axiale et multi-axiale. Cette revue bibliographique permettra de justifier la présente étude expérimentale et ouvrira le champs à l'élaboration de modèles qui prédiront plus fidèlement le comportement des AMF sous l'action de chargements complexes.

#### **2.2 Comportement mécanique des AMF**

Le comportement mécanique uni-axial des AMF est assez documenté et de multiples travaux de caractérisation ont été réalisés. Néanmoins, la caractérisation multi-axiale est beaucoup moins documentée, dans le sens où il reste énormément de travail à accomplir pour mieux connaître le comportement des AMF sous chargements multi-axiaux complexes.

La plupart des travaux qui ont été réalisés à date visent les questions relatives à la caractérisation uni-axiale en tension ou en compression. Les principaux résultats dans ce domaine ont fait apparaître le comportement différent des AMF en tension et en compression contrairement aux alliages ordinaires.

### 2.2.1 Comportement sous chargement uni-axial.

La majeure partie des travaux de caractérisation du comportement mécanique du Nitinol traite essentiellement de la pseudo-élasticité et de l'effet mémoire de forme.

Les tous premiers essais en tension de fils de Nitinol ont été réalisés par Cross et al (1969), dans le cadre d'une étude pour la NASA et la compagnie de pneumatiques Goodyear. Le matériau utilisé est un alliage ternaire de Nitinol Ni-44.93wt%Ti-0.07wt%C dans lequel des fils de 3.94 mm de long et 0.79 mm de diamètre ont été confectionnés pour servir d'échantillons. Les essais ont été effectués dans un environnement à température contrôlée où la température variait entre des valeurs inférieures à  $M_f$  jusqu'à des valeurs supérieures à  $A_f$ . Plusieurs paramètres ont en effet été déterminés, en particulier les modules de Young ainsi que les contraintes critiques de martensite. La contrainte critique de martensite étant la contrainte de fin de transformation. L'étude a révélé que pour des températures variant de  $A_s$  à  $A_f$ , le module d'élasticité augmente asymptotiquement jusqu'à 82.7 GPa. Pour des températures inférieures à  $M_s$ , le module d'élasticité augmente de 20.7 GPa à  $M_s$  jusqu'à 28.3 GPa à  $M_f$ . Dans le cas du chauffage à partir d'une température inférieure à  $M_f$ , l'étude a montré que le module d'élasticité restait constant (27.6 GPa) jusqu'à la température  $A_s$ . Le rapport des modules d'élasticité d'austénite à martensite se situe aux environs de 2.9.

D'autres travaux ultérieurs, notamment ceux de D. Ford, D. Hebda et S. White (1994), de Liang, Rogers et Fuller (1991) ainsi que de K. Melton (1990), ont démontré que ce rapport variait entre 2.3 et 6. De plus, la même étude a montré que la contrainte critique de martensite qu'ils ont défini comme étant la contrainte de réorientation des variantes de martensite à basse température et comme la contrainte de début de martensite à haute température, est constante à l'extérieur de l'intervalle de transformation. Elle est de 620 MPa pour l'austénite et de 103 MPa pour la martensite. Le rapport des contraintes critiques austénite/martensite est de l'ordre de 6.2. Des valeurs différentes de ce ratio ont été trouvées dans le cadre d'autres recherches allant de 8 trouvé par K. Melton (1990) à 10 dans les travaux de Schetky, Lei, Liang et Rogers (1993).

Les chercheurs qui se sont penchés sur l'étude du comportement mécanique du Nitinol, Wasilewski et al (1972), Sachdeva et Miyazaki (1990), Melton (1990), Liang et Rogers (1990) ont déduit que son comportement en compression, en torsion ou en flexion est similaire à celui observé en tension, mais avec des différences remarquables dans les propriétés mécaniques. La réponse en compression est caractérisée par de plus grandes contraintes critiques et de plus petites déformations récupérables par rapport à la tension. Tandis qu'en torsion, selon les travaux de K. Melton (1990), les contraintes critiques sont beaucoup plus petites que celles observées en tension ou en compression, et les déformations récupérables sont beaucoup plus importantes. Dans les travaux de Furuya et al (1988), et Liang et Rogers (1990), le comportement en flexion s'est avéré comparable à celui en tension.

Dans un article sur le comportement asymétrique du NiTi sous tension et compression, L. Orgeas et D. Favier (1995) apportent quelques nouveaux résultats expérimentaux concernant des tests de traction et compression effectués sur des échantillons de NiTi équiatomiques. Les tests de traction et de compression ont été appliqués sur les mêmes échantillons (des rubans de 40 mm de long et de section transversale de 5.6 mm x 2.7 mm) afin d'éviter un quelconque effet géométrique. Les températures des expériences ont été réalisées grâce à un bain d'huile de silicone. Ce choix permet de soumettre le matériau au même traitement thermomécanique, c'est-à-dire un laminage à froid entraînant une réduction d'épaisseur de 18% suivie d'un chauffage à 430 °C pendant une demi-heure. Un dispositif spécial a été conçu pour éviter le flambement durant la compression. Des tests préliminaires ont été réalisés sur le dispositif afin de déterminer son influence, ce qui s'est avéré négligeable.

Les résultats montrent que le comportement en tension et en compression n'est pas symétrique, en particulier pour le comportement superélastique. D'ailleurs, les amplitudes de l'effet mémoire à simple sens ainsi que la pente de la variation linéaire de la contrainte de transformation avec la température sont comparés pour les deux états de contrainte. Il apparaît que les contraintes de transformation sont plus grandes en



compression comparativement à la traction. À l'opposé, les déformations récupérables sont plus grandes en traction.

### 2.2.2 Comportement sous chargement multi-axial.

La partie de la revue bibliographique qui précède s'est limitée uniquement au simple comportement uni-axial (traction et compression). Néanmoins, dans les applications d'ingénierie, les AMF sont sujets à des conditions de chargements multi-axiaux beaucoup plus complexes. Malgré ce fait, très peu d'études expérimentales ont été réalisées pour caractériser le comportement des AMF sous l'effet de chargements complexes.

Des travaux de caractérisation en torsion ont été introduits par Adler, Yu, Pelton, Zadno, Duerig et Barresi (1990) qui ont ainsi introduit un autre état de contrainte et ont dressé une comparaison entre les déformations en torsion et en traction d'un AMF de NiTi. À titre d'exemple, les ressorts en nitinol utilisés comme actuateurs de température sont soumis à des efforts de torsion quand ils sont activés. Cette dernière équipe de chercheurs a donc examiné expérimentalement la relation entre les déformations dues à la traction et celles dues à la torsion. Les couples de torsion et les angles de rotation ont été convertis respectivement en contraintes de cisaillement équivalentes et en déformations équivalentes à des fins de comparaison. La principale conclusion de ces travaux est qu'à l'intérieur de l'intervalle de transformation ( $M_f < T < A_f$ ), la contrainte critique d'écoulement en traction est d'environ 24% supérieure à la contrainte d'écoulement en torsion. À l'extérieur de cet intervalle ( $T > A_f$ ), l'expérience a révélé que les deux valeurs sont quasiment identiques malgré une différence apparente du module d'élasticité.

Les travaux de Sittner et al (1995), Sittner et Tokuda (1994), Tokuda et al (1995), sur le comportement en déformation des AMF sous chargements complexes ont ouvert la voie au développement de nouveaux types d'applications industrielles. En effet, leurs

différentes études ont montré que le comportement des AMF dans ces conditions est unique, complexe mais répétable.

Ces derniers chercheurs s'entendent tous à dire qu'un ensemble d'équations constitutives est nécessaire aux concepteurs pour prédire le comportement en déformation des AMF sous chargements complexes. Quelques équations constitutives ont déjà été proposées pour des chargements multi-axiaux, mais elles ont rarement fait l'objet de vérification expérimentale, et leur fiabilité reste donc incertaine.

Dans une étude expérimentale du comportement d'un AMF monocristallin à base de cuivre sous chargement bi-axial, Chu et James (1993) ont présenté les résultats de ces essais sur la transition entre deux variantes de martensite. Le dispositif expérimental utilisé est constitué d'un ensemble de poulies, de ressorts et de câbles qui permet de solliciter des échantillons en croix de manière bi-axiale. Ils ont observé que la taille de l'hystérésis dépend fortement de l'orientation de l'échantillon. Tokuda, Takakura et Sittner (1999), se sont toutefois penchés sur la vérification expérimentale des équations de comportement. Ils ont réalisé l'étude expérimentale du comportement thermomécanique d'un AMF polycristallin à base de cuivre sous chargement multi-axial et à température variable. Les recherches les plus récentes ciblent l'aspect théorique et le développement d'un modèle mécanique d'un AMF polycristallin et des équations mésoscopiques correspondantes. Le modèle présenté dans leur article est basé sur la plasticité du cristal et le mécanisme de déformation des AMF. Les différentes variantes dans les grains du cristal ainsi que l'orientation des grains sont considérées dans le modèle proposé. La fraction volumique des variantes de martensite dans le processus de transformation et l'influence de l'état de contrainte sur la transformation sont également considérés. Quelques résultats de calculs obtenus par les équations constitutives sont présentés et comparés aux résultats expérimentaux. Il a été établi que le comportement en déformation des AMF sous des conditions de chargement complexe est bien reproduit par le calcul des équations complexes.

Fang et al (1999) se sont également intéressés au comportement d'un AMF à base de cuivre monocristallin sous divers chargements multi-axiaux et se sont proposé de

vérifier par l'expérience la théorie sur les propriétés de la transformation martensitique thermoélastique. Les résultats de leur étude montrent que la théorie constitutive basée sur la micromécanique décrit fidèlement le processus thermodynamique complexe des transformations directes, inverses et la réorientation de la martensite et que les résultats expérimentaux coïncident bien avec les prédictions théoriques.

Dans leurs travaux sur le comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme, Helm et Haupt (2001) présentent les résultats d'essais de traction et de torsion ainsi que des essais de traction-torsion combinés sur des tubes de NiTi. Deux différents échantillons sont utilisés lors des essais, l'un austénitique et l'autre martensitique à température ambiante, ce qui constitue un désavantage puisque ce sont deux matériaux différents et la comparaison reste liée à la condition que les deux échantillons ont les mêmes propriétés. Nous n'aurons pas à considérer cette hypothèse puisque le même échantillon est étudié à la fois en martensite pure et en austénite pure. Leurs expériences sont donc menées dans des conditions isothermiques. Cependant quelques effets non-isothermiques peuvent apparaître notamment à cause de la génération de chaleur par le matériau pendant les changements de phases. Ces effets peuvent être exclus en appliquant de faibles taux de déformation. C'est pour cette raison que pour les travaux de ce mémoire, des taux de déformation faibles seront donc préconisés.

Lim et Mc Dowell (1999), ont examiné le rôle de l'action simultanée de la transformation directe et la transformation inverse d'un alliage de NiTi sur la non proportionnalité de la réponse et le taux de déformation inélastique a été adéquatement prédit. Diverses expériences à chargements contrôlés et à déformations contrôlées ont été menées, et les effets thermomécaniques ont été examinés. Dans le cas des essais multi-axiaux non-proportionnels, l'étude a révélé que la transformation de phase ne se fait pas selon le critère macroscopique de transformation  $J_2$ - $J_3$  ( $J_2$  et  $J_3$  étant respectivement le second et le troisième invariant du déviateur du tenseur de contraintes).

Dans le cadre de sa thèse de doctorat, Yves Gillet (1994) a exposé des lois de comportement phénoménologiques applicables à la description de chargements



mécaniques non homogènes. Il s'est appuyé sur les travaux antérieurs de Duerig et al (1991), Roumagnac (1993) ainsi que Vacher et Lexcellent (1991), qui ont montré qu'il existe une dissymétrie entre le comportement des AMF en traction et en compression. Il a confirmé que la description du comportement des AMF à partir d'un critère de type Von Mises n'est pas suffisant. Adoptant les lois de comportement de ces prédécesseurs, il a développé une série d'expériences sur différents AMF tant à base de cuivre que sur du nitinol, notamment en traction uni-axiale, en torsion et en flexion. La comparaison de ces résultats expérimentaux avec les résultats analytiques montre une concordance et une corrélation satisfaisantes. Toutefois, les lois de comportement phénoménologiques issues de ces travaux ne couvrent pas les matériaux dans la phase à basse température c'est-à-dire la phase martensitique.

Les travaux les plus récents concernant la caractérisation multi-axiale des AMF, sont ceux de Bouvet, Calloch et Lexcellent (2002) qui ont développé un certain nombre d'expériences sur un AMF à base de cuivre (Cu-Be-Al). Deux types de chargements ont été étudiés à savoir la combinaison de la traction axiale et la pression interne sur des tubes en AMF et la compression bi-axiale sur des cubes d'AMF de 20 mm d'arête. Une attention particulière a été accordée au comportement du matériau sous chargement multi-axial proportionnel et non-proportionnel. Ces deux types de tests sont complémentaires et permettent de déterminer, d'une part la forme de la surface du début de la transformation et d'autre part, la direction initiale du taux de déformation de la transformation. Un critère macroscopique pour la surface de début de transformation ( $J_2$ - $J_3$ ) a été proposé et identifié. Les essais non proportionnels qui ont été réalisés dans le cadre de ces travaux, sont également une base de départ pour le développement d'un nouveau modèle phénoménologique tenant compte de la non-proportionnalité du chargement dans le comportement mécanique des AMF.



## 2.3 Conclusion

Au vu de la recherche bibliographique axée sur le thème de la caractérisation mécanique des AMF, et en conclusion à ce chapitre, nous pouvons dire que beaucoup de choses restent à faire dans le domaine de la caractérisation mécanique multi-axiale des AMF.

La recherche sur le comportement uni-axial bien que assez documentée, ne suffit pas à elle seule à prédire le comportement des AMF dans les applications d'ingénierie où les sollicitations sont le plus souvent beaucoup plus complexes.

Malgré l'existence de quelques travaux d'expérimentation multi-axiale sur les AMF à base de cuivre, le comportement des alliages de titane-nickel sous chargements complexes reste largement à découvrir. Le présent travail se propose justement d'enrichir la bibliographie dans ce sens, et ce en présentant les résultats d'une série d'expériences qui permettraient une meilleure compréhension du comportement d'un AMF de NiTi (nitinol) sous chargement bi-axial. L'aboutissement serait évidemment de dresser par la suite des lois plus adaptées à décrire le comportement complexe des AMF.

## **CHAPITRE 3**

### **CARACTÉRISATION THERMIQUE PAR CALORIMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE À BALAYAGE (DSC)**

#### **3.1 Introduction**

Lorsqu'un matériau subit un changement de phase du premier ordre tel que la fusion ou la transformation à l'état solide, il échange une certaine quantité de chaleur avec le milieu extérieur. Les alliages à mémoire de forme subissent une transformation de phase induite thermiquement. On peut décrire cette transformation comme un changement de phase du premier ordre qui peut donc être caractérisé par une calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette technique permet en effet d'évaluer les températures caractéristiques du matériau, l'énergie de changement de phase ainsi que l'étalement de la transformation par ses différentes températures.

#### **3.2 Traitement thermique des échantillons**

Le traitement thermique est un procédé qui permet de modifier la structure cristallographique d'un matériau métallique ou d'un alliage. Les propriétés des matériaux sont ainsi modifiées par l'activation des mécanismes microstructuraux engendrés par le traitement thermique. C'est donc selon les propriétés du matériau recherchées que se fera le choix du traitement thermique à appliquer.

Les traitements thermiques sur les AMF ont pour but de réarranger la microstructure du matériau afin de définir la forme stable de la phase mère, c'est-à-dire la forme vers laquelle le matériau retourne lors de l'effet mémoire de forme. C'est ce qu'on appelle l'opération de mise en forme par traitement thermique d'un AMF. Le deuxième objectif du traitement thermique est de déclencher les mécanismes de restauration par un réarrangement des dislocations et des lacunes. Sans le traitement thermique, les défauts dans la structure (dislocations, lacunes...) créent des contraintes internes qui empêchent

la transformation de phase de se manifester. L'activation des mécanismes de réarrangement dépend de la température du recuit et de sa durée. Enfin, le traitement thermique appliqué sur un AMF permet d'ajuster avec une certaine précision les températures de transformation de l'alliage.

Lors des traitements thermiques, on distingue deux formes de transformation à l'état solide : les changements de phase avec modification de la structure cristalline du matériau et les évolutions progressives des phases de l'alliage sans changement de la structure cristalline. Cette dernière forme est la plus appropriée dans le traitement thermique des AMF.

La durée du recuit lors du traitement thermique est tout aussi importante que la température à laquelle est maintenu le matériau.

Durant le traitement thermique, d'autres paramètres peuvent également jouer un rôle dans le comportement des alliages notamment :

- L'air ambiant, d'où la nécessité de contrôler le milieu du traitement thermique de façon à éviter l'oxydation superficielle
- Les vitesses de chauffage et de refroidissement de l'alliage
- Les contraintes résiduelles internes ou superficielles du matériau
- Les contraintes ou déformations appliquées pendant le traitement
- L'écrouissage qui modifie la densité des défauts cristallins.

### 3.3 Principe de mesure par DSC

Le calorimètre différentiel à balayage est un appareil constitué d'une enceinte régulée en température dans laquelle nous retrouvons deux cellules. L'une contient l'échantillon du matériau à étudier et la deuxième, le matériau de référence. La figure 3.1 représente le une photographie de l'appareil Pyris 1 DSC de la firme américaine Perkin-Elmer. Son principe consiste à mesurer en permanence la différence de température  $\Delta T$  entre l'échantillon et le matériau de référence :

$$\Delta T = T_E(\text{éch}) - T_R(\text{réf}) \quad (3.1)$$

Cette différence dépendra de la variation d'enthalpie de l'échantillon, de la capacité calorifique de l'échantillon ainsi que des différentes résistances thermiques.

La technique, d'une manière générale, consiste à analyser un cycle thermique et à mesurer la chaleur échangée par le matériau avec son environnement lors de ce cycle.

La variation  $\Delta T$  reste stable tant qu'aucun phénomène endothermique ou exothermique ne se produit. Cependant lors du passage dans une zone de température où apparaît un changement de phase, la valeur de  $\Delta T$  résulte d'une variation d'enthalpie de l'échantillon. La conversion de la variation de température  $\Delta T$  en flux de chaleur se fait ensuite en tenant compte de paramètres tels que la différence d'inertie thermique (four, régulation), la résistance de contact (contenant, échantillon), la masse de l'échantillon ainsi que les paramètres d'étalonnage de la cellule. Il en résulte un diagramme représentant le flux de chaleur échangé en fonction de la température.

Les paramètres à spécifier par l'utilisateur pour la réalisation d'un essai de DSC sont les températures limites des cycles thermiques ainsi que la vitesse de balayage.





Figure 3.1 Pyris 1 DSC de Perkin-Elmer

### 3.4 Application aux AMF

Un alliage à mémoire de forme ayant subi un traitement thermique présente une transformation martensitique qui pourrait être caractérisée par calorimétrie différentielle à balayage. La DSC va permettre de déterminer, par un balayage en température, les zones des transformations martensite-austénite par chauffage (transformation endothermique) et de la transformation inverse austénite-martensite par refroidissement (transformation exothermique). Le cycle du chauffage et du refroidissement doit assurer un balayage en température suffisant pour couvrir les deux transformations. Les températures de début et de fin des transformations correspondent au début et à la fin de chaque pic de transformation par rapport à l'état stable (figure 3.2).

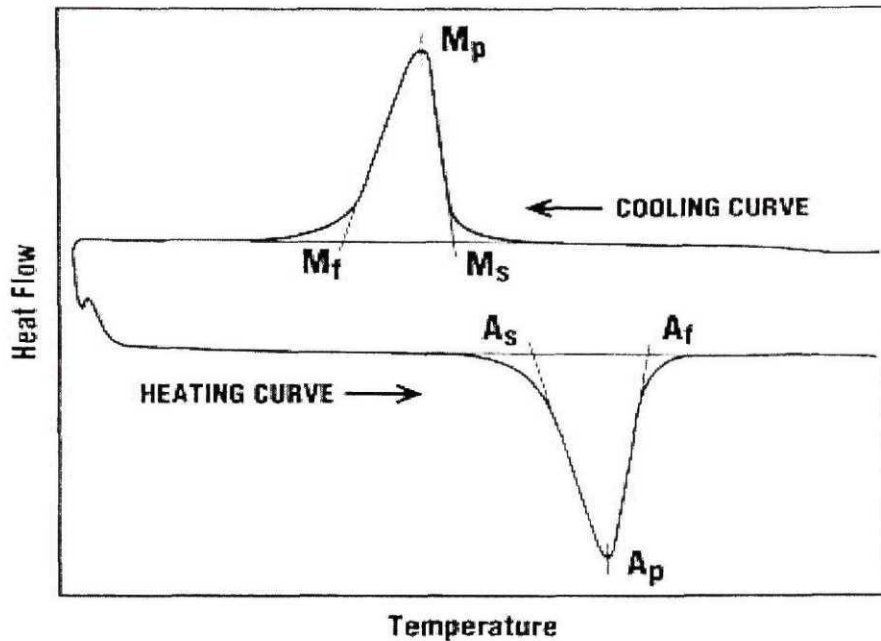


Figure 3.2 Diagramme DSC typique pour un alliage NiTi

### 3.5 Caractérisation de l'alliage de Nickel-Titane

Cette étape du travail consiste à identifier les différents paramètres du matériau par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). L'alliage à mémoire de forme NiTi étudié provient de Russie sous forme de deux plaques dont les dimensions respectives sont 400 x 200 x 2 mm et 650 x 180 x 1.7 mm. L'alliage est equiatomique et sa composition massique précise est de 49.3%wt Ti – 50.7%wt Ni. Les différents échantillons ont donc été découpés dans ces deux plaques.

#### 3.5.1 Préparation des échantillons

Plusieurs échantillons de l'alliage NiTi à étudier ont été prélevés sur la même plaque qui a servi au découpage des éprouvettes utilisées pour les essais multi-axiaux. Leurs masses varient de 15mg à 35mg. Le découpage de ces échantillons s'est fait à l'aide d'une lame de diamant avec refroidissement à l'eau distillée. Le refroidissement a pour

but d'éviter une surchauffe au frottement qui aurait pour effet d'induire des déformations plastiques locales importantes et d'appliquer un traitement thermique inquantifiable. Ces déformations plastiques locales, une fois apparues, engendrent des contraintes résiduelles qui agissent sur la transformation martensitique, et, de ce fait, pourraient perturber les résultats. Pour minimiser ces contraintes susceptibles de fausser le résultat de la DSC, un ponçage des échantillons au papier sablé fin a été effectué.

Un traitement thermique différent a été réalisé sur chaque échantillon en faisant varier la température du recuit ainsi que sa durée. Six différents traitements thermiques ont été effectués sur six différents échantillons provenant de la même plaque de NiTi comme l'illustre le tableau II.

Tableau II

## Traitements thermiques examinés

Echantillon	Masse (mg)	Température de recuit ( $^{\circ}\text{C}$ )	Durée du recuit (min)
1	23	450	60
2	22	450	30
3	22	500	60
4	17	500	30
5	18	550	60
6	24	550	30

Pour la réalisation des traitements thermiques, le four a été amené à la température de recuit désirée sans les échantillons à l'intérieur du four. Une fois la température de recuit atteinte, la porte du four était ouverte et les échantillons y étaient introduits. Après que la durée préétablie du recuit se soit écoulée, les échantillons étaient retirés du four puis trempés dans l'eau à environ  $30^{\circ}\text{C}$ .

Chaque traitement thermique présente des températures de transformations différentes et donc un étalement différent des zones de transformation.

### 3.5.2 Analyse des résultats de la DSC

Pour bien connaître les limites (début et fin) des deux transformations martensitiques et austénitique, la zone de température choisie se situait entre  $-10^{\circ}\text{C}$  et  $80^{\circ}\text{C}$ . Une DSC a été réalisée pour chaque échantillon décrit dans le tableau II. Le graphique résultant de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permet de lire les températures de début et de fin de chaque phase ainsi que le flux de chaleur généré durant le changement de phase de chaque transformation (figures 3.3 à 3.9).

Les différentes analyses par DSC ainsi que le traitement des résultats obtenus ont été menés conformément aux normes américaines sur les essais ASTM F2005. En effet, ces normes recommandent des vitesses de chauffage de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  lors des analyses. Pour la détermination des températures de début et de fin de transformation  $A_s$ ,  $A_f$ ,  $M_f$  et  $M_s$ , les normes ASTM recommandent de considérer les températures correspondant à l'intersection de la tangente à la ligne de base avec la tangente de d'inclinaison maximale du pic de la courbe.



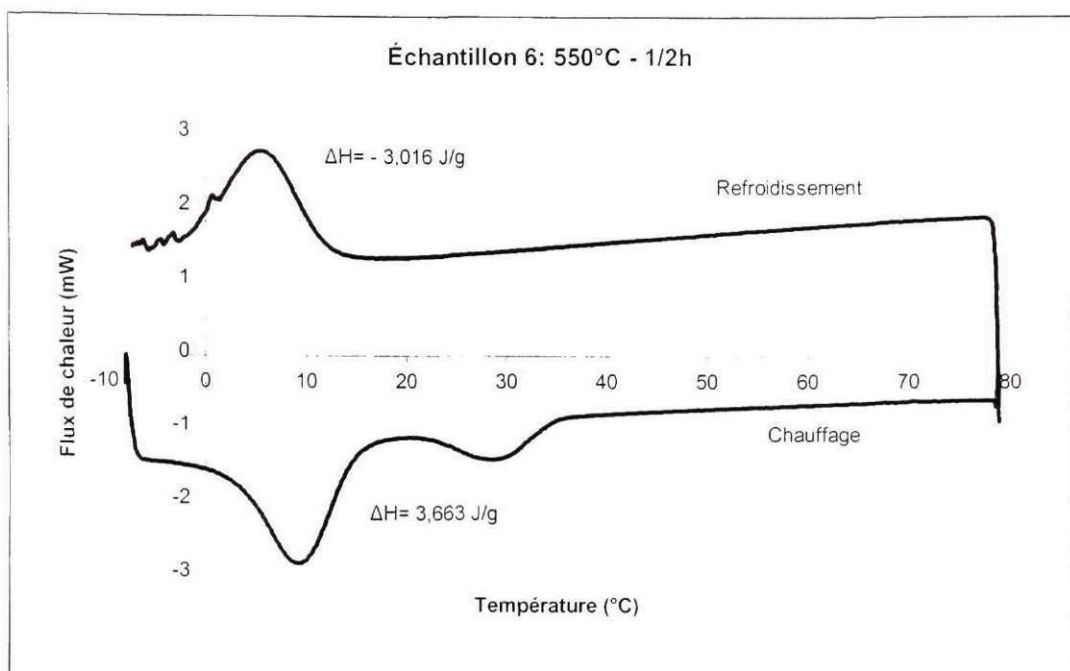


Figure 3.3 DSC de l'alliage NiTi traité à 550 °C pendant 30minutes

La DSC de l'échantillon 6 de nitinol qui a subi un traitement thermique de chauffage à 550°C pendant une demi heure (figure 3.3), montre l'existence de la phase R au chauffage. La phase R est une phase intermédiaire qui se forme soit durant la transformation directe antérieurement à la formation de l'austénite, soit durant la transformation inverse antérieurement à l'amorce de la transformation martensitique.

Dans ce cas, la transformation martensitique se fait entre les températures  $M_s=12^{\circ}\text{C}$  et  $M_f=-3.5^{\circ}\text{C}$ , avec un pic de transformation à une température  $M_p=2.8^{\circ}\text{C}$ . Après la phase R, l'austénite débute à la température  $A_s=21^{\circ}\text{C}$  et se termine à la température  $A_f=36^{\circ}\text{C}$ , le pic de la transformation étant à la température  $A_p=29^{\circ}\text{C}$ .

La DSC menée sur l'échantillon 5, qui a subi la même température de recuit mais pendant une heure (figure 3.4), met en évidence également l'existence de cette phase R.

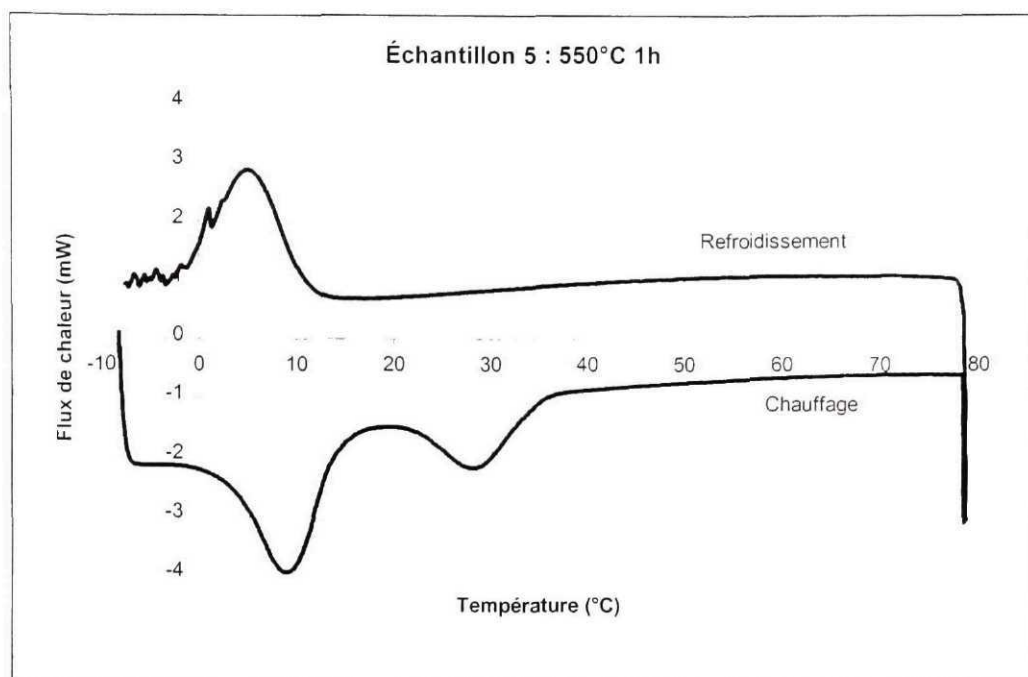


Figure 3.4 DSC de l'alliage NiTi traité à 550 °C pendant 60 minutes

La transformation martensitique a lieu entre les températures  $M_s=11.8^{\circ}\text{C}$  et  $M_f=-3.9^{\circ}\text{C}$ , avec un pic de transformation à une température  $M_p=2.8^{\circ}\text{C}$ . La transformation austénitique débute à la température  $A_s=22^{\circ}\text{C}$  et se termine à la température  $A_f=37^{\circ}\text{C}$ , le pic de la transformation étant à la température  $A_p=28.7^{\circ}\text{C}$ .

Pour l'échantillon traité à 500°C pendant 30 minutes (échantillon 4), la phase R est toujours présente dans le matériau antérieurement à l'austénite (figure 3.5).

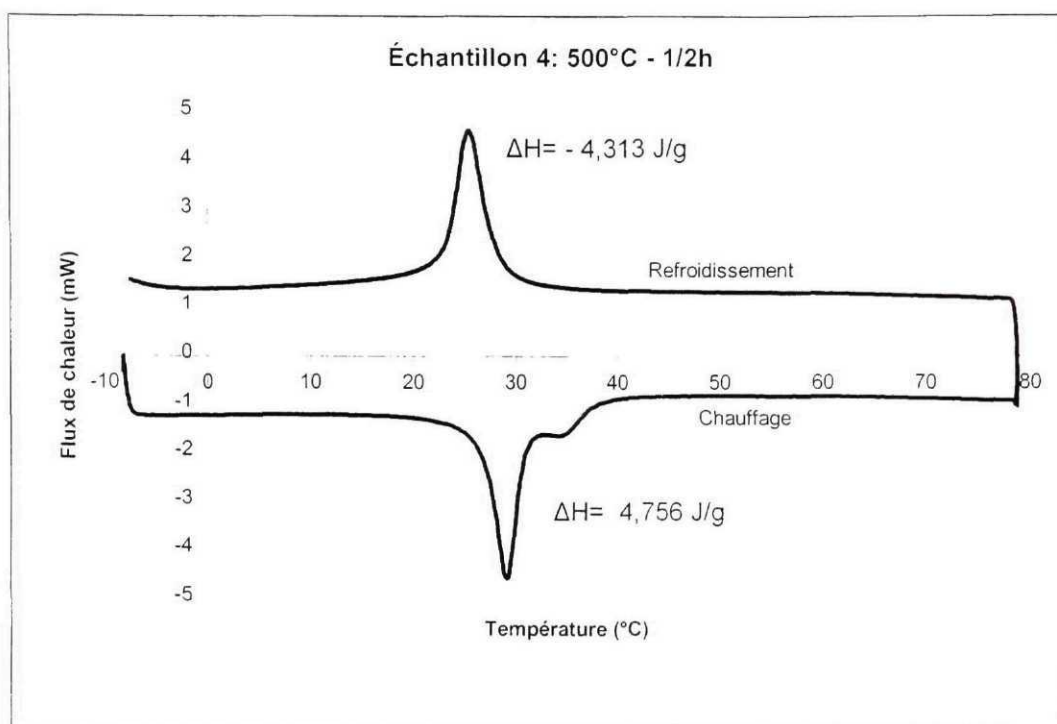


Figure 3.5 DSC de l'alliage NiTi traité à 500 °C pendant 30 minutes

Dans ce cas, la transformation martensitique se fait entre les températures  $M_s=29.5^\circ\text{C}$  et  $M_f=20.5^\circ\text{C}$ , avec un pic de transformation à une température  $M_p=25^\circ\text{C}$ . Après la phase R, l'austénite débute à la température  $A_s=32.5^\circ\text{C}$  et se termine à la température  $A_f=39^\circ\text{C}$ , le pic de la transformation étant à la température  $A_p=35^\circ\text{C}$ .

L'échantillon 3 a subi un traitement thermique à 500°C pendant 60 minutes. La DSC menée sur le matériau montre que la phase R est toujours présente antérieurement à l'austénite (figure 3.6).

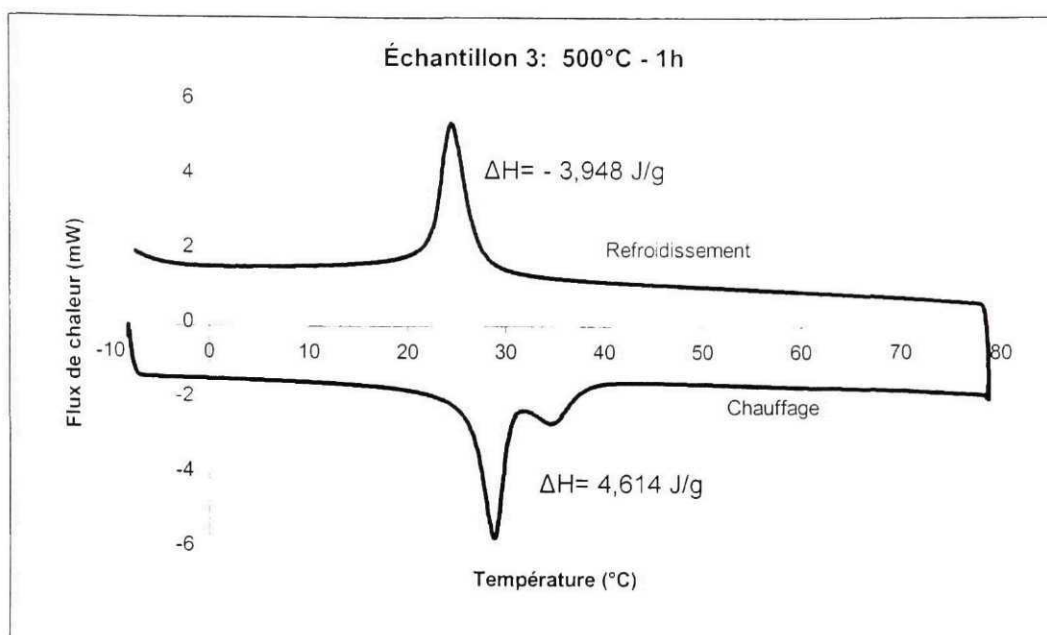


Figure 3.6 DSC de l'alliage NiTi traité à 500 °C pendant 60 minutes

Dans ce cas, la transformation martensitique se fait entre les températures  $M_s=28^\circ\text{C}$  et  $M_f=20^\circ\text{C}$ , avec un pic de transformation à une température  $M_p=24^\circ\text{C}$ . Après la phase R, l'austénite débute à la température  $A_s=32^\circ\text{C}$  et se termine à la température  $A_f=39^\circ\text{C}$ , le pic de la transformation étant à la température  $A_p=35^\circ\text{C}$ .

Lors de l'analyse par DSC, nous avons remarqué que les échantillons ayant subi un recuit de 500 °C et de 550 °C (échantillons 3, 4, 5 et 6), présentent une double transformation au chauffage (phase R).

Les échantillons 1 et 2 ayant subi un traitement thermique qui consiste en un recuit à 450°C, ne présentent pas cette double transformation (figures 3.7 et 3.8).

La figure 3.7 représente les résultats de la DSC réalisée sur l'échantillon 1 ayant subi le traitement thermique de 450°C pendant 60 minutes.



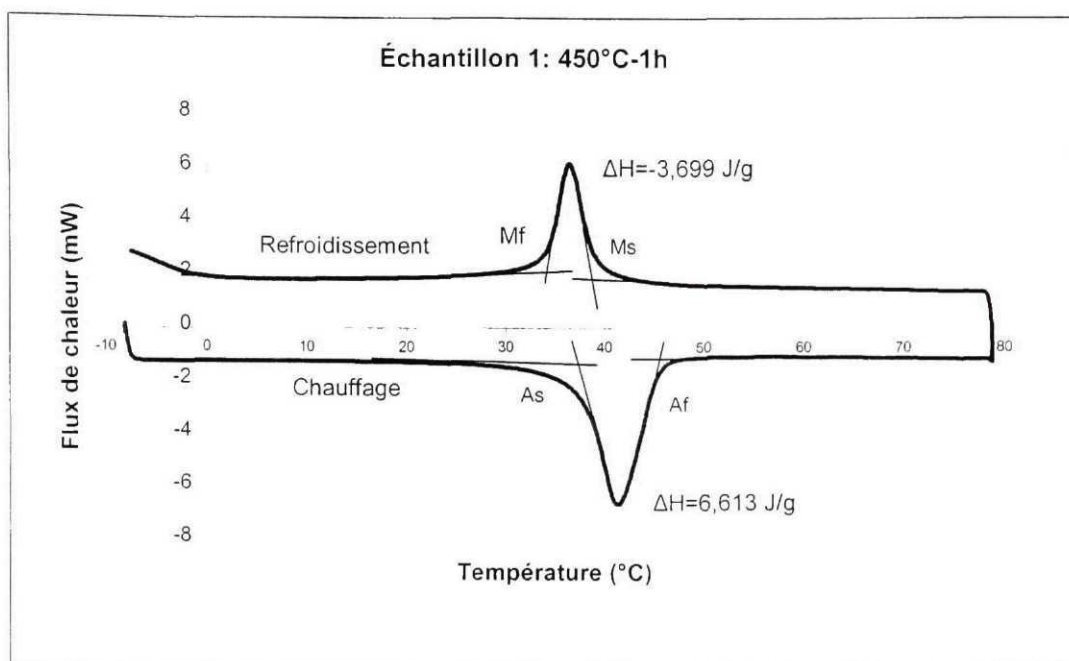


Figure 3.7 DSC de l'alliage NiTi traité à 450 °C pendant 60minutes

La figure 3.8 représente les résultats de la DSC réalisée sur l'échantillon 2 ayant subi un recuit à 450°C pendant 30 minutes.

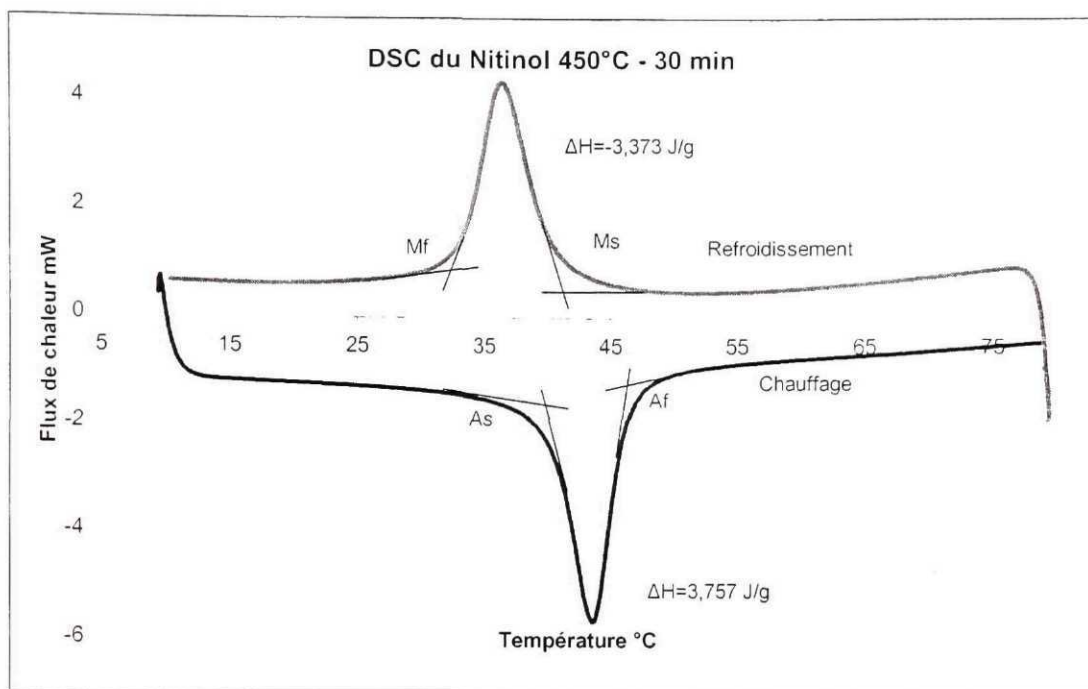


Figure 3.8 DSC de l'alliage NiTi traité à 450 °C pendant 30 minutes

Il a donc fallu opter pour l'un des deux traitements thermiques à 450 °C.

Ce travail a abouti à la sélection du traitement thermique qui consiste à chauffer les éprouvettes à 450 °C pendant une demi heure (échantillon 2). Ce choix est justifié par le fait que, dans ce cas les phases sont bien délimitées et les intervalles de températures sont bien appropriés à la caractérisation thermomécanique que nous nous proposons de faire ultérieurement.

Les pics des transformations martensitique et austénitique sont respectivement à :

$$M_p = 36^\circ\text{C} \text{ et } A_p = 44^\circ\text{C}.$$

Le tableau III montre les différentes températures de début et de fin de transformation à contrainte nulle, pour la transformation directe et la transformation inverse.

Tableau III  
Résultats des analyses par DSC

Phase	Température (°C)
Début de martensite $M_s$	41
Fin de martensite $M_f$	32
Début de l'austénite $A_s$	38.5
Fin de l'austénite $A_f$	47

L'analyse par DSC nous a donc permis de localiser les deux transformations sur l'axe des températures. Nous savons de ce fait que l'alliage de nitinol que nous étudions est en austénite pure au delà de  $A_f = 47$  °C et en martensite pure à température ambiante, c'est-à-dire en dessous de  $M_f = 32$  °C.

Le matériau a également été soumis à plusieurs cycles thermiques de chauffage-refroidissement successifs en vue de déterminer dans quelle mesure le comportement de celui-ci est répétitif. Une DSC a donc été réalisée sur l'échantillon 2 qui a été soumis à cinq cycles successifs de chauffage et refroidissement comme le montre la figure 3.9. Il en ressort que le comportement de l'AMF est répétable et que les températures de début et de fin de transformation sont conservées le long des cycles.

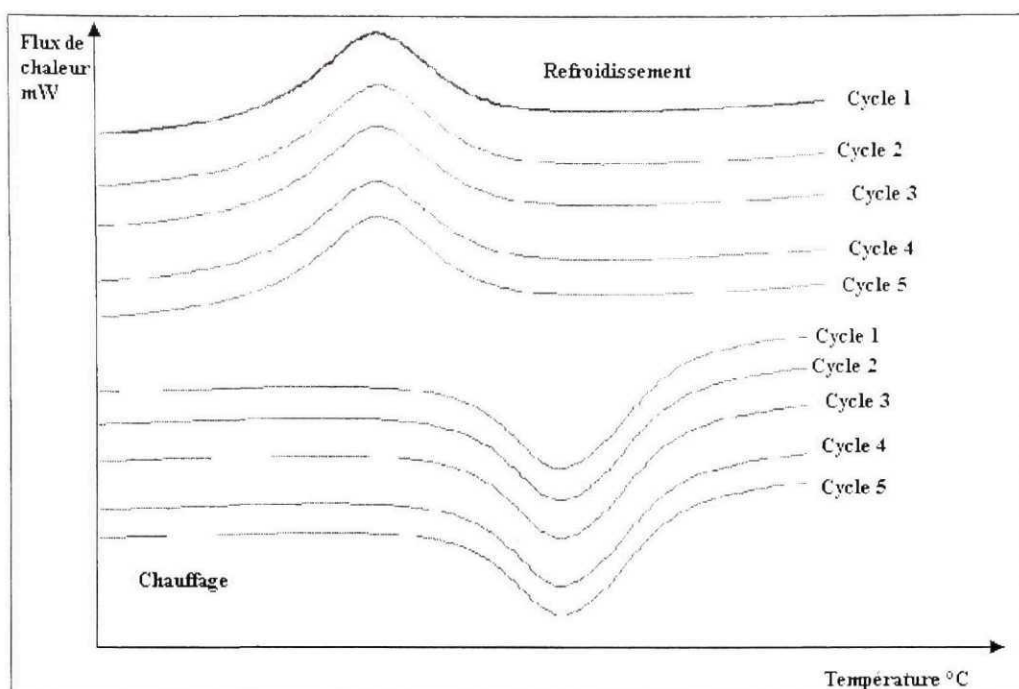


Figure 3.9 DSC de l'échantillon 2 de NiTi soumis à 5 cycles thermiques

Les différentes informations sur le matériau fournies par l'analyse par DSC vont permettre, lors des essais mécaniques à température constante, de se localiser dans la phase désirée avant le lancement d'un essai.

Bien que l'analyse du matériau par DSC ait permis une bonne caractérisation de l'alliage, il convient de faire la critique de la méthode afin de déterminer le degré de crédibilité des résultats obtenus. Lors des mesures effectuées par DSC, plusieurs facteurs auraient très bien pu influencer la précision des résultats. En premier lieu, il faut souligner que les énergies de transformation peuvent être affectées par la précision de la pesée des échantillons. En effet la balance utilisée pour peser les échantillons donne les masses au milligramme près alors que la DSC peut accepter des masses de l'ordre du microgramme. Notons également que la vitesse de refroidissement a une influence sur les températures de transformation car des analyses menées à des vitesses de 10°C/min



et à 20°C/min ont montré une légère différences entre les températures de fin de transformation.

Nous avons également constaté que les valeurs des énergies de transformation lors du chauffage et du refroidissement sont quelque peu différentes. À titre indicatif, pour l'analyse par DSC de l'échantillon 2 dont le traitement thermique a été choisi, l'énergie de transformation au chauffage est de 6.9 J/g et l'énergie de transformation au refroidissement est de 5.2 J/g.

Plusieurs explications sont plausibles à cette différence dans les énergies de transformation. Les causes peuvent être soit en rapport avec le matériau lui même, ou alors avec l'appareillage ou le système d'analyse. En effet, au cours de la transformation inverse, une partie infime du matériau pourrait très bien ne pas se transformer en martensite, ce qui aurait pour effet de diminuer l'énergie de transformation. Une autre cause ayant rapport avec le matériau est également plausible, en l'occurrence une dissipation d'énergie par frottement lors de la transformation martensitique. L'appareillage même, le calorimètre différentiel à balayage Pyris-Elmer peut aussi présenter une altération de sa calibration au cours des cycles, ce qui pourrait contribuer à cette différence.

D'après les normes ASTM, les températures de transition  $A_s$ ,  $A_f$ ,  $M_f$  et  $M_s$  sont obtenues graphiquement à partir de l'intersection des tangentes de la ligne de base et de la ligne d'inclinaison maximale du pic de la courbe. Cette méthode, bien que recommandée par les normes, n'est pas toujours appropriée car elle ne correspond pas toujours aux températures exactes de l'amorce des transformations. Ceci constitue une cause supplémentaire possible de la différence constatée entre les énergies de transformation au chauffage et au refroidissement. De plus, l'épaisseur relative du matériau par rapport au contenant peut aussi être en cause car l'énergie dans un matériaux de faible épaisseur se propage plus lentement que dans un matériaux plus épais.

## **CHAPITRE 4**

### **CARACTÉRISATION MÉCANIQUE UNI-AXIALE (1D)**

#### **4.1 Introduction**

La conception de composants sophistiqués en alliages à mémoire de forme nécessite le développement de modèles prédisant le comportement thermomécanique en traction des AMF. L'élaboration de telles lois implique le recours à une procédure expérimentale qui consiste à appliquer de simples chargements à des échantillons d'AMF et d'en analyser le comportement mécanique.

Différentes études ont été réalisées par le passé sur les AMF, en particulier par LExcellent et Bourbon (1997) qui ont montré l'asymétrie du comportement mécanique en tension et en compression. D'un autre côté, les études menées par Liu (1990), Fillip et Mazanec (1995) ainsi que Lin et Wu (1994), montrent que l'histoire thermomécanique des matériaux affecte énormément leur comportement. C'est pour cette raison que pour avoir une bonne caractérisation, les différents tests mécaniques doivent être réalisés sur le même matériau ayant subi le même traitement thermique initial.

#### **4.2 Découpe des échantillons**

L'alliage NiTi utilisé lors des essais est sous forme d'échantillons standards découpés à partir d'une plaque de 127x153 mm qui a été laminée à froid. Les échantillons ont été prélevés selon différentes directions sur la plaque (figure 4.1) en vue de vérifier l'isotropie du matériau, c'est-à-dire si le matériau présente les mêmes propriétés mécaniques selon toutes les directions.

Les échantillons ont été découpés par électroérosion (en anglais EDM pour Electro-Discharge Machining) par Usitec, une firme Montréalaise spécialisée dans le micro-usinage.

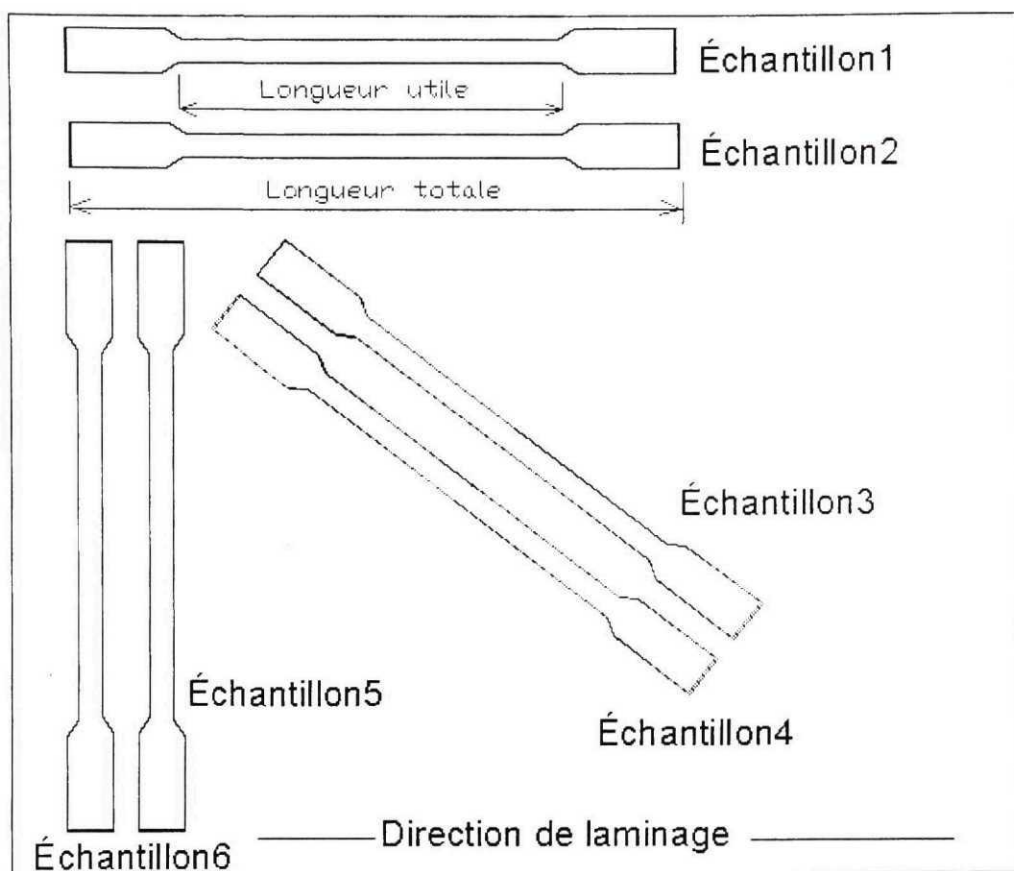


Figure 4.1 Direction de coupe des échantillons standards

Les dimensions des échantillons ainsi que les angles de coupe sur la plaque sont définis au tableau IV. Nous avons choisi trois directions de coupe : parallèle à la direction de laminage, perpendiculaire à la direction de laminage, et à  $45^{\circ}$  par rapport à la direction de laminage.

Tableau IV  
Dimensions et angles de coupe des échantillons

Échantillon	Angle de coupe	Épaisseur (mm)	Section utile (mm <sup>2</sup> )	Longueur utile(mm)	Longueur totale(mm)
1	0°	1.63	10.431	52	101.6
2	0°	1.67	10.431	51.8	101.6
3	45°	1.69	10.431	51.5	102.3
4	45°	1.67	10.431	52.6	101.6
5	90°	1.65	10.431	52	101.6
6	90°	1.64	10.431	52.5	101.6

### 4.3 Traitement thermique

Après avoir été découpés à partir de la plaque de NiTi laminée à froid, les différents échantillons ont subi un traitement thermique de 450°C pendant une demi heure. Ce traitement a été sélectionné suite à l'étude calorimétrique de plusieurs échantillons soumis aux différents traitements thermiques (voir chapitre 3). L'analyse par DSC de l'échantillon adéquat nous a permis donc de déterminer les températures de changement de phase lors des transformations directe et inverse. Le diagramme d'état de la figure 4.2 présente ces différentes températures ainsi que les températures des essais prévus.



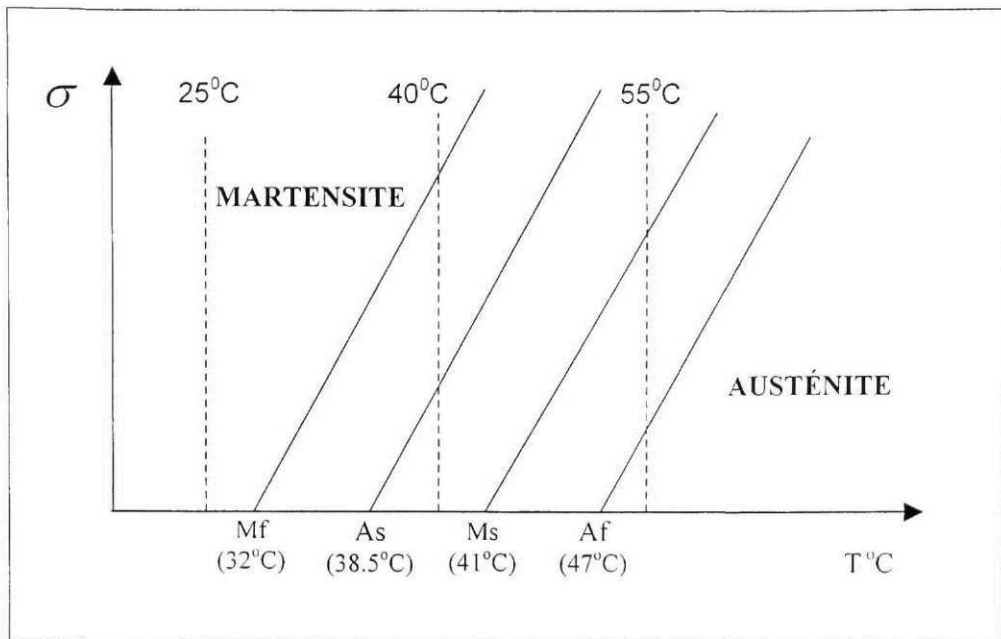


Figure 4.2 Diagramme d'état de l'échantillon de NiTi

Une série d'essais sera effectuée à température ambiante, c'est à dire en martensite pure. Une autre série se fera en austénite pure (55 $^{\circ}\text{C}$ ), et enfin une troisième série d'essais est envisagée dans la phase intermédiaire austénite-martensite à 40 $^{\circ}\text{C}$ . La température de 40 $^{\circ}\text{C}$  est obtenue soit par chauffage à partir de la phase martensitique, soit par refroidissement à partir de l'austénite.

#### 4.4 Procédure expérimentale

Les essais de traction ont été réalisés à l'aide d'une machine de traction universelle MTS 810 (figure 4.4) munie d'une enceinte thermique qui permet de maintenir l'échantillon étudié à la température voulue. Chacun des six échantillons utilisés a subi un cycle de chargement-déchargement à de faibles vitesses de chargement (environ 100N/sec en contrôle de force) afin d'éliminer de possibles effets dynamiques (figure 4.3).

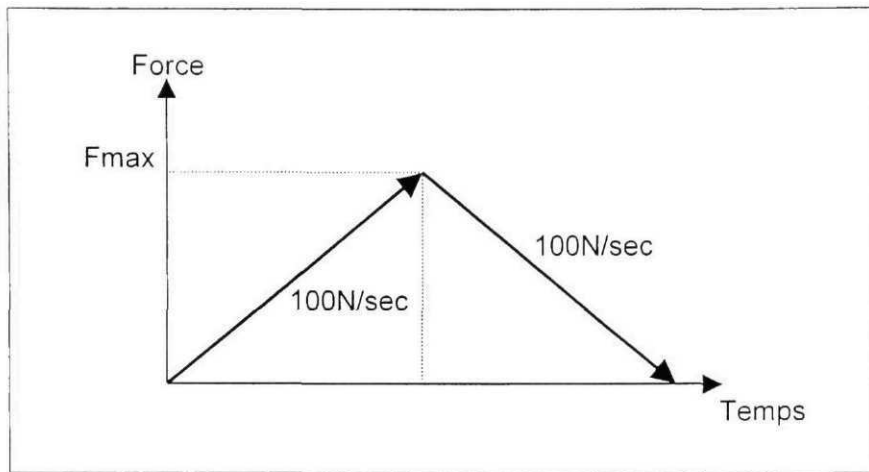


Figure 4.3 Mode de chargement des éprouvettes

Les essais de traction à température constante ont été réalisés dans le but de mettre en évidence certaines propriétés mécaniques du matériau (constante de début de transformation de phase, module de Young, largeur de l'hysteresis, etc...).

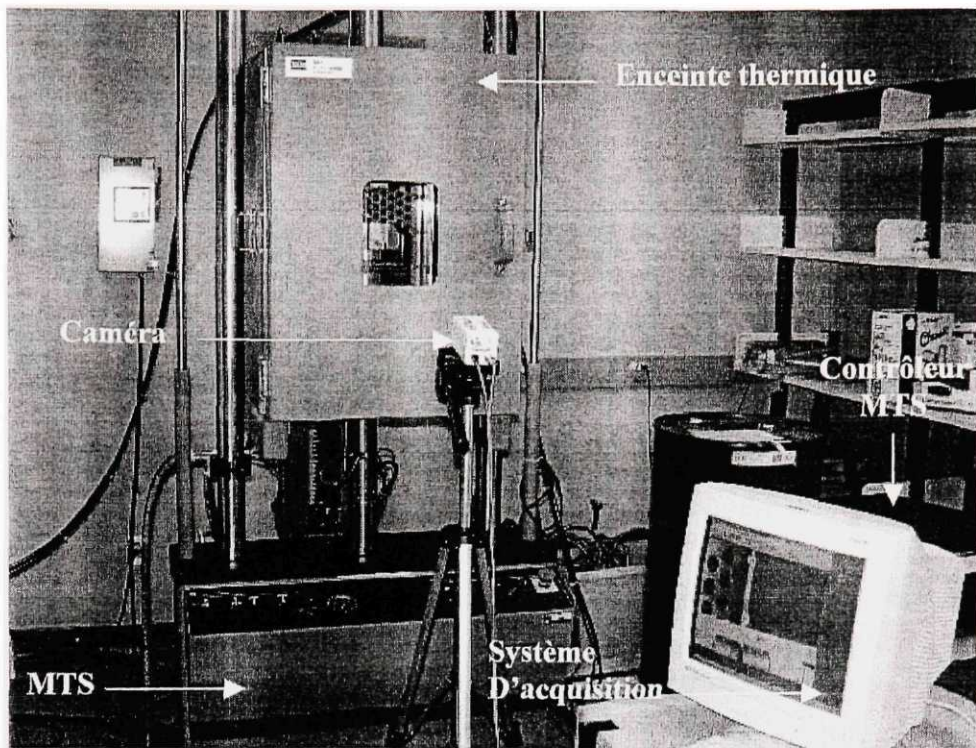


Figure 4.4 Machine de traction MTS 810 munie d'une enceinte thermique et d'un système d'acquisition de données

L'acquisition de données s'est faite grâce à un ordinateur relié à un extensomètre vidéo pour le calcul des déformations imposées à l'échantillon (figure 4.5). Contrairement aux jauges de déformation, l'extensomètre vidéo est un système d'acquisition par photogrammétrie. Il permet la mesure des déformations sans contact et offre la résolution nécessaire pour permettre de déterminer les propriétés du matériau à un niveau de déformation relativement bas.

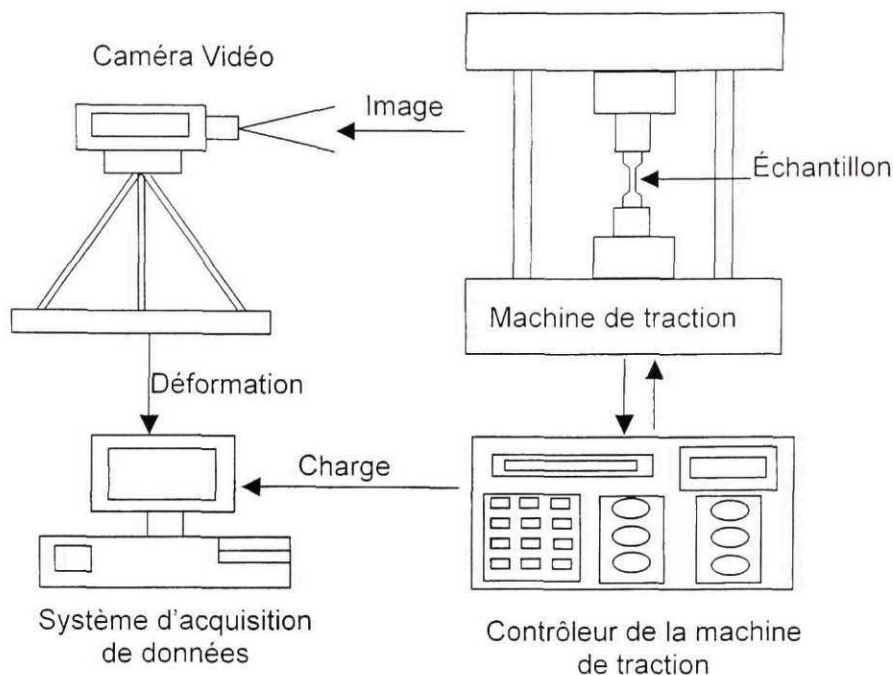


Figure 4.5 Principe de la saisie des données en 1D

La mesure de la déformation s'effectue grâce à un extensomètre vidéo muni de son module de Mesures Multipoints pour Windows (Dotmeasurement for Windows). Cet équipement permet de visualiser les images et d'en faire l'analyse numérique. Le logiciel utilise deux algorithmes, le premier localise des cibles de fort contraste sur la surface du matériau et le second localise le centre de la cible. Il utilise un algorithme différentiel pour localiser le taux maximum de changement de nuance (noir-blanc). L'extensomètre vidéo peut localiser jusqu'à cent points cibles et peut théoriquement mesurer les déplacements de points ou de lignes jusqu'à une résolution de 1/100 000 par rapport au champ de vision, ce qui correspond à une valeur minimum de résolution inférieure à 0.5 microns pour une éprouvette d'environ 50 mm. Pour les conditions d'utilisation des présents essais, la résolution obtenue est de l'ordre de 0.02% de déformation.



L'équipement est idéal pour notre application car, en évitant le contact avec le matériau comme c'est le cas pour les jauges conventionnelles, il n'y a pas de précautions particulières à prendre pour compenser les effets de la température sur les lectures de déformation. De plus, cet équipement permet de mesurer la déformation sur de très petits échantillons sans se soucier de coller des jauges ou de fixer un extensomètre mécanique. Des points-cible sont fixés sur l'échantillon qui, à son tour, est accroché par les mâchoires de la machine de traction comme le montre la figure 4.6.

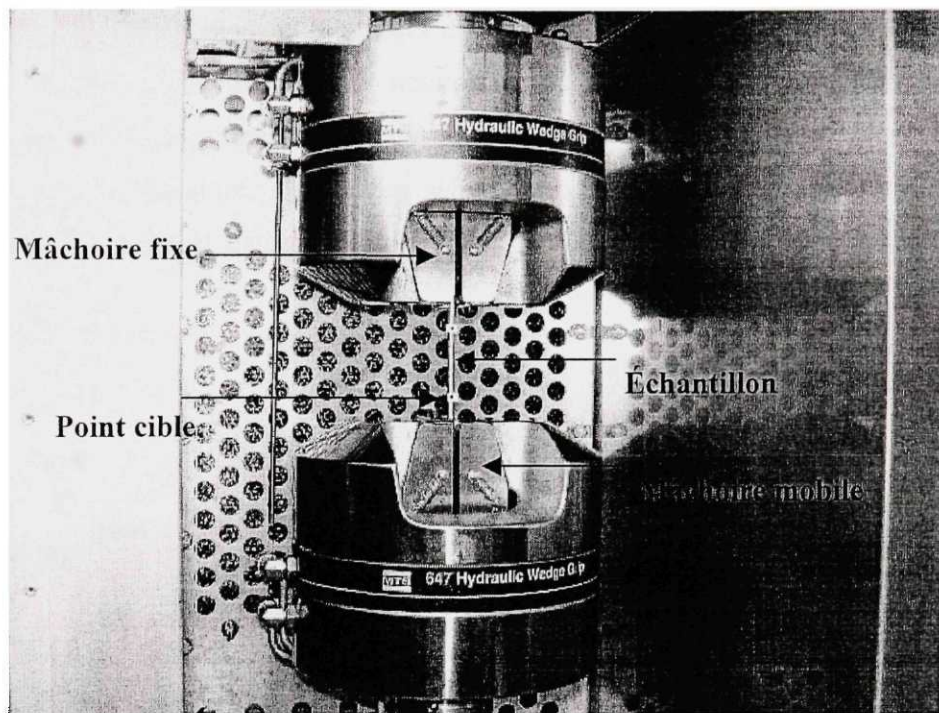


Figure 4.6 Fixation de l'échantillon muni des points-cible sur la mâchoire de la MTS

#### 4.5 Résultats et commentaires

Les différents échantillons ont été divisés en deux groupes. Le premier groupe comprend les échantillons 1, 3 et 5, qui ont subi les essais selon une séquence de température croissante, c'est-à-dire 25°C, 40°C puis 55°C. Le second comprend les échantillons 2, 4

et 6 ayant subi les essais de traction à des températures suivant une séquence décroissante 55°C, 40°C et enfin 25°C. Cette procédure a pour but de déterminer si la direction de chauffage (chauffage ou refroidissement) a un effet sur le comportement du matériau et sur ses propriétés mécaniques. D'autre part, ces échantillons ont subi de nombreux essais afin de déterminer si les propriétés de l'alliage se dégradent après plusieurs cycles de chargement. Notons que chaque échantillon utilisé subit, après chaque essai, un traitement thermique qui consiste en un chauffage à une température supérieure à  $A_f$ , suivi d'une trempe dans l'eau à température ambiante (refroidissement à 30°C). Le but de ce traitement thermique est de réinitialiser les propriétés du matériau. Les résultats des différents essais de traction sur des échantillons d'orientation de coupe différentes ont été regroupés dans un même diagramme contrainte-déformation. Pour chaque température, les courbes selon les trois orientations ont été superposées (figures 4.7, 4.8 et 4.9), dans le but de tirer des conclusions sur l'isotropie de l'alliage.

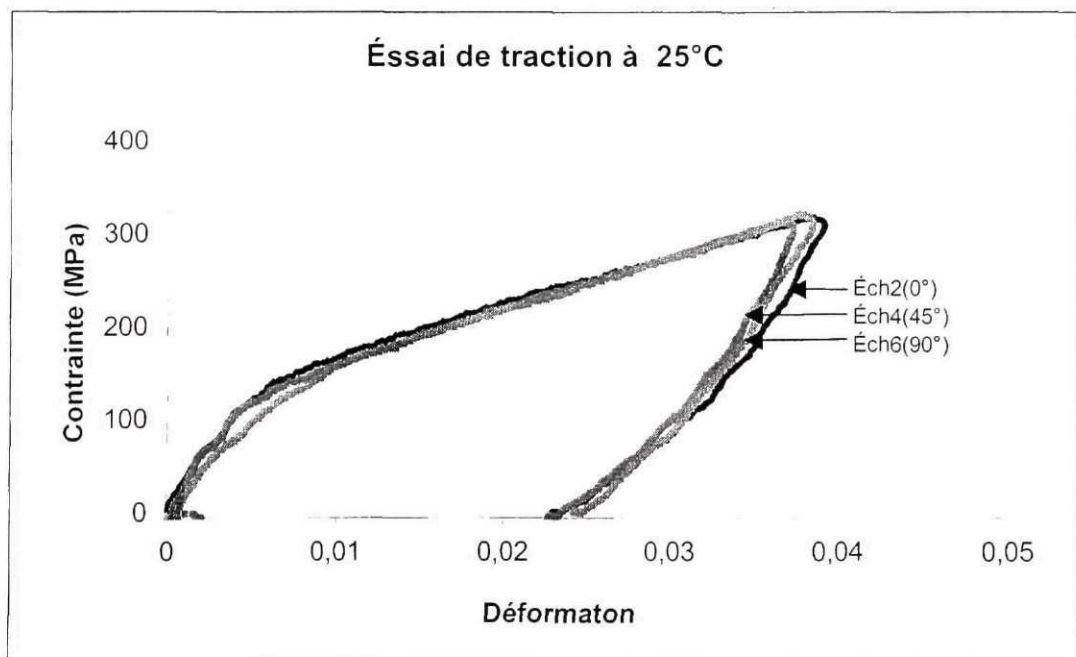


Figure 4.7 Essai de traction à 25°C pour différentes orientations sur la plaque

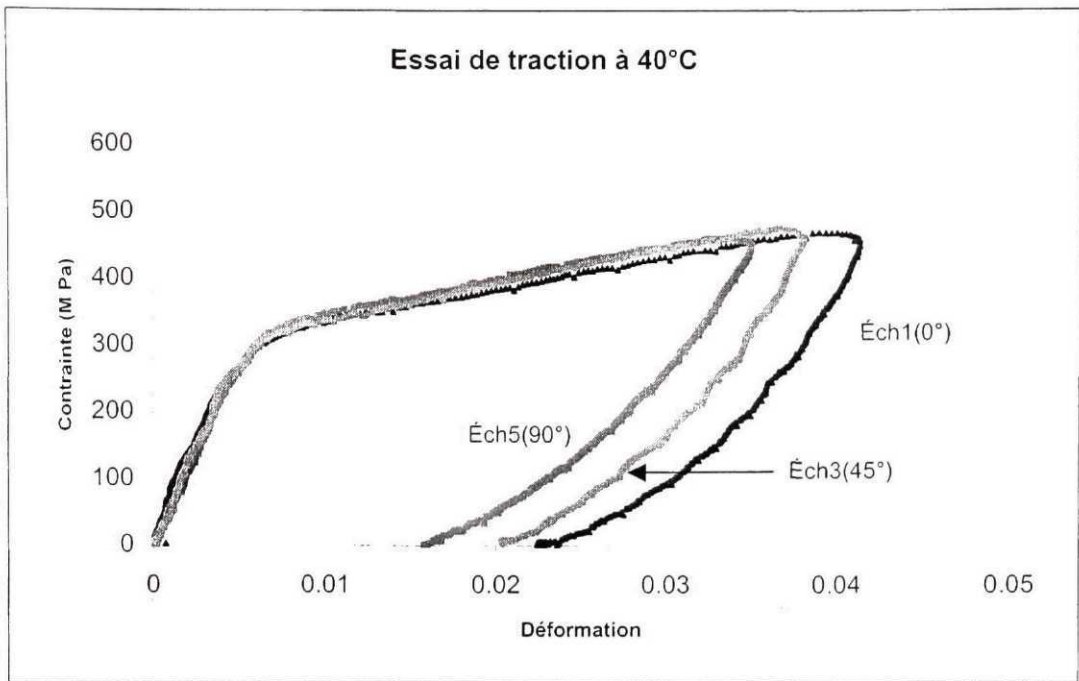


Figure 4.8 Essai de traction à 40°C pour différentes orientations sur la plaque

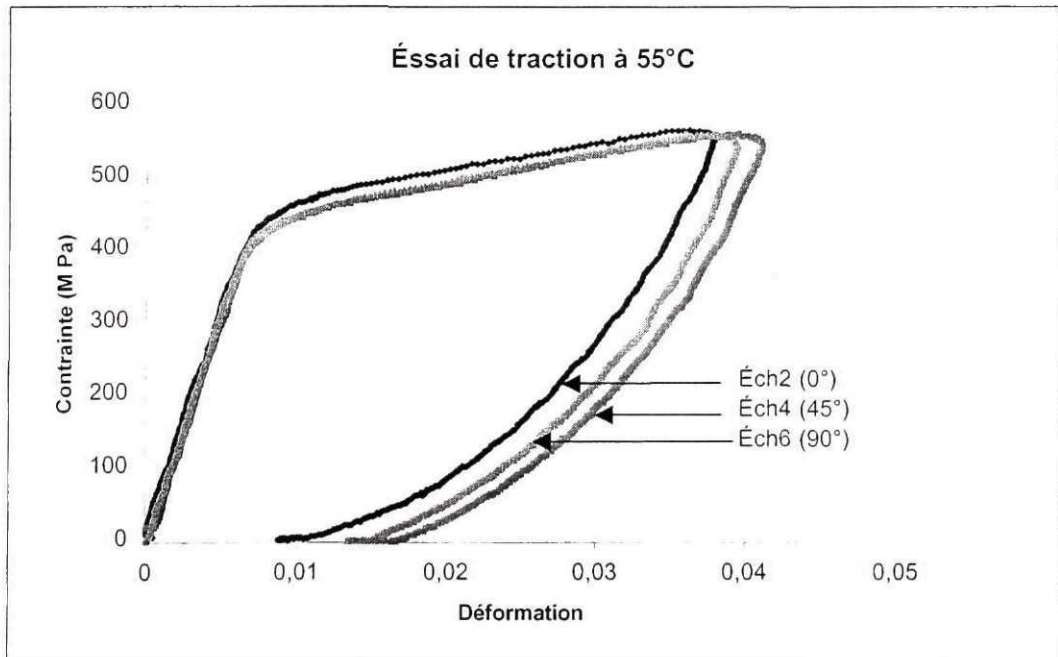


Figure 4.9 Essai de traction à 55°C pour différentes orientations sur la plaque

Au vu des résultats des essais menés au cours de cette étape du projet, nous pouvons dire que la plaque laminée sur laquelle ont été prélevés les différents échantillons est suffisamment isotrope pour permettre de négliger l'effet de la direction de laminage. En effet, les courbes de traction que ce soit en austénite ou en martensite se superposent quelle que soit la direction de coupe sur la plaque de l'échantillon utilisé (figures 4.7, 4.8 et 4.9).

Pour illustrer la répétabilité des essais, tous les essais ayant été menés à 25°C sur l'échantillon 1 ont été regroupés dans un même diagramme (figure 4.10).

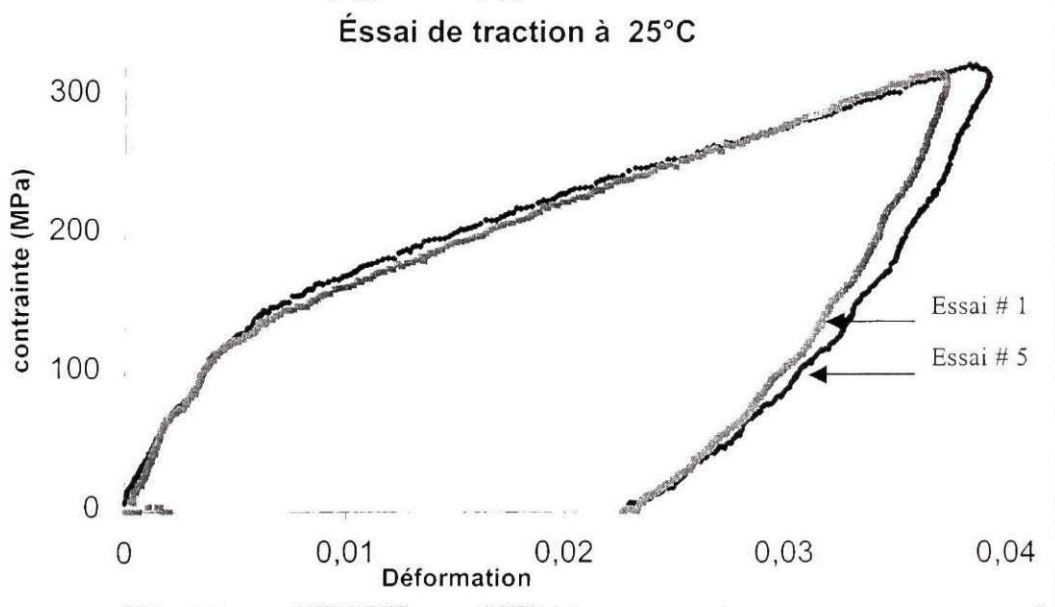


Figure 4.10 Cycles de chargement appliqués à l'échantillon 1 à 25°C

La figure 4.10 illustre la répétabilité des propriétés du matériau soumis à des cycles successifs après réinitialisation par traitement thermique. Au vu de ces essais sur l'échantillon 1 ainsi que les autres échantillons, nous pouvons confirmer la répétabilité du comportement mécanique après cyclage.



Dans le but de déterminer l'influence de la direction du chauffage du matériau sur son comportement mécanique, nous avons superposé les résultats des essais à 40°C sur les échantillons 3 et 4 (figure 4.11). Notons que la température de 40°C a été atteinte par chauffage à partir d'une température inférieure (martensite) pour l'échantillon 3 et par refroidissement à partir d'une température supérieure (austénite), pour l'échantillon 4.

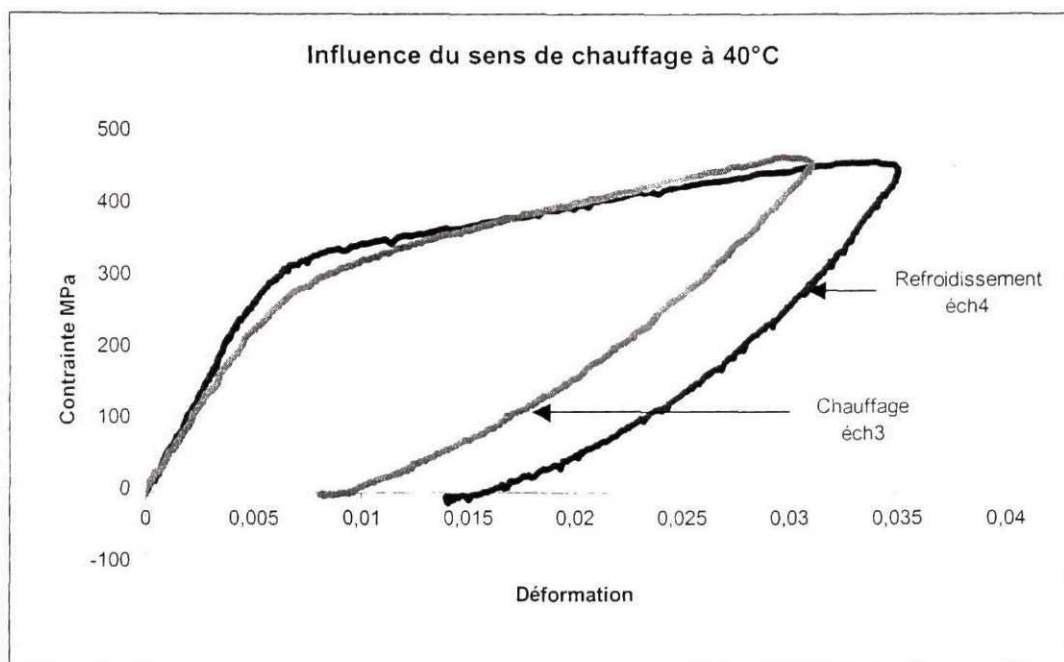


Figure 4.11 Influence du sens de chauffage

Bien que les échantillons considérés soient tous les deux à la même température et à l'état biphasé, ils présentent une rigidité différente comme nous pouvons le constater à la figure 4.11. Si on se réfère à la figure 4.12 qui représente la fraction de martensite des deux échantillons, nous constatons que l'échantillon 3 qui a atteint la température de 40°C par chauffage (point A), est plus martensitique que l'échantillon 4, qui lui, a été amené à la même température par refroidissement (point B). Sachant que la rigidité d'un matériau en austénite est plus grande qu'en martensite, c'est ainsi que le matériau qui est

amené à l'état biphasé par chauffage (échantillon 3) présente une rigidité apparente moindre que si celui-ci avait atteint l'état biphasé par refroidissement (échantillon 4).

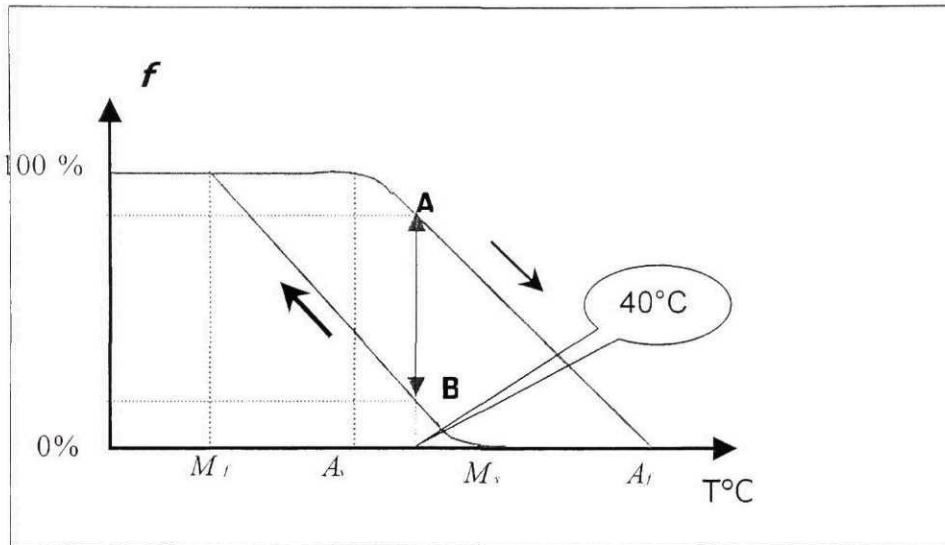


Figure 4.12 Variation de la fraction de martensite lors du chauffage et du refroidissement

Les résultats des essais de traction ont également été regroupés dans un seul diagramme contrainte-déformation, où on retrouve les trois courbes correspondant aux trois températures d'essai (figure 4.13).

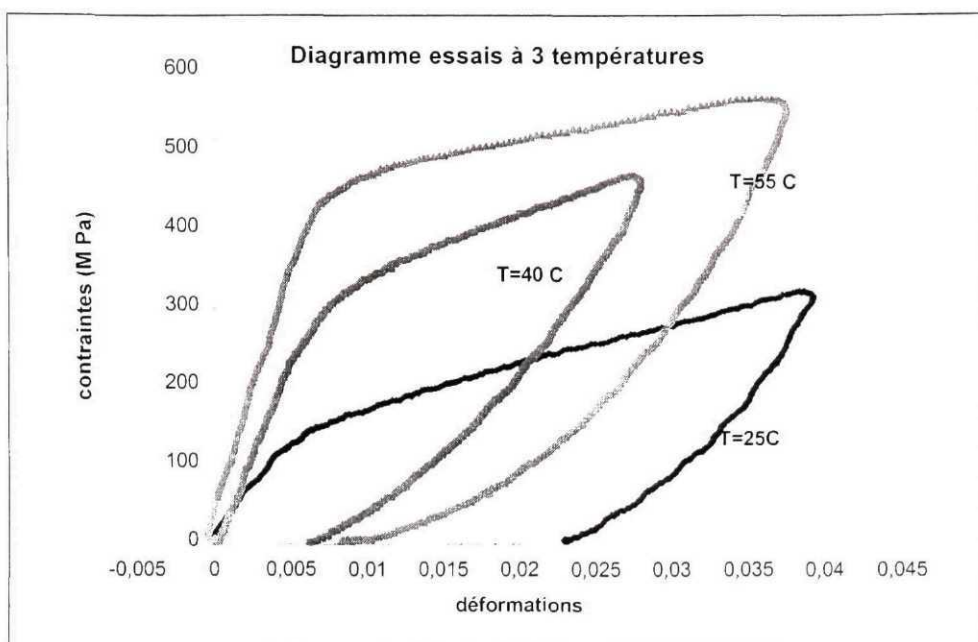


Figure 4.13 Courbes de traction à différentes températures

En austénite pure, on observe l'existence de la composante super-élastique qui se manifeste par une faible déformation résiduelle sur la courbe de l'essai à 55°C. Cependant, puisqu'il persiste une déformation résiduelle après le déchargement, il semble donc y avoir création de déformations plastiques lors de cet essai. En martensite pure, on observe la présence d'une déformation résiduelle complètement récupérée lors du chauffage subséquent.

Les différentes propriétés mécaniques déduites des essais de traction ont été regroupées dans le tableau V. On y retrouve le module d'élasticité longitudinal dans les différentes phases notées comme suit :

- $E_{\text{Mauto}}$  : Module d'élasticité de Young pour le matériau dans sa phase élastique avant la réorientation de la martensite.
- $E_{\text{Mauto—Morientée}}$  : Module de Young lors de la phase de réorientation de la martensite.
- $E_A$  : Module de Young du matériau en austénite.

- $E_{A-Morientée}$  : Module de Young du matériau lors de la formation de la martensite.

Le tableau V présente également les contraintes seuil ou contraintes critiques de changement de phase qui sont notées comme suit :

- $\sigma_{Mo}$  : Contrainte critique de réorientation de la martensite.
- $\sigma_{Ms}$  : Contrainte critique de début de la transformation austénite-martensite.

Tableau V

Propriétés mécaniques de l'alliage de NiTi ( MPa )

Phase	Martensite	Martensite+Austénite	Austénite
Température de l'essai	25 °C	40 °C	55 °C
$E_{Mauto}$ (MPa)	24807	-	-
$E_{Mauto-Morientée}$ (MPa)	5337	-	-
$E_A$ (MPa)	-	47253	60148
$E_{A-Morientée}$ (Mpa)	-	7842	3910
$\sigma_{Mo}$ (Mpa)	135	-	-
$\sigma_{Ms}$ (Mpa)	-	315	460

Le module de Young dans les différentes phases calculé à partir des essais de traction uni-axiale est dans les limites des valeurs moyennes données par la littérature. Le module de Young en martensite est de 24.8 GPa et se situe dans la moyenne des valeurs que l'on retrouve dans la littérature, c'est-à-dire entre 20.7 GPa et 28.3 GPa. En austénite, la valeur trouvée est aussi dans l'ordre de grandeur de celles proposées par la littérature qui donne une valeur maximale de 82.7 GPa.

D'autre part, le rapport des modules de Young de l'austénite à la martensite dans notre cas est de 2.42, ce qui est conforme aux résultats de recherches déjà effectuées sur le Nitinol et qui situent ce rapport entre 2.3 et 6.



## CHAPITRE 5

### CARACTÉRISATION MÉCANIQUE BI-AXIALE (2D)

#### 5.1 Introduction

La caractérisation multi-axiale de l'AMF qui a été réalisée dans le cadre de ce projet consiste en une série d'essais bi-axiaux menés à différentes températures. Les températures d'essai choisies sont similaires à celles fixées au cours des essais uni-axiaux essentiellement pour deux raisons. D'une part, nous avons voulu couvrir les zones de transformations en étudiant le matériau en austénite pure et en martensite pure. D'autre part, les températures sont les mêmes que celles de l'étude en traction uni-axiale (1D) dans le but de faire une étude comparative des propriétés du matériau dans les deux types d'échantillons et de pouvoir valider les résultats.

Les essais élaborés pour l'étude en 2D sont des essais de tension bi-axiale pour lesquels un dispositif appelé pantographe (figure 5.12) a été spécialement conçu et adapté afin de convertir un chargement uni-axial généré par la machine de traction MTS-810 en un chargement bi-axial proportionnel.

Le dispositif envisagé utilise donc des échantillons en cruciforme (figure 5.1) et permet l'application de chargements proportionnels sur les deux branches de l'échantillon en croix. La région d'essai carrée dans le cruciforme a pour but d'obtenir une répartition uniforme des sollicitations. Des rainures sont usinées pour accorder une flexibilité transversale à l'échantillon et ainsi diminuer la rigidité latérale des membrures. La région centrale de l'échantillon est amincie tant que possible afin de concentrer les sollicitations dans la région d'essai.

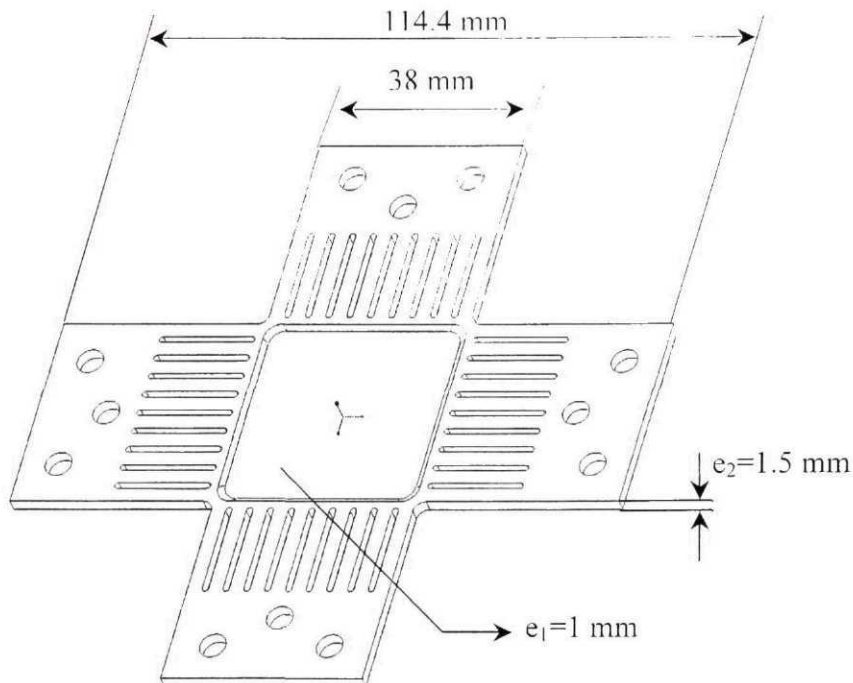


Figure 5.1 L'échantillon en criciforme

## 5.2 Validation des propriétés mécaniques déduites par les essais uni-axiaux

Les essais de traction uni-axiaux présentés au chapitre 4 ont abouti à l'identification de certaines propriétés mécaniques du matériau qui doivent faire l'objet de validation. C'est pour cette raison que des essais de traction 1D ont également été menés sur les échantillons en criciforme qui serviront aux essais multi-axiaux.

Les échantillons en criciformes sont sollicités à différentes températures et dans les mêmes conditions que les échantillons standards. C'est à dire un essai en martensite pure (température ambiante), un essai en austénite pure (à 55 °C) et un essai à l'état transitoire martensite-austénite (à 40 °C). Les courbes de traction contrainte-déformation seront par la suite comparées pour les deux types d'échantillons (standard et en criciformes).

### 5.2.1 Courbes et commentaires

Dans le domaine martensitique, c'est-à-dire dans notre cas à température ambiante, nous avons constaté que lors de la phase élastique, la courbe de traction sur le cruciforme présente un décrochement et n'est pas tout à fait comparable à ce qui est observé pour l'échantillon standard (figure 5.2). Nous pouvons expliquer ceci par le fait que lors de la réalisation de l'essai, la température ambiante était légèrement supérieure à  $M_f$ , ce qui signifie que notre matériau n'est pas totalement martensitique et qu'il renferme une petite proportion d'austénite. Lorsque les deux phases martensitique et austénitique coexistent à une température près de  $M_f$ , il est plus facile de transformer l'austénite que de réorienter la martensite. C'est pour cette raison que lors de l'application de la charge, le matériau a tendance à transformer cette austénite en martensite jusqu'à ce qu'il soit purement martensitique. Ce n'est qu'à ce moment que la réorientation des variantes de martensite débute.

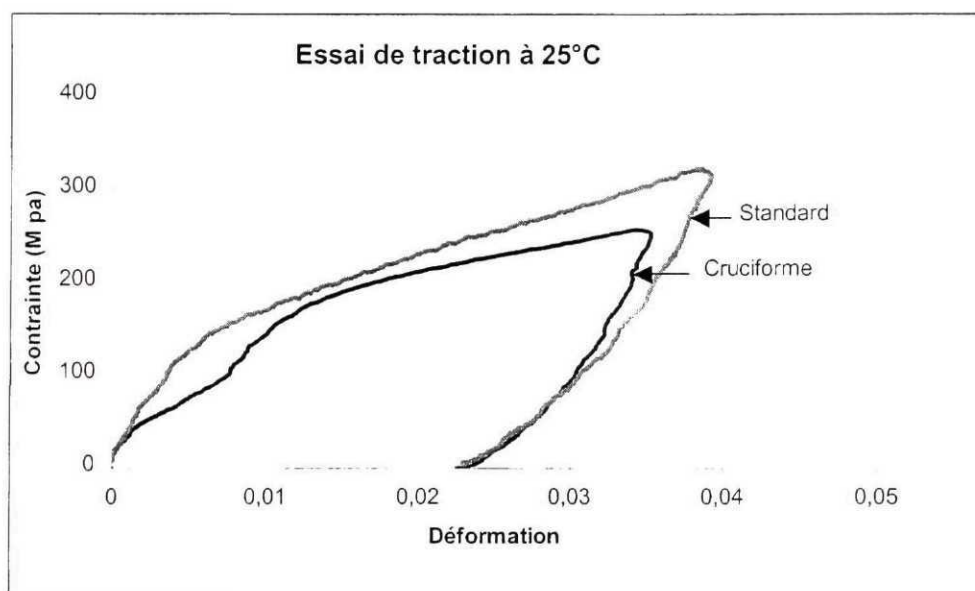


Figure 5.2 Comparaison des essais sur cruciformes et éprouvettes standards à 25 °C

Cependant, malgré la présence d'austénite qui est beaucoup plus rigide que la martensite, le module de Young apparent au début du chargement est de 28600 MPa.

Valeur qui est beaucoup plus proche du module de Young en martensite (28000 MPa) que de celui en austénite (62000 MPa).

Nous pouvons expliquer cette situation par l'analogie de deux ressorts en série de même section  $A$  (figure 5.3). Le premier ressort représente la composante minoritaire d'austénite, ayant une petite longueur  $L_A$  et pour rigidité le module de Young en austénite  $E_A$ . Le deuxième ressort représente la composante dominante de martensite ayant comme rigidité le module de Young de la martensite  $E_M$  avec une longueur  $L_M$  nettement supérieure à  $L_A$ .

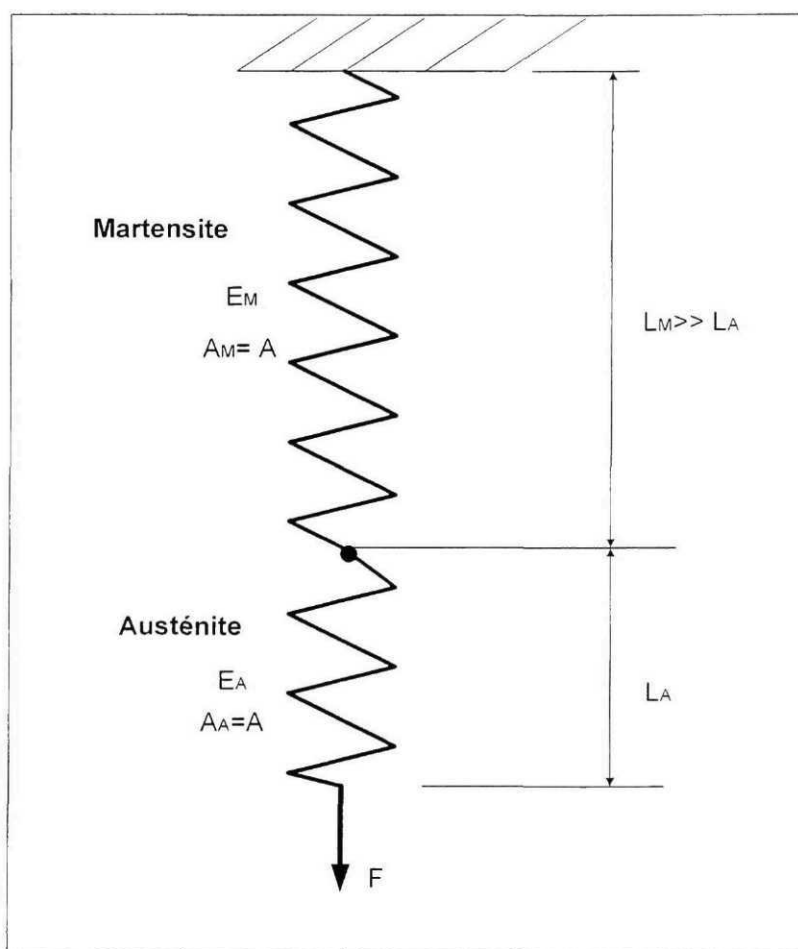


Figure 5.3 Représentation analogique du début de la phase transitoire



La force appliquée en fonction des rigidités et des dimensions des ressorts est donnée par :

$$\frac{F}{A} = E \frac{\delta}{L} \quad (5.1)$$

L'allongement total  $\delta$  des deux ressorts en série est la somme des allongements respectifs  $\delta_M$  et  $\delta_A$  de chaque ressort.

$$\delta = \delta_M + \delta_A \quad (5.2)$$

C'est-à-dire :

$$\delta = \frac{F.L_M}{A.E_M} + \frac{F.L_A}{A.E_A} \quad (5.3)$$

Si on considère arbitrairement que  $L_M = 9 L_A$ , l'allongement total s'écrit :

$$\delta = \frac{F.L_A}{A} \left( \frac{1}{E_A} + \frac{9}{E_M} \right) \quad (5.4)$$

Le module de Young équivalent s'écrit donc :

$$E_{equ} = \frac{10 E_A E_M}{E_M + 9 E_A} \quad (5.5)$$

Si on remplace les valeurs du module de Young en martensite et en austénite dans l'équation (5.5), on aura une valeur du module de Young équivalent qui sera de l'ordre du module de Young en martensite  $E_M$  ( $E_{equ} = 29500$  MPa). La valeur expérimentale de  $E_M = 28500$  MPa est donc explicable comme étant la valeur du module de Young équivalent du matériau en phase transitoire à dominance martensitique.

Cette situation s'est avérée possible dans notre cas, car notre alliage de nitinol présente une température de fin de transformation martensitique proche de la température ambiante  $M_f = 28^\circ\text{C}$ . La température de la pièce au moment de l'essai était de  $25^\circ\text{C}$ , mais le matériau aurait très bien pu générer de la chaleur qui a porté l'échantillon à une température supérieure à  $M_f$ . Les températures de transformation sont probablement

légèrement inférieures dans les échantillons cruciformes à cause des traitements thermiques ou à cause d'une composition de l'alliage différente de la plaque sur laquelle ils ont été taillés.

Il aurait donc été beaucoup plus opportun de mener l'essai de traction en martensite à une température de l'ordre de 15 à 20 °C pour éviter ce genre de problème. Cependant, les difficultés techniques associées au refroidissement des enceintes thermiques rendent très difficile l'abaissement de la température sous l'ambiante.

Les essais réalisés à 40 °C montrent la même allure de courbe contrainte-déformation dans les deux cas, mais nous constatons que la contrainte critique de début de martensite ( $\sigma_{Ms}$ ) est inférieure dans le cas des cruciformes (figure 5.4). Cette discordance est peut être également le résultat des températures de transformation qui ne sont pas exactement les mêmes pour les cruciformes et les échantillons standards. Par conséquent, à la température de 40°C, la proportion de martensite n'est peut être pas la même, ce qui peut expliquer l'écart entre les deux courbes.

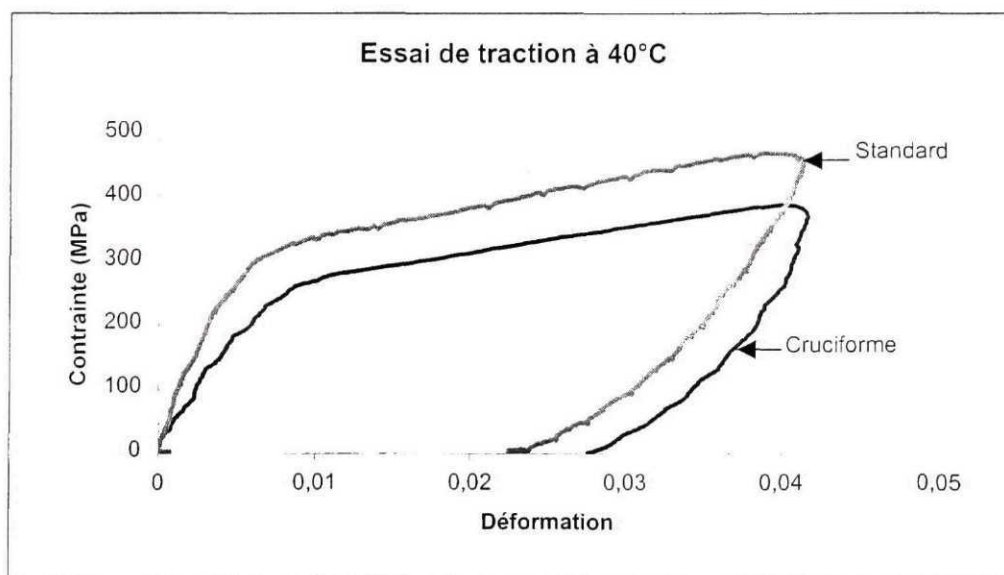


Figure 5.4 Comparaison des essais sur cruciformes et éprouvettes standards à 40 °C

Dans le domaine austénitique (à 55°C), nous constatons une meilleure superposition des courbes pour les cruciformes et les échantillons standards. Le module de Young en phase élastique est de l'ordre de 62000 MPa, ce qui est comparable à la valeur donnée dans la littérature pour ce genre d'alliages. Nous constatons également l'existence de la composante superélastique, c'est-à-dire qu'à la température de 55°C, nous observons un retour quasi-élastique et une déformation résiduelle très faible, de l'ordre de 0.5 % comme le montre la figure 5.5.

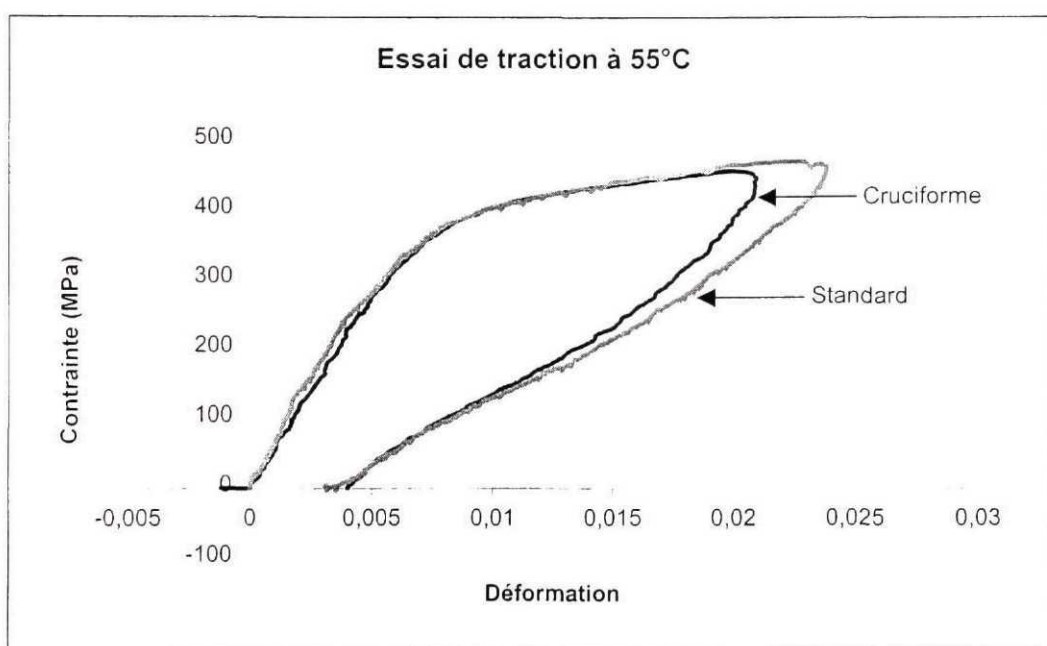


Figure 5.5 Comparaison des essais sur cruciformes et éprouvettes standards à 55 °C

### 5.2.2 Vérification de l'isotropie du matériau

Les échantillons en cruciforme de l'alliage à mémoire de forme NiTi utilisés ont été découpés dans des plaques laminées. De ce fait, une vérification de l'isotropie du matériau s'impose afin de déterminer dans quelle mesure les propriétés mécaniques dans le sens de laminage et dans le sens transversal au laminage peuvent être comparables.

Des essais de traction uni-axiale ont donc été réalisés sur les cruciformes en phase martensitique ( $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), à l'état transitoire ( $T = 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) et en phase austénitique ( $T = 55\text{ }^{\circ}\text{C}$ ). Pour chaque température, deux essais ont été menés, l'un dans la direction de laminage (direction X), et le second dans la direction transversale (direction Y). Les résultats de ces essais ont été regroupés dans les figures 5.6, 5.7 et 5.8.

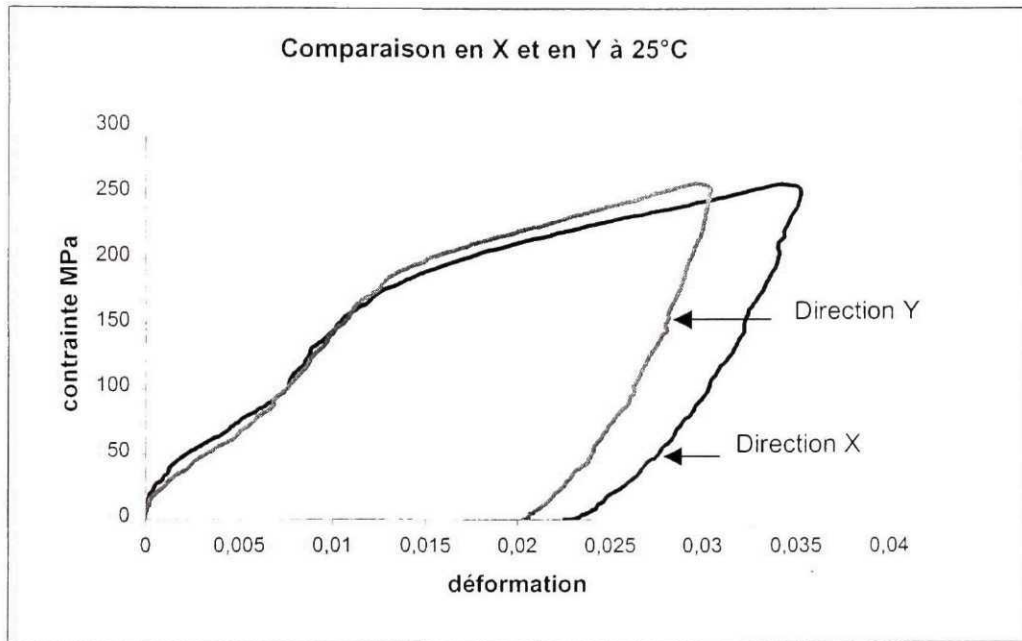


Figure 5.6 Comparaison de la traction 1D selon X et Y à 25 °C



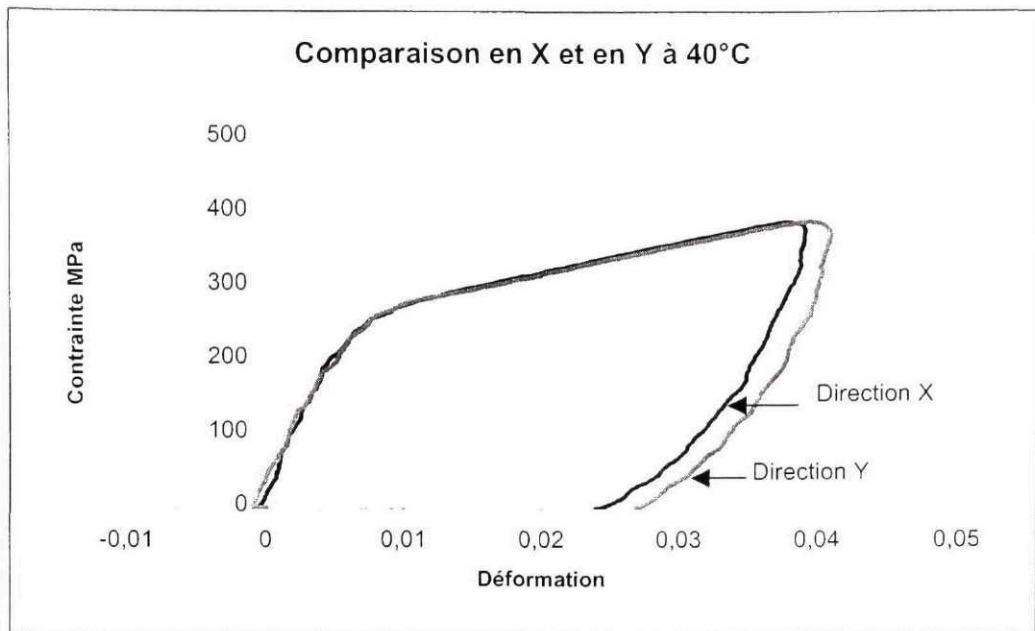


Figure 5.7 Comparaison de la traction 1D selon X et Y à 40°C

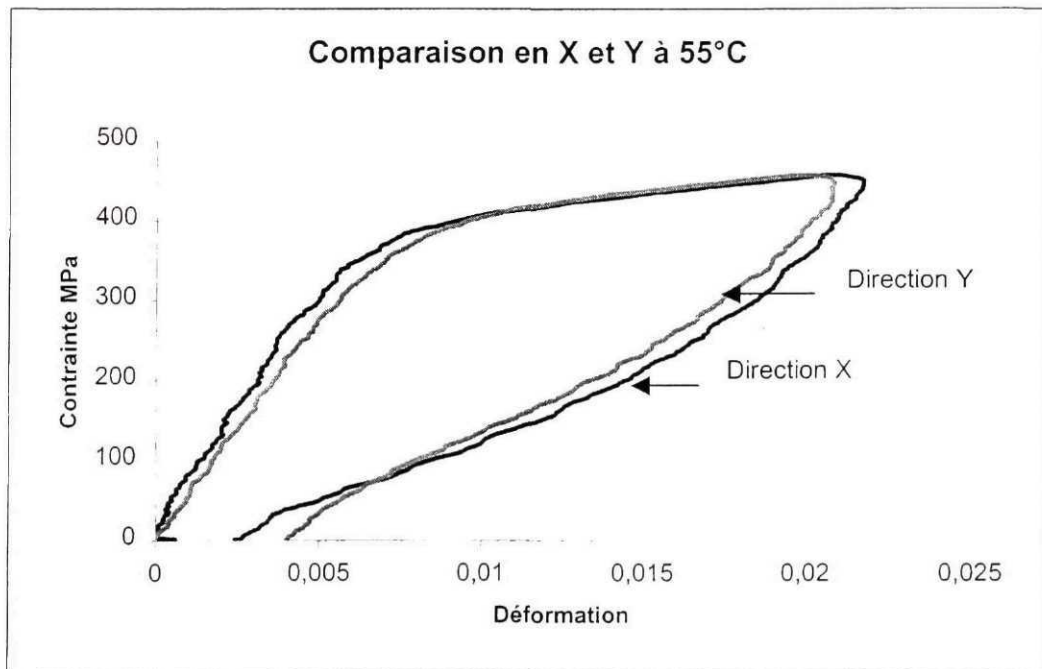


Figure 5.8 Comparaison de la traction 1D selon X et Y à 55°C

Pour les essais à température ambiante (martensite quasi-pure), malgré le décrochement observé dans la courbe (figure 5.6), nous pouvons dire que les deux courbes de traction dans la direction longitudinale et dans la direction transversale sont très similaires. Lorsque le matériau est en austénite pure (à 55°C), on constate l'apparition d'une composante super-élastique dans les deux directions. Nous pouvons également dire que les deux courbes sont similaires (figure 5.8). Il en est de même pour les essais en phase intermédiaire (austénite + martensite), c'est-à-dire à 40 °C où la similitude est notable (figure 5.7). Au vu de ces différents essais à différentes températures et dans les deux directions, nous pouvons conclure que le matériau utilisé présente les mêmes propriétés mécaniques dans le sens de laminage et dans le sens transversal au laminage. L'alliage présente donc une isotropie satisfaisante.

### **5.3 Validation des essais uni-axiaux par éléments finis**

#### **5.3.1 Nécessité de l'étude**

L'analyse 3D par éléments finis a été effectuée pour valider la section prise en compte lors du calcul des contraintes dans les essais de traction sur les cruciformes. En effet, les cruciformes présentent une zone centrale assez complexe dans laquelle les rainures des branches en croix ainsi que les coins arrondis peuvent fausser la valeur de la section mesurée prise en compte. Selon la géométrie de l'échantillon (voir figure 5.1), la section avoisine les 38.00 mm<sup>2</sup>.

#### **5.3.2 Réalisation du modèle**

Le logiciel Pro/Mechanica a été utilisé pour cette analyse et le cruciforme au complet a été modélisé. On aurait pu profiter de la symétrie en modélisant seulement le quart du

cruciforme, mais nous avons préféré le modèle au complet afin de mieux visualiser globalement la répartition des contraintes dans la zone centrale.

Deux situations ont été modélisées, la sollicitation en traction uni-axiale (1D) et la sollicitation en traction bi-axiale (2D) dont les conditions aux frontières sont représentées à la figure 5.9. Dans chaque cas, une charge axiale arbitraire de 1000 N est appliquée en traction dans une seule direction pour la sollicitation 1D (figure 5.10) et dans les deux directions pour la sollicitation 2D (figure 5.11)

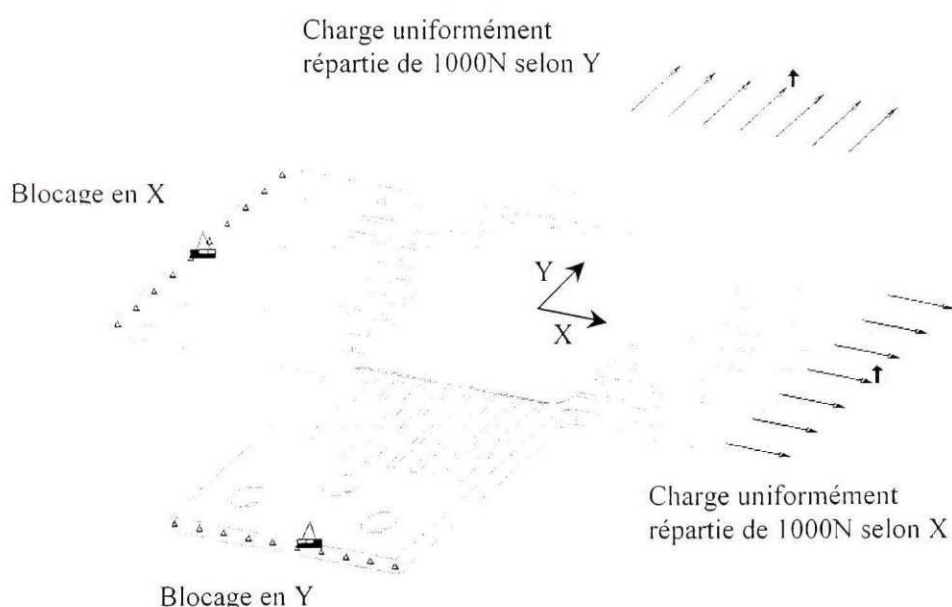


Figure 5.9 Conditions aux frontières pour le modèle (2D) réalisé sur Pro/Mechanica

### 5.3.3 Résultats du chargement uni-axial

L'analyse par éléments finis effectuée sur le cruciforme soumis à la traction uni-axiale a donné la distribution de contraintes équivalentes illustrée à la figure (5.10).

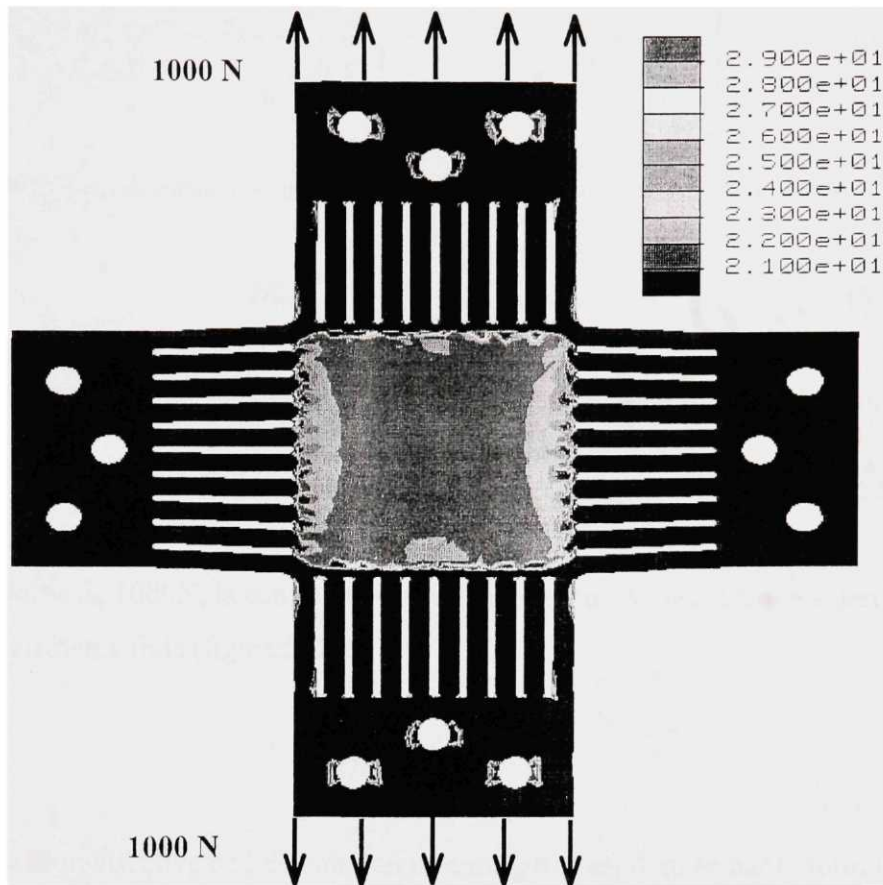


Figure 5.10 Contraintes équivalentes dans le cruciforme sollicité en 1D

L'état de contrainte au centre de l'échantillon est déterminé par le tenseur de contrainte de la formule (5.6).

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (5.6)$$

La composante déviatorique du tenseur de contrainte est donnée par la formule (5.7)



$$\sigma'_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} - \frac{\sigma}{3} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{2}{3}\sigma & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{\sigma}{3} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\sigma}{3} \end{bmatrix} \quad (5.7)$$

La contrainte équivalente de Von Mises est donnée par la formule (5.8)

$$\sigma_{equ}^M = \sqrt{\frac{3}{2} \sigma'_{ij} \sigma'_{ij}} \quad (5.8)$$

Au centre du cruciforme, la contrainte équivalente de Von Mises se calcule comme suit :

$$\sigma_{equ}^M = \sqrt{\frac{3}{2} \left( \frac{4}{9} \sigma^2 + \frac{1}{9} \sigma^2 + \frac{1}{9} \sigma^2 \right)} = \sigma \quad (5.9)$$

Pour une force de 1000N, la contrainte équivalente de Von Mises obtenue à partir du modèle d'éléments finis (figure 5.8) est :

$$\sigma_{equ} = 25 \text{ MPa}$$

Ainsi, la section effective de l'échantillon en cruciforme est donnée par la formule (5.10).

$$A_{eff} = \frac{F}{\sigma_{equ}} \quad (5.10)$$

La force de traction ayant été appliquée sur le cruciforme arbitrairement étant de 1000N, la section effective du cruciforme déduite par éléments finis est donc :

$$A_{eff} = 40 \text{ mm}^2$$

Le fait de déduire la contrainte en divisant la force mesurée par 38.00 mm<sup>2</sup> plutôt que 40.00 mm<sup>2</sup> introduit une erreur de 5%. Cependant, puisque l'épaisseur de la section réduite présente des imprécisions supérieures à 5%, il n'a pas été jugé opportun de

corriger les résultats précédents afin de considérer une section effective de  $40.00 \text{ mm}^2$ . Par conséquent, une section apparente de  $38.00 \text{ mm}^2$  sera conservée pour le reste des essais.

#### 5.3.4 Résultats du chargement bi-axial

Une démarche similaire a été suivie pour la traction bi-axiale, l'analyse par éléments finis effectuée sur le cruciforme a donné la distribution de contraintes selon Von Mises illustrée à la figure (5.11).

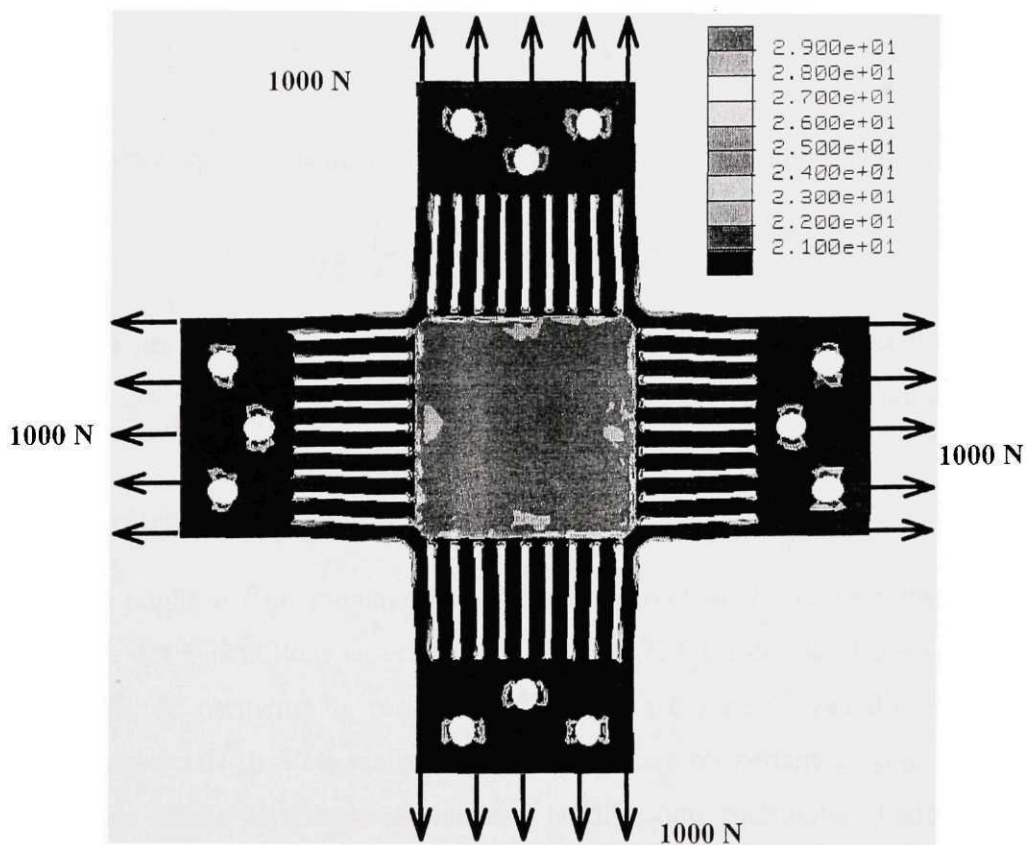


Figure 5.11 Contraintes équivalentes dans le cruciforme sollicité en 2D

L'état de contrainte au centre du cruciforme dans ce cas, est donné par le tenseur de contrainte de la formule (5.13).

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & \sigma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (5.11)$$

La composante déviatorique de la contrainte appliquée sur le cruciforme est donnée par la formule (5.12)

$$\sigma'_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma & 0 & 0 \\ 0 & \sigma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} - \frac{2}{3}\sigma \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{3}\sigma & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\sigma}{3} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{2}{3}\sigma \end{bmatrix} \quad (5.12)$$

La contrainte équivalente de Von Mises calculée selon la formule (5.9) donne :

$$\sigma_{equ}^M = \sqrt{\frac{3}{2}(\frac{1}{9}\sigma^2 + \frac{1}{9}\sigma^2 + \frac{4}{9}\sigma^2)} = \sigma \quad (5.13)$$

L'analyse par éléments finis en traction bi-axiale a permis de vérifier numériquement que la contrainte équivalente est la même que celle trouvée en traction uni-axiale.

#### 5.4 Présentation du pantographe

Le pantographe est un montage expérimental permettant de réaliser une traction bi-axiale sur des échantillons en cruciforme (figure 5.12). Ce dispositif a été spécialement conçu afin de permettre la réalisation d'essais en 2D au moyen d'une machine de traction uni-axiale. Il a été réalisé de telle sorte à assurer certaines exigences liées à la nature des essais envisagés notamment la dilatation thermique, l'adaptabilité aux mâchoires de la machine de traction MTS 810, ainsi que les dimensions qui doivent permettre un libre mouvement à l'intérieur de l'enceinte thermique.

Les caractéristiques du pantographe sont les suivantes :

- Toutes les membrures travaillent en compression.
- Les membrures ont toutes les mêmes dimensions.
- Le pantographe est sollicité en compression par l'appareil de traction uni-axiale MTS 810 et n'a donc pas besoin d'y être fixé.
- L'angle initial des membrures peut varier.
- L'échantillon est en position horizontale durant l'essai.
- Les réactions appliquées aux quatre points d'attache de l'échantillon sont équivalentes.

Le pantographe est fabriqué en acier et il doit résister à une contrainte maximale de 1000 MPa appliquée sur la section de l'échantillon cruciforme selon une des deux directions de chargement incluant un facteur de sécurité de 2.

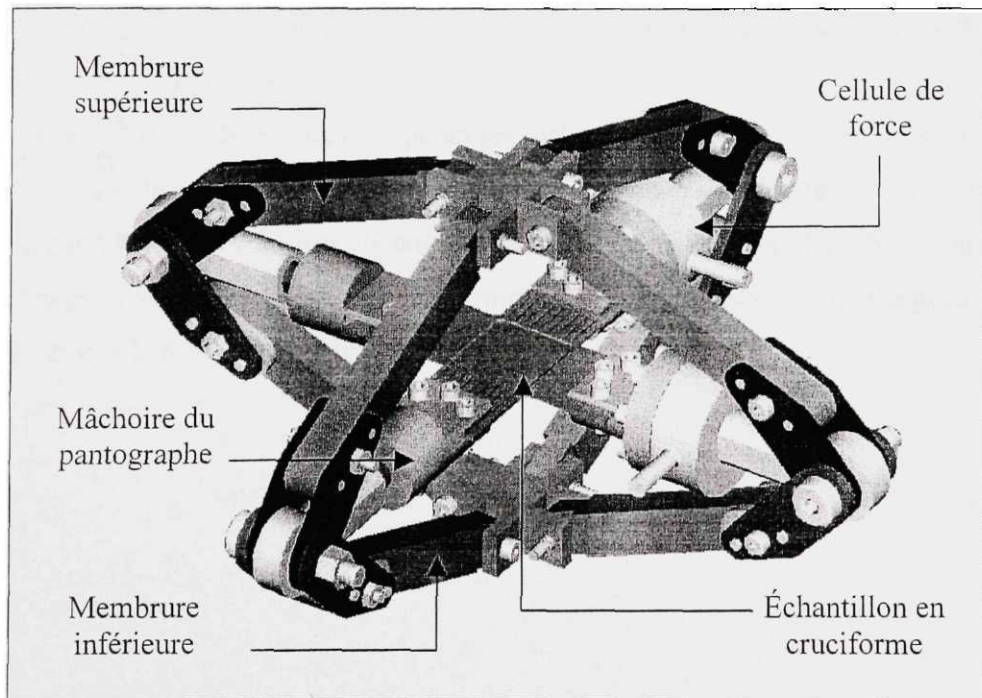


Figure 5.12 Dessin du pantographe



Des essais préliminaires ont été effectués à l'aide du pantographe sur un échantillon d'acier afin d'observer le comportement du dispositif ainsi monté et fixé sur la machine de traction universelle MTS-810. Des modifications ont été apportées notamment dans le mode de connexion des membrures ainsi que des tiges et des boulons d'assemblage, afin d'assurer une plus grande stabilité du dispositif.

Le mode de fixation des échantillons cruciformes sur le pantographe ainsi que le positionnement des cellules de force est représenté sur la figure 5.12. On constate que la condition de la symétrie par rapport aux deux axes du plan d'application des contraintes a été satisfaite.

## **5.5 Vérification des cellules de force**

Les deux cellules de force utilisées dans le pantographe ont chacune une capacité de 10000 lbs. Dans le but de vérifier leur calibration, chaque cellule a été soumise à un cycle de chargement par compression uni-axiale dans la machine de traction universelle MTS (figures 5.13 et 5.14).

Les essais ont été réalisés à des températures différentes afin de vérifier que les cellules donnent la même mesure aussi bien à température ambiante qu'à haute température.

La réponse des cellules a ainsi été comparée à la force générée et affichée par la MTS. Pour chaque température, les deux diagrammes ont été superposés dans l'espace force-temps comme le montrent les figures 5.13 et 5.14.

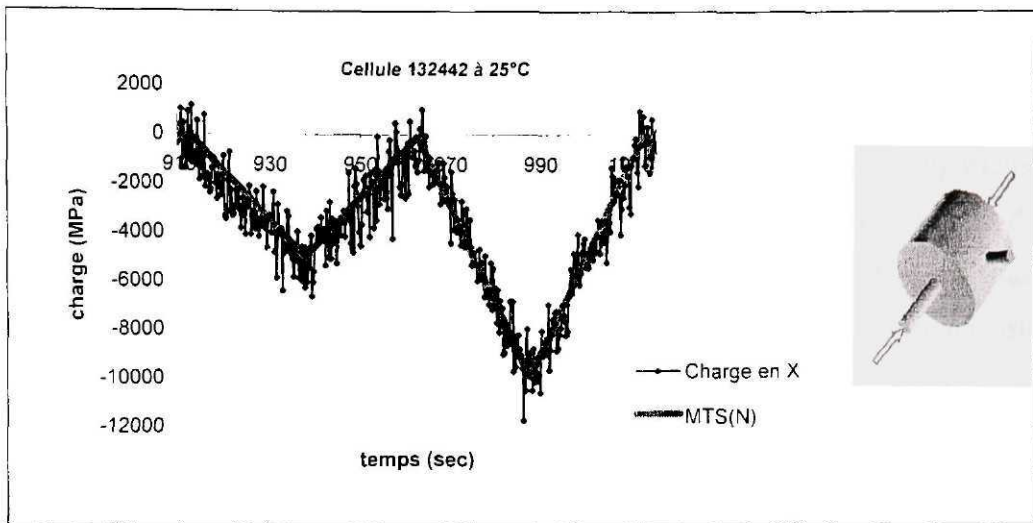


Figure 5.13 Réponse des cellules de force à 25°C

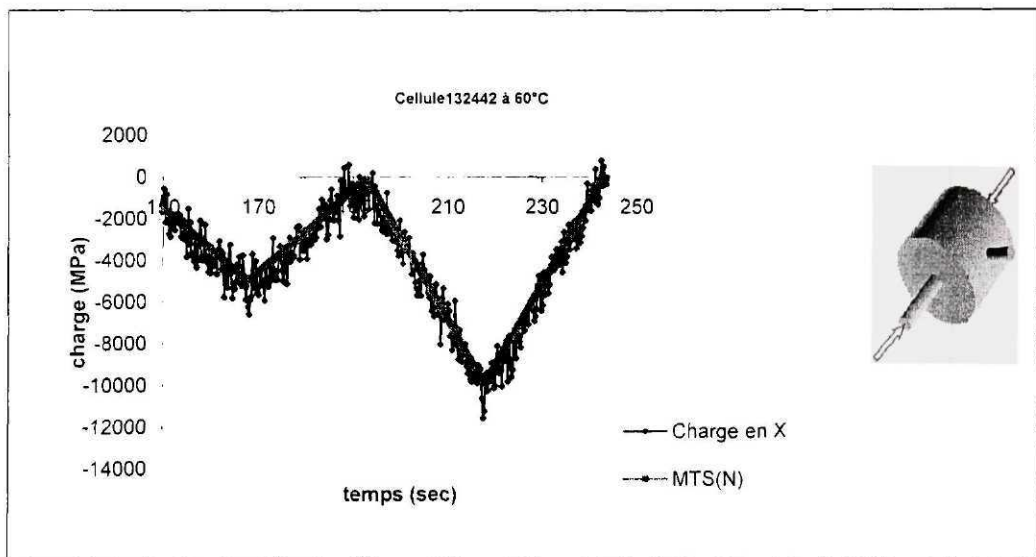


Figure 5.14 Réponse des cellules de force à 60°C

Au vu des figures 5.13 et 5.14, il apparaît que les cellules de force sont correctement calibrées car elles mesurent les mêmes forces que celles générées par la MTS. D'autre part, on remarque que la variation de température à partir de la température ambiante jusqu'à 60°C, n'a aucune influence sur la précision de la mesure.

### 5.6 Modélisation du comportement multi-axial des AMF

Le comportement des AMF en sollicitation multi-axiale doit obéir à certaines lois de comportement que nous chercherons à déterminer. Les critères de comportement symétriques tels que celui de Von Mises peuvent être envisagés, mais uniquement dans les cas de sollicitation en tension bi-axiale ou en compression bi-axiale. Ceci, en raison de la dissymétrie du comportement mécanique des AMF en traction et en compression, que le critère de Von Mises ne prend pas en considération.

Dans notre cas d'étude, il est possible d'envisager ce critère parmi d'autres car nous travaillons uniquement en traction multi-axiale, c'est à dire dans le quart de plan supérieur droit des contraintes principales (figure 5.15).

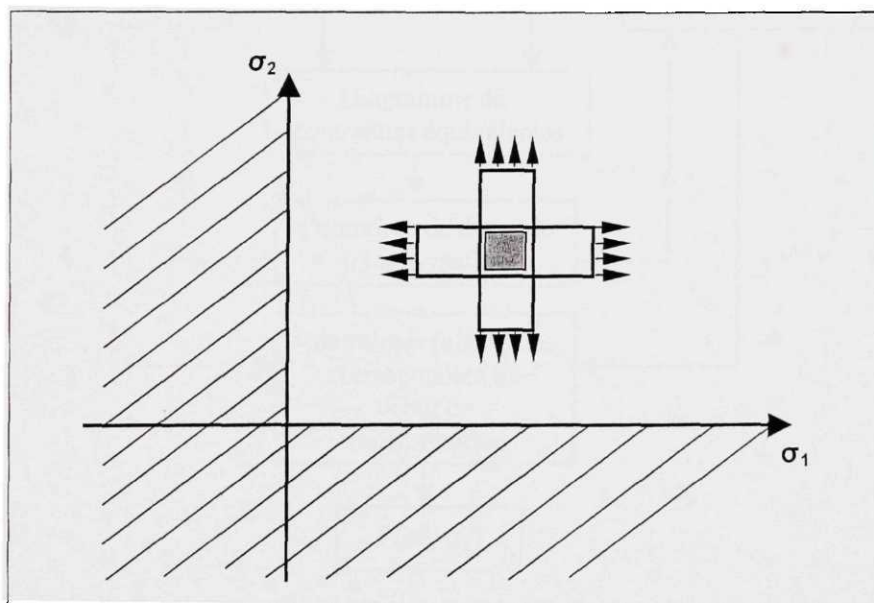


Figure 5.15 Essai de traction bi-axiale

Plusieurs essais de traction bi-axiale seront ainsi menés à basse et à haute température. Pour chaque essai, nous allons mesurer les contraintes ainsi que les déformations dans chacune des directions principales et tracer les diagrammes contrainte-déformation. Nous allons par la suite déduire le diagramme des contraintes équivalentes selon le

critère de distorsion maximale de Von Mises. Ce dernier diagramme nous permettra de déterminer la contrainte équivalente de début de transformation martensitique (à haute température), ou la contrainte de réorientation des variantes de martensite (à basse température). Cette contrainte correspondra, selon la norme ASTM, au point d'intersection des tangentes des courbes de part et d'autre du point d'inflexion. Les contraintes principales  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  correspondant à ce point sont ensuite déterminées à partir des diagrammes de contraintes dans chaque direction. Dans le plan de contraintes principales, chaque essai sera représenté par un point  $P(\sigma_1, \sigma_2)$ . Cette procédure a été résumée dans l'organigramme de la figure (5.16)

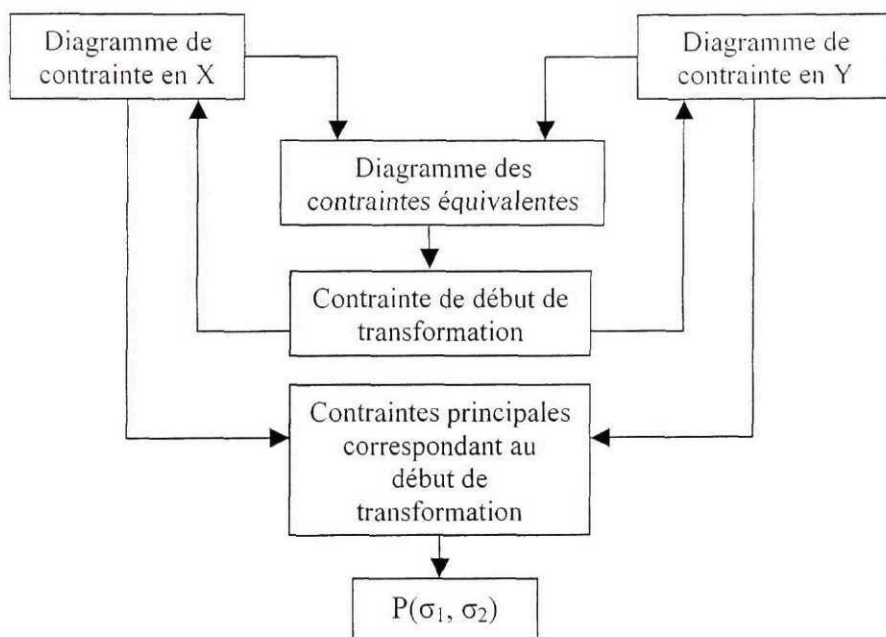


Figure 5.16 Méthode de détermination des contraintes principales

## 5.7 Procédure expérimentale

Les essais de traction bi-axiale ont été réalisés à l'aide d'une machine de traction universelle MTS 810 munie d'une enceinte thermique et du pantographe. Chacun des



trois échantillons utilisés a subi un traitement thermique similaire à celui des échantillons standards, c'est-à-dire un recuit à 450°C pendant une demi heure. L'acquisition de données s'est également faite grâce à un ordinateur relié à un extensomètre vidéo pour le calcul des déformations imposées à l'échantillon et également relié aux cellules de force (figure 5.17).

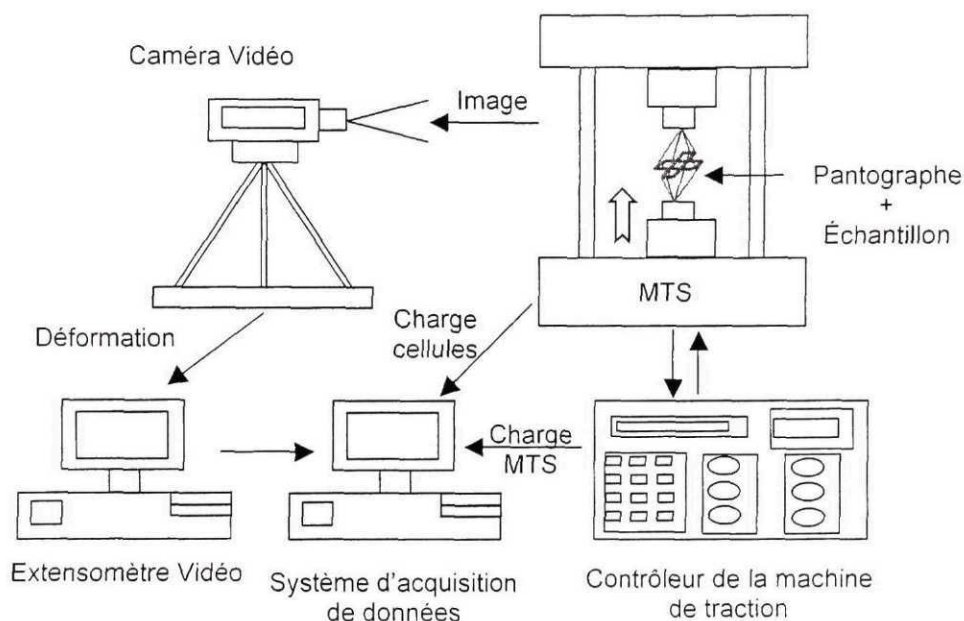


Figure 5.17 Principe de la saisie des données en bi-axial

Nous avons utilisé l'extensomètre vidéo muni de son module de Mesures Multipoints pour Windows (Dotmeasurement for Windows). Ce module permet d'obtenir l'état de déformation global de l'échantillon avec un nombre de cibles qui peut aller jusqu'à 100. Il permet également de mesurer simultanément les déformations axiales et transversales et utilise des cibles circulaires. La caméra est focalisée sur l'échantillon et capture une image qui est ensuite digitalisée. La distance entre l'échantillon et la caméra doit demeurer constante tout au long de l'essai, car le déplacement des zones de contraste peut fausser l'acquisition en donnant l'impression que les points cibles ont subi un déplacement. Les cibles produisent des zones de changement brusques dans les niveaux

de gris et c'est l'identification de ces contrastes qui permet au logiciel de suivre le déplacement des cibles lors de l'essai mécanique sur l'échantillon. L'utilisation de cibles circulaires noires fait que la recherche du contraste s'effectue de façon angulaire.

Toutes les mesures de force et de déformation sont ensuite regroupées dans un programme à l'aide du logiciel Labview et les résultats sont ainsi traités et exploités au moyen du logiciel Excel.

Deux cibles dans chaque direction de chargement sont collées sur l'échantillon qui, à son tour est ancré par serrage sur les mâchoires du pantographe comme le montre la figure 5.18. Les cibles sont visées par réflexion à  $90^\circ$  grâce à un miroir fixé sur l'un des axes du pantographe par l'intermédiaire d'un support aimanté et incliné à un angle d'environ  $45^\circ$  par rapport à la verticale (figure 5.18).

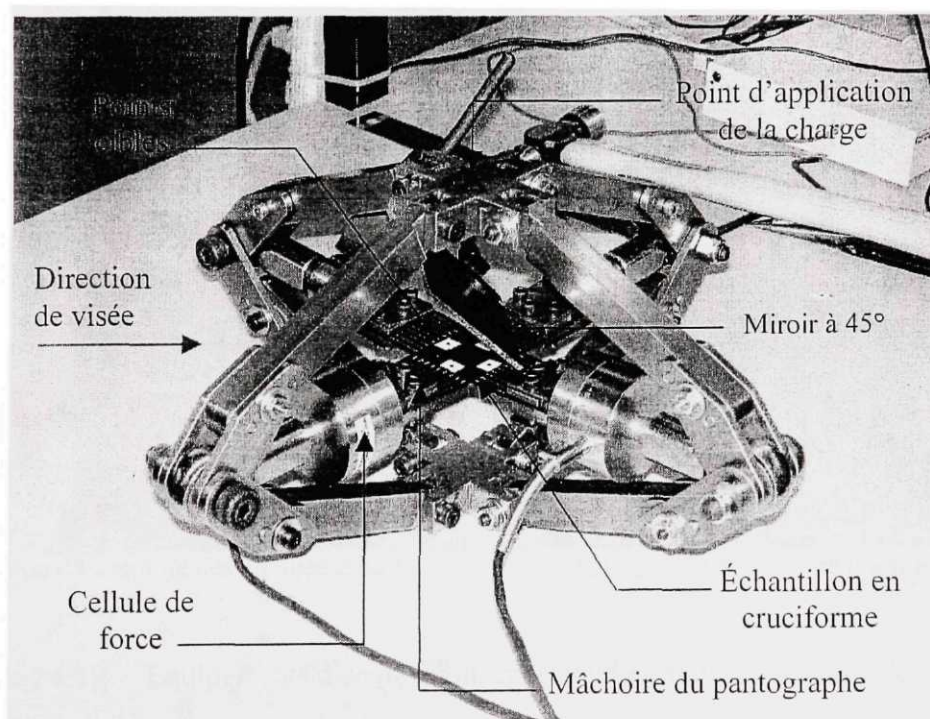
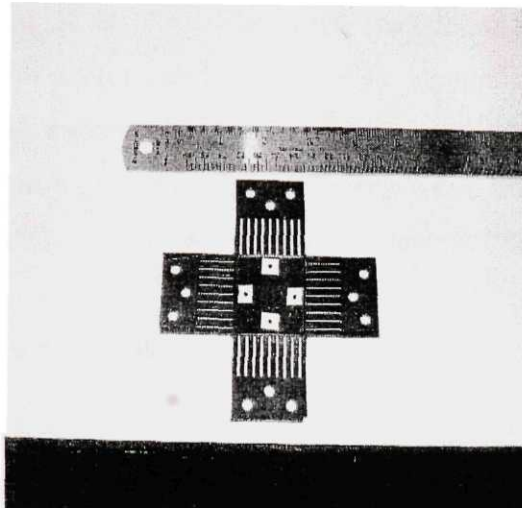


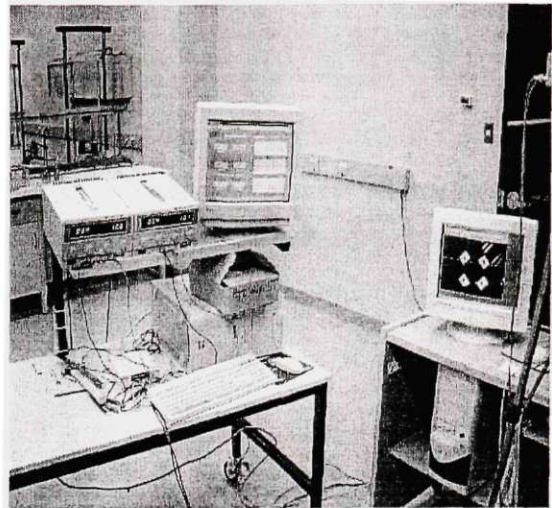
Figure 5.18 Photo de l'échantillon monté sur le pantographe



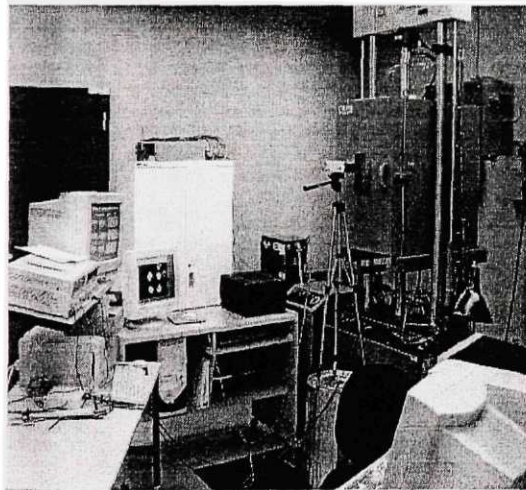
Une vue générale de tout l'équipement utilisé au cours des essais, l'échantillon ainsi que le positionnement du pantographe sur la MTS sont présentés à la figure 5.19.



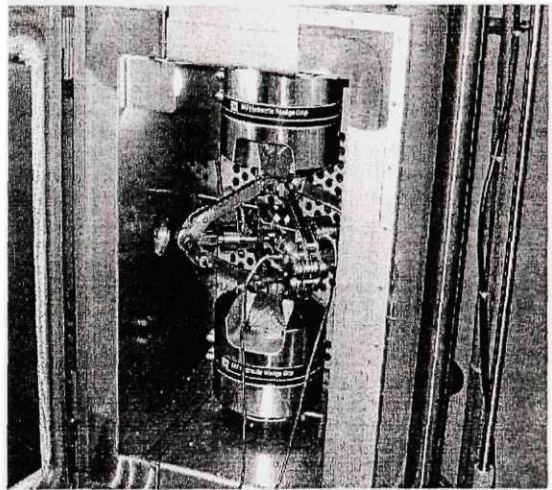
Échantillon et cibles



Système d'acquisition de données



Vue d'ensemble des équipements



Pantographe et enceinte thermique

Figure 5.19 Équipements d'acquisition, enceinte thermique et machine de traction

Un cycle de chargement simple a été appliqué lors des essais, à une vitesse d'environ 100 N/sec afin d'éviter des effets dynamiques possibles pouvant affecter les mesures. Le diagramme 5.20 montre la charge générée par la machine de traction ainsi que les forces

enregistrées par les deux cellules de force dans chaque direction. On constate que la force de compression sur le pantographe générée par la machine de traction est sensiblement égale aux forces de traction axiales engendrées dans chaque direction, ce qui est conforme à la théorie étant donné la géométrie du pantographe.

On notera néanmoins que le rapport des forces dans chaque direction  $F_x/F_y$ , qui théoriquement selon la conception donnée au pantographe devrait être égal à 1, varie pratiquement lors des différents essais entre 0.9 et 1. Cette variation est rendue possible par le fait que lors de l'ajustement de l'échantillon sur le pantographe grâce à des tiges filetées solidaires des mâchoires, une force de pré-serrage peut être induite dans l'une ou l'autre des directions.

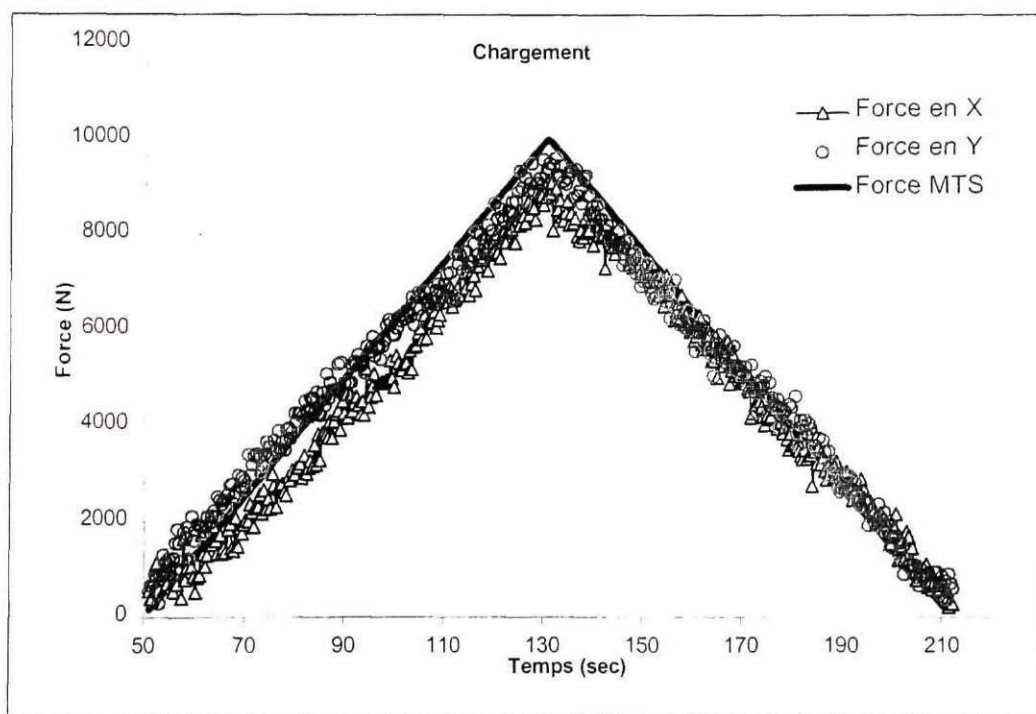


Figure 5.20 Diagramme de chargement dans chaque direction



## 5.8 Détermination des contraintes et des déformations équivalentes

### 5.8.1 Contraintes équivalentes

Pour chacun des essais de traction bi-axiale effectué, nous avons déterminé les contraintes équivalentes selon le critère de l'énergie de distorsion maximale de Von Mises. Les directions de chargement ainsi que les contraintes et les déformations dans chaque direction sont montrées dans la figure 5.21.

Nous sommes en présence d'un état de contrainte plan sans cisaillement, car selon les directions X et Y nous n'avons pas de contrainte de cisaillement. De ce fait, nous pouvons dire que les axes X et Y sont des axes principaux et se confondent avec les axes principaux 1 et 2, ainsi :  $\sigma_x = \sigma_1$  et  $\sigma_y = \sigma_2$ .

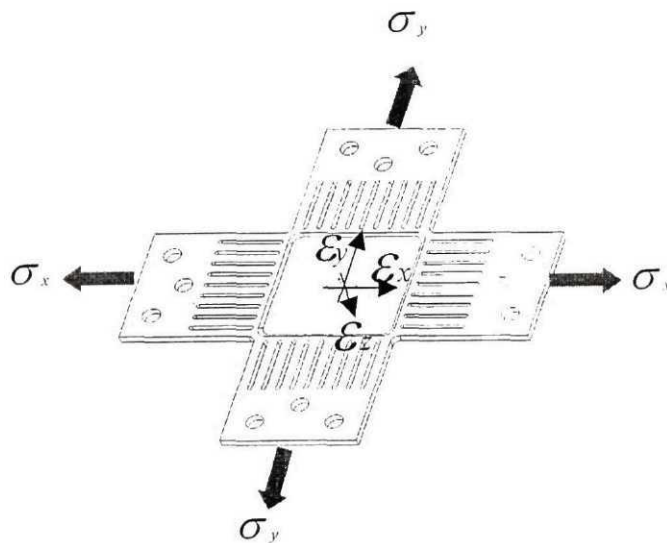


Figure 5.21 Contraintes et déformations selon les deux directions de chargement

Le tenseur de l'état de contrainte dans notre cas s'écrit:

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_x & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (5.14)$$

La composante déviatorique de la contrainte:

$$\sigma'_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} \sigma_{kk} \delta_{ij} \quad (5.15)$$

avec :

$$\sigma_{kk} = \sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33} = \sigma_x + \sigma_y$$

$$\sigma'_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_x & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} - \frac{1}{3} \begin{bmatrix} \sigma_x + \sigma_y & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_x + \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_x + \sigma_y \end{bmatrix} \quad (5.16)$$

La contrainte équivalente de Von Mises:

$$\sigma_{\text{eqm}}^M = \sqrt{\frac{3}{2} \sigma'_{ij} \sigma'_{ij}} = \sqrt{\sigma_x^2 + \sigma_y^2 - \sigma_x \sigma_y} \quad (5.17)$$

## 5.8.2 Déformations équivalentes

Le tenseur de l'état de déformation:

$$\varepsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \varepsilon_x & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_y & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_z \end{bmatrix} \quad (5.18)$$

avec :

$$\varepsilon_z = -\frac{\nu}{1-\nu} (\varepsilon_x + \varepsilon_y)$$

$\nu$  : étant le coefficient de Poisson

La composante déviatorique de la déformation est:

$$\varepsilon_{ij}^d = \varepsilon_{ij} - \frac{1}{3} \varepsilon_{kk} \delta_{ij} \quad (5.19)$$

avec :

$$\varepsilon_{kk} = \varepsilon_x + \varepsilon_y - \frac{\nu}{1-\nu} (\varepsilon_x + \varepsilon_y)$$

$$\varepsilon_{ij}^d = \begin{bmatrix} \varepsilon_x & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_y & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\nu}{1-\nu} (\varepsilon_x + \varepsilon_y) \end{bmatrix} - \frac{1}{3} \left[ \varepsilon_x + \varepsilon_y - \frac{\nu}{1-\nu} (\varepsilon_x + \varepsilon_y) \right] \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (5.20)$$

La déformation équivalente de Von Mises est:

$$\varepsilon_{\text{équ}}^M = \sqrt{\frac{3 I_2^s}{(1+\nu)^2}} \quad (5.21)$$

$I_2^s$  étant le 2ème invariant du tenseur déviatorique obtenu par la relation :

$$I_2^s = \frac{1}{2} \varepsilon_{ij}^d \varepsilon_{ij}^d$$

### 5.8.3 Coefficient de Poisson

La littérature donne des valeurs du coefficient de Poisson  $\nu$  variant de 0.3 dans la phase élastique à 0.5 après la transformation de phase. Néanmoins, dans notre cas, nous avons préféré déterminer ce coefficient expérimentalement afin d'introduire le comportement réel du matériau étant donné que nous avons la possibilité de le faire. Nous avons donc effectué des essais de traction uni-axiaux sur le cruciforme en austénite pure et en martensite pure. Nous avons alors calculé le coefficient de Poisson selon l'équation

(5.22) qui donne le rapport de la déformation  $\varepsilon_x$  dans la direction perpendiculaire au chargement et de la déformation  $\varepsilon_y$  dans la direction de chargement.

$$\nu = - \frac{\varepsilon_x}{\varepsilon_y} \quad (5.22)$$

Les figures 5.22 et 5.23 montrent l'évolution du coefficient de Poisson respectivement à 25°C et à 60°C. On remarque que le coefficient de Poisson varie avec l'évolution du chargement. Pour calculer les déformations équivalentes, un coefficient de Poisson constant a été employé. Pour ce faire, une moyenne a été déduite dans une zone assez étendue autour du point de changement de phase à haute température ou du point de réorientation des variantes de martensite à basse température.

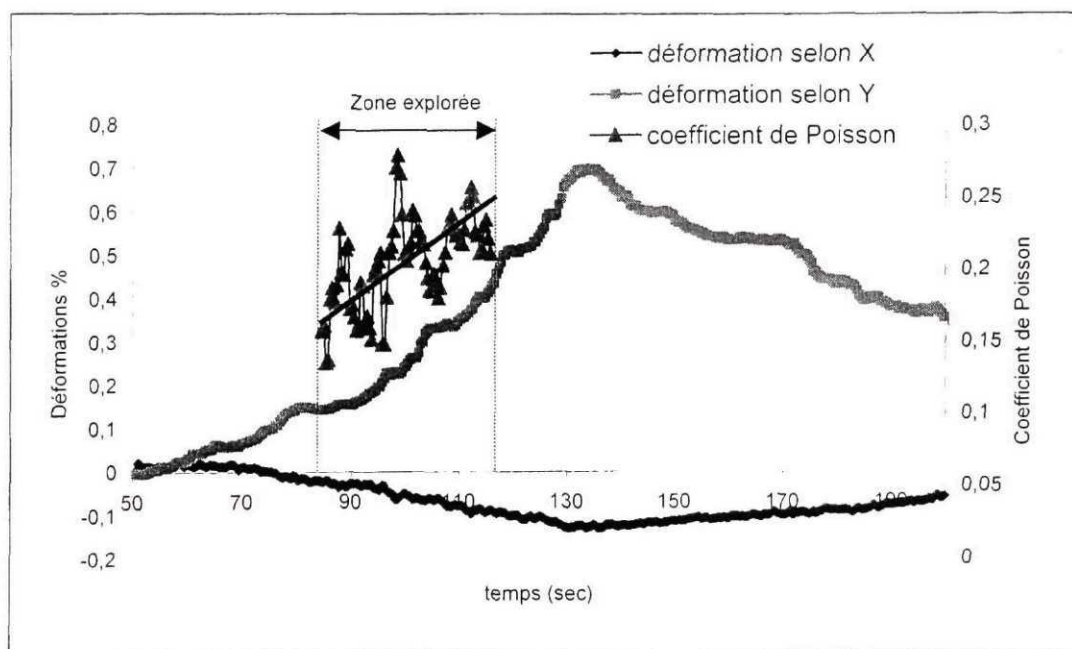


Figure 5.22 Déformation de l'échantillon dans les deux directions à 25°C



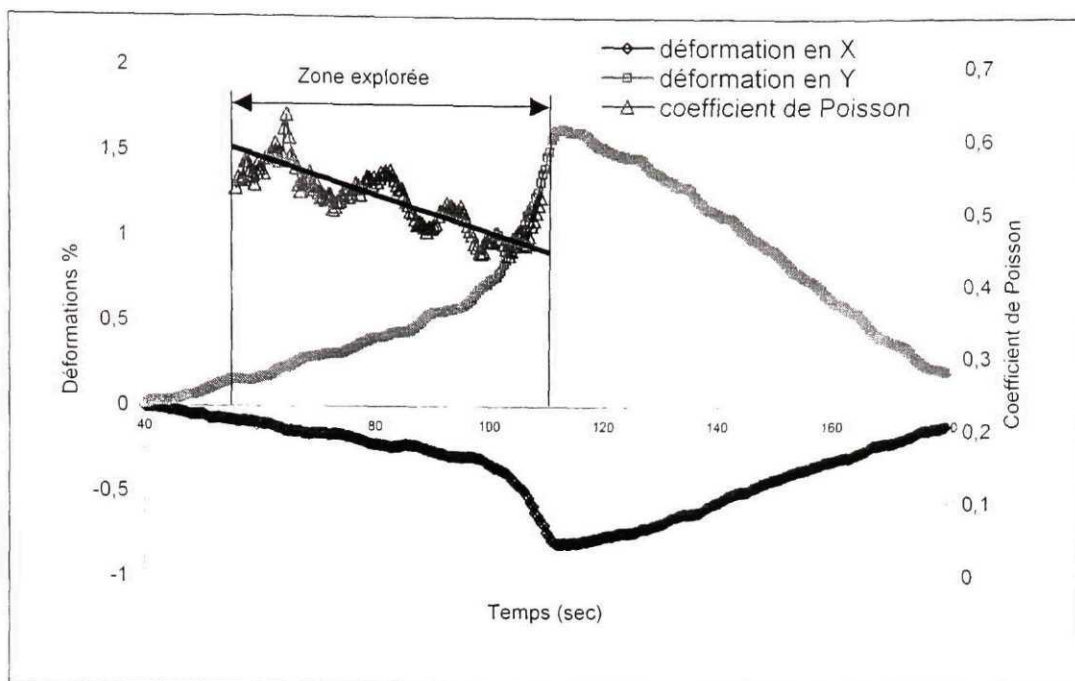


Figure 5.23 Déformation de l'échantillon dans les deux directions à 60°C

Dans la zone considérée, nous avons trouvé que le coefficient de Poisson à basse température (25°C), avait une valeur moyenne de 0.2. À haute température, la valeur moyenne de ce coefficient est de 0.5, ce qui signifie qu'à l'état austénitique, nous sommes très probablement en présence de plasticité. Ce sont ces deux valeurs qui ont été considérées dans le calcul des déformations équivalentes selon le critère de Von Mises. En prenant la valeur expérimentale  $\nu=0.2$  à basse température, la déformation équivalente de Von Mises sera donnée par la formule (5.23).

$$\varepsilon_{\text{équ}}^{\text{M}} = \sqrt{1.345(\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2) - 0.521 \varepsilon_x \varepsilon_y} \quad (5.23)$$

En revanche, à haute température et en considérant la valeur expérimentale du coefficient de Poisson  $\nu=0.5$ , la déformation équivalente selon le même critère sera donnée par la formule (5.24).

$$\varepsilon_{\text{équ}}^M = \sqrt{3.111(\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2) + 0.666 \varepsilon_x \varepsilon_y} \quad (5.24)$$

## 5.9 Résultats et commentaires

À basse comme à haute température, plusieurs essais ont donc été menés en essayant à chaque essai de modifier les ajustements du pantographe de façon à faire varier le rapport  $F_x/F_y$  et couvrir ainsi une plus grande zone de points dans le plan des contraintes principales.

### 5.9.1 Essais bi-axiaux en martensite

Durant les essais en martensite (25°C), des niveaux de contraintes de 250 MPa ont été atteints pour garantir une couverture de la zone où s'amorce la réorientation des variantes de martensite dans le matériau. Les diagrammes contrainte-déformation en X et en Y enregistrés lors de l'un des essais à basse température sont représentés aux figures 5.24 et 5.25.

Les diagrammes de contraintes  $\sigma_x$  et  $\sigma_y$  des figures 5.24 et 5.25 sont ainsi combinés pour déduire le diagramme contraintes-déformations équivalentes selon le critère de Von Mises de la figure 5.26. Pour ce faire, les contraintes équivalentes sont calculées selon la formule 5.17 et les déformations équivalentes, selon la formule 5.23.

La contrainte de réorientation des variantes de martensite est ainsi déduite à partir de la figure 5.26. Cette contrainte limite est déterminée selon les normes ASTM E8 et E8M comme l'intersection des tangentes  $T_1$  et  $T_2$  à la courbe de traction de part et d'autre du point d'inflexion.

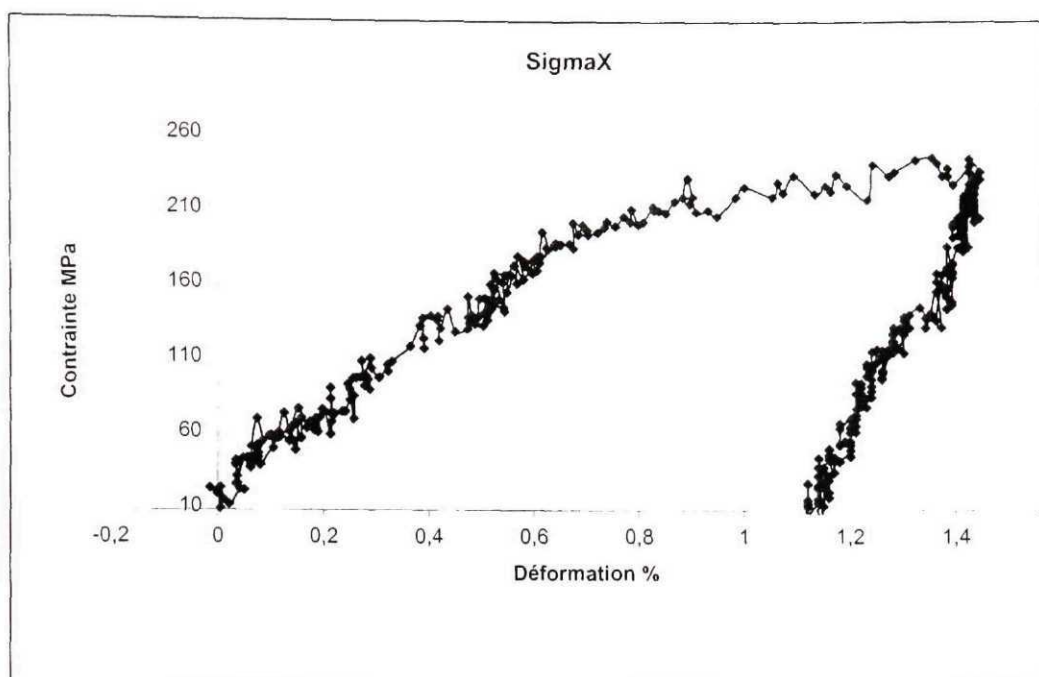


Figure 5.24 Courbe contrainte-déformation selon X pour l'essai à 25°C

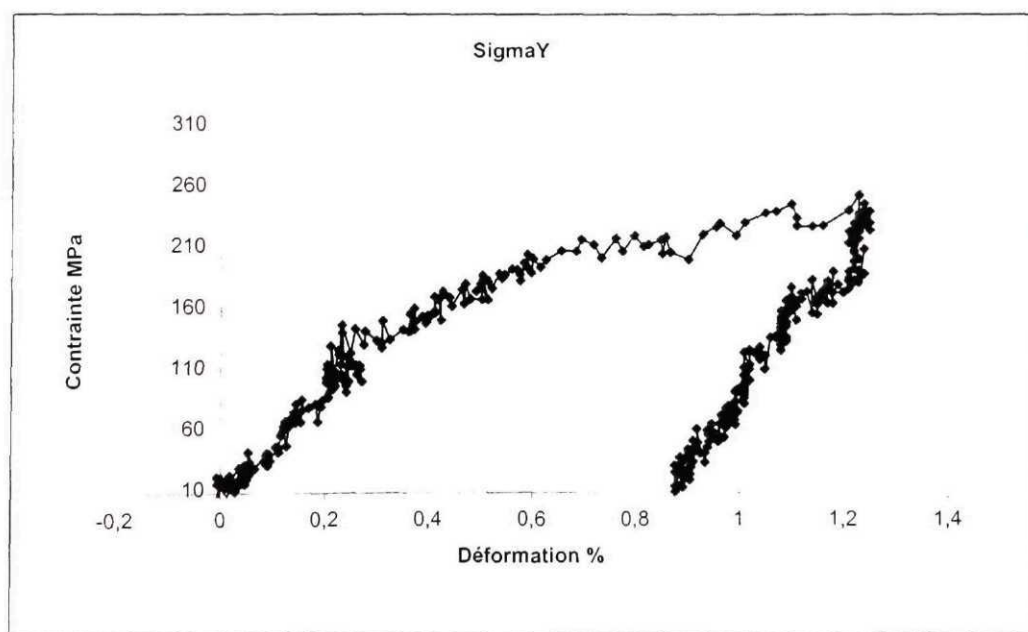


Figure 5.25 Courbe contrainte-déformation selon Y pour l'essai à 25°C

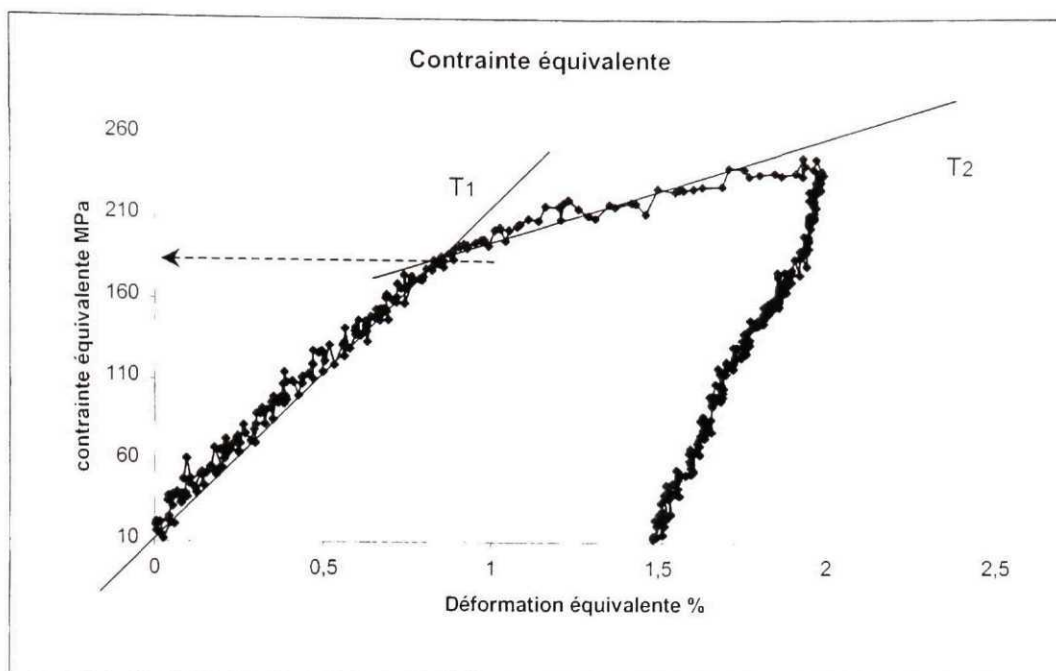


Figure 5.26 Courbe contrainte-déformation équivalente pour l'essai à 25°C

Une fois la contrainte équivalente de réorientation des variantes de martensite connue à partir de la figure 5.26, nous retournons aux deux diagrammes des contraintes  $\sigma_x$  et  $\sigma_y$  des figures 5.24 et 5.25 pour déterminer les contraintes principales  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  correspondant à ce point. Chaque essai de traction bi-axiale nous permet de positionner un point expérimental sur le diagramme des contraintes principales de la figure 5.27. Notons que le point ( $P_1$ ) situé sur l'axe de la contrainte principale  $\sigma_2$  correspond à la contrainte du début de réorientation des variantes de martensite (135 MPa) déduit de l'essai de traction uni-axiale (voir tableau V).



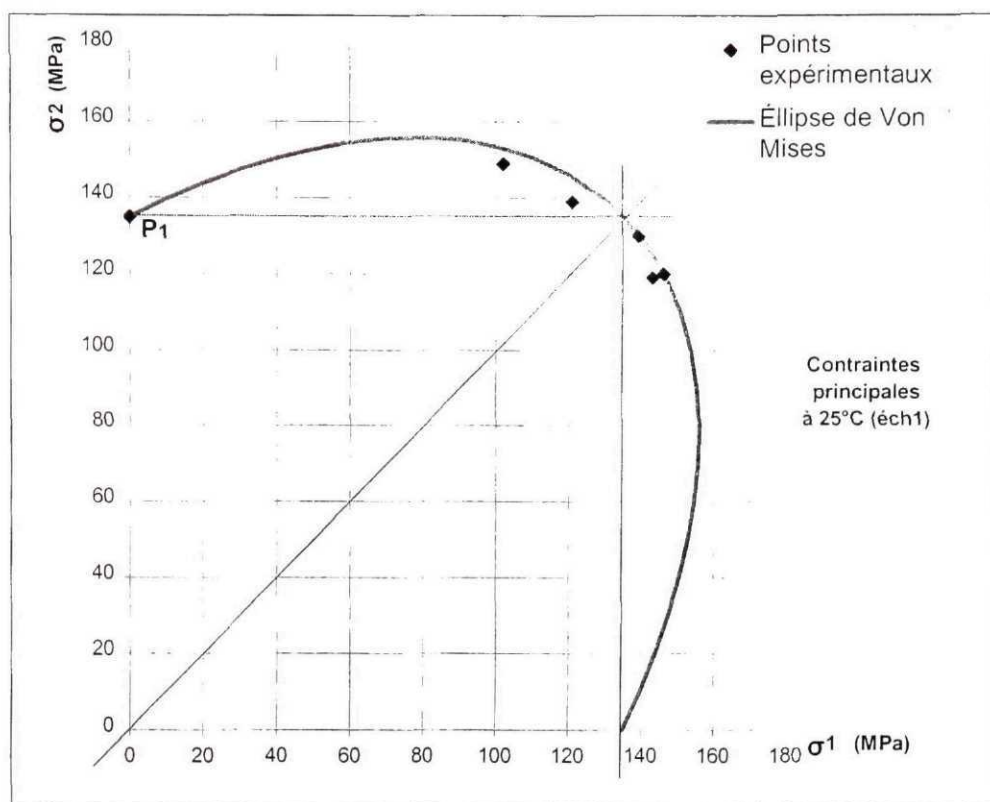


Figure 5.27 Diagramme des contraintes principales à 25°C

Nous remarquons dans la figure 5.27 que les cinq points positionnés se concentrent au voisinage de la première bissectrice car le rapport des forces  $F_x/F_y$  est proche de 1. Le montage ne nous a malheureusement pas permis de varier considérablement ce rapport afin de positionner des points dans d'autres zones. Nous constatons néanmoins que ces points sont tous plus ou moins proches de la courbe représentant l'ellipse de Von Mises. Ceci nous permet d'affirmer que le critère de Von Mises basé sur la distorsion maximale semble assez représentatif du comportement du matériau en phase martensitique.

Enfin, à la figure 5.28, la courbe contrainte-déformation équivalente montrée à la figure 5.26 est superposée à la courbe de traction uni-axiale de la figure 4.9. La concordance obtenue entre les deux courbes en phase élastique illustre bien la validité de la démarche dans cette phase. Par la suite, et après le début de la réorientation de la martensite, l'écart

entre les deux courbes pourrait être expliqué par le fait que le calcul de la déformation équivalente ne tient pas compte de la variation du coefficient de Poisson dans cette phase.

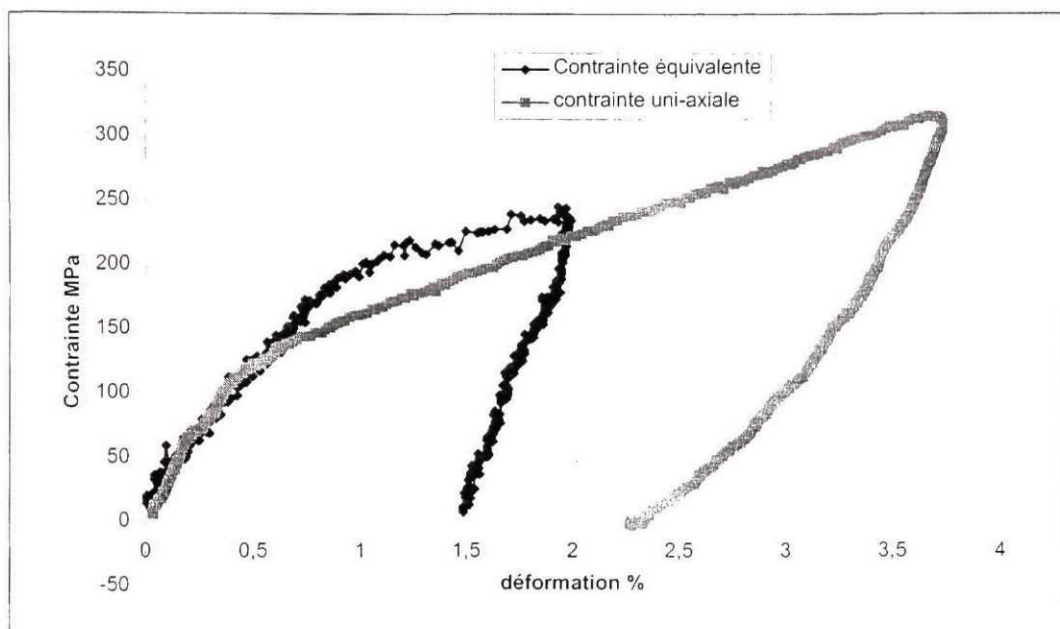


Figure 5.28 Superposition des courbes de contrainte équivalente et de la contrainte uni-axiale à 25°C

### 5.9.2 Essais bi-axiaux en austénite

À haute température (60°C), il nous a été quelque peu difficile de mener des essais concluants dans la mesure où le niveau de contrainte que nous devions atteindre pour couvrir le point critique de début de transformation martensitique devait être de l'ordre de 550 MPa. Ce niveau de contrainte correspond à des forces axiales importantes sur l'échantillon et engendre de fortes concentrations de contraintes autour des trous d'ancrage de l'échantillon sur le pantographe. À deux reprises l'effort de serrage sur les vis d'ancrage n'a pas été suffisant pour éviter la rupture de l'échantillon. Une photo de

l'un des échantillons brisés est présentée à la figure 5.29. Nous remarquons très bien que les lignes de rupture passent par les trous d'ancrage. Si les essais étaient à refaire, un autre système d'attache devrait être employé pour fixer l'échantillon cruciforme dans les mâchoires du pantographe.

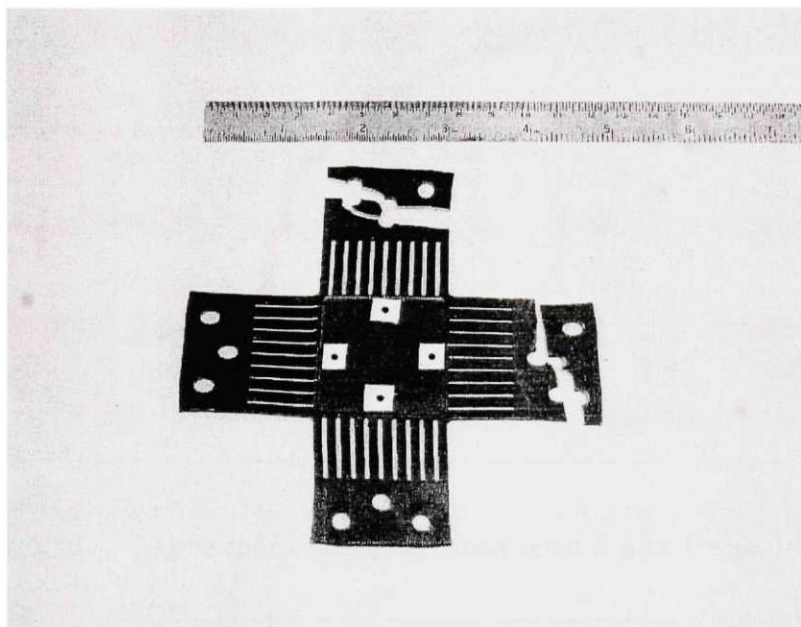


Figure 5.29 Échantillon brisé lors d'un essai à 60°C

À haute température (60°C), le processus de détermination des contraintes principales correspondant au point de début de la transformation martensitique est identique à celui suivi pour l'étude à basse température. La seule différence se situe au niveau du calcul des déformations équivalentes où le coefficient de poisson utilisé est de 0.5 au lieu de 0.2. Les figures 5.30 à 5.32 montrent les résultats obtenus pour un essai à 60°C et la figure 5.33 montre la superposition de la contrainte équivalente (figure 5.32) et de la contrainte uni-axiale (figure 4.11) à 60°C. Pour le calcul de la déformation équivalente, c'est la formule 5.24 tenant compte d'un coefficient de Poisson de 0.5 qui a été

employée. Enfin, les différents essais réalisés à 60°C ont permis le positionnement de quelques points sur le diagramme des contraintes principales de la figure 5.34.

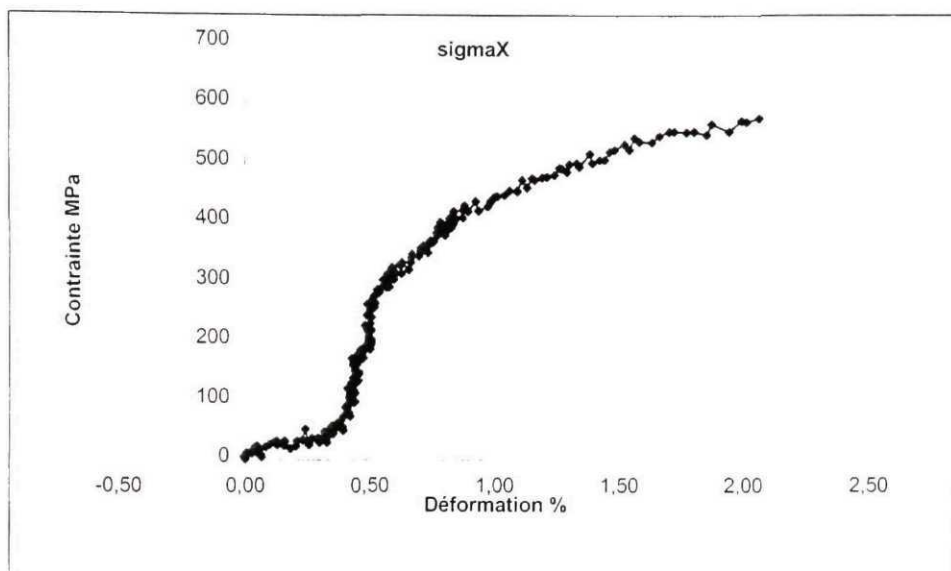


Figure 5.30 Courbe contrainte-déformation selon X pour l'essai à 60°C

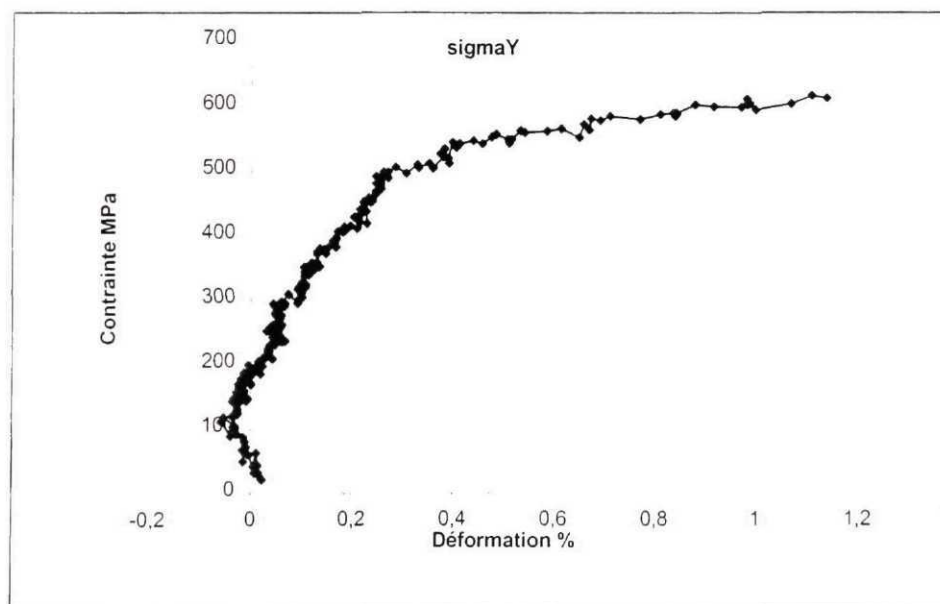


Figure 5.31 Courbe contrainte-déformation selon Y pour l'essai à 60°C



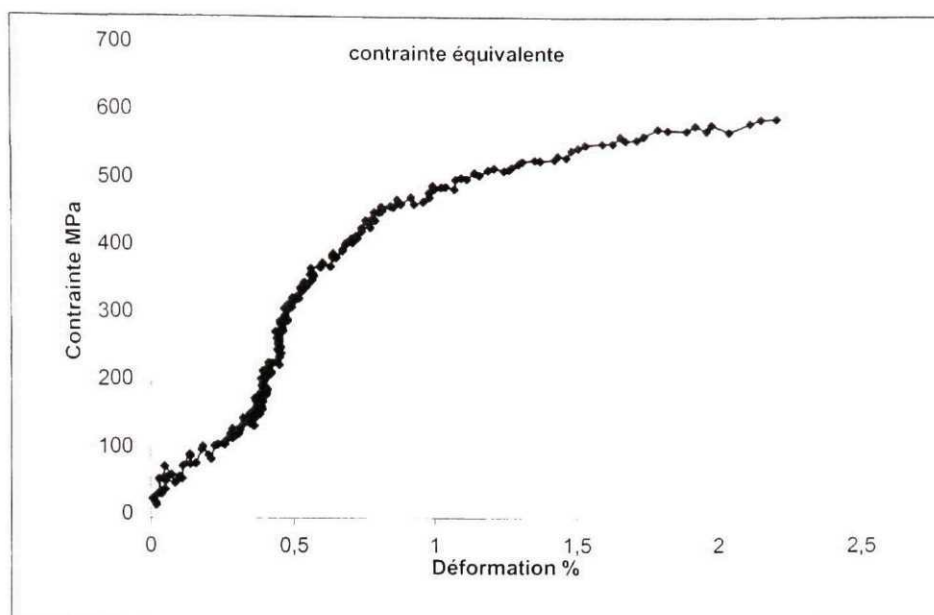


Figure 5.32 Courbe contrainte-déformation équivalente pour l'essai à 60°C

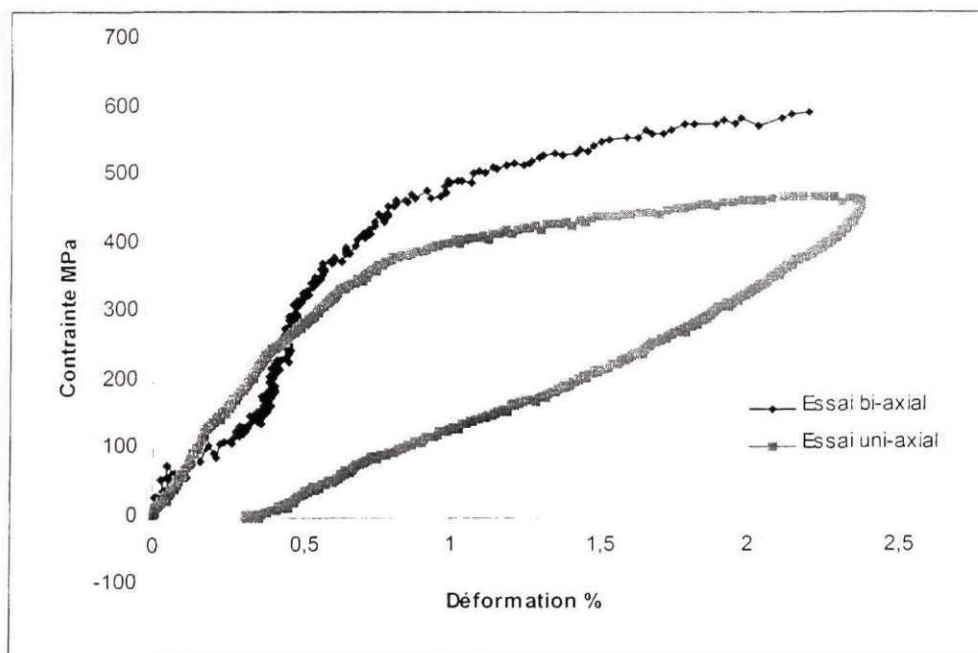


Figure 5.33 Superposition des courbes de contrainte équivalente et de la contrainte uni-axiale à 60°C

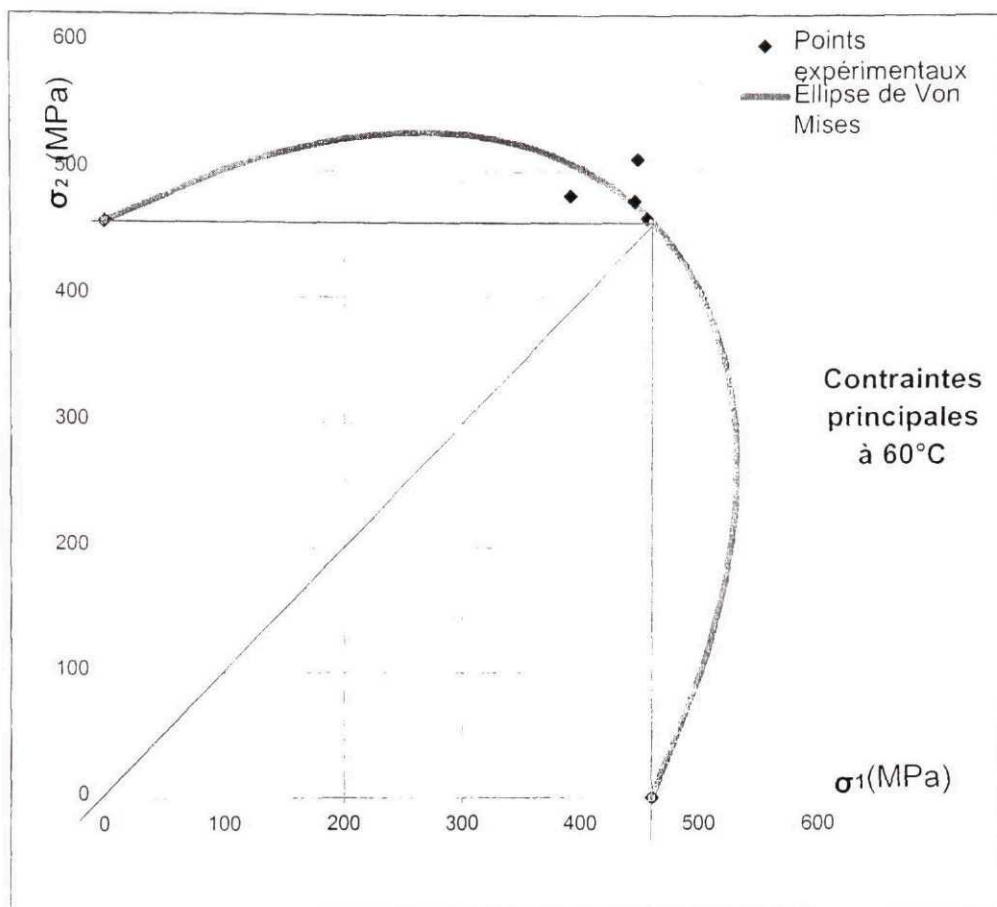


Figure 5.34 Diagramme des contraintes principales à  $60^\circ\text{C}$

Au vu du diagramme de la figure 5.34 nous pouvons dire que pour l'AMF étudié, les points positionnés sont assez proches de l'ellipse de Von Mises. Nous pouvons donc dire que le critère de Von Mises semble également représentatif du comportement du matériau à l'état austénitique, probablement du fait que le matériau ne présente que partiellement un phénomène de superélasticité à haute température. Puisque nous sommes en présence de superélasticité partielle, il semble clair que la déformation non-linéaire des courbes provient de la plastification de l'alliage. Or, il est bien connu que la plastification des métaux est bien représentée par le critère de Von Mises. Par conséquent, pour cet alliage particulier qui n'est pas parfaitement superélastique, il n'est

pas surprenant d'obtenir des résultats qui se rapprochent de l'ellipse de Von Mises à haute température. Ces résultats ne permettent donc pas de tirer des conclusions sur le choix d'un critère qui représente adéquatement la superélasticité des alliages titane-nickel.

## CONCLUSION

L'alliage à mémoire de forme de NiTi dont il a été question lors de ce mémoire a en effet subi une caractérisation selon plusieurs étapes. Deux types d'échantillons ont été confectionnés. Une série d'échantillons standards ayant servi à la caractérisation uni-axiale et des échantillons en cruciformes utilisés pour la caractérisation multi-axiale.

Le matériau a été dans un premier lieu sujet à une série d'analyses par DSC qui ont permis de localiser les limites de transformation directe et inverse par la mesure des températures  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$  et  $A_f$ . L'analyse par DSC a aussi permis d'identifier le traitement thermique le plus adéquat. Le phénomène qui a été observé lors de ces différentes analyses par DSC est le fait que les énergies de transformation lors de la transformation directe et inverse ne sont pas toujours égales. L'écart observé dans certaines analyses peut s'expliquer soit par le fait qu'une certaine partie infime du matériau ne se transforme pas en martensite au cours de la transformation directe, soit par une dissipation d'énergie par frottement au cours de la transformation. L'altération de la calibration du calorimètre au cours des cycles pourrait également expliquer cette différence.

L'étude du matériau en traction uni-axiale a permis de déterminer les différentes constantes mécaniques du matériau à savoir la limite de début de transformation martensitique à haute température ou la limite de réorientation des variantes de martensite à basse température ainsi que le module de Young du matériau dans chaque phase. Le module de Young dans les différentes phases est dans les limites des valeurs moyennes données par la littérature. D'autre part, le rapport de l'austénite à la martensite dans notre cas est de 2.42, ce qui est conforme aux résultats des recherches publiées sur le nitinol et qui situent ce rapport entre 2.3 et 6. L'étude a également établi la répétabilité des phénomènes observés au cours de différents essais sur les mêmes échantillons et dans les mêmes conditions. Nous avons aussi observé que la direction de laminage présente les mêmes propriétés mécaniques que la direction transversale, du moins après les traitements thermiques. Nous avons également examiné l'influence de la direction de



chauffage sur le matériau à l'état biphasé et nous avons observé une différence entre la limite de début de transformation selon que le matériau est chauffé à partir de la martensite ou refroidi à partir de l'austénite. Ce qui est explicable par le fait que la fraction de martensite est différente dans chaque cas.

La caractérisation multi-axiale a permis dans un premier temps de vérifier les propriétés mécaniques du matériau par des essais menés sur les cruciformes. Le pantographe utilisé lors des essais bi-axiaux a subi plusieurs ajustements et modifications pour assurer la stabilité du système et une transmission appropriée des charges appliquées. Néanmoins, cette conception n'a pas permis de varier considérablement le rapport des forces engendrées dans chaque direction. Le système d'acquisition des déformations imposées, à l'échantillon à savoir l'extensomètre vidéo, a permis d'éviter les inconvénients de systèmes d'acquisition par contact tels que les jauges de déformation, mais a en revanche introduit des problèmes d'angle de visée et qui n'ont pu être solutionnés que par l'utilisation d'un miroir à  $45^\circ$ . Le déplacement des zones de contraste avec l'échantillon lors de l'application de la charge a induit également des erreurs lors de l'acquisition en donnant l'impression que les points cibles ont subi un déplacement. Ce problème a été évité en appliquant une charge initiale suffisante pour éviter la variation de la distance focale lors du début du chargement. L'étude a permis de mesurer expérimentalement le coefficient de Poisson, ce qui a donné en martensite un coefficient de 0.2, valeur inférieure à ce que donne la littérature pour cet alliage, et un coefficient de 0.5 en austénite qui correspond au maximum donné par la littérature.

Enfin, l'étude a montré pour cet alliage particulier que le critère de Von Mises, basé sur l'énergie de distorsion maximale, est représentatif de l'état de contrainte du matériau tant à basse température qu'à haute température. À haute température, puisque nous ne sommes que partiellement en présence de superélasticité et que la déformation non-linéaire des courbes provient plus probablement de la plastification de l'alliage, il est normal d'obtenir des résultats qui se rapprochent de l'ellipse de Von Mises. Cette étude ne permet néanmoins pas de se prononcer sur un critère qui représente adéquatement la superélasticité des alliages titane-nickel.

Un autre projet d'étude pourrait se pencher plus particulièrement sur la recherche d'un critère représentatif de la superélasticité. Toute la série d'essais à haute température pourrait alors être reprise mais avec un alliage superélastique. Il serait également souhaitable de revoir le système de fixation des échantillons sur le pantographe afin d'obtenir des efforts de serrage plus importants et éviter ainsi la rupture des cruciformes.

## **ANNEXE 1**

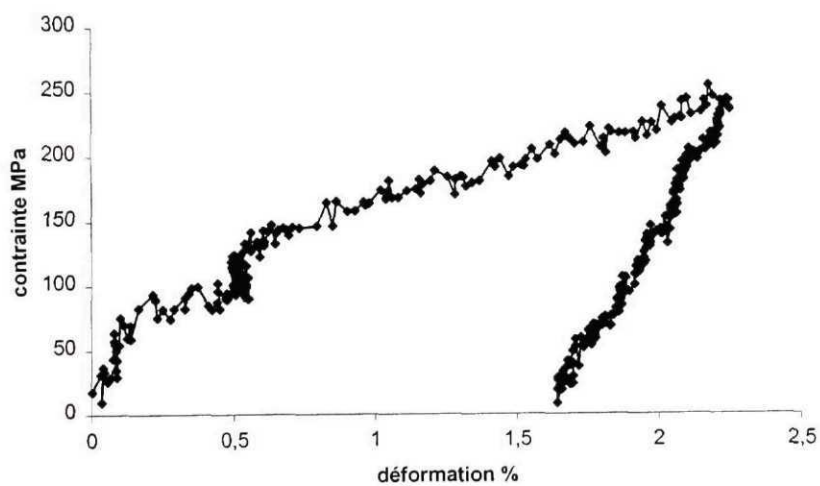
### **ESSAIS SIGNIFICATIFS**

## ESSAIS SIGNIFICATIFS

### ▪ Chapitre 5

Échantillon	1
Essai numéro	2
Type	Bi-axial
Température	25°C
Nom du fichier	ech1_25C_2.xls

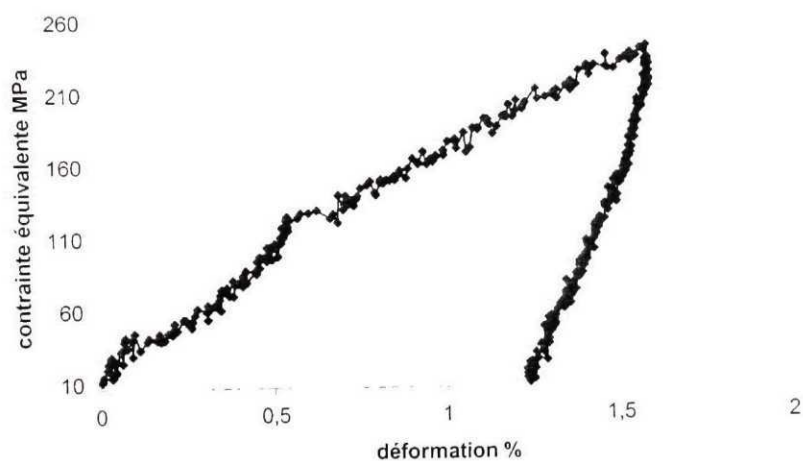
Contrainte-équivalente





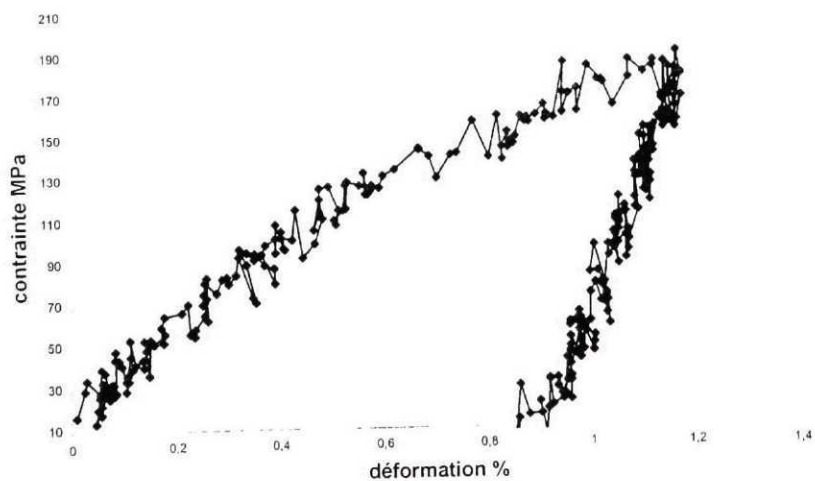
Échantillon	1
Essai numéro	1
Type	Bi-axial
Température	25°C
Nom du fichier	Ech1_25C_1.xls

Contrainte équivalente



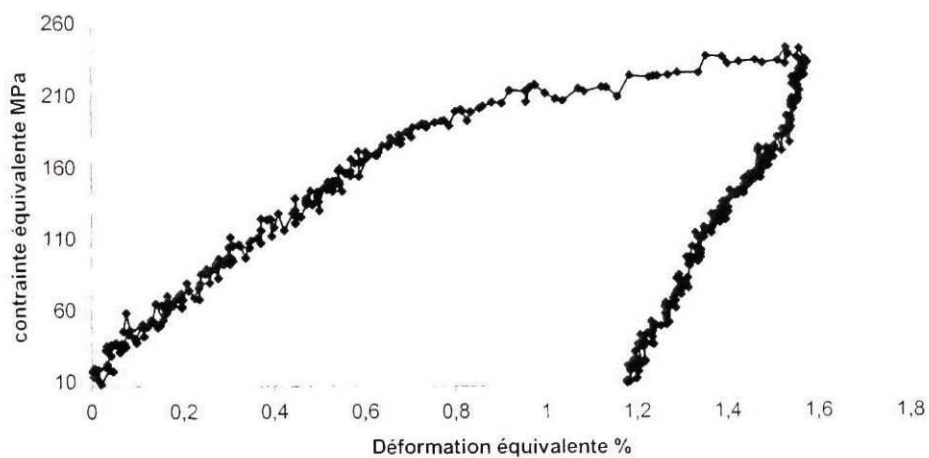
Échantillon	1
Essai numéro	5
Type	Bi-axial
Température	25°C
Nom du fichier	ech1_25C_5.xls

Contrainte équivalente



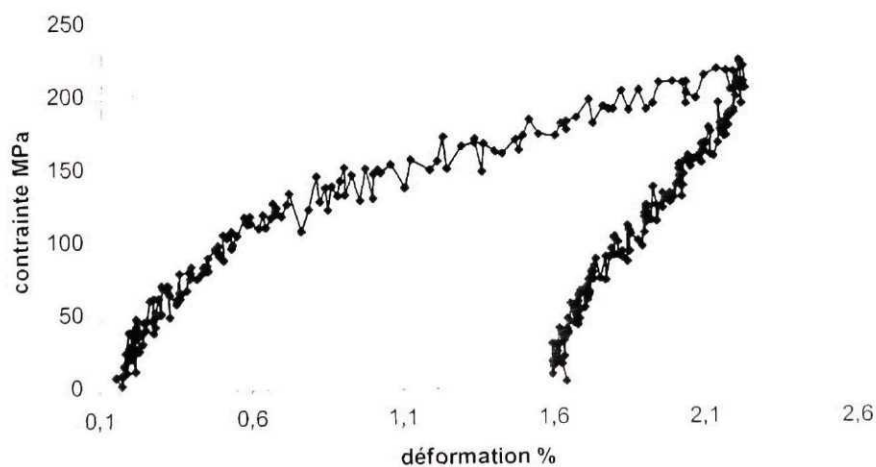
Echantillon	2
Essai numéro	2
Type	Bi-axial
Température	25°C
Nom du fichier	ech2_25C_2.xls

Contrainte équivalente



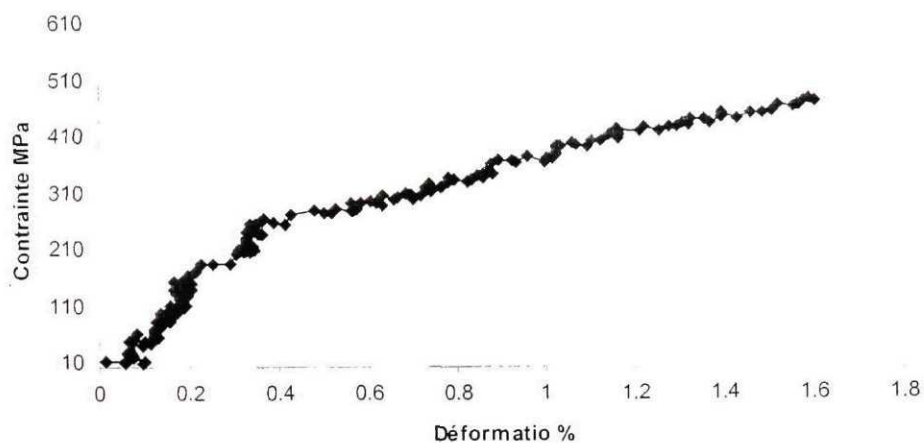
Echantillon	1
Essai numéro	4
Type	Bi-axial
Température	25°C
Nom du fichier	Ech1_25C_4.xls

Contrainte équivalente



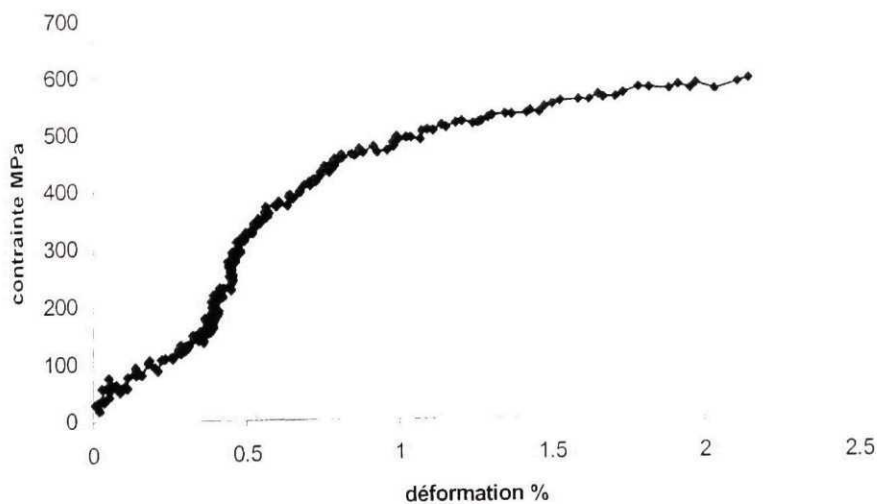
Échantillon	1
Essai numéro	7
Type	Bi-axial
Température	60°C
Nom du fichier	Ech1_60C_7.xls

contrainte équivalente



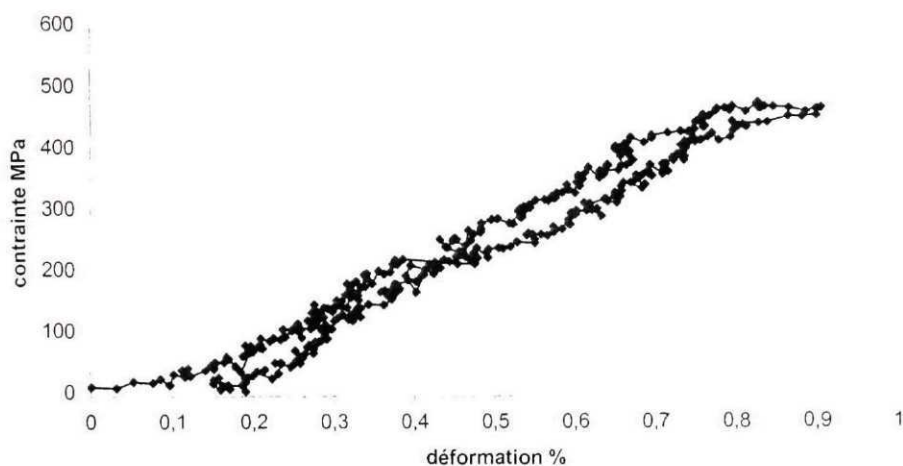
Échantillon	2
Essai numéro	1
Type	Bi-axial
Température	60°C
Nom du fichier	Ech2_60C_1.xls

contrainte équivalente



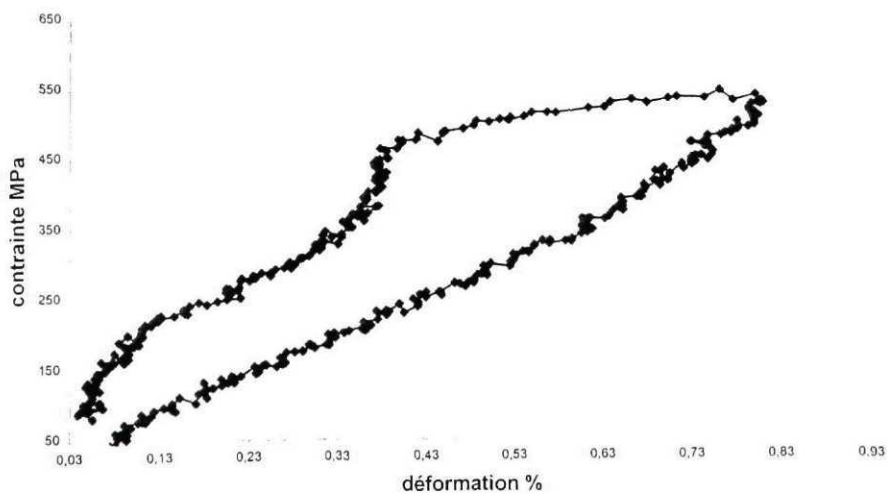
Échantillon	1
Essai numéro	3
Type	Bi-axial
Température	60°C
Nom du fichier	Ech1_60C_3.xls

Contrainte équivalente



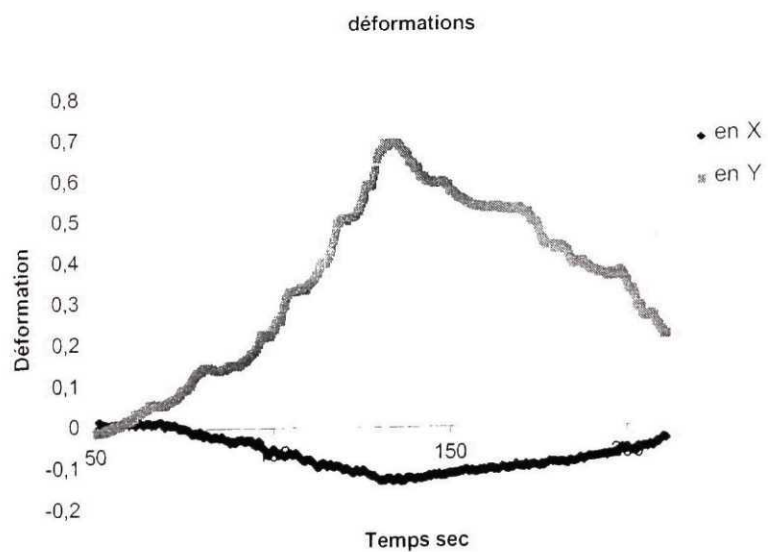
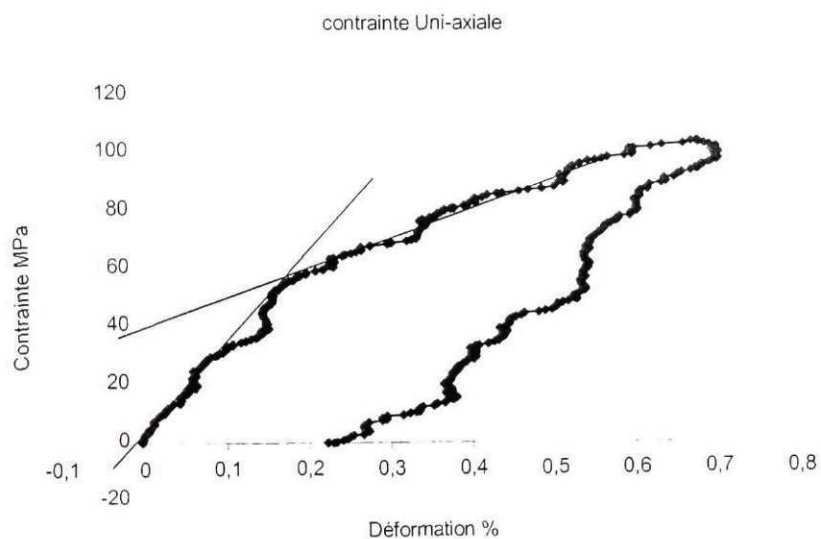
Échantillon	1
Essai numéro	1
Type	Bi-axial
Température	60°C
Nom du fichier	Ech1_60C_1.xls

contrainte équivalente



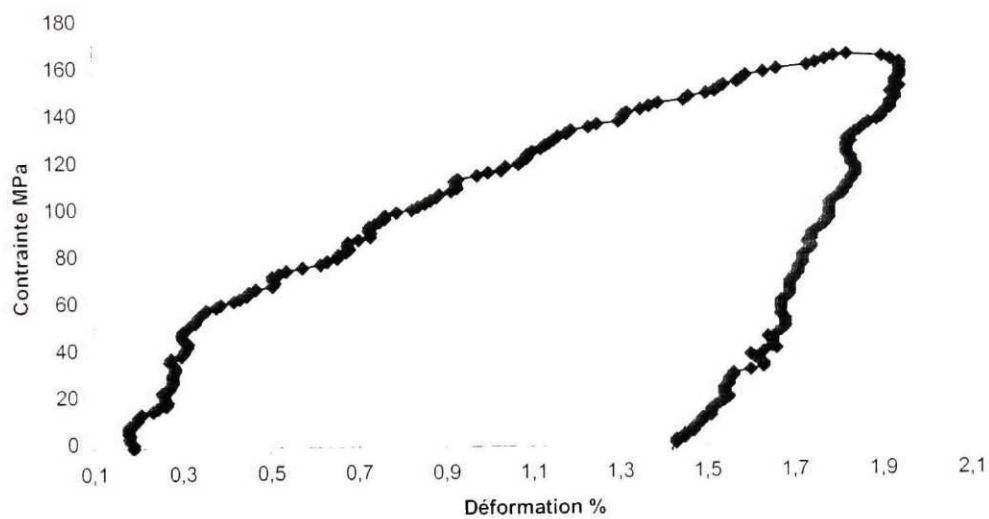


Échantillon	1
Essai numéro	4
Type	uni-axial
Température	25°C
Nom du fichier	Essai_uniaxial_4.xls



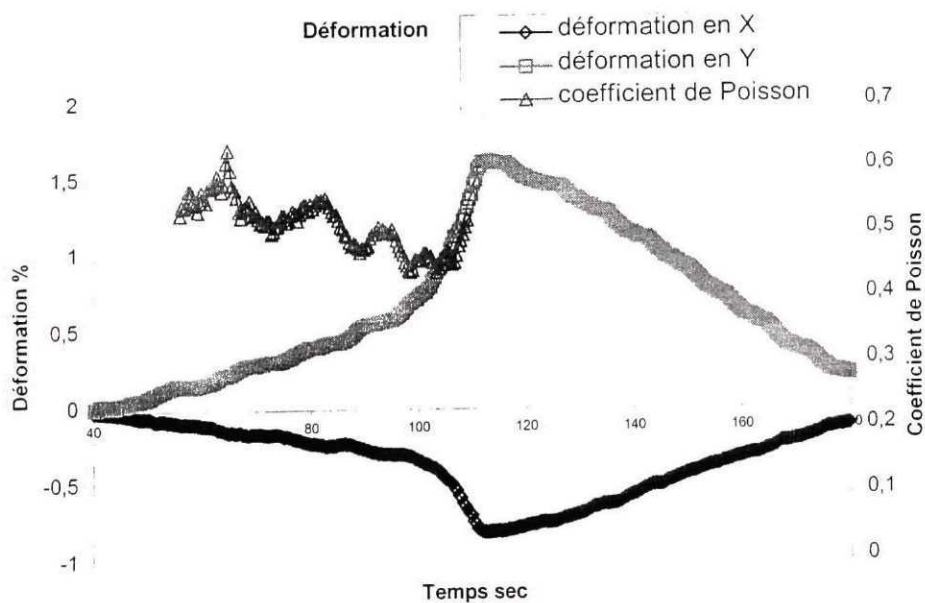
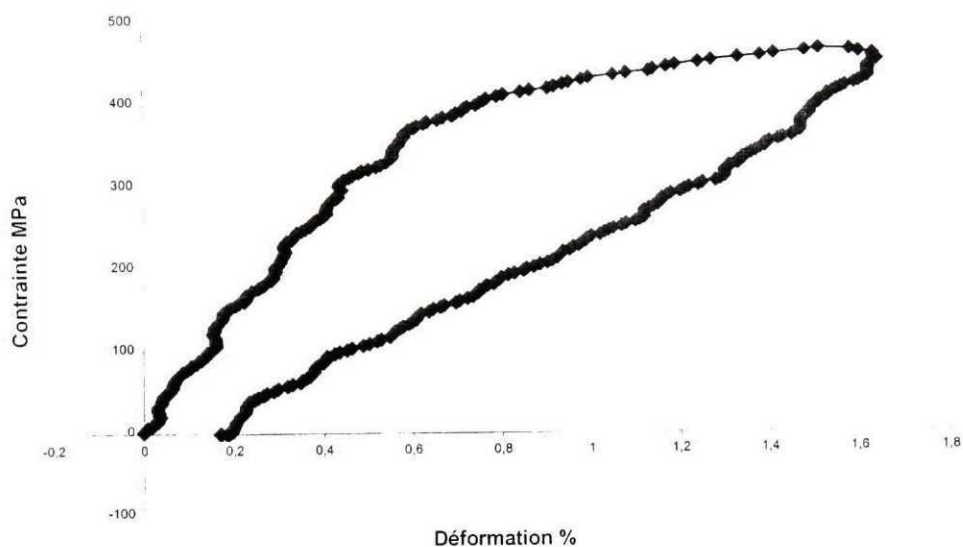
Échantillon	1
Essai numéro	2
Type	uni-axial
Température	25°C
Nom du fichier	Essai_uniaxial_2.xls

contrainte uniaxiale



Echantillon	1
Essai numéro	3
Type	uni-axial
Température	60°C
Nom du fichier	Essai_uniaxial_60C_3.xls

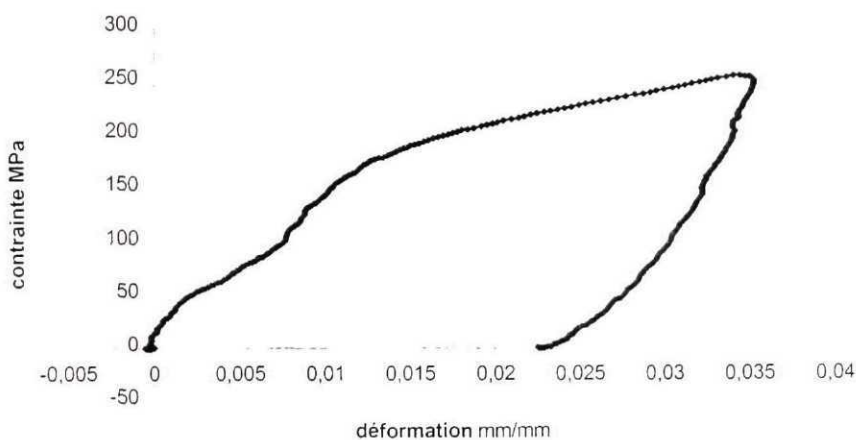
contrainte uni-axiale



▪ Chapitre 4

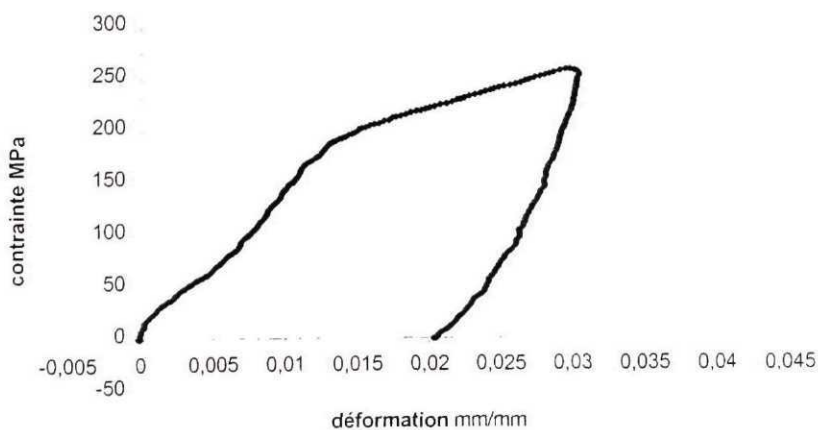
Échantillon	cr1
Essai numéro	1
Type	uni-axial direction X
Température	25°C
Nom du fichier	Cr1X-25C.xls

Traction en X à 25 °C



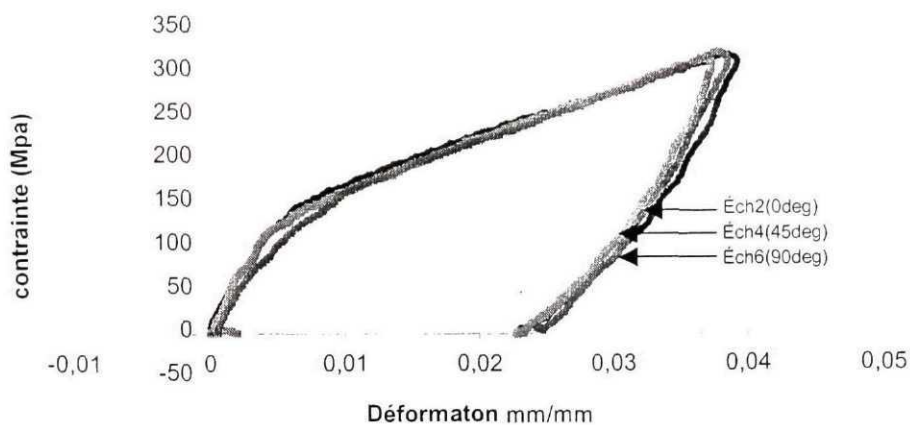
Échantillon	cr1
Essai numéro	2
Type	uni-axial direction Y
Température	25°C
Nom du fichier	Cr1Y-25C.xls

Traction en Y à 25 °C



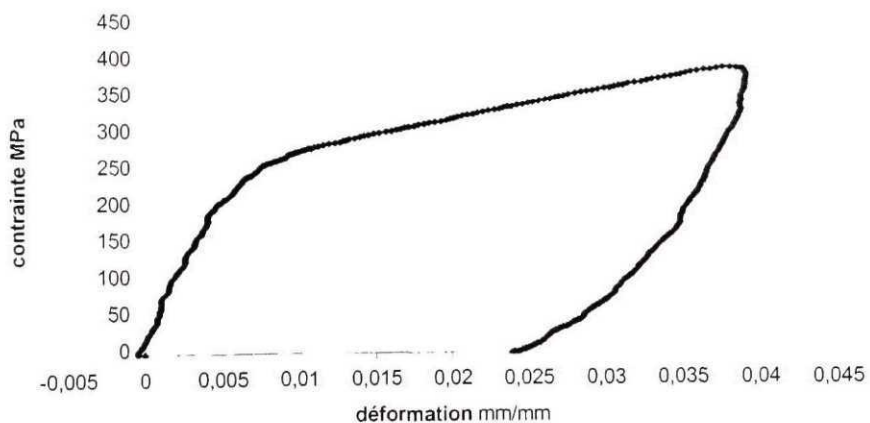
Échantillon	Standard 2, 4, 6
Essai numéro	1, 2, 3
Type	uni-axial
Température	25°C
Nom du fichier	Sequence-inv-25C.xls

### Éssai de traction à 25°C



Échantillon	Cr1
Essai numéro	1
Type	uni-axial direction X
Température	40°C
Nom du fichier	Cr1X-40C.xls

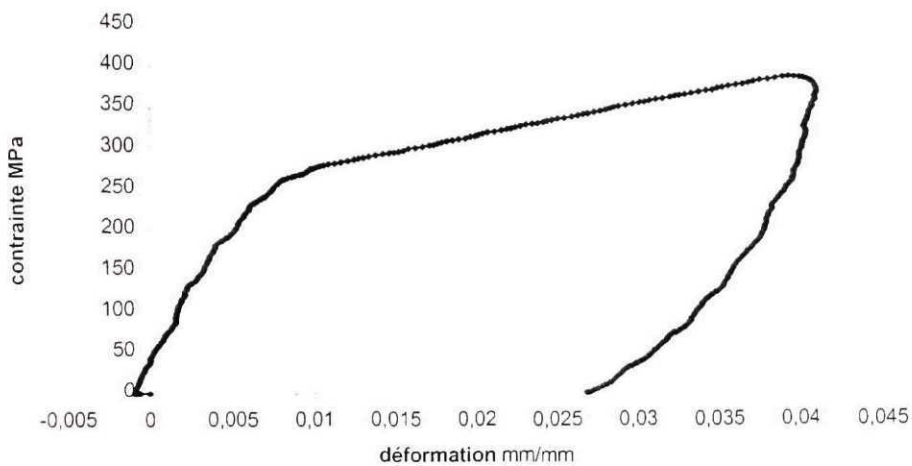
### Traction en X à 40°C





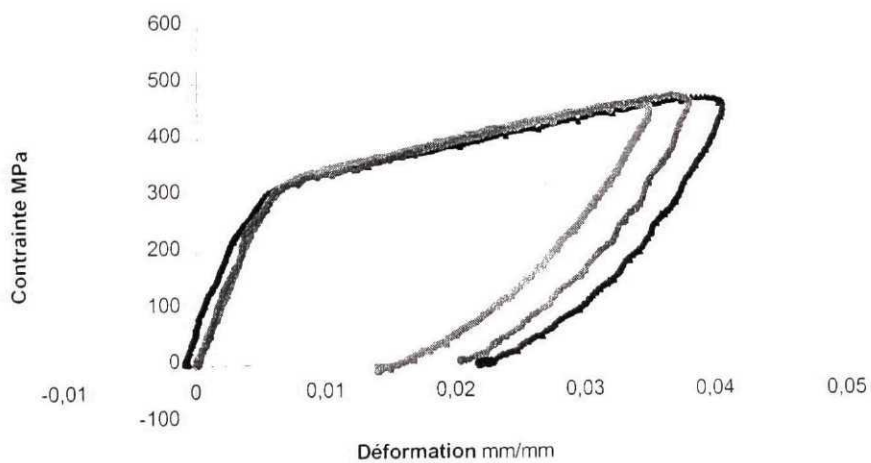
Échantillon	Cr1
Essai numéro	1
Type	uni-axial direction Y
Température	40°C
Nom du fichier	Cr1Y-40C.xls

Traction en Y à 40°C



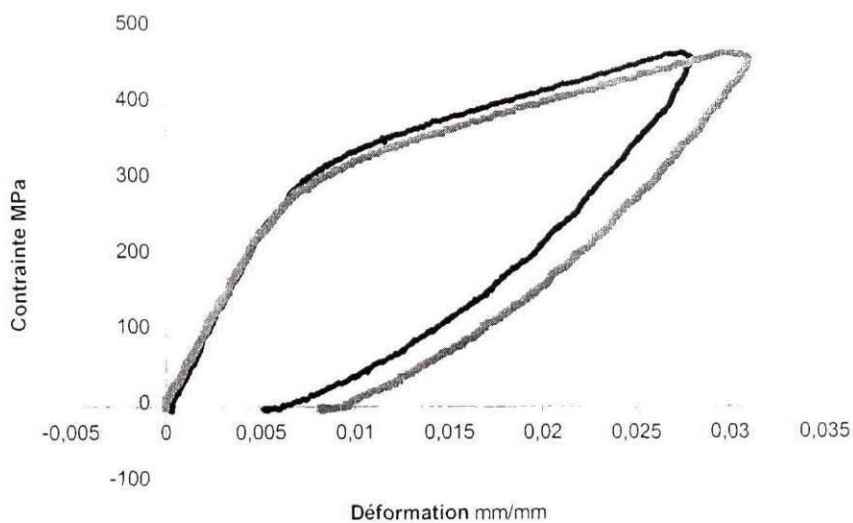
Échantillon	Standard 1, 2, 3
Essai numéro	1
Type	uni-axial
Température	40°C
Nom du fichier	Sequence-dir-40C.xls

Traction à 40°C sens chauffage



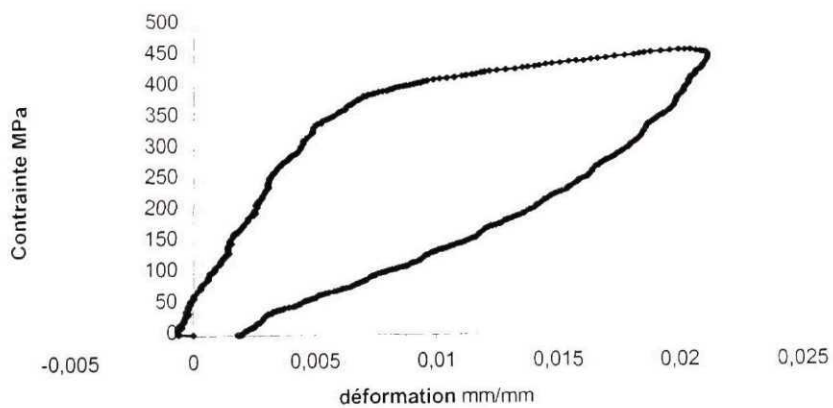
Échantillon	Standard 4, 6
Essai numéro	1
Type	uni-axial
Température	40°C
Nom du fichier	Sequence-inv-40C.xls

Traction à 40°C sens: refroidissement



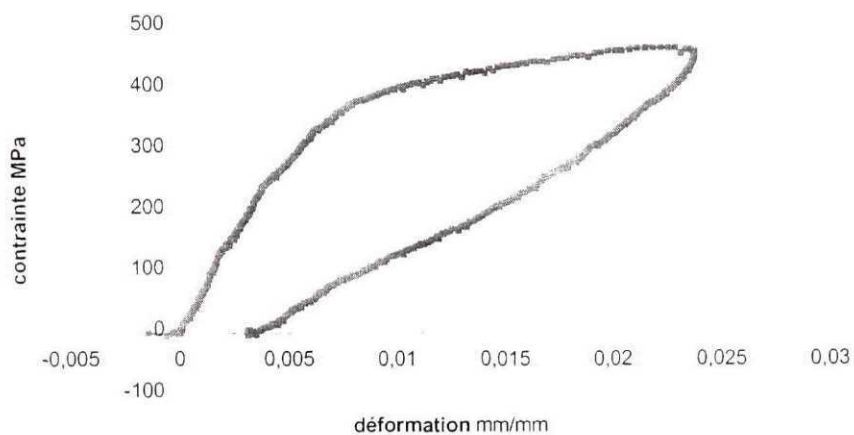
Échantillon	cr1
Essai numéro	1
Type	uni-axial direction X
Température	55°C
Nom du fichier	Cr1X-55C.xls

Traction en X à 55°C



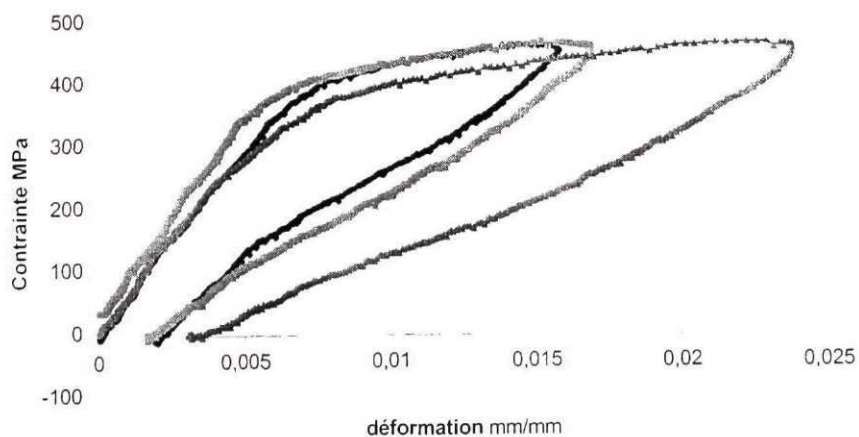
Echantillon	cr1
Essai numéro	2
Type	uni-axial direction Y
Température	55°C
Nom du fichier	Cr1Y-55C.xls

Traction en Y à 55°C



Echantillon	standard1
Essai numéro	1
Type	uni-axial
Température	55°C
Nom du fichier	Sequence-dir-55C.xls

Traction à 55°C sens: chauffage



## **ANNEXE 2**

### **Normes ASTM**

# Standard Terminology for Nickel-Titanium Shape Memory Alloys<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation F 2005; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

## 1. Scope

1.1 This terminology is a compilation of definitions of terms used in ASTM documents relating to nickel-titanium shape memory alloys used for medical devices. This terminology includes only those terms for which ASTM either has standards or which are used in ASTM standards for nickel-titanium shape memory alloys. It is not intended to be an all-inclusive list of terms related to shape memory alloys.

1.2 Definitions that are similar to those published by another standards body are identified with abbreviations of the name of that organization, for example, ICTAC is the International Confederation for Thermal Analysis and Calorimetry.

1.3 A definition is a single sentence with additional information included in a discussion. This standard is reviewed every five years, and the year of the last revision is appended.

## 2. Referenced Documents

### 2.1 ASTM Standards:

E 7 Terminology Relating to Metallography<sup>2</sup>

E 473 Terminology Relating to Thermal Analysis<sup>3</sup>

## 3. Terminology

**alloy phase,  $n$** —in a shape memory alloy, the crystal structure stable at a particular temperature and stress.

**anneal,  $v$** —to heat treat in order to remove the effects of cold-working or aging heat treatments, or both.

**Discussion**—Annealing shall be at a minimum temperature of 800°C for a minimum time of 15 min followed by rapid cooling by water quenching, gas quenching, or air cooling.

**austenite,  $n$** —the highest temperature phase in Ni-Ti shape memory alloys.

**Discussion**—In Ni-Ti the high-temperature phase has the B2 body-centered cubic crystal structure.

**austenite finish temperature ( $A_f$ ),  $n$** —the temperature at which the martensite to austenite transformation is completed on heating in a single-stage transformation (Fig. 1) or the temperature at which the R-phase to austenite transfor-

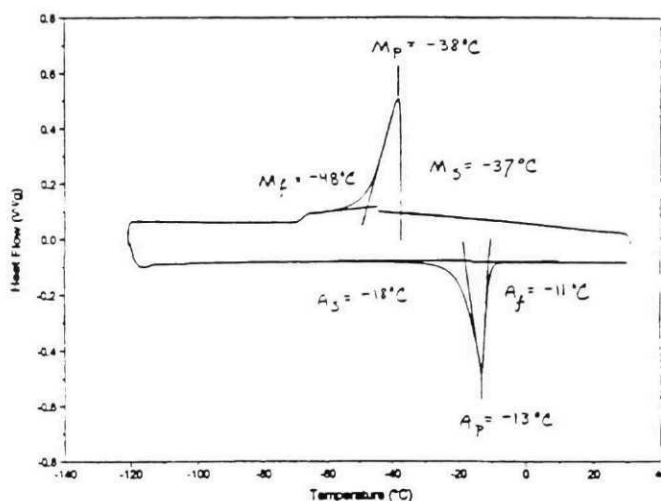


FIG. 1 DSC Graph for Single-Stage Transformation

mation is completed on heating in a two-stage transformation (Fig. 2).

**austenite peak temperature ( $A_p$ ),  $n$** —the temperature of the endothermic peak position on the differential scanning calorimeter (DSC) curve upon heating for the martensite to austenite transformation in a single-stage transformation (Fig. 1) or the temperature of the endothermic peak position on the DSC curve upon heating for the R-phase to austenite transformation in a two-stage transformation (Fig. 2).

**austenite start temperature ( $A_s$ ),  $n$** —the temperature at which the martensite to austenite transformation begins on heating in a single-stage transformation (Fig. 1) or the temperature at which the R-phase to austenite transformation begins on heating in a two-stage transformation (Fig. 2).

**differential scanning calorimeter (DSC),  $n$** —a device which is capable of heating a test specimen and a reference at a controlled rate and of automatically measuring the difference in heat flow between the specimen and the reference both to the required sensitivity and precision.

**differential scanning calorimetry (DSC),  $n$** —a technique in which the difference in heat flow into or out of a substance and an inert reference is measured as a function of temperature while the substance and the reference material are subjected to a controlled temperature program.

(E 473) (ICTAC) (1993)

**martensite,  $n$** —the lowest temperature phase in Ni-Ti shape memory alloys.

**Discussion**—In Ni-Ti the lowest temperature phase has the B19

<sup>1</sup> This terminology is under the jurisdiction of ASTM Committee F-4 on Medical and Surgical Devices and is the direct responsibility of Subcommittee F04.12 on Metallurgical Materials.

Current edition approved Jan 10, 2000. Published April 2000.

<sup>2</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

<sup>3</sup> Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.



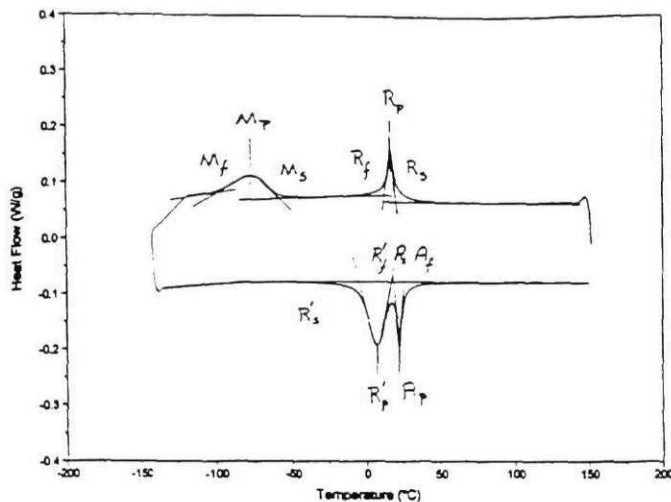


FIG. 2 DSC Graph for a Two-Stage Transformation

monoclinic crystal structure.

**martensite finish temperature ( $M_f$ )**,  $n$ —the temperature at which the transformation from austenite to martensite is completed on cooling in a single-stage transformation (Fig. 1) or the temperature at which the transformation from R-phase to martensite is completed on cooling in a two-stage transformation (Fig. 2).

**martensite peak temperature ( $M_p$ )**,  $n$ —the temperature of the exothermic peak position on the DSC curve upon cooling for the austenite to martensite transformation (Fig. 1) or the R-phase to martensite transformation (Fig. 2).

**martensite start temperature ( $M_s$ )**,  $n$ —the temperature at which the transformation from austenite to martensite begins on cooling in a single-stage transformation (see Fig. 1) or the temperature at which the transformation from R-phase to martensite begins on cooling in a two-stage transformation (Fig. 2).

**Nitinol**—a generic trade name for a Ni-Ti alloy.

**pseudoelasticity**,  $n$ —See superelasticity.

**R-phase**,  $n$ —the intermediate phase which forms from austenite prior to martensite formation.

**DISCUSSION**—This occurs in Ni-Ti shape memory alloys under certain conditions. The crystal lattice of the R-Phase is a rhombohedral distortion of the cubic austenite crystal lattice structure, hence the name "R-phase."

**R-phase finish temperature ( $R_f$ )**,  $n$ —the temperature at which the transformation from austenite to R-phase is completed on cooling in a two-stage transformation (Fig. 2).

**R-phase peak temperature ( $R_p$ )**,  $n$ —the temperature of the exothermic peak position on the DSC curve upon cooling for the austenite to R-phase transformation (Fig. 2).

**R-phase start temperature ( $R_s$ )**,  $n$ —the temperature at which the transformation from austenite to R-phase begins on cooling in a two-stage transformation (Fig. 2).

**R'-phase finish temperature ( $R'_f$ )**,  $n$ —the temperature at which the martensite to R-phase transformation is completed on heating in a two-stage transformation (Fig. 2).

**R'-phase peak temperature ( $R'_p$ )**,  $n$ —the temperature of the endothermic peak position on the DSC curve upon heating for the martensite to R-phase transformation in a two-stage transformation (Fig. 2).

**R'-phase start temperature ( $R'_s$ )**,  $n$ —temperature at which the martensite to R-phase transformation begins on heating in a two-stage transformation (Fig. 2).

**shape memory alloy**,  $n$ —a metal which, after an apparent plastic deformation in the martensitic phase, undergoes a thermoelastic change in crystal structure when heated through its transformation temperature range resulting in a recovery of the deformation.

**superelasticity**,  $n$ —nonlinear recoverable deformation behavior of Ni-Ti shape memory alloys at temperatures above the austenite finish temperature ( $A_f$ ).

**DISCUSSION**—The nonlinear deformation arises from the stress-induced formation of martensite on loading and the spontaneous reversion of this crystal structure to austenite upon unloading.

**thermoelastic martensitic transformation**,  $n$ —a diffusionless thermally reversible phase change characterized by a change in crystal structure.

**DISCUSSION**—This is a process in which an incremental change in temperature produces a proportionate increase or decrease in the amount of phase change.

**transformation temperature range**,  $n$ —in a shape memory alloy, the temperature range in which a change of phase occurs.

(E 7) (1988)

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Adler, P.H., Yu, W., Pelton, A.R., Zadno, R., Duerig, T.W., Barresi, R. (1990). On tensile and torsional properties of pseudoelastic NiTi. *Scripta metallurgica*, vol. 24, pp. 943-947.
- Bouvet, C., Calloch, S., Lexcellent, C. (2002). Mechanical behavior of a Cu-Al-Be Shape Memory Alloy under multiaxial proportional and non-proportional loading. *Transactions of the ASME*, vol 124.
- Chu, C., James, R.D. (1993). Biaxial loading experiments on Cu-Al-Ni single crystals. *Experiments in Smart Materials and Structures*, AMD-vol. 181.
- Cross, W., Kariotis, A., Stimler, F. (1969). Nitinol characterization study, *NASA CR-1433*.
- Duerig, T.W., Melton, K.N., Stockel, D., Wayman, C.M. (1991). *Engineering aspects of shape memory alloys*.
- Fang, D.N., Lu, W., Yan, N.Y., Inoue, T., Hwang, K.C. (1999). Stress-strain relation of CuAlNi SMA single crystal under biaxial loading – Constitutive model and experiments. *Acta Materialia*, Vol.47-1, pp. 269-280.
- Ford, D., Hebda, D., White S. (1994). Active materials and smart structures symposium, vol.2427, pp.218-233.
- Fillip, P., Mazanec, K.(1995). *Scripta Metallurgica*, vol. 32,1375-1380.
- Funakubo, H. (1987). *Shape memory alloys*, Gordon and Breach science publishers
- Furuya, Y et al. (1988). *Scripta Metallurgica*, vol. 22, 751.
- Gillet, Y. (1994). *Dimensionnement d'éléments simples en alliages à mémoire de forme*. Thèse, Université de Metz.
- Helm, D., Haupt, P. (2001). Thermomechanical behavior of shape memory alloys. *Smart Structures and Materials*, vol. 4333.
- Lexcellent, C., Bourbon, G. (1997). About the non-symmetric tension compression pseudoelastic behavior of Ti-Ni shape memory alloys. *Proceedings of AEPA 97*, Hiroshima, 653-658.



Liang, C., Rogers, C., Fuller, J. (1990). *Journal of Intelligent Materials Systems and Structures* 1, 207.

Liang, C., Rogers, C., Fuller, J. (1991). *Journal of Sound Vibration* 145, 23.

Lim, T.J., McDowell, D.L. (1999). Mechanical behavior of an Ni-Ti Shape Memory Alloy under axial-torsional proportional and non proportional loading. *Journal of engineering materials and technology*, vol 121

Lin, H.C., Wu S. K. (1994). *Acta Metallurgica*, vol.42, 1623-1630.

Liu, Y. (1990). Thèse de Ph. D. University of western Australia, Australie.

Melton, K. (1990). *Engineering aspects of shape memory alloys*, p 21. Butterworth-Heinemann, Oxford.

Orgeas, L., Favier, D. (1995). Non symmetric tension-compression behavior of NiTi alloy. *Journal de Physique IV*, c8, Vol. 5, pp. 605-610.

Otsuka, K., Wayman, C.M. (1998). *Shape memory materials*. Cambridge university press.

Patoor, E., Berveiller, M. (1994). *Technologie des alliages à mémoire de forme*. Éditions Hermès.

Pons, J., *Materials structure*, vol 6, (1999)

Roumagnac, P. (1993). Thèse de doctorat. UTC. Compiègne.

Sachdeva, R., Miyazaki, S. (1990). *Engineering aspects of shape memory alloys*, p. 462. Butterworth-Heinemann, Oxford.

Schetky, L., Ming, H., Lei, W., Liang, C., Rogers, C. (1993). *ONR report contract number: N 00014-90-C-0164*.

Sittner, P., Hara, Y., Tokuda, M. (1994). SMA hysteresis under combined tension and torsion. *Proceedings of the International Symposium on SMA Materials*, Beijing, International Academic Publishers, 541-545.

Sittner, P., Tokuda, M. (1994). Thermoelastical Martensite transformation under combined stress simulation and experiment. *Proceedings of the 15<sup>th</sup> Riso International Symposium on Materials Science*, Denmark, 537-544.

Tokuda, M., Ye, M., Takakura, M., Sittner, P. (1999). Thermomechanical behavior of shape memory alloy under complex loading conditions. *Int. Journal of Plasticity* 15. 233-239.

Tokuda, M., Sittner, P., Takakura, M., Ye, M. (1995). Experimental study on performances in Cu-based shape memory alloy under multi-axial loading conditions. *Materials Science Research International* 1(4), 260-265.

Vacher, P.(1991). Thèse de doctorat. Besançon.

Vacher, P., LExcellent, C.(1991). *Proceedings of Mechanical Behavior of Materials* VI. Pergamon Press, 231-236.

Wasilewski, R., Al (1972). *NASA* technical report.