



**HAL**  
open science

# Étude théorique et expérimentale des microstructures martensitiques dans les alliages à mémoire de forme

Didier Delpueyo

► **To cite this version:**

Didier Delpueyo. Étude théorique et expérimentale des microstructures martensitiques dans les alliages à mémoire de forme. Mécanique [physics.med-ph]. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2011. Français. NNT: . tel-00626616v1

**HAL Id: tel-00626616**

**<https://theses.hal.science/tel-00626616v1>**

Submitted on 26 Sep 2011 (v1), last revised 8 Nov 2011 (v3)

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° d'ordre : D.U. 2148  
EDSPIC : 528

Université BLAISE PASCAL - Clermont II  
École Doctorale  
Sciences pour l'Ingénieur de Clermont-Ferrand  
**Thèse**

présentée et soutenue publiquement par

**Didier Delpueyo**

le **07 Juillet 2011**

pour obtenir le grade de

**Docteur d'Université**  
(Spécialité : **MECANIQUE du SOLIDE** )

**Etude théorique et expérimentale des  
microstructures martensitiques dans les alliages  
à mémoire de forme**

Jury :

Xavier	BALANDRAUD	Maître de conférences	Co-encadrant
Yves	BRÉCHET	Professeur des universités	Président
Sylvain	CALLOCH	Professeur des universités	Rapporteur
Michel	GRÉDIAC	Professeur des universités	Co-encadrant
Christian	LEXCELLENT	Professeur des universités	Rapporteur
Hervé	LOUCHE	Professeur des universités	Examinateur

**Laboratoire de Mécanique et Ingénieries (LaMI)**  
**Université Blaise Pascal et Institut Français de Mécanique Avancée**



# Remerciements

La rédaction d'un texte de remerciements représente dans ce cas atypique un exercice périlleux. En effet, la réalisation de cette thèse qui s'est échelonnée sur une période de cinq ans a évidemment impliqué l'intervention d'un grand nombre de personnes. Il est par conséquent illusoire de prétendre remercier nommément et de façon exhaustive toutes celles et ceux qui, à différents titres, m'ont aidé dans cette tâche.

Les travaux expérimentaux, puis la rédaction de cette thèse se sont déroulés au sein du Laboratoire de Mécanique et d'Ingénierie (LaMI), ils ont été co-encadrés par Xavier Balandraud et Michel Grédiac.

Je voudrais remercier ici très sincèrement Monsieur Yves Bréchet qui m'a fait l'honneur de présider mon jury, Messieurs Sylvain Calloch et Christian Lexcellent qui ont accepté de rapporter sur ce travail ainsi que Monsieur Hervé Louche qui a examiné ce travail avec la plus grande attention.

Je souhaiterais également exprimer ma gratitude à Xavier Balandraud qui m'a proposé cette immersion dans le monde des Alliages à Mémoire de Forme. Au cours de ces années, il a fait preuve de patience et de disponibilité considérable. Il a toujours été présent dans les moments difficiles de ce parcours. Toute ma gratitude également à Michel Grédiac pour son aide, son extrême réactivité et pour m'avoir fait partagé ses connaissances, ses compétences et sa grande expérience.

Le document que vous avez entre les mains ne serait pas exempt de fautes d'orthographe et de coquilles sans la relecture minutieuse de Lysiane et Dominique, je les embrasse toutes les deux pour cela!

Je ne voudrais pas terminer sans remercier, Claudiu Badulescu sans qui les mesures de déformation présentées dans ce travail n'auraient pu atteindre la qualité obtenue, et mes collègues thésards, je pense à Agnès, Maïté, Olivier, Miguel, David, Nicolas, qui ont contribué au climat convivial de l'équipe ....

## Résumé

Le nom d'alliages à Mémoire de Forme (AMF) recouvre un certain nombre de matériaux métalliques qui diffèrent autant par leur composition chimique que par leur traitement thermo-mécanique de mise en forme. Ils possèdent tous des caractéristiques similaires, mais sont chacun adaptés à une utilisation précise. De ce point de vue, ils peuvent être globalement classés en deux groupes d'application : les matériaux à **effet mémoire** et les matériaux **superélastiques**. Ces deux propriétés mécaniques existent en fait généralement pour un même AMF, mais pour des températures d'utilisation différentes.

L'objectif de ce mémoire est l'étude des mécanismes microstructuraux qui sont à l'origine de ces deux propriétés. Elles prennent leur source dans un phénomène physique de changement de phase solide-solide nommé **Transformation Martensitique**. La phase mère (**austénite**) possède une structure cristalline BCC (*Bold Centred Cubic*) pour tous les AMF connus. La transformation martensitique a pour effet de rompre cette symétrie. Elle donne naissance à de nouvelles structures cristallines qui sont fonctions principalement de la composition chimique de l'AMF. Le présent travail traite de la compréhension de l'organisation spatiale des phases austénite et (variantes de) martensite (microstructures) existant dans les AMF.

Dans une **première partie**, cette thèse propose une évolution de la notion de compatibilité cristallographique : une microstructure martensitique peut être non-compatible à contrainte nulle (*non-CSF*) et exister dans le matériau sans pour autant créer trop d'irréversibilités mécaniques. Le qualificatif microstructure **presque compatibles** est proposé.

La **seconde partie** de cette thèse se propose d'**observer et d'étudier** des microstructures martensitiques obtenues sous chargements mécaniques dans un monocristal d'AMF par des techniques de **mesure de champs** couplées : champs de température (caméra IR) et de déformation (caméra cinématique).

## Abstract

The name of Shape Memory Alloy (SMA) recovers certain number of metallic materials which differ as much by their chemical composition as by their thermo-mechanical treatment of shaping. They own every similar characteristics, but each are adapted to a precise use. From this point of view, they can be globally classified in two groups of application : the **memory effect** materials and the **superelastic** materials. These two mechanical properties exist in fact generally for the same SMA, but for the temperatures of different use

The objective of this report is the study of the microstructural mechanisms which are at the origin of these two properties. They take their source in a physical phenomenon of change of solid-solid phase named **Martensitic Transformation**. The phase mother (**austenite**) possesses a crystalline structure BCC (*Bold Centred Cubic*) for all the known AMF.

The martensitic transformation has the effect of breaking this symmetry. It gives birth to new crystalline structures which are mainly a function of the chemical composition of the AMF. The present work treats with the understanding of the spatial organization of the phases austenite and (variants of) martensite (microstructures) existing in the SMA.

In one **first part**, this thesis proposes an evolution of the notion of **Coherent Stress Free (CSF)** : a martensitic microstructure can be no CSF with no constraint (*no - CSF*) and to exist in the material without creating too many mechanical irreversibilities. The qualifier microstructure **almost compatible** is proposed.

**Second part** of this thesis proposes to **observe** and **study** martensitic microstructures obtained under mechanical loads in a single crystal of SMA by coupled **full field measurement** : temperature field (IR camera) and strain field (kinematic camera).

# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>3</b>
Résumé . . . . .	4
Abstract . . . . .	4
<b>1 Introduction générale</b>	<b>9</b>
Pourquoi s'intéresser aux microstructures martensitiques? . . . . .	9
Approche expérimentale . . . . .	13
Plan de la thèse . . . . .	14
<b>I Rappels de cristallographie et de métallurgie. Modélisation des microstructures</b>	<b>17</b>
<b>2 Rappels de métallurgie</b>	<b>19</b>
2.1 Introduction . . . . .	19
2.2 Rappels de cristallographie . . . . .	19
2.2.1 Rappels sur les symétries cristallines . . . . .	19
2.3 Symétrie de la phase austénite . . . . .	21
2.4 Transformation martensitique . . . . .	22
2.5 Symétrie de la martensite . . . . .	24
2.6 Déplacements des atomes lors de la transformation austénite $\rightarrow$ martensite . . . . .	25
2.7 Conclusion . . . . .	28
<b>3 Modélisation des microstructures martensitiques</b>	<b>29</b>
3.1 Introduction . . . . .	29
3.2 Cinématique en grandes déformations . . . . .	30
3.2.1 Gradient de déformation $F$ . . . . .	30
3.2.2 Tenseur de déformation pure $U$ . . . . .	30
3.3 Variantes de martensite $U$ . . . . .	31
3.3.1 Déformation $U$ associée à une martensite . . . . .	31
3.3.2 Multiplicité des variantes de martensite . . . . .	32
3.3.3 Relations de symétrie entre les variantes de martensite . . . . .	32
3.4 Compatibilité cristallographique . . . . .	34
3.4.1 Equation de compatibilité cristallographique . . . . .	34
3.4.2 Résolution de l'équation de compatibilité . . . . .	34
3.5 Modélisation d'un <i>twin</i> de martensite . . . . .	35
3.5.1 Equation de twinning . . . . .	35
3.5.2 Résolution d'une équation de twinning . . . . .	36
3.5.3 Types de <i>twins</i> . . . . .	37
3.5.4 Familles de <i>twins</i> cristallographiquement équivalents . . . . .	37
3.6 Modélisation d'un plan d'habitat . . . . .	38
3.6.1 Plan d'habitat avec une seule variante de martensite . . . . .	39
3.6.2 Plan d'habitat avec un <i>twin</i> de martensite . . . . .	39
3.6.3 Résolution du plan d'habitat . . . . .	40
3.6.4 Famille de plans d'habitat équivalents . . . . .	41
3.6.5 Notion de déformation moyenne . . . . .	42

3.7	Microstructures « complexes » . . . . .	42
3.7.1	Illustrations . . . . .	42
3.7.2	Wedge twinné . . . . .	42
3.7.3	Microstructure « <i>crossing twins</i> » . . . . .	44
3.7.4	Microstructure « <i>X</i> » . . . . .	44
3.7.5	Autres microstructures complexes . . . . .	45
3.8	Le <i>wedge</i> twinné : restriction sur les paramètres de maille . . . . .	46
3.8.1	Conditions d'existence d'une microstructure <i>wedge</i> . . . . .	47
3.8.2	Transformation cubique-tétraogonale . . . . .	48
3.8.3	Transformation cubique-orthorhombique . . . . .	49
3.9	Les limites du modèle . . . . .	52
3.10	Conclusion . . . . .	54
<b>II « Presque compatibilité » d'une microstructure</b>		<b>55</b>
<b>4</b>	<b>Presque compatibilité</b>	<b>57</b>
4.1	Introduction . . . . .	57
4.2	Indicateur de non-compatibilité d'un <i>wedge</i> . . . . .	59
4.2.1	Relâchement virtuel du plan <i>midrib</i> . . . . .	59
4.2.2	Equations d'un <i>wedge</i> non-compatible . . . . .	59
4.2.3	Calcul pratique de l'angle de non-compatibilité . . . . .	60
4.2.4	Lien entre $\psi$ et le niveau de contraintes . . . . .	61
4.2.5	Autre indicateur de non-compatibilité d'une microstructure? . . . . .	61
4.3	Résolution des équations d'un <i>wedge</i> non-CSF . . . . .	62
4.3.1	Méthode de résolution . . . . .	62
4.3.2	Cas à exclure . . . . .	62
4.3.3	Autre niveau de multiplicité des solutions . . . . .	62
4.4	Voisinage acceptable . . . . .	65
4.5	Application à la transformation cubique-tétraogonale . . . . .	66
4.5.1	Application numérique pour l'alliage <i>NiMn<sub>49,4</sub></i> . . . . .	67
4.5.2	Application numérique pour d'autres alliages . . . . .	67
4.5.3	Tracé de $\psi_{min}$ dans l'espace des paramètres de transformation . . . . .	68
4.6	Proposition d'une limite pour $\psi$ (valeur de $\bar{\psi}$ ) . . . . .	68
4.7	Application à la transformation cubique-orthorhombique . . . . .	70
4.7.1	Paramètres de transformation . . . . .	70
4.7.2	Résultats généraux sur les LSN . . . . .	71
4.7.3	<i>Wedges</i> presque-compatibles appartenant à des LSN sans relation CSF . . . . .	74
4.7.4	<i>Wedges</i> presque-compatibles appartenant à des LSN incluant des relations CSF . . . . .	77
4.7.5	Morphologie des domaines LSN . . . . .	80
4.7.6	Intersection des domaines LSN . . . . .	83
4.7.7	Autour de $\lambda_2 = 1$ . . . . .	85
4.8	Zones d'intérêt . . . . .	87
4.9	Conclusion . . . . .	90
<b>III Etude des microstructures martensitiques par mesure de champs</b>		<b>93</b>
<b>5</b>	<b>Dispositif expérimental</b>	<b>95</b>
5.1	Introduction . . . . .	95
5.2	La thermographie infrarouge pour l'étude des AMF . . . . .	95
5.3	Cadre thermodynamique . . . . .	97
5.3.1	Introduction . . . . .	97
5.3.2	Thermodynamique des Processus Irréversibles . . . . .	97
5.3.3	Premier principe de la thermodynamique . . . . .	98
5.3.4	Second principe de la thermodynamique . . . . .	98
5.3.5	Equation de diffusion de la chaleur . . . . .	99
5.3.6	Champ de températures de référence . . . . .	101
5.3.7	Rappels sur le rayonnement thermique : nature et émissivité . . . . .	103
5.3.8	Equation de la chaleur 2D . . . . .	104
5.4	Echantillon . . . . .	105

5.4.1	Géométrie - Composition chimique - Elaboration . . . . .	105
5.4.2	Températures de transformation . . . . .	106
5.4.3	Orientation cristalline . . . . .	106
5.4.4	Propriétés mécaniques à température ambiante . . . . .	108
5.4.5	Propriétés physiques complémentaires . . . . .	109
5.5	Chargement mécanique . . . . .	110
5.6	Instrumentation . . . . .	110
5.6.1	Introduction . . . . .	110
5.6.2	Mesures thermiques et sources de chaleur . . . . .	111
5.6.3	Mesure du champ de déformation par la méthode de la grille . . . . .	117
5.7	Différence de résolution entre mesures thermiques et cinématiques . . . . .	119
<b>6</b>	<b>Analyse expérimentale sous chargement quasi-statique</b>	<b>121</b>
6.1	Introduction . . . . .	121
6.2	Résultats expérimentaux - Chargement quasi-statique . . . . .	123
6.2.1	Point A . . . . .	124
6.2.2	Point B . . . . .	125
6.2.3	Point C . . . . .	126
6.2.4	Point D . . . . .	128
6.2.5	Point E . . . . .	130
6.2.6	Point F . . . . .	132
6.2.7	Point G . . . . .	134
6.2.8	Point H . . . . .	136
6.2.9	Point I . . . . .	137
6.2.10	Point J . . . . .	138
6.2.11	Point K . . . . .	139
6.2.12	Point L . . . . .	140
6.2.13	Point M . . . . .	141
6.2.14	Champs de déplacement . . . . .	143
6.3	Bases théoriques . . . . .	145
6.3.1	Transformation cubique monoclinique de type <i>cubic edge</i> . . . . .	145
6.3.2	Plan d'habitat . . . . .	146
6.3.3	Plan de twinnage . . . . .	146
6.3.4	Critères de sélection des variantes . . . . .	148
6.3.5	Expression des données dans le plan de l'échantillon . . . . .	148
6.4	Interprétation des résultats en termes de microstructures . . . . .	150
6.4.1	Identification des variantes de martensite activées par le matériau . . . . .	150
6.4.2	Interprétation en termes de microstructures au point H . . . . .	154
6.4.3	Interprétation en termes de microstructures au point M . . . . .	157
6.5	Montée quasi-statique - Conclusion . . . . .	158
6.6	Résultats expérimentaux - Descente quasi-statique . . . . .	161
6.6.1	Point $A_d$ . . . . .	162
6.6.2	Point $B_d$ . . . . .	163
6.6.3	Point $C_d$ . . . . .	164
6.6.4	Point $D_d$ . . . . .	166
6.6.5	Point $E_d$ . . . . .	168
6.6.6	Point $F_d$ . . . . .	170
6.6.7	Point $G_d$ . . . . .	171
6.6.8	Point $H_d$ . . . . .	172
6.6.9	Point $I_d$ . . . . .	173
6.6.10	Point $J_d$ . . . . .	174
6.6.11	Point $K_d$ . . . . .	175
6.6.12	Point $L_d$ . . . . .	176
6.6.13	Champs de déplacement . . . . .	177
6.7	Conclusion . . . . .	178

<b>7</b>	<b>Autre analyse expérimentale</b>	<b>179</b>
7.1	Introduction . . . . .	179
7.2	Conditions d'essai . . . . .	180
7.2.1	Chargement mécanique . . . . .	180
7.2.2	Mesure de la température . . . . .	181
7.3	Application à un petit chargement cyclique . . . . .	181
7.4	Calcul des sources de chaleur . . . . .	183
7.5	Résultats expérimentaux . . . . .	184
7.5.1	Réponse mécanique . . . . .	184
7.5.2	Réponse thermique . . . . .	185
7.5.3	Etude complémentaire : influence de la fréquence de chargement . . . . .	195
7.6	Conclusion . . . . .	196
<b>8</b>	<b>Conclusion générale</b>	<b>199</b>
	Approche théorique . . . . .	199
	Approche expérimentale . . . . .	201
<b>9</b>	<b>Perspectives</b>	<b>203</b>
<b>A</b>	<b>Paramètres de maille</b>	<b>205</b>
A.1	Compositions atomique et massique . . . . .	205
A.2	Transformation cubique-tétraogonale . . . . .	205
A.3	Transformation cubique-orthorhombique . . . . .	207
A.4	Transformation cubique-monoclinique . . . . .	209
A.5	Transformation cubique-monoclinique . . . . .	210

# Chapitre 1

## Introduction générale

Le choix d'un matériau est au centre du processus de conception d'un système mécanique. Les idées les plus audacieuses ne peuvent prendre forme sans une structure matérielle capable de les supporter. Ainsi, avec l'émergence de matériaux nouveaux, le concepteur va pouvoir améliorer des solutions techniques en termes de volume, poids et résistance. Un nouveau matériau suscite des idées nouvelles et favorise la liberté de création : il est au cœur de l'innovation. C'est le cas par exemple des **alliages à mémoire de forme** (AMF). Le nom d'AMF couvre un certain nombre de matériaux métalliques qui diffèrent tant par leur composition chimique que par leur traitement thermo-mécanique de mise en forme. Ils possèdent tous des caractéristiques similaires, mais sont chacun adaptés à une utilisation précise. De ce point de vue, ils peuvent être globalement classés en deux groupes d'application : les matériaux à **effet mémoire** et les matériaux **superélastiques**. Notons que ces deux propriétés mécaniques existent en fait généralement pour un même AMF, mais pour des températures d'utilisation différentes.

Concernant l'effet **mémoire de forme**, l'image de gauche de la figure 1.0.1 montre l'utilisation d'un AMF dans le domaine médical : à température ambiante ( $\approx 20^\circ C$ ), les agrafes sont en position « ouverte » ; à la température du corps humain ( $\approx 37^\circ C$ ), les agrafes sont en position « fermée ». Ainsi, l'agrafe garde en mémoire sa configuration en position « fermée ». Après avoir été déformée à température ambiante (position « ouverte ») pour être mise en place, l'agrafe reviendra dans sa configuration initiale (position « fermée ») lorsqu'elle se réchauffera. Concernant les caractéristiques **superélastiques**, l'image de droite de la figure 1.0.1 représente un *stent* en AMF. Celui-ci est glissé dans une artère pour la maintenir ouverte. L'AMF superélastique est capable d'une part d'exercer un effort constant en service, et d'autre part de s'adapter à des géométries complexes.

Outre l'effet mémoire et les qualités superélastiques, il existe d'autres propriétés mécaniques spécifiques aux AMF. L'objectif de ce mémoire n'est pas l'étude de l'ensemble de leurs propriétés mécaniques, mais celle des mécanismes microstructuraux qui en sont à l'origine. Le présent travail traite de la compréhension des « microstructures » existant dans les AMF. L'objectif est d'enrichir la connaissance de propriétés à l'échelle « micro ». Les résultats obtenus dans ce travail fourniront des éléments qui permettront peut-être ultérieurement de modifier ou d'optimiser les propriétés mécaniques (macroscopiques) des AMF.

La suite de ce chapitre introductif fournit les éléments nécessaires à la compréhension précise des enjeux de l'étude menée.

## Pourquoi s'intéresser aux microstructures martensitiques ?

L'effet mémoire ou la superélasticité prennent leur source dans un phénomène physique de changement de phase solide-solide nommé **Transformation Martensitique**. La phase mère, nommée **austénite**, possède une structure cristalline BCC (*Bold Centred Cubic*) pour tous les AMF connus. La transformation martensitique a pour effet de rompre cette symétrie. Elle donne naissance à de nouvelles structures cristallines (tétragonale, orthorhombique, trigonale, monoclinique...), qui sont principalement fonction de la composition chimique de l'AMF. Cette transformation peut se produire soit par chargement mécanique, soit par chauffage/refroidissement. Cette nouvelle structure est nommée **martensite**. Quatre propriétés importantes peuvent être soulignées dans le cadre de cette étude :

- la transformation martensitique ne modifie en rien la composition chimique du matériau dans lequel elle apparaît. Les tailles des mailles cristallines d'austénite et de martensite dépendent de la composition de

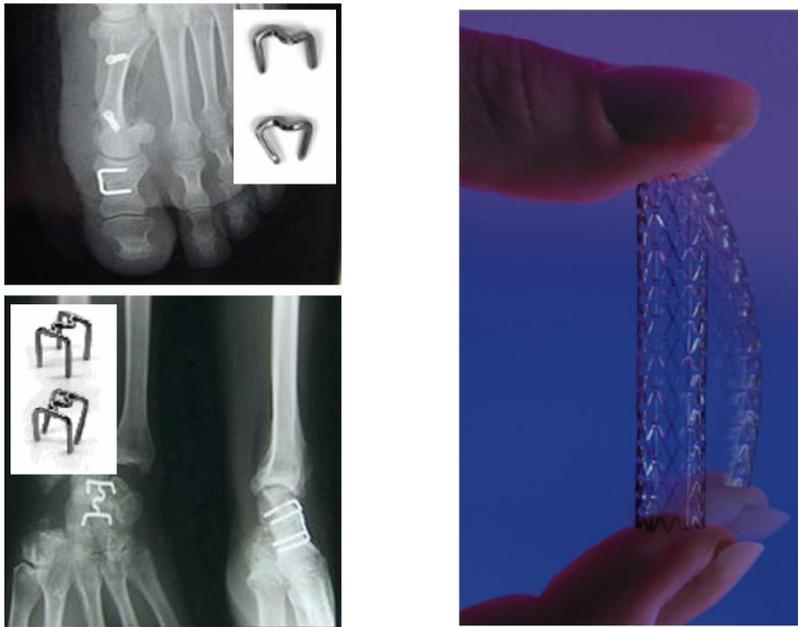


FIGURE 1.0.1 – Exemples d’application des AMF dans le domaine médical. Agrafes *Memoclip* et *4Fusion* [78]. Stent *Memry Corporation* [79].

l’AMF ;

- la transformation martensitique est un changement de phase solide-solide du premier ordre, impliquant notamment que les deux phases *coexistent* lors de la transformation ;
- du fait des symétries du cristal d’austénite, la martensite peut apparaître suivant des orientations spatiales différentes : on parle de **variantes de martensite** ;
- bien que la transformation soit fortement réversible, il existe une *hystérésis de transformation*.

Sous microscope, les caractéristiques observables les plus singulières d’une transformation martensitique sont les **microstructures martensitiques** qu’elle induit dans le matériau. Il s’agit de l’organisation spatiale des phases austénite et (variantes de) martensite.

Comment s’organisent spatialement les phases dans un cristal d’AMF ? La figure 1.0.2 amène des éléments de réponse à travers quelques exemples de micrographies. Cette figure ne précise pas les alliages concernés ni les échelles d’observation ; elle illustre simplement la variété des microstructures martensitiques, tout en soulignant que celles-ci sont composées de motifs de base simples (des interfaces planes, des bandes parallèles, des coins...).

Pourquoi s’intéresser aux microstructures martensitiques ? La figure 1.0.3 donne un élément de réponse en schématisant le lien indirect existant entre la composition chimique d’un AMF et ses caractéristiques mécaniques :

- la composition chimique d’un AMF influe directement sur les paramètres de la maille cristalline de l’alliage.

Par exemple, plus l’alliage contient un élément chimique ayant un grand rayon atomique, plus la taille de la maille cristalline sera grande ;

- les paramètres de maille influent sur les microstructures martensitiques qui peuvent être obtenues. Il a été indiqué plus haut que les phases pouvaient coexister dans un AMF : la figure 1.0.4 illustre la notion de **compatibilité cristallographique** qui doit exister entre ces phases. En effet, les phases doivent satisfaire la condition de saut dite d’*Hadamard* le long de leurs interfaces : il s’agit en fait de la continuité du champ de déplacement au niveau de l’interface entre les phases. Ceci entraîne des configurations géométriques spécifiques : la figure 1.0.4 montre par exemple un « coin » ou « *wedge* » de martensite dans de l’austénite.

Pour bien comprendre l’objet du travail réalisé dans la présente étude, le lien entre les microstructures et les propriétés mécaniques (voir la figure 1.0.3) mérite d’être plus détaillé. La figure 1.0.5 présente trois relations mettant en évidence des liens établis :

- entre la composition chimique d’un AMF et son hystérésis de transformation [37]. Le résultat publié par

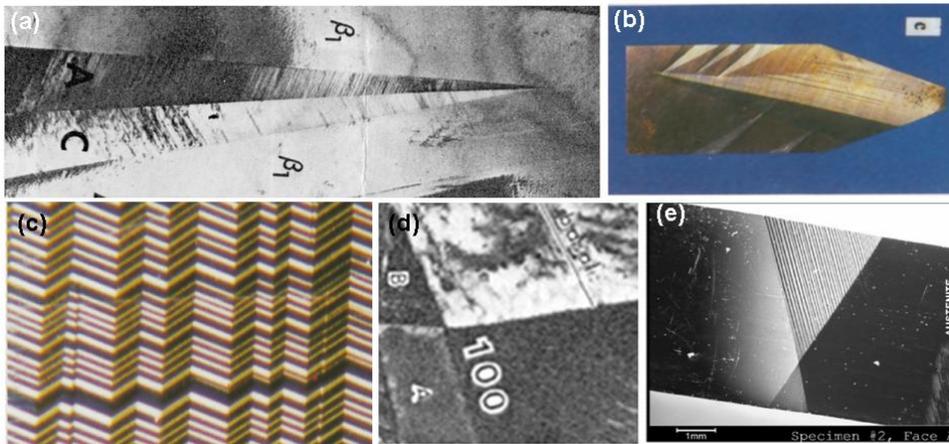


FIGURE 1.0.2 – Exemples de microstructures martensitiques dans un AMF. (a) [66], (b) [121], (c) [116], (d) [2], (e) [111].



FIGURE 1.0.3 – Relation indirecte entre la composition chimique d'un AMF et ses propriétés mécaniques.

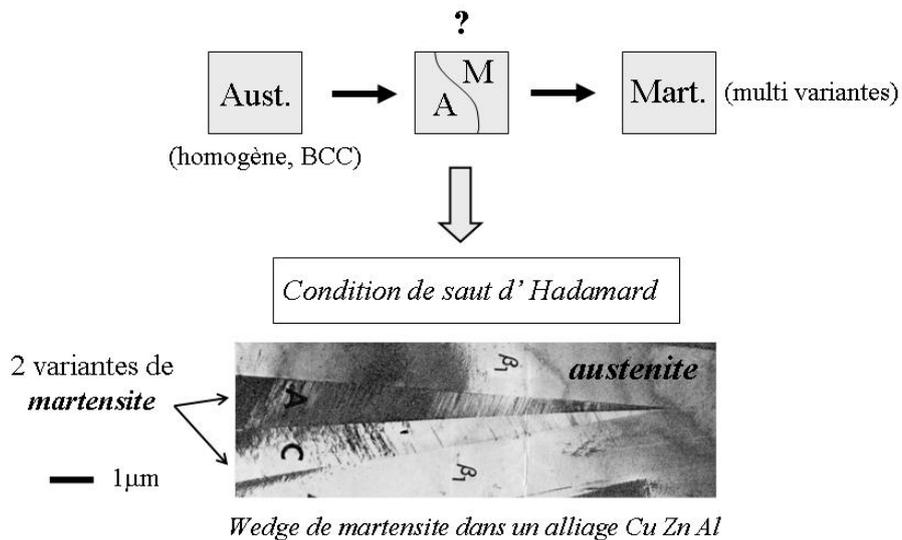


FIGURE 1.0.4 – Compatibilité cristallographique. Exemple de « solution » trouvée par le matériau pour satisfaire cette condition entre l'austénite et la martensite [103].

Cui *et al.* dans la revue *Nature* en 2006 se présente sous la forme d'une « cartographie » de l'hystérésis de transformation en fonction des paramètres de maille ;

- entre les paramètres de maille et l'hystérésis de transformation [132]. Sans entrer dans le détail, il peut juste être indiqué ici que ce résultat publié par Zhang *et al.* dans la revue *Acta Materialia* en 2009 a été obtenu par l'étude de l'interface austénite-martensite, appelée « plan d'habitat » ;
- entre l'hystérésis de transformation et le comportement mécanique d'un AMF. Ce résultat peut être trouvé par exemple dans la référence [82], donnant le lien entre l'hystérésis et la fatigue de la propriété de mémoire de forme.

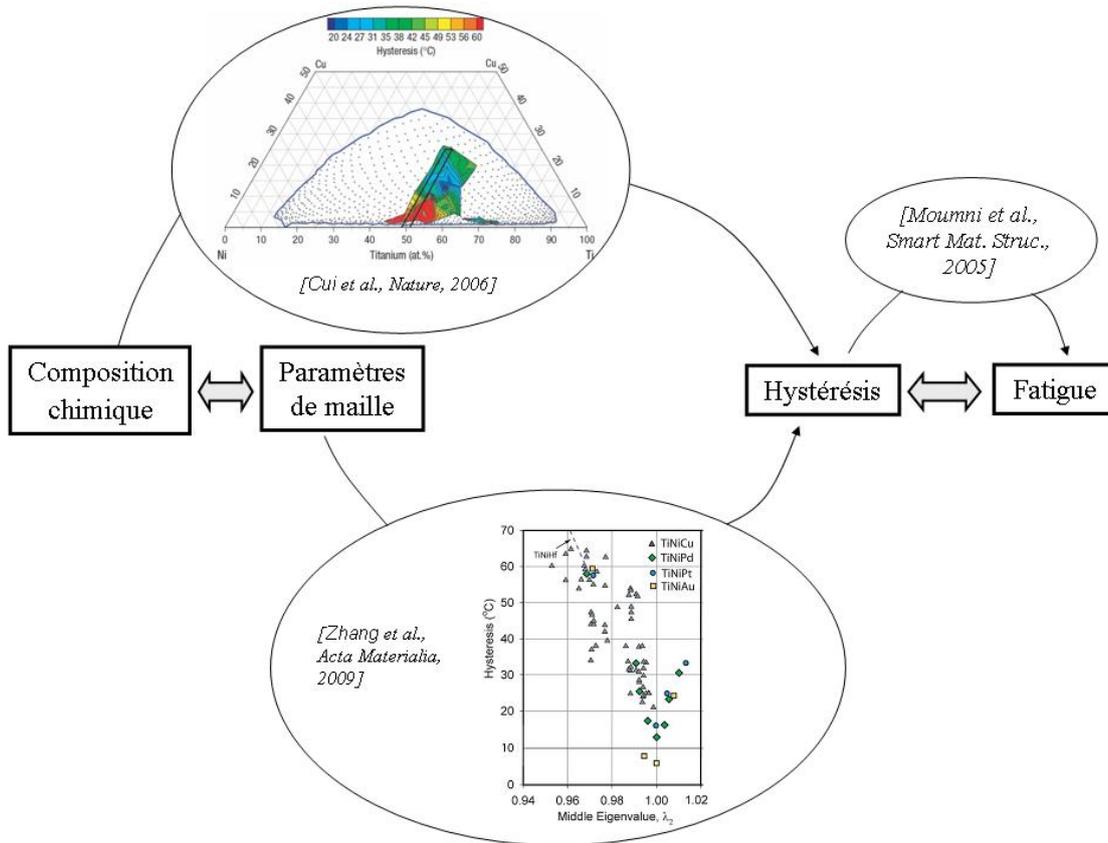


FIGURE 1.0.5 – Relations établies entre composition chimique, paramètres de maille et hystérésis de transformation et tenue en fatigue de la propriété « mémoire de forme ».

Les microstructures martensitiques ont donc une influence directe sur les propriétés mécaniques d'un AMF. Elles font d'ailleurs l'objet d'un grand intérêt dans la littérature, voir par exemple : [22, 126, 23, 100, 47, 65, 95, 12, 15, 16, 102, 17, 11, 56, 96, 55, 57, 58, 62, 60, 59, 97, 18, 10, 111, 109]. Un résultat inédit a été notamment obtenu par K. Bhattacharya en 1991 et publié dans la revue *Acta Materialia*. La figure 1.0.6 illustre ce résultat. Bhattacharya considère le cas simple de la transformation cubique-tétraгонаle, se produisant dans un certain nombre d'AMF. Dans l'espace des paramètres de transformation (rapport des paramètres de maille de l'austénite  $a_0$  et de la martensite  $a$  et  $b$ ), la courbe en trait plein sur la figure représente la compatibilité théorique parfaite de la microstructure *wedge*. On parle de « restrictions sur les paramètres de maille ». Les points repérés par des lettres représentent une série d'AMF réels pour lesquels les paramètres de maille sont connus : il apparaît que ces points sont très proches de la courbe théorique ! En d'autres termes, la propriété de mémoire de forme résulte de la possibilité qu'a le matériau de former la martensite dans l'austénite sous la forme de *wedges* croissant dans l'échantillon d'AMF. Une autre manière de voir les choses pourrait être de dire : pour « concevoir » un nouvel AMF, il faut faire en sorte que ses paramètres de maille cristalline correspondent à un point sur la courbe théorique de la figure 1.0.6.

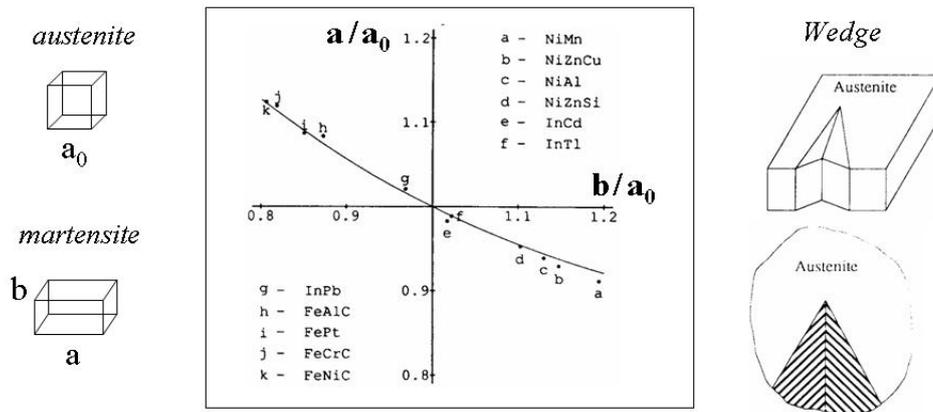


FIGURE 1.0.6 – Compatibilité cristallographique d'une microstructure *wedge* (cas de la transformation cubique-tétraogonale) [15].

Cette approche a ensuite été développée dans la littérature pour d'autres types de transformation (cubique-orthorhombique, cubique-monoclinique...) et d'autres types de microstructures [111, 58, 60, 59]. Plusieurs constats peuvent être dressés :

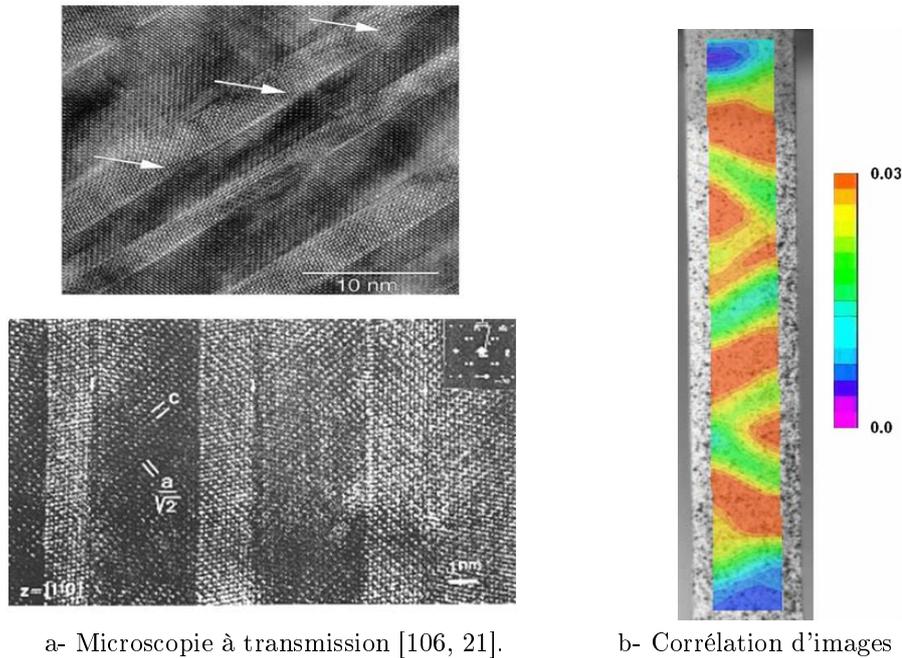
- bien que des microstructures soient observées expérimentalement, les paramètres de maille des AMF en question sont souvent éloignés des *restrictions sur les paramètres de maille* correspondantes. D'ailleurs, même sur la figure 1.0.6, certains points correspondant à des AMF réels sont un peu éloignés de la restriction ; mais la situation est plus marquée dans d'autres cas (pour la transformation cubique-monoclinique notamment [10]) ;
- en pratique, une multitude de microstructures diverses apparaissent dans un AMF donné. Ceci voudrait dire que les paramètres de maille de l'AMF en question vérifient une multitude de restrictions, ce qui est très peu probable ;
- les paramètres de maille varient avec la contrainte mécanique du fait de la déformation élastique. Ceci voudrait dire que, si un AMF a des paramètres de maille permettant d'obtenir théoriquement une microstructure sous un certain chargement mécanique, il ne pourrait plus avoir cette microstructure sous un autre chargement mécanique. Ceci n'est pas en accord avec l'expérience ;
- dans le cas des AMF à base cuivre par exemple, l'effet mémoire de forme est possible sur de grandes plages de composition chimique, donc sur une grande plage de paramètres de maille.

Ces constats montrent que l'approche décrite plus haut n'est pas suffisante. Le présent travail apportera concrètement des éléments de réponses et des explications.

## Approche expérimentale pour l'étude des microstructures martensitiques

Le présent travail tentera d'apporter également des informations sur les microstructures martensitiques à partir d'observations expérimentales. Dans la littérature, plusieurs techniques expérimentales ont été proposées pour observer des microstructures dans les AMF :

- observations au microscope optique ou électronique. Une littérature abondante existe à ce sujet. La figure 1.0.7-a présente deux exemples de clichés micrographiques obtenus par microscopie électronique à transmission ;
- observations par mesures de champs. On trouve dans la littérature quelques articles utilisant la corrélation d'images [38, 39, 45, 44, 53]. La figure 1.0.7-b montre par exemple un champ de déformation obtenu par corrélation d'images (voir la référence [38] pour plus de détails). La thermographie infrarouge a également été utilisée. En effet, les transformations de phases dans les AMF sont exothermiques ou endothermiques (chaleur latente de changement de phase). Les champs thermiques générés à la surface de l'échantillon peuvent être observés à l'aide d'une caméra infrarouge. Parmi les approches expérimentales existant dans la littérature,



a- Microscopie à transmission [106, 21].

b- Corrélation d'images [38].

FIGURE 1.0.7 – Exemples de techniques expérimentales pour l'observation de microstructures martensitiques dans les AMF.

la technique consistant à remonter aux sources de chaleur est intéressante. La méthode consiste à utiliser l'équation de la chaleur : connaissant le champ de température à la surface de l'échantillon à chaque instant, il est possible de remonter jusqu'aux sources de chaleur. Ainsi, la conduction de la chaleur dans l'échantillon et les échanges de chaleur avec l'extérieur ne pénalisent pas l'analyse de l'expérimentateur.

Deux techniques de mesure de champs sont utilisées dans le présent travail, la thermographie infrarouge d'une part et des mesures cinématiques d'autre part. Notons que dans le cadre des mesures cinématiques, nous utiliserons la **méthode de la grille**, dans le prolongement de méthodes de post-traitement développées récemment par C. Badulescu [4] dans le cadre de sa thèse. Cette dernière donne un accès direct aux champs de déformation à la surface de l'échantillon.

## Plan de la thèse

Le lecteur l'aura compris, le fil conducteur de ce travail de thèse est l'étude des **microstructures martensitiques** dans les AMF. Le mémoire se déclinera en trois parties :

1. **La première partie** sera consacrée à des rappels permettant au lecteur de s'imprégner plus aisément des concepts liés à la modélisation des microstructures. Le premier chapitre rappellera brièvement quelques aspects liés à la cristallographie et à la métallurgie des AMF. Outre les notions de symétries cristallines, diagrammes de phase et transformation austénite-martensite, ce chapitre présentera un point important nécessaire à la compréhension de la suite de ce travail : le « déplacement » des atomes lors de la transformation de phase austénite-martensite. Le deuxième chapitre s'attachera plus particulièrement à la modélisation des microstructures martensitiques. Il débutera par des rappels sur les grandes déformations et sur la notion mathématique associée aux variantes de martensite. Il se poursuivra par l'exposé de l'**équation de compatibilité cristallographique** ou **équation de Hadamard**, qui est à la base de l'étude. Il se terminera par l'étude de la compatibilité cristallographique d'une microstructure particulière : le *wedge* et se limitera à l'étude de deux types de transformations de phase, cubique-tétraгонаle et cubique-orthorhombique.
2. **La deuxième partie** tentera de répondre à la question suivante : des microstructures peuvent-elles exister hors des restrictions sur les paramètres de maille ? Pour cela, on fera apparaître la notion de microstructures

« presque-compatibles ». Cette étude singulière prendra appui sur la microstructure *wedge* pour proposer un **indicateur de non-compatibilité**. Cet indicateur permettra de répondre aux questions soulevées plus haut. Il permettra aussi de définir des zones d'intérêt dans l'espace de paramètres de transformation (et donc dans l'espace des compositions chimiques) ; ces zones pourraient être le siège de nouveaux AMF aux performances améliorées.

3. **La troisième partie** de ce mémoire sera consacrée à une approche expérimentale de l'étude des microstructures. Deux types de techniques de mesure de champs seront utilisés pour l'observation et l'analyse de microstructures martensitiques : mesures cinématiques et mesures thermiques. Les essais seront conduits sur un grand monocristal d'AMF Cu-Al-Be. Deux types d'essais seront conduits au cours de cette étude : sous chargement uniaxial quasistatique et sous chargement cyclique.

Ce mémoire se terminera par une **conclusion générale** suivie d'un certain nombre de **perspectives**. En effet, il peut être espéré que ce long parcours dans le monde des AMF et des mesures de champ ouvre quelques pistes nouvelles.



## Première partie

# Rappels de cristallographie et de métallurgie. Modélisation des microstructures



## Chapitre 2

# Rappels sur la cristallographie et la métallurgie des AMF

### 2.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de rappeler brièvement quelques aspects liés à la cristallographie et à la métallurgie des alliages à mémoire de forme (AMF). Il s'agit essentiellement de donner les éléments nécessaires à la compréhension des chapitres suivants concernant la modélisation de ce que l'on appelle *microstructures martensitiques*. Le lecteur intéressé par des compléments pourra consulter la référence [90] pour les aspects métallurgiques et la référence [97] pour les aspects cristallographiques.

Différents points sont abordés dans ce chapitre : symétries cristallines, diagrammes de phase, transformation austénite-martensite. Il est à noter qu'un aspect de la présentation sera important pour la suite du travail : il s'agit des déplacements d'atomes lors de la transformation de phase austénite-martensite. En effet, ces déplacements d'atomes permettent de définir la déformation du milieu continu équivalent, qui est utilisée pour la modélisation des microstructures dans la suite du travail.

### 2.2 Rappels de cristallographie

#### 2.2.1 Rappels sur les symétries cristallines

Un matériau cristallin est l'association d'une maille cristalline (composée d'un ou plusieurs atomes) et d'un réseau (répétition de la maille). La maille cristalline décrit un volume élémentaire contenant toutes les informations pertinentes en termes d'atomes constituant le matériau. Sa géométrie est définie par 6 paramètres de maille : 3 longueurs ( $a, b, c$ ) et 3 angles ( $\alpha, \beta, \gamma$ ) (voir figure 2.2.1). Il existe 7 mailles cristallines distinctes, représentées sur la figure 2.2.2 :

- maille cubique;
- maille quadratique ou tétragonale. L'adjectif d'origine latine « quadratique » est plus utilisé en français que l'adjectif d'origine grecque « tétragonal ». Toutefois, ce dernier est l'adjectif standard utilisé dans les Tables internationales de cristallographie. Le terme « tétragonal » sera donc utilisé dans toute la suite de ce rapport ;
- maille rhomboédrique;
- maille orthorhombique;
- maille hexagonale;
- maille monoclinique;
- maille triclinique.

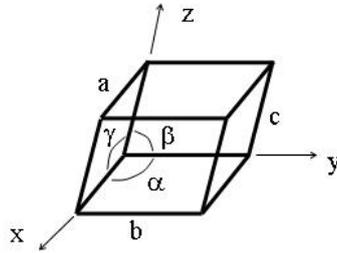


FIGURE 2.2.1 – Description géométrique d'une maille cristalline.

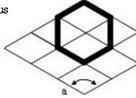
	<b>Maille cubique</b>  3 angles à $90^\circ$ $a = b = c$	<b>Maille quadratique</b> ( <i>tetragonal en anglais</i> )  3 angles à $90^\circ$ $a = b \neq c$
<b>Maille orthorhombique</b>  3 angles à $90^\circ$ $a \neq b \neq c$	<b>Maille monoclinique</b>  2 angles à $90^\circ$ $a \neq b \neq c$	<b>Maille triclinique</b>  $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$ $a \neq b \neq c$
<b>Maille rhomboédrique</b>  $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ $a = b = c$	<b>Maille hexagonale</b> $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$ $a = b \neq c$	 Vue de dessus $120^\circ$

FIGURE 2.2.2 – Différentes mailles cristallines.

Cependant, un même réseau cristallin peut être décrit par différentes mailles cristallines (voir l'illustration sur la figure 2.2.3). Il faut donc définir un autre concept pour caractériser un réseau cristallin : on parle de « système cristallin » ou « symétrie cristalline ». Un système cristallin est caractérisé par le nombre de rotations transformant le réseau en lui-même. Par exemple, on dit qu'un réseau est à *symétrie cubique* s'il reste invariant par 24 rotations distinctes : il s'agit des 9 rotations autour des arêtes du cube, 6 rotations autour des diagonales de faces, 8 rotations autour des grandes diagonales de cube, et la rotation identité **I**. Pour la *symétrie tétragonale*, le réseau reste invariant par 8 rotations. Pour la *symétrie orthorhombique*, le réseau reste invariant par 4 rotations...

On démontre qu'il existe 7 systèmes cristallins distincts (ou 7 symétries cristallines), correspondant chacun à un certain nombre de rotations qui ne sont pas détaillées ici : symétrie cubique, symétrie tétragonale, symétrie rhomboédrique, symétrie orthorhombique, symétrie hexagonale, symétrie monoclinique et symétrie triclinique. On retrouve les mêmes qualificatifs que pour les mailles, mais il s'agit bien ici du classement des réseaux cristallins.

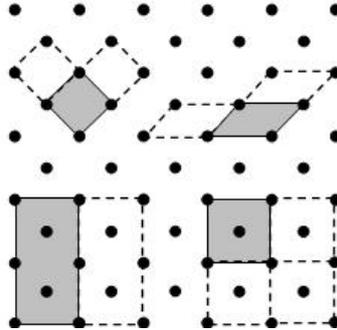


FIGURE 2.2.3 – Différentes mailles cristallines associées à un même réseau cristallin.

Une sous-classification des systèmes cristallins peut ensuite être dressée. On admet qu'un réseau cristallin peut toujours être décrit par une maille minimale pouvant être : soit primitive (notée  $P$ ), soit centrée (notée  $I$ ), soit à faces centrées (notée  $F$ ), soit à base centrée (notée  $A$ ). En considérant toutes les possibilités, il est démontré qu'il existe 14 sous-classes distinctes. En effet certains cas sont redondants, d'autres sont impossibles. On parle de 14 *réseaux de Bravais* :

- $P$ ,  $I$  et  $F$  pour le système cubique. Le deuxième cas correspond à ce que l'on appelle classiquement un réseau BCC (*Bold Centred Cubic*, cubique centrée en français). Le troisième cas correspond au réseau FCC (*Face Centred Cubic*, cubique à faces centrées en français);
- $P$  et  $I$  pour le système tétragonal;
- $P$  pour le système rhomboédrique;
- $P$ ,  $I$ ,  $F$  et  $C$  pour le système orthorhombique;
- $P$  pour le système hexagonal. Ce cas correspond à ce que l'on appelle classiquement un réseau HCP (*Hexagonal Closed Packed*, hexagonal compact en français);
- $P$  et  $C$  pour le système monoclinique;
- $P$  pour le système triclinique.

Finalement, pour décrire un réseau cristallin, il faut tout d'abord définir une maille cristalline, ensuite les éléments de symétrie qui vont permettre de répéter la maille dans l'espace. Ainsi en *théorie des groupes*, l'association d'une *maille cristalline* (qui est un groupe ponctuel de symétrie associé aux éléments de symétrie des figures finies) et d'une *répétition* (qui est un élément de symétrie des figures infinies) forme ce que l'on appelle un *groupe d'espace*. Par exemple, le réseau ou groupe d'espace BCC est noté  $I_{m\bar{3}m}$  dans la notation dite de Hermann-Mauguin, où :

- $I$  signifie que la maille est centrée;
- $m\bar{3}m$  représente la *classe cristalline*. Les lettres  $m$  correspondent à deux symétries *miroir* de normales  $\vec{x}$  et  $\vec{z}$ . Le chiffre  $\bar{3}$  représente un axe d'ordre 3 parallèle à  $\vec{y}$  : les trois rotations d'angle  $90^\circ$ ,  $180^\circ$  et  $270^\circ$  autour de l'axe du cube  $\vec{y}$  transforment en effet le réseau en lui-même.

Le lecteur pourra consulter la référence [97] pour plus de détails sur ces notions et notations liées à la théorie de groupe.

Il existe également d'autres désignations, notamment la notation « *Strukturbericht* » [118] qui est très souvent utilisée. Le lecteur pourra consulter le site web <http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/struk/> pour plus d'informations sur cette notation.

Les différentes désignations sont utilisées dans la littérature et seront parfois employées dans le présent travail.

## 2.3 Symétrie de la phase austénite

La figure 2.3.1 présente à titre d'exemple, le diagramme d'équilibre d'un alliage binaire  $CuZn$ . On appelle « *austénite* » la phase de structure BCC que l'on peut obtenir à très haute température. L'austénite est souvent notée  $\beta$  (les phases sont classiquement indiquées par des lettres grecques). La zone grisée dans le diagramme d'équilibre donne le domaine composition-température où on a une structure monophasée d'austénite (phase  $\beta$  uniquement). La maille notée  $A2$  dans la figure 2.3.2 montre cette austénite obtenue à haute température. Dans cette représentation, tous les atomes sont représentés par des points noirs : ceci signifie que les deux atomes  $Cu$  et  $Zn$  ont les mêmes probabilités de se trouver sur n'importe quel site du réseau cristallin (on dit que la structure est désordonnée). La

désignation  $A2$  correspond à la notation *Strukturbericht*. Le groupe d'espace correspondant est  $I_{m\bar{3}m}$ . La longueur de l'arête du cube est notée  $a_0$ .

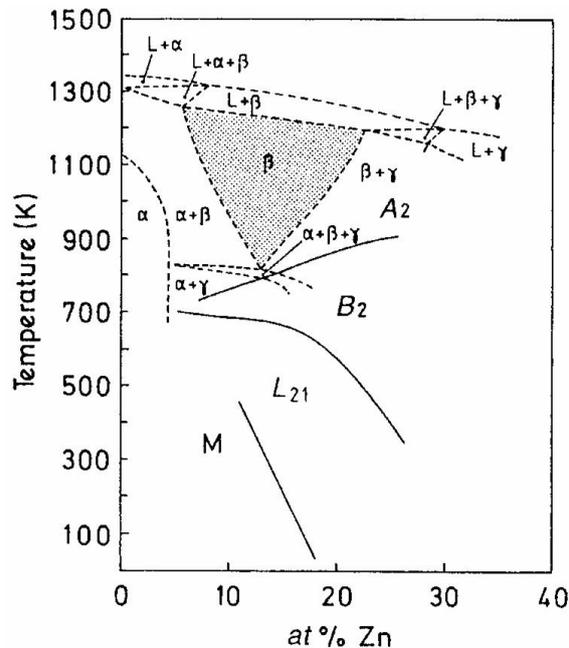


FIGURE 2.3.1 – Diagramme d'équilibre d'un alliage binaire  $CuZn$ . La phase  $\beta$  correspond à la phase austénite.

Pour stabiliser l'austénite  $\beta$  à des températures plus basses, il faut réaliser une trempe. Une mise en solution suivie d'une trempe est donc pratiquée à partir de la zone grisée de la figure 2.3.1. Un refroidissement extrêmement rapide permet de conserver la phase austénite à des températures plus basses. Toutefois, il se produit toujours une « transition de phase du deuxième ordre » durant ce refroidissement, même si celui-ci est très rapide. Ceci signifie que les différents atomes (ici l'atome  $Cu$  et l'atome  $Zn$ ) ont des probabilités différentes d'occuper les sites du réseau cristallin. Lors du refroidissement rapide, on passe d'abord par la structure  $B2$  (voir figure 2.3.2) dont le groupe d'espace est  $P_{m\bar{3}m}$ . Ensuite, les structures  $DO3$  ou  $L2_1$  (ordre dit *de Heusler*) sont obtenues. Ces deux structures ont le même groupe d'espace  $F_{m\bar{3}m}$ . Sur la figure 2.3.2, les cercles blancs, noirs et gris correspondent à des probabilités différentes pour les atomes d'occuper une position donnée dans le réseau.

On voit aussi sur la figure 2.3.2 que les mailles  $DO3$  et  $L2_1$  sont de dimension double de celle des structures  $A2$  et  $B2$ . La grandeur  $a_0$  désignera des dimensions de cube différentes suivant l'austénite obtenue après la trempe.

La figure 2.3.3 présente les températures auxquelles se produisent (lors de la trempe) ces transitions d'ordre en fonction du pourcentage d'élément d'addition dans des alliages  $CuZnAl$  et  $CuAlBe$ . Cette figure montre que les structures  $B2$ ,  $L2_1$  et  $DO3$  peuvent exister ou non suivant les alliages.

Pour terminer, notons que la phase austénite est aussi appelée « phase mère », ou aussi « phase haute température » (cette désignation s'applique même après la trempe).

## 2.4 Transformation martensitique

A partir de l'austénite obtenue après la trempe, un changement de phase peut être provoqué par un chargement mécanique ou thermique (la phase austénite obtenue après la trempe est dite « métastable »). La phase obtenue

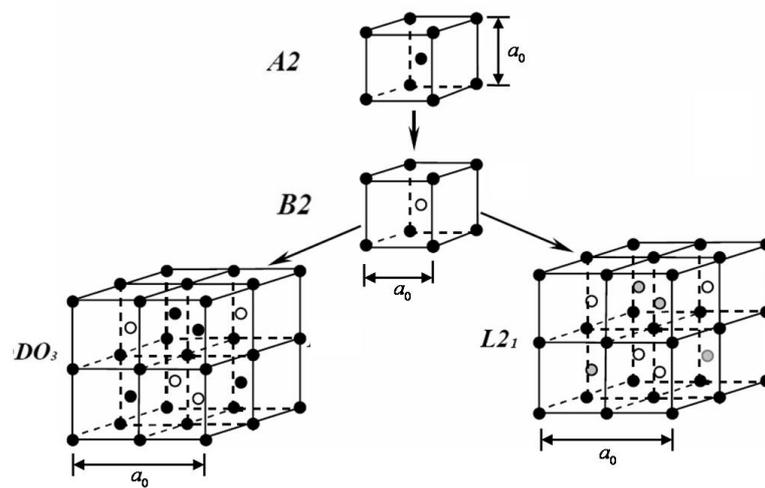
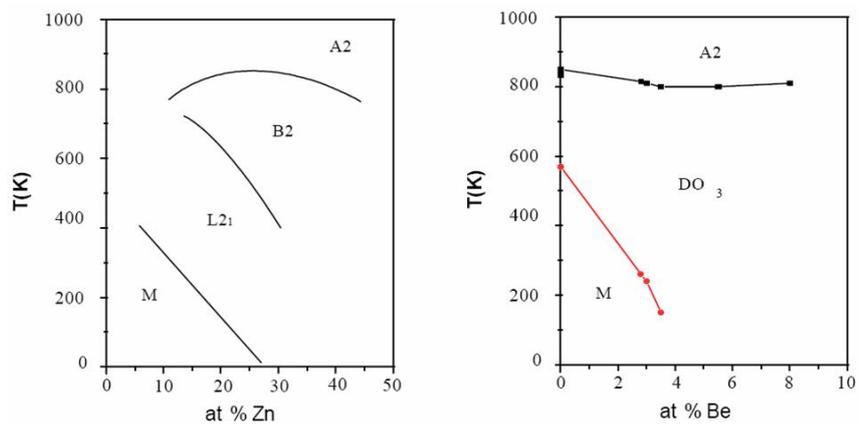


FIGURE 2.3.2 – Différentes structures cristallographiques de l'austénite.

FIGURE 2.3.3 – Diagrammes de phase partiels du  $CuZnAl$  et du  $CuAlBe$  mettant en évidence les températures de transition d'ordre et la température de transition austénite-martensite [13].

est appelée « martensite ». Un AMF se caractérise par un diagramme d'état contrainte-température ( $\sigma, T$ ) qui indique, selon les valeurs de la contrainte  $\sigma$  et de la température  $T$ , si le matériau se trouve à l'état austénitique, martensitique ou biphasé (figure 2.4.1). La transformation de phase présente un phénomène d'hystérésis. Ainsi, les températures de transition de phase directe austénite à martensite (lignes pleines sur la figure 2.4.1) sont différentes de celles de la transformation inverse martensite à austénite (lignes en pointillé sur la figure 2.4.1). Ce diagramme met en évidence les *températures de transformation à contrainte nulle* conventionnellement notées  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$  et  $A_f$ . Le premier terme signifie « *martensite start* », le deuxième « *martensite finish* », le troisième « *austenite start* » et le dernier « *austenite finish* ».

A noter que les figures 2.3.1 et 2.3.3 dans la section précédente indiquaient une zone « *M* » (pour *Martensite*). Ces deux figures ne faisaient pas la distinction entre les quatre températures  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$  et  $A_f$ .

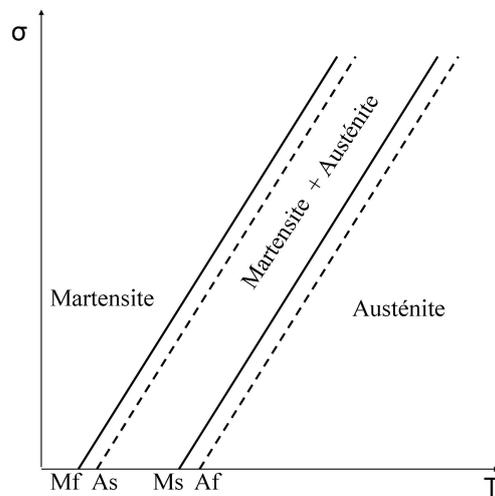


FIGURE 2.4.1 – Diagramme d'état dans le plan contrainte-température.

Pour terminer, notons que la phase martensite est aussi appelée « phase produit » ou « phase basse température », même si elle est obtenue par chargement mécanique.

## 2.5 Symétrie de la martensite

Tous les matériaux à mémoire de forme connus ont une phase austénitique à symétrie cubique *BCC*. La symétrie de la phase martensite dépend quant à elle de l'alliage :

- les AMF à transformation cubique-tétraogonale connus sont par exemple : *NiAl* [27, 26, 46], *NiMn* [3, 68], *NiZnCu* [83, 84], *NiZnSi* [83], *InTl* [52, 85], *InPb* [85, 67], *InCd* [85, 66], *FeNiC* [88], *FeCrC* [81], *FePt* [123, 50, 120], *FeAl* [125], *NiMnGa* [129] ;
- les AMF à transformation cubique-orthorhombique connus sont par exemple : *CuAlNi* [115], *CuAl* [128], *AuCd* [15], *AuCuZn* [15], *CuSn* [15], *TiNiCu*, *TiNiPd*, *TiNiCuPd*, *TiNiPt*, *TiNiAu*, *PtTi* [101] ;
- il existe deux types de transformation cubique-monoclinique, correspondant à des déplacements d'atomes différents. Une transformation austénite-martensite est une « brisure » de la symétrie cubique, au sens où il y a perte de certaines rotations laissant le réseau cubique invariant (voir la référence [97] pour plus de détails). Dans le cas de la transformation cubique-monoclinique, il y a deux manières de briser la symétrie cubique pour obtenir une symétrie monoclinique. Sans entrer dans le détail, on parle de transformations cubique-monoclinique de type « *cubic axis* » et de type « *face diagonal* ». Le premier cas est obtenu par exemple dans des alliages *CuZnAl*, *CuZnCuZnBe*, *CuZnGa*, *CuAlZnMn* [10]. Le second cas est obtenu dans des alliages *TiNiTa* [28], *TiNi* [98], *TiNiHf* [58]... A noter que dans ce second cas, le passage de la phase cubique à la phase monoclinique se fait à l'aide d'une phase transitoire de structure rhomboédrique, dite phase *R* [122, 75].

Toutefois, dans beaucoup de cas, la symétrie de la martensite varie aussi pour un type d'alliage donné en fonction de sa composition chimique. C'est le cas par exemple des alliages *CuAlNi* (voir figure 2.5.1). En fonction

des quantités de nickel et d'aluminium, la martensite peut être à symétrie orthorhombique (phase  $\gamma'_3$ ), ou à symétrie monoclinique *cubic axis* (phase  $\beta'_3$ ), ou encore présenter les deux types de symétries.

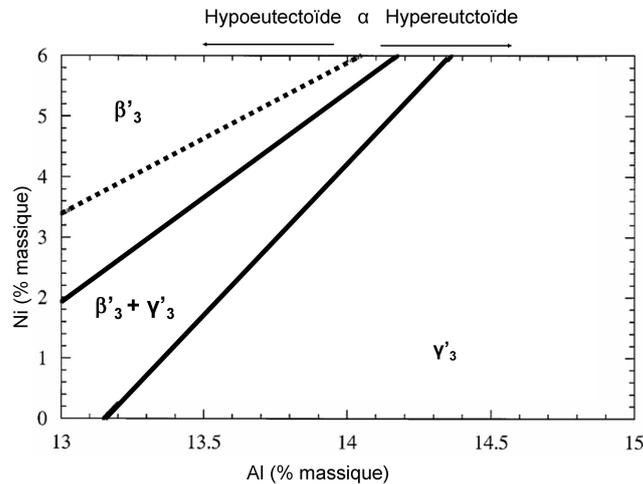


FIGURE 2.5.1 – Diagramme de phase d'un alliage  $CuAlNi$  [99]. Illustration que la symétrie de la martensite peut varier en fonction de la composition chimique de l'alliage (orthorhombique  $\gamma'_3$  ou symétrie monoclinique *cubic axis*  $\beta'_3$ ).

## 2.6 Déplacements des atomes lors de la transformation austénite → martensite

Cette section illustre la manière dont se déplacent les atomes lors du passage de la phase austénite à la phase martensite. Dans tout ce qui suivra, on ne distinguera pas les différents atomes constituant l'alliage ( $Cu$  ou  $Zn$  par exemple). On considérera donc que le paramètre de maille  $a_0$  de l'austénite est celui des ordres  $A2$  ou  $B2$  (voir Section 2.3).

La phase austénite est l'état référence. Deux plans atomiques sont définis dans ce réseau : le plan  $A1$  et le plan  $B1$  (voir figure 2.6.1-a). La normale à ces deux plans est  $[101]$ . La figure montre aussi l'empilement des deux plans  $A1$  et  $B1$  en vue de dessus. Les atomes  $y$  sont représentés par des sphères de dimension égale. Le plan  $A1$  correspond aux sphères blanches, et le plan  $B1$  correspond aux sphères grisées. Si l'on considère les centres des atomes, on peut mettre en évidence sur la même figure, un angle de  $70,52^\circ$ , qui sera modifié lors de la transition de phase.

La phase austénite est constituée de l'empilement de ces deux plans  $A1$  et  $B1$  selon la séquence  $A1/B1/A1/B1...$ . La figure 2.6.1-b montre à titre illustratif un empilement de six plans.

Lors de la transformation de phase austénite → martensite, il se produit un déplacement des atomes. Le mécanisme de base est une *compactification* des plans  $A1$  et  $B1$ . La figure 2.6.2-a montre la compactification du plan  $A1$  par exemple (le mécanisme est le même pour le plan  $B1$ ). On voit que l'angle de  $70,52^\circ$  mis en évidence dans l'austénite passe à  $60^\circ$  dans la martensite. De ce phénomène de compactification, il s'ensuit un « décalage » ou « glissement » des plans  $A1$  et  $B1$  suivant la direction  $[10-1]$  (voir figure 2.6.2-b). Ces glissements peuvent se faire dans deux directions : à gauche (+) ou à droite (-). L'illustration sur la figure 2.6.2-b correspond à une séquence + - + - + ...

La séquence périodique de décalages + et - caractérise la symétrie de la martensite. A titre d'exemple :

- la séquence + - + - + - + - + ... produit une martensite orthorhombique. La figure 2.6.3 montre la maille orthorhombique : elle se visualise par une séquence élémentaire de deux décalages + - . Les trois paramètres

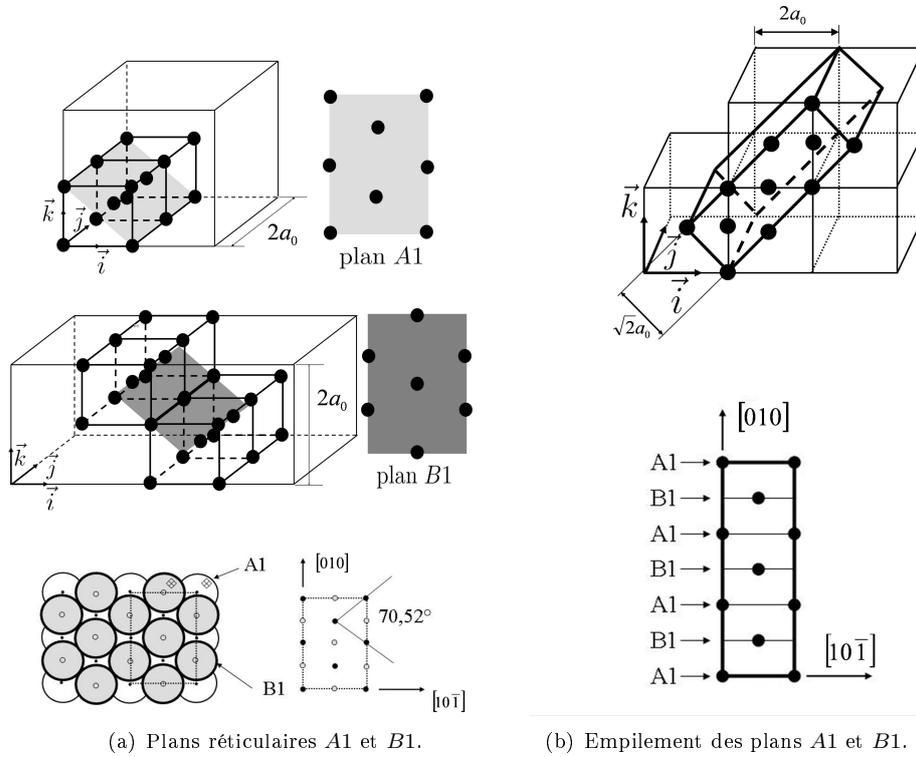


FIGURE 2.6.1 – Visualisation des atomes dans la phase cubique austénitique.

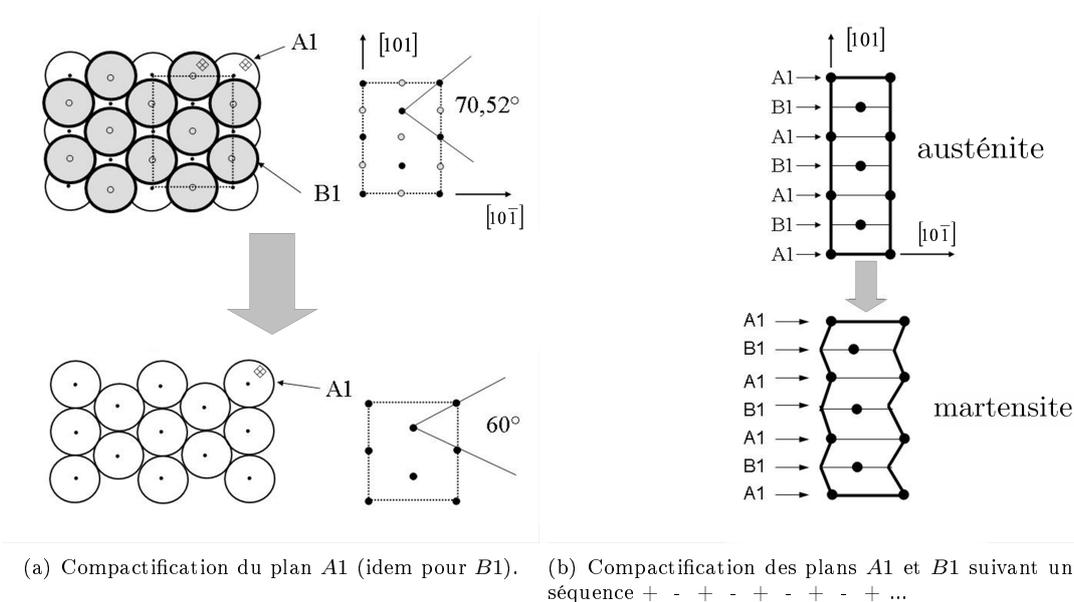


FIGURE 2.6.2 – Schématisation des mécanismes de changement de phase.

## 2.6. DÉPLACEMENTS DES ATOMES LORS DE LA TRANSFORMATION AUSTÉNITE → MARTENSITE 27

- $a$ ,  $b$  et  $c$  de la maille orthorhombique sont indiqués sur la figure. La martensite orthorhombique est souvent notée  $2H$  : le « 2 » fait allusion à la séquence élémentaire de « deux décalages » ; le « H » fait allusion au fait que chacun des plans A1 et B1 compactifiés forment un réseau plan hexagonal.
- la séquence + + - + + - + + - ... produit une martensite monoclinique *cubic axis*. La figure 2.6.4 montre la maille monoclinique : elle se visualise par une séquence élémentaire de six décalages. La martensite monoclinique est souvent notée  $6M$  : le « 6 » fait allusion à une séquence élémentaire de six décalages ; le « M » fait allusion à la symétrie de la martensite. On notera que les désignations usuelles ne suivent pas toujours la même logique, révélant en fait une évolution dans la compréhension des mécanismes de transformation. On trouve aussi d'autres désignations de cette martensite monoclinique ( $18R$ ,  $M18R...$ ), mais il n'est pas utile dans ce travail de rentrer dans le détail de leurs significations.

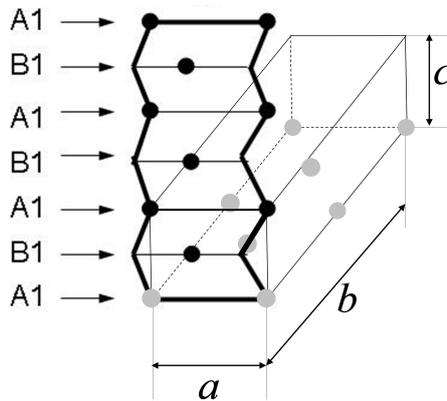


FIGURE 2.6.3 – Phase martensitique  $2H$ . Les atomes grisés appartiennent au plan réticulaire A1.

Ainsi, avec différentes séquences d'empilement, on peut obtenir différentes symétries cristallines de martensite. En fait, seule la transformation cubique-tétraгонаle correspond à un mécanisme sensiblement différent, non décrit ici.

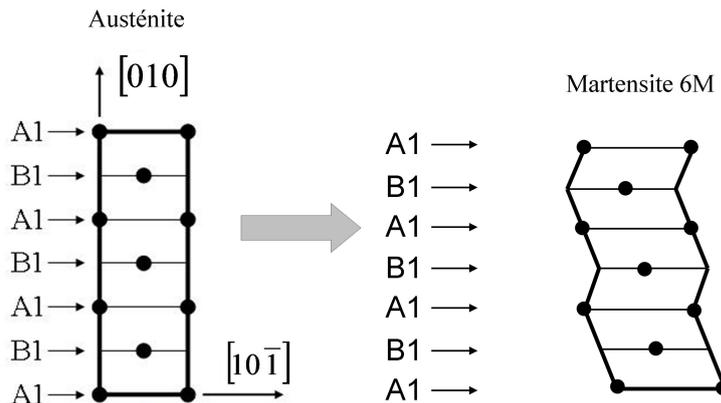


FIGURE 2.6.4 – Schématisation des mécanismes de changement de phase. Transformation de l'austénite en martensite  $6M$ .

### Remarque

Du fait de la symétrie de la phase austénite (symétrie cubique), on comprend aisément que les déplacements d'atomes peuvent se produire de manière « cristallographiquement équivalente » dans différentes directions. Il résulte de cela que, à partir d'un même (mono)cristal d'austénite, il existe ce que l'on appelle différentes *variantes de martensite*. Ces variantes de martensite ont le même système cristallin et les mêmes paramètres de maille ; toutefois les différents réseaux cristallins obtenus ont des orientations différentes dans l'espace par rapport au cristal d'austénite initial. Le chapitre suivant intégrera cette notion dans un cadre mathématique pour la modélisation des microstructures martensitiques.

## 2.7 Conclusion

Dans ce chapitre ont été présentées différentes notions sur la cristallographie et la métallurgie des AMF qui seront utiles dans la suite de ce travail. Notamment, les mouvements d'atomes permettant de passer de la phase austénite à la phase martensite ont été présentés. Ces déplacements permettront de définir la déformation du milieu continu équivalent au matériau. La notion de variante de martensite a été introduite comme une conséquence de la symétrie de la phase mère austénite. Le chapitre suivant montre comment est utilisée cette « déformation du cristal d'austénite » pour modéliser des microstructures martensitiques (assemblage géométrique de la phase austénite et des variantes de martensite).

## Chapitre 3

# Rappels sur la modélisation des microstructures martensitiques

### 3.1 Introduction

La transformation austénite-martensite est une transition de phase solide-solide. Cette transition est dite du « premier ordre », ayant pour conséquence que les deux phases austénite et martensite peuvent coexister (voir la figure 2.4.1 du chapitre précédent). Une « microstructure martensitique » est une organisation spatiale des phases austénite et martensite au sein d'un échantillon. La modélisation des microstructures martensitiques est basée sur la notion de « compatibilité cristallographique » entre les phases. Cette compatibilité cristallographique traduit simplement la continuité du champ de déplacement au niveau des interfaces entre les phases/variantes.

Dans les alliages à mémoire de forme (AMF), la transition austénite-martensite est réversible. Pour comprendre les phénomènes, des travaux fondamentaux ont été réalisés dans les années 50 à 80 en posant les bases cinématiques des transformations martensitiques réversibles. Des microstructures simples ont été décrites [22, 126, 23, 100, 47, 65, 95, 12]. Ensuite, de nombreuses approches ont prolongé ces travaux en étudiant la morphologie de microstructures plus complexes qui ont été reconnues comme favorables au caractère réversible des transformations martensitiques [15, 16, 102, 17, 11, 56, 96, 55, 57, 58, 62, 60, 59, 97, 18, 10, 111, 109]. Le présent travail se place dans cette lignée de pensée. Ce chapitre rappelle les notions théoriques associées aux différents concepts qui seront utilisés par la suite.

La section 3.2 sera tout d'abord consacrée à des rappels sur les grandes transformations, car certaines de ces notions sont utiles pour la modélisation des microstructures martensitiques.

La section 3.3 portera sur la notion mathématique de « variantes de martensite ». Il est important de noter que deux approches existent dans la littérature pour ce concept. Les approches diffèrent en fait par l'échelle de description de la phase martensite.

- à l'échelle « mésoscopique » : une variante de martensite est une zone martensitique cristallographiquement compatible avec la phase austénite. L'interface entre l'austénite et la martensite est un plan, appelé « plan d'habitat ». A partir d'un monocristal d'austénite, le nombre de variantes de martensite possibles est de 24. Nous n'utiliserons pas cette définition dans la présente étude.
- à l'échelle « microscopique » : une variante de martensite est la structure cristalline obtenue par la brisure de symétrie d'un cristal d'austénite (dont la symétrie est cubique, voir chapitre précédent). C'est cette notion qui est utilisée dans le présent travail. Voir les références [97, 18] et les références incluses pour une description mathématique complète de cette notion.

La section 3.4 est consacrée à l'équation de compatibilité cristallographique, appelée également « équation de Hadamard » [97]. Les sections suivantes sont consacrées à des microstructures particulières qui sont étudiées grâce à la notion de compatibilité cristallographique.

Il est nécessaire de préciser que le cadre de la présente étude se limitera à deux types transformations de phase : cubique-tétraгонаle et cubique-orthorhombique.

## 3.2 Cinématique en grandes déformations

Les matériaux métalliques sont des milieux discrets, au sens où les atomes occupent des emplacements dans l'espace selon un réseau cristallin. La modélisation qui va suivre fait coïncider un milieu continu *abstrait* sur le milieu discret, en prenant comme état de référence le réseau cristallin de l'austénite non déformée. Lors d'une transformation martensitique, les atomes se déplacent de manière importante (ce qui conduit au changement de symétrie cristalline). Le cadre des grandes déformations est alors nécessaire pour la modélisation des phénomènes.

### 3.2.1 Gradient de déformation $F$

La figure 3.2.1 schématise le passage d'un solide d'une configuration initiale à une configuration déformée. A un instant  $t = 0$ , le milieu continu occupe un domaine  $C_0$  dans un repère galiléen. Le vecteur  $\vec{x}_0$  est le vecteur position d'un point  $P_0$  appartenant à  $C_0$ . Suite à une déformation, le milieu occupe un domaine  $C(t)$  et  $\vec{x}$  est le nouveau vecteur position du point  $P$  appartenant à  $C(t)$ . La transformation se traduit par l'expression suivante, où  $\vec{u}$  est le vecteur déplacement du point  $P_0$  :

$$\vec{x}(\vec{x}_0, t) = \vec{x}_0 + \vec{u}(\vec{x}_0, t) \quad (3.2.1)$$

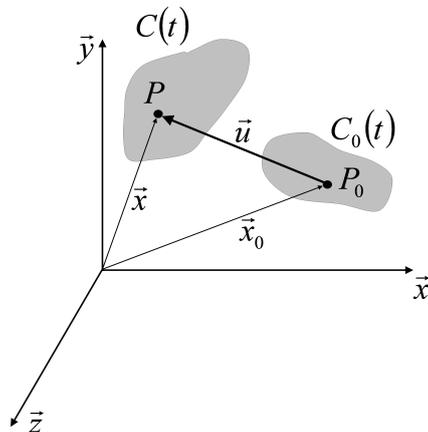


FIGURE 3.2.1 – Passage d'une configuration initiale à une configuration déformée.

Le tenseur « gradient de déformation »  $F$  est défini comme suit :

$$F = \frac{\partial \vec{x}}{\partial \vec{x}_0} \quad (3.2.2)$$

Le déterminant de  $F$  est positif si l'on considère qu'il n'est pas possible d'avoir un retournement de la matière. Le tenseur  $F$  est inversible.

### 3.2.2 Tenseur de déformation pure $U$

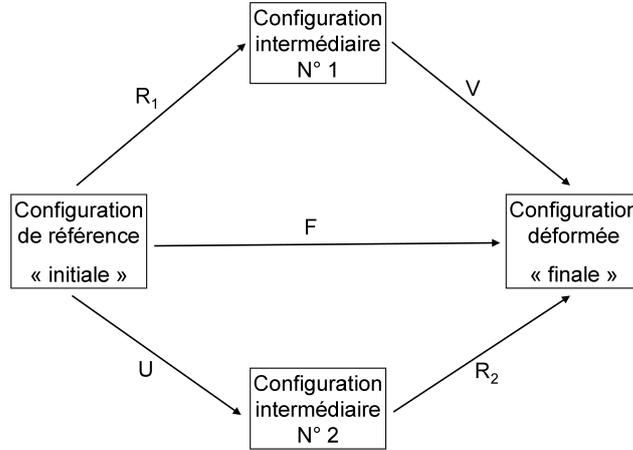
Pour passer d'une configuration à une autre, la figure 3.2.2 illustre qu'il y a deux manières de décomposer le gradient de déformation :  $F = V R_1 = R_2 U$ . Les tenseurs  $U$  et  $V$  sont nommés respectivement « tenseur des déformations à droite » et « tenseur des déformations à gauche ». Les tenseurs  $R_1$  et  $R_2$  sont des rotations et  $R_1 = R_2 = R$ . Les tenseurs  $U$  et  $V$  sont des **déformations pures**. Les directions propres de  $U$  sont les directions principales de la déformation.

Dans la suite de ce travail, seule la décomposition utilisant le tenseur des déformations à droite  $U$  sera utilisée. Le tenseur  $F$  sera alors écrit :

$$F = R U \quad (3.2.3)$$

Cette décomposition est unique. La rotation  $R$  s'obtient par substitution dans l'équation 3.2.4 après avoir calculé le tenseur des déformations à droite  $U$  grâce à :

$$U = \sqrt{F^T F} \quad (3.2.4)$$

FIGURE 3.2.2 – Décompositions possibles du gradient de la transformation  $F$ .

Dans tout ce qui suivra, on associera la notion de variantes de martensite au tenseur des déformations à droite  $U$  associée à une transformation martensitique. L'aspect « multiplicité des variantes de martensite » est introduit dans la section suivante.

### 3.3 Variantes de martensite $U$

Cette section introduit progressivement la notion de variantes de martensite, en soulignant leur niveau de multiplicité et de relation de symétrie.

#### 3.3.1 Déformation $U$ associée à une martensite

L'état de référence de la matière sera le cristal d'austénite (cubique) non déformé. Le gradient de déformation correspondant s'écrit donc  $F_{aust} = I$  où  $I$  est le tenseur identité. Dans tout ce qui suit, la base vectorielle dans laquelle seront écrites toutes les grandeurs vectorielles et matricielles correspond au repère orthonormé formé par les axes parallèles aux arêtes du cube formant la maille cubique.

Lors du changement de phase, les atomes se déplacent (ce qui change la symétrie du cristal). Le gradient de déformation associé s'écrit alors  $F_{mart} = R U$ . Suivant la symétrie de la phase martensitique (voir chapitre précédent), il peut être montré que le tenseur  $U$  prend des formes particulières. Dans le présent travail, seules les deux transformations suivantes seront étudiées : cubique-tétraгонаle et cubique-orthorhombique.

Pour la transformation cubique-tétraгонаle, le tenseur  $U$  prend la forme suivante [15, 62, 97, 18] :

$$U = \begin{pmatrix} \eta_2 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_1 \end{pmatrix} \quad (3.3.1)$$

où les grandeurs  $\eta_1$  et  $\eta_2$  sont les deux paramètres de transformation (sans unité) correspondant aux rapports entre les deux paramètres de la maille tétraгонаle et le paramètre de la maille cubique, respectivement notés  $a, b$  et  $a_0$ . Les paramètres de transformation s'écrivent :

$$\eta_1 = \frac{a}{a_0}, \quad \eta_2 = \frac{b}{a_0}.$$

A titre d'exemple, pour l'alliage  $NiMn_{49,4}$  [15], la matrice  $U$  s'écrit :

$$U = \begin{pmatrix} 1,1941 & 0 & 0 \\ 0 & 0,9118 & 0 \\ 0 & 0 & 0,9118 \end{pmatrix}$$

Pour la transformation cubique-orthorhombique, le tenseur  $U$  a la forme suivante [15, 57, 62, 59, 97, 18] :

$$U = \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 & \frac{\alpha-\gamma}{2} \\ 0 & \beta & 0 \\ \frac{\alpha-\gamma}{2} & 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix} \quad (3.3.2)$$

où les grandeurs  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  sont les trois paramètres de transformation correspondant aux rapports entre les trois paramètres de la maille orthorhombique et le paramètre de la maille cubique, respectivement notés :  $a, b, c$  et  $a_0$ . Les paramètres de transformation s'écrivent :

$$\alpha = \frac{\sqrt{2}a}{a_0}, \quad \beta = \frac{b}{a_0}, \quad \gamma = \frac{\sqrt{2}c}{a_0}.$$

A titre d'exemple, pour l'alliage  $CuAl_{13,95}Ni_{3,93}$  [15], la matrice  $U$  s'écrit :

$$U = \begin{pmatrix} 1,04245 & 0 & 0,01945 \\ 0 & 0,9178 & 0 \\ 0,01945 & 0 & 1,04245 \end{pmatrix}$$

### 3.3.2 Multiplicité des variantes de martensite

La phase austénitique (cubique) reste invariante pour un certain nombre de rotations. Notons  $R_\theta^{axe}$  une matrice de rotation où  $\theta$  est la valeur de l'angle de rotation et où  $axe$  est l'axe autour duquel se fait la rotation. L'axe sera classiquement écrit par ses indices cristallographiques dans la base cubique, et indiqué entre crochets. On peut déterminer le groupe des rotations  $\nu_1$  (appelé *groupe ponctuel*) qui transforme le réseau cubique en lui-même [97, 18] :

$$\nu_1 = I, R_\pi^{[100]}, R_\pi^{[010]}, R_\pi^{[001]}, R_\pi^{[01\bar{1}]}, R_\pi^{[011]}, R_{3\pi/2}^{[100]}, R_{\pi/2}^{[100]}, R_{2\pi/3}^{[11\bar{1}]}, R_{4\pi/3}^{[111]}, R_{2\pi/3}^{[1\bar{1}1]}, R_{4\pi/3}^{[1\bar{1}\bar{1}]}, R_\pi^{[1\bar{1}0]}, R_{\pi/2}^{[001]}, R_{3\pi/2}^{[001]}, R_\pi^{[110]}, R_{2\pi/3}^{[111]}, R_{4\pi/3}^{[1\bar{1}1]}, R_{2\pi/3}^{[1\bar{1}\bar{1}]}, R_{4\pi/3}^{[11\bar{1}]}, R_\pi^{[10\bar{1}]}, R_{3\pi/2}^{[010]}, R_\pi^{[101]}, R_{\pi/2}^{[010]}. \quad (3.3.3)$$

De même, il existe un groupe de rotations  $\nu_2$  qui laisse invariant le réseau de martensite.

Par exemple pour une martensite à symétrie tétragonale, ce groupe est :

$$\nu_2 = 1, R_\pi^{[100]}, R_\pi^{[010]}, R_\pi^{[001]}, R_\pi^{[011]}, R_\pi^{[01\bar{1}]}, R_{\pi/2}^{[100]}, R_{3\pi/2}^{[100]}. \quad (3.3.4)$$

Pour une martensite à symétrie orthorhombique, ce groupe est :

$$\nu_2 = 1, R_\pi^{[100]}, R_\pi^{[010]}, R_\pi^{[001]}. \quad (3.3.5)$$

En pratique, ceci traduit le fait qu'un cristal d'austénite produit *plusieurs* variantes de martensite. Ce nombre de variantes est égal au rapport entre les nombres d'éléments de  $\nu_1$  et  $\nu_2$ . Le nombre de variantes distinctes pour une martensite à symétrie tétragonale est donc égal à 3. Les variantes s'écrivent :

$$U_1 = \begin{pmatrix} \eta_2 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_1 \end{pmatrix}, U_2 = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_1 \end{pmatrix}, U_3 = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_2 \end{pmatrix}. \quad (3.3.6)$$

Le nombre de variantes distinctes pour une martensite à symétrie orthorhombique est égal à 6. Les variantes s'écrivent :

$$U_1 = \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 & \frac{\alpha-\gamma}{2} \\ 0 & \beta & 0 \\ \frac{\alpha-\gamma}{2} & 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix}, U_2 = \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 & \frac{-\alpha+\gamma}{2} \\ 0 & \beta & 0 \\ \frac{-\alpha+\gamma}{2} & 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix}, U_3 = \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & \frac{\alpha-\gamma}{2} & 0 \\ \frac{\alpha-\gamma}{2} & \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix}, \\ U_4 = \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & \frac{-\alpha+\gamma}{2} & 0 \\ \frac{-\alpha+\gamma}{2} & \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix}, U_5 = \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} & \frac{\alpha-\gamma}{2} \\ 0 & \frac{\alpha-\gamma}{2} & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix}, U_6 = \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} & \frac{-\alpha+\gamma}{2} \\ 0 & \frac{-\alpha+\gamma}{2} & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix}. \quad (3.3.7)$$

### 3.3.3 Relations de symétrie entre les variantes de martensite

Pour une transformation de phase donnée, deux variantes de martensite  $U_i$  et  $U_j$  sont toujours reliées par un certain nombre de relations de symétrie [97, 18] :

$$U_j = R^T U_i R \quad (3.3.8)$$

	$U_1$	$U_2$	$U_3$
$I_d$	$U_1$	$U_2$	$U_3$
$R_\pi^{[100]}$	$U_1$	$U_2$	$U_3$
$R_\pi^{[010]}$	$U_1$	$U_2$	$U_3$
$R_\pi^{[001]}$	$U_1$	$U_2$	$U_3$
$R_\pi^{[01-1]}$	$U_1$	$U_3$	$U_2$
$R_\pi^{[011]}$	$U_1$	$U_2$	$U_3$
$R_{3\pi/2}^{[100]}$	$U_1$	$U_3$	$U_2$
$R_{\pi/2}^{[100]}$	$U_1$	$U_3$	$U_2$
$R_{2\pi/3}^{[11-1]}$	$U_2$	$U_3$	$U_1$
$R_{4\pi/3}^{[111]}$	$U_2$	$U_3$	$U_1$
$R_{2\pi/3}^{[1-11]}$	$U_2$	$U_3$	$U_1$
$R_{4\pi/3}^{[1-1-1]}$	$U_2$	$U_3$	$U_1$
$R_\pi^{[1-10]}$	$U_2$	$U_1$	$U_3$
$R_{\pi/2}^{[001]}$	$U_2$	$U_1$	$U_3$
$R_{3\pi/2}^{[001]}$	$U_2$	$U_1$	$U_3$
$R_\pi^{[110]}$	$U_2$	$U_1$	$U_3$
$R_{2\pi/3}^{[111]}$	$U_3$	$U_1$	$U_2$
$R_{4\pi/3}^{[1-11]}$	$U_3$	$U_1$	$U_2$
$R_{2\pi/3}^{[1-1-1]}$	$U_3$	$U_1$	$U_2$
$R_{4\pi/3}^{[11-1]}$	$U_3$	$U_1$	$U_2$
$R_\pi^{[10-1]}$	$U_3$	$U_2$	$U_1$
$R_{3\pi/2}^{[010]}$	$U_3$	$U_2$	$U_1$
$R_\pi^{[101]}$	$U_3$	$U_2$	$U_1$
$R_{\pi/2}^{[010]}$	$U_3$	$U_2$	$U_1$

TABLE 3.1 – Relations de symétrie entre les trois variantes de martensite lors d'une transformation cubique-tétragonale.

	$U_1$	$U_2$	$U_3$	$U_4$	$U_5$	$U_6$
$I_d$	$U_1$	$U_2$	$U_3$	$U_4$	$U_5$	$U_6$
$R_\pi^{[100]}$	$U_2$	$U_1$	$U_4$	$U_3$	$U_5$	$U_6$
$R_\pi^{[010]}$	$U_1$	$U_2$	$U_4$	$U_3$	$U_6$	$U_5$
$R_\pi^{[001]}$	$U_2$	$U_1$	$U_3$	$U_4$	$U_6$	$U_5$
$R_\pi^{[01-1]}$	$U_3$	$U_4$	$U_1$	$U_2$	$U_5$	$U_6$
$R_\pi^{[011]}$	$U_4$	$U_3$	$U_2$	$U_1$	$U_5$	$U_6$
$R_{3\pi/2}^{[100]}$	$U_4$	$U_3$	$U_1$	$U_2$	$U_6$	$U_5$
$R_{\pi/2}^{[100]}$	$U_3$	$U_4$	$U_2$	$U_1$	$U_6$	$U_5$
$R_{2\pi/3}^{[11-1]}$	$U_4$	$U_3$	$U_6$	$U_5$	$U_1$	$U_2$
$R_{4\pi/3}^{[111]}$	$U_3$	$U_4$	$U_5$	$U_6$	$U_1$	$U_2$
$R_{2\pi/3}^{[1-11]}$	$U_4$	$U_3$	$U_5$	$U_6$	$U_2$	$U_1$
$R_{4\pi/3}^{[1-1-1]}$	$U_3$	$U_4$	$U_6$	$U_5$	$U_2$	$U_1$
$R_\pi^{[1-10]}$	$U_5$	$U_6$	$U_3$	$U_4$	$U_1$	$U_2$
$R_{\pi/2}^{[001]}$	$U_6$	$U_5$	$U_4$	$U_3$	$U_1$	$U_2$
$R_{3\pi/2}^{[001]}$	$U_5$	$U_6$	$U_4$	$U_3$	$U_2$	$U_1$
$R_\pi^{[110]}$	$U_6$	$U_5$	$U_3$	$U_4$	$U_2$	$U_1$
$R_{2\pi/3}^{[111]}$	$U_5$	$U_6$	$U_1$	$U_2$	$U_3$	$U_4$
$R_{4\pi/3}^{[1-11]}$	$U_6$	$U_5$	$U_2$	$U_1$	$U_3$	$U_4$
$R_{2\pi/3}^{[1-1-1]}$	$U_6$	$U_5$	$U_1$	$U_2$	$U_4$	$U_3$
$R_{4\pi/3}^{[11-1]}$	$U_5$	$U_6$	$U_2$	$U_1$	$U_4$	$U_3$
$R_\pi^{[10-1]}$	$U_1$	$U_2$	$U_5$	$U_6$	$U_3$	$U_4$
$R_{3\pi/2}^{[010]}$	$U_2$	$U_1$	$U_6$	$U_5$	$U_3$	$U_4$
$R_\pi^{[101]}$	$U_1$	$U_2$	$U_6$	$U_5$	$U_4$	$U_3$
$R_{\pi/2}^{[010]}$	$U_2$	$U_1$	$U_5$	$U_6$	$U_4$	$U_3$

TABLE 3.2 – Relations de symétrie entre les six variantes de martensite lors d'une transformation cubique-orthorhombique.

où  $R = R_{angle}^{axe}$  est un élément du groupe ponctuel  $\nu_1$  de l'austénite (voir section précédente).

Les tableaux 3.1 et 3.2 répertorient respectivement toutes les relations existantes pour les transformations cubique-tétragonale et cubique-orthorhombique. Ces tableaux se lisent de la manière suivante :  $U_i$  est indiqué dans la ligne du haut du tableau ; la rotation est indiquée dans la colonne de gauche, et le  $U_j$  correspondant se trouve au croisement de la colonne et de la ligne. A titre d'exemple, comme l'illustre la figure 3.3.1 dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique,  $U_2$  est en relation de symétrie avec  $U_3$  par une rotation de  $\pi$  autour de l'axe  $[011]$ , ce qui se traduit par la relation :  $U_2 = (R_\pi^{[011]})^T U_3 R_\pi^{[011]}$ .

	$U_1$	$U_2$	$U_3$
$I_d$	$U_1$	$U_2$	$U_3$
$R_\pi^{[100]}$	$U_2$	$U_1$	$U_4$
$R_\pi^{[010]}$	$U_1$	$U_2$	$U_4$
$R_\pi^{[001]}$	$U_2$	$U_1$	$U_3$
$R_\pi^{[01-1]}$	$U_3$	$U_4$	$U_1$
$R_\pi^{[011]}$	$U_4$	$U_3$	$U_2$
$R_{3\pi/2}^{[100]}$	$U_4$	$U_3$	$U_1$
$R_{\pi/2}^{[100]}$	$U_3$	$U_4$	$U_2$

FIGURE 3.3.1 – Relation de symétrie entre les variantes de martensite  $U_2$  et  $U_3$ , lors d'une transformation cubique-orthorhombique. Extrait du tableau 3.2.

En pratique, ces relations de symétrie serviront plus tard à réduire le nombre de cas à étudier. Par exemple pour une transformation cubique-orthorhombique, une microstructure faisant intervenir les variantes  $U_1$  et  $U_3$  sera « cristallographiquement équivalente » au cas faisant intervenir les variantes  $U_2$  et  $U_4$  (cela est vu au travers de la rotation  $R_\pi^{[100]}$  dans le tableau 3.2).

### 3.4 Compatibilité cristallographique

A partir de cette section, la notation suivante sera utilisée : un vecteur unitaire s'écrira avec un « chapeau » (ex :  $\hat{n}$ ).

#### 3.4.1 Equation de compatibilité cristallographique

La modélisation des microstructures martensitiques est basée sur la notion de compatibilité cristallographique entre les phases/variantes. Cette compatibilité cristallographique traduit la continuité du champ de déplacement au niveau des interfaces entre les phases/variantes. Le problème est posé de la manière suivante : soit un monocristal d'austénite non déformé. Est-il possible qu'une partie de ce cristal se transforme de manière homogène sous l'action du gradient de déformation  $F_i$  et que l'autre se transforme sous l'action du gradient de déformation  $F_j$  ? Si oui, on démontre que l'interface entre les deux zones est alors un plan. Les deux gradients de déformation sont reliés par l'équation suivante (nommée « équation d'Hadarnard ») [12] :

$$F_j - F_i = a \otimes \hat{n} \quad (3.4.1)$$

dans laquelle :

- $\hat{n}$  est le vecteur unitaire normal à l'interface dans la configuration initiale non déformée (figure 3.4.1(a)),
- $a$  est un vecteur,
- l'opérateur  $\otimes$  correspond au produit tensoriel tel que la composante  $(i, j)$  est égale à  $a_i \hat{n}_j$ .

Dans la configuration déformée (figure 3.4.1-b), la normale à l'interface  $\hat{m}$  s'obtient par :

$$\hat{m} = F_i^{-T} \hat{n} = (F_j)^{-T} \hat{n} \quad (3.4.2)$$

#### 3.4.2 Résolution de l'équation de compatibilité

L'équation de compatibilité 3.4.1 n'a pas toujours de solution. Pour savoir si des solutions existent, il faut tout d'abord définir la matrice symétrique définie positive  $C$  suivante [12] :

$$C = (F_j F_i^{-1})^T (F_j F_i^{-1}) \quad (3.4.3)$$

On note  $\mu_1$ ,  $\mu_2$  et  $\mu_3$  les valeurs propres de  $C$  classées par ordre croissant :  $\mu_1 \leq \mu_2 \leq \mu_3$ .

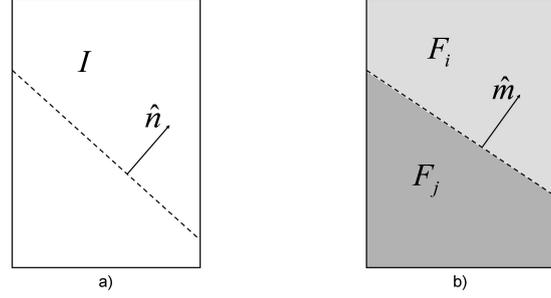


FIGURE 3.4.1 – (a) Etat initial : cristal d'austénite non déformé. (b) Configuration déformée par deux gradients de déformation.

### Théorème

L'équation de compatibilité 3.4.1 possède des solutions si et seulement si [12] :

$$0 < \mu_1 \text{ et } \mu_2 = 1 \quad (3.4.4)$$

Lorsque l'équation de compatibilité possède des solutions, celles-ci sont données par les équations 3.4.5 et 3.4.6, dans lesquelles  $\rho$  est une constante non nulle choisie telle que  $\hat{n}$  soit unitaire ;  $\hat{v}_1$  et  $\hat{v}_3$  sont les vecteurs propres de la matrice  $C$  correspondant respectivement aux valeurs propres  $\mu_1$  et  $\mu_3$ , et  $k = \pm 1$ . L'équation de compatibilité aura donc deux solutions, l'une pour  $k = +1$ , l'autre pour  $k = -1$ . On a alors :

$$\hat{n} = \frac{1}{\rho} \frac{\sqrt{\mu_3} - \sqrt{\mu_1}}{\sqrt{\mu_3} - \mu_1} (-\sqrt{1 - \mu_1} F_i^T \hat{v}_1 + k\sqrt{\mu_3 - 1} F_i^T \hat{v}_3) \quad (3.4.5)$$

$$a = \frac{\rho}{\sqrt{\mu_3} - \mu_1} (\sqrt{\mu_3(1 - \mu_1)} \hat{v}_1 + k\sqrt{\mu_1(\mu_3 - 1)} \hat{v}_3) \quad (3.4.6)$$

Rappelons que dans l'équation 3.4.5, le vecteur  $\hat{n}$  correspond à la normale unitaire à l'interface **dans la configuration non déformée**. Cette section a présenté l'équation qui est à la base de tous les développements qui vont suivre. Les sections suivantes montrent comment cette équation est utilisée pour étudier certaines microstructures.

## 3.5 Modélisation d'un *twin* de martensite

Un *twin* de martensite correspond à la compatibilité entre deux variantes de martensite. La planche photographique 3.5.1 en présente trois exemples. Cette microstructure s'observe à différentes échelles : nanométrique (figures 3.5.1-b et -c), micrométrique (figure 3.5.1-a) et parfois même millimétrique et centimétrique. Sur la figure 3.5.1-a est également montré le modèle associé au *twin*. La traduction française d'un *twin* est « macle ». Dans le but de maintenir une certaine cohérence à ce document, c'est le terme anglais qui sera utilisé dans toute la suite.

### 3.5.1 Equation de twinningage

Soit deux variantes de martensite  $U_i$  et  $U_j$  d'une transformation de phase donnée. Le *twin* entre ces deux variantes est modélisé par l'équation suivante [97, 18] :

$$R_{ij} U_j - U_i = a_{ij} \otimes \hat{n}_{ij} \quad (3.5.1)$$

dans laquelle les inconnues sont la rotation  $R_{ij}$ , le vecteur  $a_{ij}$ , et la normale unitaire au *plan de twinningage*  $\hat{n}_{ij}$  dans la configuration initiale. Cette équation possède zéro ou deux solutions (chacune définie par un trio  $(\hat{n}_{ij}, a_{ij}, R_{ij})$ ). Dans la suite, on notera  $(i : j)$  un *twin* entre deux variantes  $U_i$  et  $U_j$ .

### Remarque

Le lecteur aura peut-être noté que dans l'équation 3.5.1, il n'y a pas de rotation multiplicatrice devant la variante de martensite  $U_i$ . Celle-ci n'est en fait pas utile car l'équation de compatibilité est définie à une

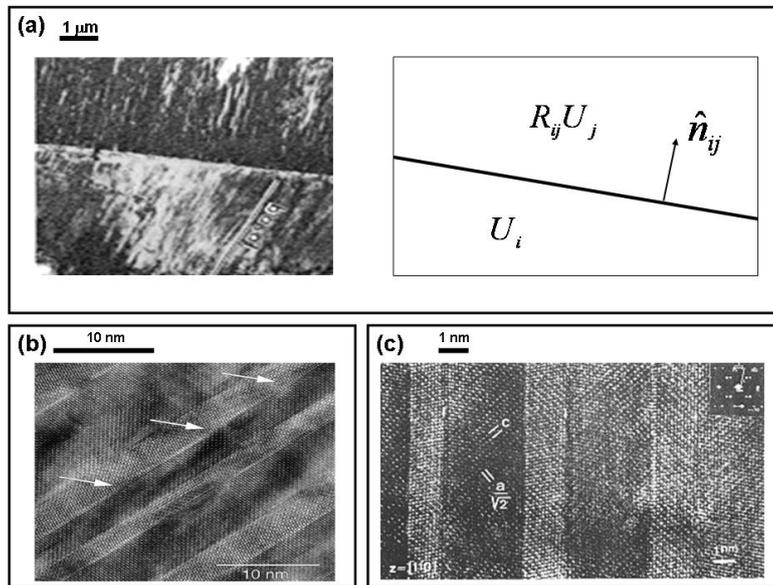


FIGURE 3.5.1 – (a) Twin de martensite dans un alliage  $CuZnAl$  [2] et sa schématisation dans la configuration initiale non déformée. Le vecteur  $\hat{n}_{ij}$  correspond à la normale au plan de twin avant la transformation de phase. (b), (c) Twins de martensite dans des alliages  $NiAl$  [106, 21].

rotation près. Une démonstration simple de cela peut être proposée. Si on avait écrit l'équation suivante :

$$R_j U_j - R_i U_i = a \otimes \hat{n}$$

elle deviendrait, en multipliant les deux membres par  $(R_i)^T$  :

$$R_i^T R_j U_j - R_i^T R_i U_i = R_i^T a \otimes \hat{n}$$

Comme  $R_i^T R_i = I$  (matrice identité) et en posant  $R_{ij} = R_i^T R_j$  et  $a_{ij} = R_i^T a$ , on retombe sur l'équation 3.5.1.

La section suivante décrira les solutions de l'équation de twinning 3.5.1. Ces solutions seront écrites dans la configuration initiale. Toutefois, on a aussi l'habitude d'écrire ces solutions dans la configuration déformée, de manière à les « visualiser » expérimentalement. En effet, le cristal d'austénite s'étant transformé en deux variantes de martensite, il n'est pas judicieux de donner les solutions dans le repère du cristal d'austénite si l'on veut comparer avec des mesures expérimentales. On définit classiquement la grandeur  $K_1$ , correspondant à la normale au plan de twinning dans la configuration déformée [15]. Grâce à la relation 3.4.2, la normale au plan de twinning s'obtient par :

$$K_1 = U_i^{-T} \hat{n}_{ij} = (R_{ij} U_j)^{-T} \hat{n}_{ij} \quad (3.5.2)$$

### 3.5.2 Résolution d'une équation de twinning

Les solutions de l'équation de twinning 3.5.1 s'obtiennent grâce aux formules de la section 3.4.2. L'équation possède soit zéro, soit deux solutions. Lorsque les deux variantes  $U_i$  et  $U_j$  sont reliées par *au moins une* rotation d'angle  $\pi$  parmi les rotations de l'austénite  $\nu_1$  au travers de

la relation de symétrie 3.3.8, l'équation de twinnage possède toujours deux solutions. On notera que l'on est **toujours dans ce cas** pour les transformations **cubique-tétragonale** et **cubique-orthorhombique**.

Les deux solutions sont dites l'une de **type I** et l'autre de **type II** [62]. On note  $\hat{p}$  le vecteur unitaire correspondant à l'axe de rotation d'angle  $\pi$  tel que  $U_j = (R_\pi^{\hat{p}})^T U_i R_\pi^{\hat{p}}$ . Les deux solutions s'écrivent alors :

$$\text{Solution de type I} \begin{cases} \hat{n}^I = \hat{p} \\ a^I = 2\left(\frac{U_i^{-1}}{|U_i^{-1}\hat{p}|^2} - U_i\hat{p}\right) \\ R_{ij}^I = (-I_d + \frac{2}{|U_i^{-1}\hat{p}|^2} U_i^{-1}\hat{p} \otimes U_i^{-1}\hat{p}) R_\pi^{\hat{p}} \end{cases} \quad (3.5.3)$$

$$\text{Solution de type II} \begin{cases} \hat{n}^{II} = \frac{2}{\rho}\left(\hat{p} - \frac{U_i^2\hat{p}}{|U_i^2\hat{p}|^2}\right) \\ a^{II} = \rho U_i\hat{p} \\ R_{ij}^{II} = (-I_d + \frac{2}{|U_i\hat{p}|^2} U_i\hat{p} \otimes U_i\hat{p}) R_\pi^{\hat{p}} \end{cases} \quad (3.5.4)$$

où  $\rho$  est une constante non nulle de telle façon que  $\hat{n}$  (dans le cas du twin de type II) soit unitaire.

### 3.5.3 Types de *twins*

Deux cas peuvent se présenter :

1. dans le cas où les deux variantes  $U_i$  et  $U_j$  sont reliées par *une seule* rotation d'angle  $\pi$  parmi les rotations de l'austénite du groupe ponctuel  $\nu_1$  au travers de la relation de symétrie 3.3.8, les deux solutions sont distinctement de type I et de type II. La solution de type I donne un plan de twinnage passant par des atomes communs aux deux variantes composant le twin. Les indices du plan de twinnage sont alors « rationnels » (ex : (0 1 2), (3 5 2)...). La solution de type II donne un plan de twinnage « irrationnel » ne passant pas par des atomes communs aux deux variantes (ex : (0, 266... 1, 003... 2, 124...));
2. dans le cas où les deux variantes sont reliées par *au moins deux* rotations d'angle  $\pi$  parmi les rotations de l'austénite  $\nu_1$ , les deux solutions sont dites « compound ». Les indices des deux plans de twinnage sont rationnels. Il ne faut plus parler dans ce cas de type I ou II.

Il n'y a pas lieu de parler des autres cas car dans le cas des deux transformations qui sont traitées dans ce travail (cubique-tétragonale et cubique-orthorhombique), n'importe quelle variante est toujours reliée à une autre variante par au moins une rotation d'angle  $\pi$  parmi les rotations de l'austénite  $\nu_1$ . Pour plus de détails, le lecteur pourra consulter la référence [62].

### 3.5.4 Familles de *twins* cristallographiquement équivalents

La démonstration suivante montre qu'il existe des familles de twins cristallographiquement équivalents, au sens où on ne peut pas les différencier expérimentalement. Ceci vient du fait que les variantes de martensite associées à une transformation de phase sont liées par des relations de symétrie.

Soit une solution au twin ( $i : j$ ) : s'il existe une rotation  $Q$  appartenant au groupe  $\nu_1$  des rotations laissant invariant le réseau cubique tel que  $U_k = Q^T U_i Q$  et  $U_l = Q^T U_j Q$ , alors la

solution du twin pour la paire  $(k : l)$  existe et peut être déduite de la solution pour la paire  $(i : j)$  par :  $\hat{n}_{kl} = Q^T \hat{n}_{ij}$  et  $R_{kl} = Q^T R_{ij} Q$  et  $a_{kl} = Q^T a_{ij}$ .

### Démonstration

On suppose qu'il existe une solution pour l'équation (3.5.1). On a alors  $R_{ij}U_j - U_i = a_{ij} \otimes \hat{n}_{ij}$ . En multipliant à gauche par  $Q^T$  et à droite par  $Q$ , on obtient :

$$\begin{aligned} Q^T(R_{ij}U_j)Q - Q^T(U_i)Q &= Q^T(a_{ij} \otimes \hat{n}_{ij})Q \\ Q^T R_{ij}(QQ^T)U_jQ - Q^T(U_i)Q &= (Q^T a_{ij}) \otimes (Q^T \hat{n}_{ij}) \\ (Q^T R_{ij}Q)(Q^T U_jQ) - Q^T(U_i)Q &= (Q^T a_{ij}) \otimes (Q^T \hat{n}_{ij}) \end{aligned}$$

Si l'on pose :

$$\begin{cases} R_{kl} = Q^T R_{ij} Q \\ \hat{n}_{kl} = Q^T \hat{n}_{ij} \\ a_{kl} = Q^T a_{ij} \end{cases}$$

on obtient  $R_{kl} U_l - U_k = a_{kl} \otimes \hat{n}_{kl}$ , qui est l'équation du twin  $(k : l)$ .

### Famille de *twins* cubique-tétragonal

Tous les *twins* cubique-tétragonal (C-T) appartiennent à la même famille et sont tous de type compound.

$$S_{\text{compound}}^{\text{C-T}} = \{(1 : 2), (1 : 3), (2 : 3)\}. \quad (3.5.5)$$

Cette famille s'obtient facilement à l'aide du tableau 3.1. Evidemment, il n'y a pas lieu de différencier le twin  $(i, j)$  du twin  $(j, i)$ .

### Familles de *twins* cubique-orthorhombique

A l'aide du tableau 3.2, on montre que les *twins* cubique-orthorhombique (C-O) se répartissent en deux familles. L'une contient des *twins* de type compound et l'autre des *twins* de type I et II :

$$\begin{aligned} S_{\text{compound}}^{\text{C-O}} &= \{(1 : 2), (3 : 4), (5 : 6)\}, \\ S_{\text{type I, II}}^{\text{C-O}} &= \left\{ \begin{array}{l} (1 : 3), (1 : 4), (1 : 5), (1 : 6), (2 : 3), (2 : 4), \\ (2 : 5), (2 : 6), (3 : 5), (3 : 6), (4 : 5), (4 : 6) \end{array} \right\}. \end{aligned} \quad (3.5.6)$$

## 3.6 Modélisation d'un plan d'habitat

Un plan d'habitat est une interface plane entre la phase austénite et la phase martensite. Deux cas sont possibles et sont décrits successivement ci-dessous.

### 3.6.1 Plan d'habitat avec une seule variante de martensite

Dans un premier cas, la zone martensitique est constituée d'une seule variante de martensite. Pour qu'il y ait compatibilité entre l'identité  $I$  et une variante  $U_i$ , il faut que la deuxième valeur propre de  $U_i$  soit égale à un (voir théorème section 3.4. Si on note  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$  et  $\lambda_3$  les trois valeurs propres de  $U_i$ , classées par ordre croissant, la condition est donc [62] :

$$\lambda_2 = 1 \quad (3.6.1)$$

La microstructure est alors modélisée par l'équation suivante :

$$R_{i/A} U_i - I = b_{i/A} \otimes \hat{m}_{i/A} \quad (3.6.2)$$

dans laquelle les indices  $i/A$  signifient que le plan d'habitat existera entre l'austénite et la variante de martensite  $i$ .

Cette microstructure existe dans certains matériaux (les  $CuZnAl$  par exemple, voir figure 3.6.1) ayant une transformation cubique-monoclinique. Pour la transformation cubique-orthorhombique, des travaux récents ont été menés dans le but de fabriquer des alliages se rapprochant de cette relation  $\lambda_2 = 1$  : voir les références [63, 37, 132, 41]. Ces références s'intéressent à cette relation car il est en effet démontré et validé expérimentalement que plus  $\lambda_2$  se rapproche de un, plus l'hystérésis de la transformation de phase diminue, et en conséquence, la durée de vie de l'AMF augmente (du point de vue de la « fatigue » associée à la transformation de phase) [64, 51, 82].

Dans le présent travail, on ne traitera pas ce cas  $\lambda_2 = 1$ .

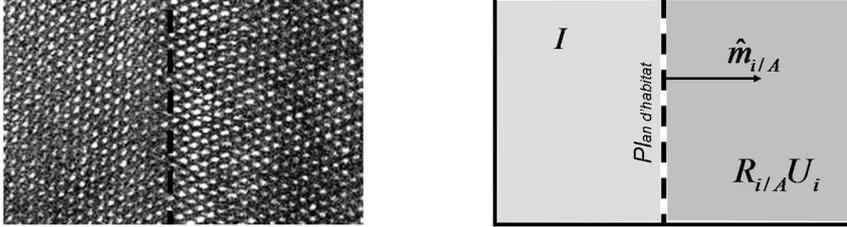


FIGURE 3.6.1 – Plan d'habitat entre l'austénite avec une seule variante de martensite. À gauche : image faite au microscope électronique à transmission montrant les atomes de part et d'autre du plan d'habitat dans un  $CuZnAl$  [74]. À droite : modèle associé à la microstructure.

### 3.6.2 Plan d'habitat avec un *twin* de martensite

S'il n'y a pas compatibilité entre l'austénite et une variante de martensite ( $\lambda_2 \neq 1$ ), la compatibilité au niveau du plan d'habitat se fait grâce à deux variantes de martensite (voir figure 3.6.2-a). La zone martensitique est constituée par conséquent, de fines lamelles de variantes twinées ( $U_i/U_j/U_i/U_j/U_i/\dots$ ). La proportion d'une variante par rapport à l'autre est telle qu'en moyenne [62], l'austénite est compatible avec la zone martensitique. Cette microstructure peut être schématisée comme l'indique la figure 3.6.2-b. Très localement, il existe en fait une « zone de transition » séparant l'austénite de la martensite. Il y est observé de légères déformations élastiques pour accommoder localement le passage de l'austénite à chacune des deux variantes de martensite.

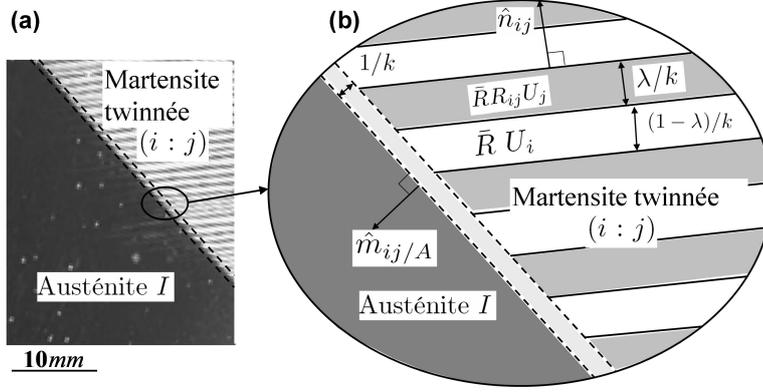


FIGURE 3.6.2 – Plan d’habitat avec un twin de martensite. (a) Micrographie. (b) Schématisation, où  $\lambda$  est la proportion de variante  $j$  dans la zone twinnée  $(i : j)$ .

Cette microstructure est modélisée par le système d’équations suivant, où les inconnues sont  $R_{ij}$ ,  $a_{ij}$ ,  $\hat{n}_{ij}$ ,  $\bar{R}$ ,  $\lambda$ ,  $b_{ij/A}$  et  $\hat{m}_{ij/A}$  [12, 15, 62, 18] :

$$\begin{cases} R_{ij}U_j - U_i = a_{ij} \otimes \hat{n}_{ij} \\ \bar{R}[\lambda R_{ij}U_j + (1-\lambda)U_i] - I = b_{ij/A} \otimes \hat{m}_{ij/A} \end{cases} \quad (3.6.3)$$

L’équation 3.6.3-1 traduit la compatibilité des deux variantes de martensite (paragraphe 6.3.10). La seconde équation 3.6.3-2 traduit celle entre l’austénite ( $I$ ) et le mélange entre les deux variantes de martensite, où  $\lambda$  est la proportion de la variante  $j$  dans la zone de martensite twinnée  $(i : j)$ . Cette proportion  $\lambda$  est donc comprise entre 0 et 1. Il faut noter que la normale unitaire au plan d’habitat, notée  $\hat{m}_{ij/A}$ , est identique dans les configurations initiale et finale, du fait que l’austénite est présente d’un côté du plan d’habitat.

### 3.6.3 Résolution du plan d’habitat

On sait que l’équation de twinning 3.6.3-1 possède zéro ou deux solutions [62]. Il y a toujours deux solutions dans le cas des transformations cubique-tétraгонаle et cubique-orthorhombique. Lorsqu’elle a des solutions, elles seront distinguées, pour des raisons de commodité d’écriture, par les exposants « I » et « II » (pour type I et type II, même dans le cas où les solutions sont de type compound, voir section 3.5.3) :

$$(R_{ij}^I, a_{ij}^I, \hat{n}_{ij}^I), (R_{ij}^{II}, a_{ij}^{II}, \hat{n}_{ij}^{II})$$

Pour résoudre l’équation 3.6.3-2, on applique la procédure suivante [62]. Pour chacune des deux solutions du twin  $(i : j)$  ci-dessus, les deux grandeurs suivantes  $\delta_{ij}$  et  $\eta_{ij}$  sont d’abord calculées. A partir de la solution I de l’équation de twinning, on calcule :

$$\delta_{ij}^I = a_{ij}^I U_j (U_j^2 - I)^{-1} \hat{n}_{ij}^I \quad (3.6.4)$$

$$\eta_{ij}^I = \text{Tr}(U_j^2) - \text{Det}(U_j^2) - 2 + \left( \frac{|a_{ij}^I|^2}{2\delta_{ij}^I} \right) \quad (3.6.5)$$

et à partir de la solution II de l'équation de twinnage, on calcule :

$$\delta_{ij}^{II} = a_{ij}^{II} U_j (U_j^2 - I)^{-1} \hat{n}_{ij}^{II} \quad (3.6.6)$$

$$\eta_{ij}^{II} = Tr(U_j^2) - Det(U_j^2) - 2 + \left( \frac{|a_{ij}^{II}|^2}{2\delta_{ij}^{II}} \right) \quad (3.6.7)$$

Les conditions d'existence du plan d'habitat sont données par le théorème ci-dessous.

### Théorème

Le système d'équations associé au plan d'habitat entre l'austénite et un twin de martensite aura une solution si et seulement si [12, 15, 62, 18] :

$$\delta \leq -2 \quad (3.6.8)$$

et

$$\eta \geq 0 \quad (3.6.9)$$

Ce théorème est à appliquer indépendamment pour les solutions I et II du twinnage ( $i : j$ ). La connaissance de  $\delta_{ij}^I$  et  $\delta_{ij}^{II}$  permet ensuite de calculer les proportions  $\lambda$  de martensite  $j$  dans la zone de martensite twinnée ( $i : j$ ). Pour chacun des deux cas, il y a en fait deux proportions possibles :  $\lambda$  et  $\lambda' = 1 - \lambda$ , sauf dans le cas où  $\lambda = 0, 5$ .

A partir de la solution I de l'équation de twinnage, on calcule :

$$\begin{cases} \lambda_{ij}^I = \frac{1}{2} \left( 1 - \sqrt{1 + \frac{2}{\delta_{ij}^I}} \right) \\ \lambda_{ij}'^I = 1 - \lambda_{ij}^I \end{cases} \quad (3.6.10)$$

et à partir de la solution II de l'équation de twinnage, on calcule :

$$\begin{cases} \lambda_{ij}^{II} = \frac{1}{2} \left( 1 - \sqrt{1 + \frac{2}{\delta_{ij}^{II}}} \right) \\ \lambda_{ij}'^{II} = 1 - \lambda_{ij}^{II} \end{cases} \quad (3.6.11)$$

Ensuite pour chacune des quatre proportions  $\lambda_{ij}^I$ ,  $\lambda_{ij}'^I$ ,  $\lambda_{ij}^{II}$  et  $\lambda_{ij}'^{II}$ , la résolution de l'équation 3.6.3<sub>2</sub> est faite grâce aux formules de la section 3.4.2. A chaque fois, il y a zéro ou deux solutions en termes de  $\bar{R}$ ,  $b_{ij/A}$  et  $\hat{m}_{ij/A}$ .

A noter que certaines solutions sont identiques si la proportion  $\lambda$  est égale à 0,5. A l'issue de cette procédure, le système d'équations associé au plan d'habitat possède soit 0, 2, 4, 6 ou 8 solutions.

#### 3.6.4 Famille de plans d'habitat équivalents

Comme cela a été fait pour la microstructure twin, il est possible de montrer qu'il existe des familles de plans d'habitat cristallographiquement équivalents. Si la rotation  $Q$  appartient au groupe ponctuel des rotations laissant invariant le réseau cubique telle que  $U_k = Q^T U_i Q$  et  $U_l = Q^T U_j Q$ , alors la solution pour le plan d'habitat avec le twin ( $k : l$ ) peut être déduite de la solution du plan d'habitat avec le twin ( $i : j$ ) par :  $b_{kl} = Q^T b_{ij}$ ,  $m_{kl} = Q^T m_{ij}$  et  $R_{kl/A} = Q^T R_{ij/A} Q$ .

### 3.6.5 Notion de déformation moyenne

Dans le but de simplifier l'écriture du système d'équations 3.6.3 modélisant le plan d'habitat entre l'austénite et un twin de martensite, on utilisera une « *déformation moyenne de la zone martensitique twinnée* ». Le terme  $\bar{R}[\lambda R_{ij}U_j + (1 - \lambda)U_i]$ , issu de l'équation 3.6.3-2 traduit le fait que les variantes  $U_i$  et  $U_j$  sont présentes dans le twin de martensite, respectivement dans les proportions  $1 - \lambda$  et  $\lambda$ . En utilisant la décomposition polaire 3.2.4, ce terme s'écrira de la façon suivante :  $R_{ij/A}U_{ij/A}$ . Autrement dit :

$$\bar{R}[\lambda R_{ij}U_j + (1 - \lambda)U_i] \stackrel{\text{notation}}{\equiv} R_{ij/A}U_{ij/A} \quad (3.6.12)$$

Le système d'équations 3.6.3 s'écrira alors de manière compacte :

$$\begin{cases} R_{ij}U_j - U_i = a_{ij} \otimes \hat{n}_{ij} \\ R_{ij/A}U_{ij/A} - I = b_{ij/A} \otimes \hat{m}_{ij/A} \end{cases} \quad (3.6.13)$$

C'est cette écriture qui sera utilisée dans toute la suite de ce document.

## 3.7 Microstructures « complexes »

Après avoir présenté des microstructures telles que le twin ou le plan d'habitat, ce paragraphe fixe comme objectif une présentation de microstructures plus *complexes* observées sur des alliages à mémoire de forme. Elles sont dites « complexes » car leur construction est une organisation spatiale de *twins* et/ou de plans d'habitat. Une première partie sera consacrée à une illustration non exhaustive de quelques microstructures. Une deuxième partie proposera un modèle géométrique pour certaines d'entre elles. Enfin, dans une troisième partie seront rappelés des résultats obtenus sur les microstructures de type *wedge* (coin) dans le cas des transformations cubique tétragonale et cubique orthorhombique.

### 3.7.1 Illustrations

Il existe de nombreuses microstructures martensitiques dans les AMF. A titre d'illustration, la figure 3.7.1 présente certaines de ces observations. Cette diversité se traduit aussi bien du point de vue de leurs formes que de leurs dimensions. En effet la taille d'une microstructure peut varier de quelques nanomètres à quelques centimètres, parfois pour un même matériau.

### 3.7.2 Wedge twinné

Le terme de « *wedge twinné* » désigne une microstructure en forme de coin constituée de deux twins de martensite dans l'austénite. Elle présente trois zones distinctes :

- l'austénite  $I$  ;
- une martensite twinnée  $(i : j)$  ;
- une martensite twinnée  $(k : l)$ .

La figure 3.7.2-a représente une microstructure *wedge twinné* observée sur un AMF base cuivre ; la figure 3.7.2-b la schématise. Ainsi, cette microstructure est caractérisée par :

- la compatibilité entre le twin  $(i : j)$  et l'austénite le long d'un plan d'habitat ;
- la compatibilité entre le twin  $(k : l)$  et l'austénite le long d'un plan d'habitat ;

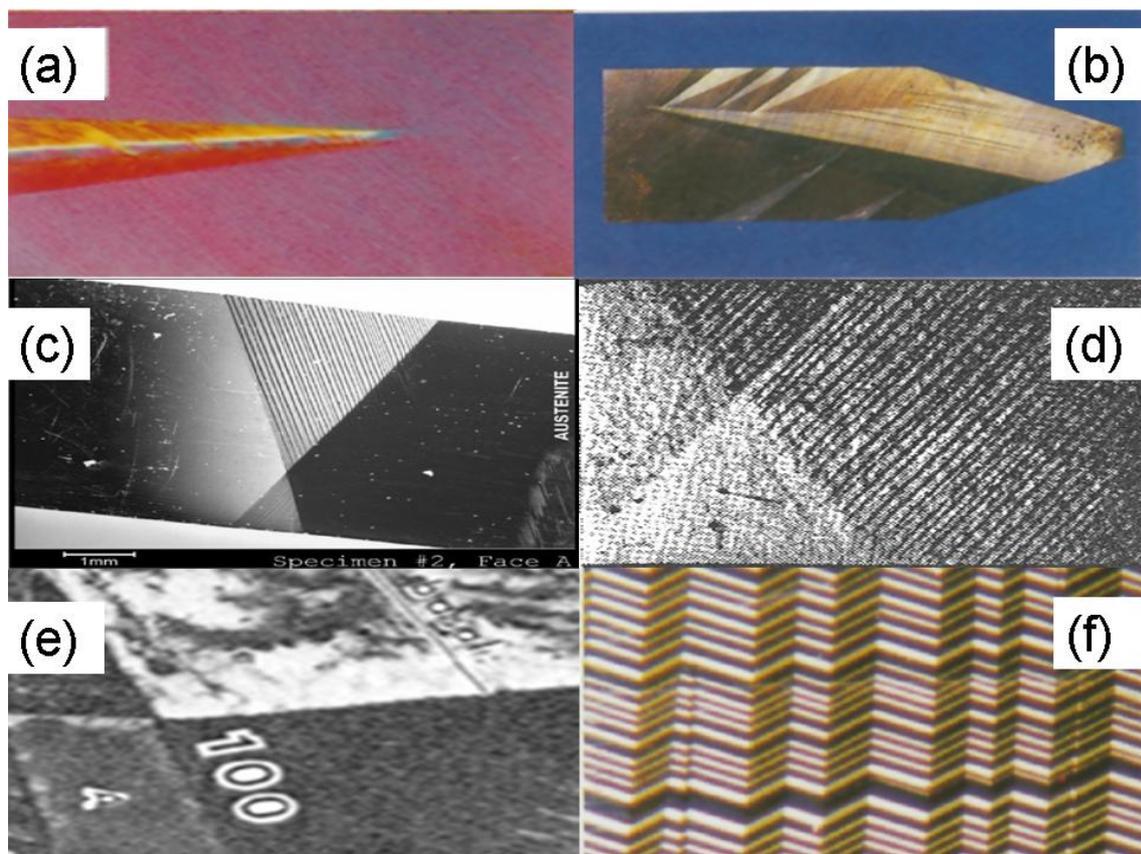


FIGURE 3.7.1 – Exemples de microstructures martensitiques. (a) microstructure wedge dans un AMF  $CuAlNi$  [116]; (b) plusieurs wedges dans un AMF  $CuAlNi$  [121]; (c) microstructure « X » dans un AMF  $CuAlNi$  [111]; (d) microstructure « X » dans un AMF  $InTh$  [14]; (e) microstructure « crossing twin » dans un AMF  $CuZnAl$  [2]; (f) microstructure « chevron » dans un AMF  $CuAlNi$  [116].

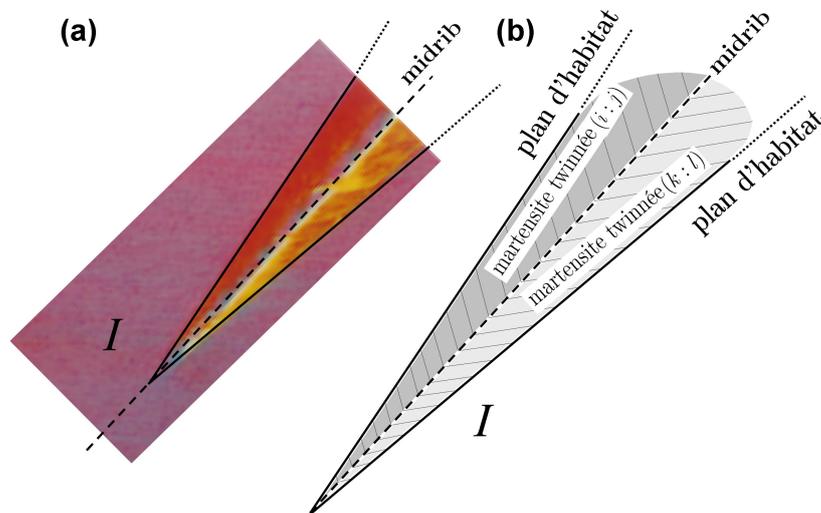


FIGURE 3.7.2 – (a) Microstructure « wedge twinné » dans un  $CuAl_{14,2}Ni_{4,2}$  (% massique) [116]. (b) Modèle.

- la compatibilité entre le twin  $(i : j)$  et le twin  $(k : l)$ . Le plan qui sépare les twins de martensite  $(k : l)$  et  $(i : j)$  est appelé « **midrib** » [62].

Le *wedge* est d'une grande importance dans les mécanismes de changement de phase des AMF. En effet, l'apparition de la martensite dans l'austénite se fait progressivement par la croissance et la multiplication de wedges. Les aspects théoriques liés à cette microstructure particulière seront développés dans la section 3.8.

### 3.7.3 Microstructure « *crossing twins* »

Le terme de « *crossing twin* » désigne une microstructure constituée de quatre variantes de martensite  $i, j, k$  et  $l$ . Elle a été observée dans de nombreux alliages à mémoire de forme, en particulier sur des alliages base titane et base cuivre [17], [59]. La figure 3.7.3 représente deux *crossing-twins*. Cette microstructure a été étudiée dans [17] et [59]. La modélisation d'un *crossing twin* se traduit par l'écriture d'un système de quatre équations régissant la compatibilité entre les quatre gradients de déformation pris deux à deux. Le lecteur intéressé par une étude complète de ces microstructures pourra se reporter notamment à la référence [17]. Un empilement périodique de *crossing twins* crée une microstructure de type chevron (voir figure 3.7.1-f).

### 3.7.4 Microstructure « $X$ »

Cette microstructure présente la particularité, comme le montre la figure 3.7.4, de faire cohabiter l'austénite et une seule variante de martensite (notée ici  $i$ ), par l'intermédiaire de deux zones de martensite twinnée. La figure 3.7.4-b donne une représentation géométrique d'une microstructure  $X$ . La lettre «  $X$  » désigne une microstructure constituée de :

- l'austénite  $I$ ;
- une martensite twinnée  $(i : j)$ ;
- une martensite twinnée  $(i : k)$ ;

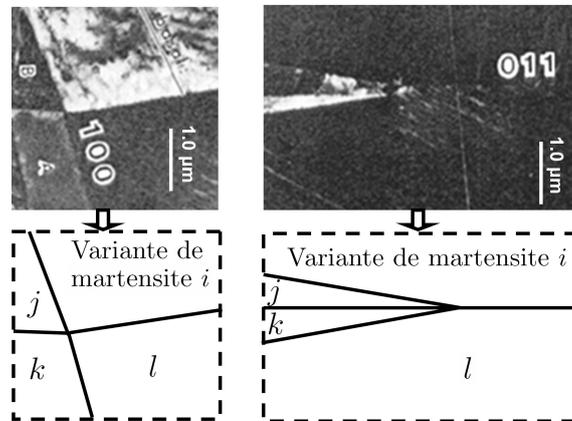


FIGURE 3.7.3 – Deux microstructures *crossing twin* observées sur un alliage  $CuZn_{14,6}Al_{16}$  (% atomique) [2].

– une martensite  $i$ .

Il faut noter que la zone univariante  $i$  entre dans la composition des deux martensites twinnées ( $i : j$ ) et ( $i : k$ ). La figure 3.7.4-a propose une illustration de la microstructure X. Cette dernière a été décrite et observée pour la première fois par Basinsky Z.S. et Christian J.W. (voir la référence [14]). Le lecteur intéressé pourra consulter les références [115, 114, 111] pour plus de précisions sur cette microstructure.

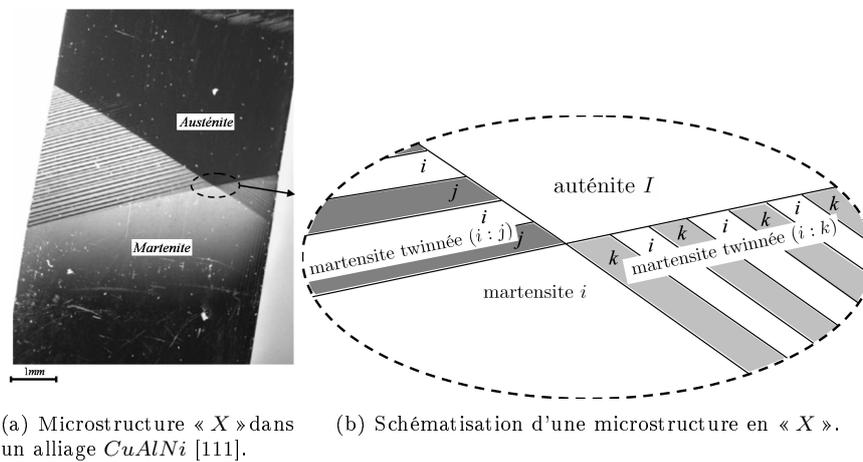


FIGURE 3.7.4 – Microstructure « X » : micrographie optique et modèle géométrique.

### 3.7.5 Autres microstructures complexes

Il existe de nombreuses autres microstructures martensitiques observées dans les AMF. Il suffit d'effectuer une simple observation au microscope pour voir la grande variété de motifs combinant

plans d'habitat et plans de twinning. La figure 3.7.5 donne une représentation schématique de certaines microstructures caractéristiques :

- le wedge non twinné (voir la figure 3.7.5-a). Cette microstructure est possible si l'austénite est directement compatible avec une seule variante de martensite (voir section 3.6.1). Ce type de microstructure a été observé sur des alliages  $CuAlZn$  [103];
- le wedge de martensite (voir la figure 3.7.5-b). C'est une microstructure composée uniquement de trois variantes de martensite (sans présence d'austénite). Elle est observée et décrite dans la référence [111];
- la microstructure dite «  $\lambda$  » (voir la figure 3.7.5-c). Elle a été observée dans un alliage  $CuAlNi$  [111]. Cette microstructure s'apparente à la microstructure en  $X$ , à la différence près qu'elle implique 4 variantes de martensite au total (contrairement à la microstructure  $X$  qui en implique 3);
- la microstructure dite « triangle » (voir la figure 3.7.5-d). C'est une inclusion de trois zones de martensite twinnées dans l'austénite. Cette microstructure croît à partir d'un point dans l'austénite. Elle a été observée dans des AMF à base titane. Le lecteur intéressé pourra se reporter à la référence [56].

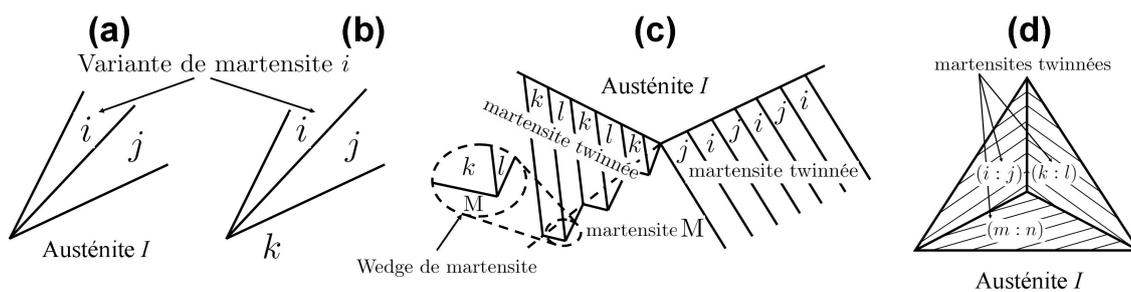


FIGURE 3.7.5 – Autres microstructures martensitiques. (a) wedge non twinné (b) wedge de martensite. (c) microstructure «  $\lambda$  ». (d) microstructure « triangle ».

Le tableau 3.3 propose une liste, certainement non exhaustive, des principales microstructures observées et répertoriées dans la littérature.

Cette section s'est employée à présenter un certain nombre de microstructures avec pour objectif, de mettre en évidence une certaine diversité des microstructures possibles. Pour plus d'informations, le lecteur pourra se reporter aux références suivantes : [15, 16, 102, 17, 56, 96, 55, 57, 58, 62, 60, 59, 97, 18, 10, 111, 109]. La section suivante détaille l'une d'entre elles : le *wedge* twinné.

### 3.8 Le *wedge* twinné : restriction sur les paramètres de maille

Cette microstructure a été observée de nombreuses fois lors des transformations de phase dans les AMF. Sa compatibilité cristallographique a souvent été étudiée. L'objectif des paragraphes suivants est de rappeler certains résultats sur cette microstructure. Un premier paragraphe posera les conditions dans lesquelles une microstructure *wedge* peut exister. Les deuxième et troisième paragraphes présenteront un certain nombre de résultats issus de la littérature, concernant les transformations cubique-tétraгонаle et cubique-orthorhombique. Enfin, pour conclure, l'attention

Microstructure observée	Type de transformation	Références bibliographiques
Wedge twinné	Orthorhombique	[15]
	Tétraogonale	[15]
	Monoclinique <i>face diagonal</i>	[58]
Wedge non twinné	Monoclinique <i>cubic axis</i>	[103]
Wedge de martensite	Orthorhombique	[111]
Crossing twins	Orthorhombique	[59], [15]
$X$	Orthorhombique	[111], [115], [14]
$\lambda$	Orthorhombique	[111]
Triangle	Orthorhombique	[56], [41]

TABLE 3.3 – Tableau associant les principales microstructures observées aux différents types de transformations.

du lecteur sera attirée par le fait qu'il n'y pas toujours adéquation entre les observations faites et la modélisation.

### 3.8.1 Conditions d'existence d'une microstructure *wedge*

La figure 3.8.1 schématise une microstructure *wedge*, dans laquelle il y a coexistence entre l'austénite et les martensites twinnées par l'intermédiaire d'une géométrie en forme de coin. Elle est définie par trois plans remarquables : les plans d'habitat et le plan midrib. Les plans d'habitat assurent l'interface entre l'austénite et les deux *twins* de martensite. Le plan midrib est l'interface entre les deux *twins* de martensite. Une microstructure *wedge* composée de deux *twins* de martensite ( $i : j$ ) et ( $k : l$ ) sera notée :  $[(i : j)(k : l)]$ .

Les conditions d'existence d'un *wedge* sont données par les équations 3.8.1.

$$\begin{cases} R_{ij/A}U_{ij/A} - I = b_{ij/A} \otimes \hat{m}_{ij/A} \\ R_{kl/A}U_{kl/A} - I = b_{kl/A} \otimes \hat{n}_{kl/A} \\ R_{kl/A}U_{kl/A} - R_{ij/A}U_{ij/A} = a_{ijkl} \otimes \hat{n}_{ijkl} \end{cases} \quad (3.8.1)$$

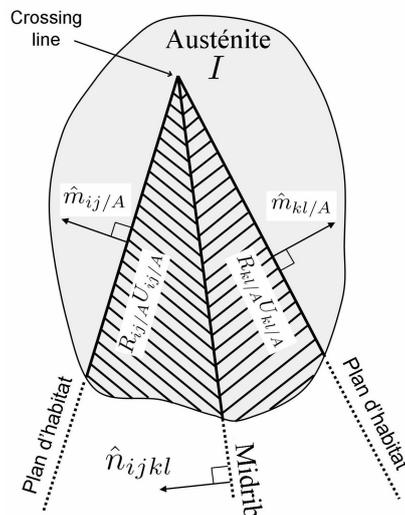
Les équations 3.8.1-1 et 3.8.1-2 traduisent respectivement la compatibilité des twins de martensite ( $i : j$ ) et ( $k : l$ ) avec l'austénite (voir section 3.6.2). L'équation (3.8.1-3) traduit la compatibilité des twins de martensite ( $i : j$ ) et ( $k : l$ ) entre eux. Les notations utilisées ci-dessus ont été explicitées dans la section 3.6.5. Les données des équations 3.8.1 sont les matrices de transformation  $U_i$ ,  $U_j$ ,  $U_k$ ,  $U_l$ .

Il a été montré [15], que lorsque les équations 3.8.1 1-2 avaient des solutions, alors l'équation 3.8.1-3 était satisfaite, si et seulement si les conditions 3.8.2 et 3.8.3 ci-dessous l'étaient également.

$$\textbf{Condition 1 : } b_{ij/A} \text{ et } b_{kl/A} \text{ sont parallèles} \quad (3.8.2)$$

$$\textbf{Condition 2 : } \hat{m}_{ij/A} \text{ et } \hat{m}_{kl/A} \text{ sont non-parallèles} \quad (3.8.3)$$

Sous ces conditions, les trois vecteurs  $\hat{m}_{ij/A}$ ,  $\hat{m}_{kl/A}$ ,  $\hat{n}_{ijkl}$  sont bien coplanaires. De plus, les deux plans d'habitat et le plan midrib se coupent suivant une droite notée : « crossing line » (voir sa trace sur la figure 3.8.1).

FIGURE 3.8.1 – Wedge twinné  $[(i : j)(k : l)]$ .

Dans l'hypothèse où les équations 3.8.1-1-2 sont vérifiées, les conditions 3.8.2 et 3.8.3 peuvent nécessiter des « **relations spéciales** » sur les paramètres de maille (paramètres de transformation) de l'alliage pour être satisfaites. Ces relations spéciales sont exposées dans les paragraphes suivants.

### Remarque

Les données d'entrée des équations 3.8.1 sont les matrices de transformation  $U_i, U_j, U_k, U_l$ . Ces matrices contiennent les paramètres de transformation (paramètres de maille) pour une transformation de phase donnée. Les paramètres des mailles austénitique et martensitique sont mesurés sur un AMF, en l'absence de toute contrainte. Par conséquent, une microstructure satisfaisant aux équations 3.8.1 et aux conditions 3.8.2 et 3.8.3 sera construite à contrainte nulle. Dans la suite de ce document, les conditions d'existence d'une telle microstructure seront notées : « **CSF** » pour « **Coherent Stress Free** ». Une microstructure **CSF** pourra également être qualifiée de **parfaitement compatibles**.

### 3.8.2 Transformation cubique-tétraogonale

K. Bhattacharya dans sa publication de 1991 [15], propose une analyse des microstructures *wedge* pour la transformation cubique-tétraogonale.

#### Familles de wedges

Il a été montré, dans le paragraphe 3.5.4, qu'il existait des twins cristallographiquement équivalents. Ainsi, tous les twins issus d'une transformation cubique-tétraogonale appartiennent à une même famille et sont de type compound (voir la relation 3.5.5 et le tableau 3.1).

Par exemple, un wedge formé des twins (1 : 2) et (1 : 2) sera cristallographiquement équivalent à celui formé des twins (1 : 3) et (1 : 3) ou des twins (2 : 3) et (2 : 3). Ainsi, deux groupes de *wedges* peuvent être établis :

$$G1_{compound}^{C-T} = \{[(1 : 2)(1 : 2)][(1 : 3)(1 : 3)][(2 : 3)(2 : 3)]\} \quad (3.8.4)$$

$$G2_{compound}^{C-T} = \{[(1 : 3)(1 : 2)][(2 : 3)(2 : 1)][(3 : 1)(3 : 2)]\} \quad (3.8.5)$$

Il suffira donc d'étudier seulement deux wedges pour être certain d'avoir étudié l'ensemble des possibilités de formation d'un wedge.

K. Bhattacharya [15] montre que seuls les wedges appartenant au groupe  $G2_{compound}^{C-T}$  peuvent satisfaire aux conditions 3.8.2 et 3.8.3. Autrement dit, dans le cas particulier de la transformation cubique-tétraгонаle, seules les microstructures *wedge* appartenant au groupe  $G2_{compound}^{C-T}$  et pouvant vérifier à la fois les équations 3.8.1 et les conditions 3.8.2 et 3.8.3, seront compatibles (CSF).

Les valeurs des paramètres de transformation  $\eta_1$  et  $\eta_2$  (voir section 3.3.1) pour lesquelles les relations spéciales sont vérifiées (la microstructure *wedge* CSF est possible), sont mises en évidence sur la courbe en trait plein de la figure 3.8.2.

A titre indicatif, la courbe en pointillés indique les valeurs de  $\eta_1$  et  $\eta_2$  pour lesquelles la transformation martensitique s'effectue à volume constant ( $\det(U) = 1$ ). La zone grisée indique que pour les paramètres de transformation considérés, une interface (plan d'habitat) est possible entre l'austénite et la martensite (voir les équations 3.6.3).

La figure 3.8.3 représente un grossissement de la figure 3.8.2 autour de  $\eta_1 = 1$  et  $\eta_2 = 1$  : elle illustre le propos précédent en montrant que la microstructure *wedge* CSF est assez bien vérifiée par des alliages à mémoire de forme réels. Les paramètres de maille ainsi que les paramètres de transformation des alliages mentionnés dans la figure 3.8.3 sont répertoriés en annexe A.

### 3.8.3 Transformation cubique-orthorhombique

Dans sa publication de 1991, K. Bhattacharya [15] propose également une analyse des microstructures *wedge* CSF dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique. Cette étude est reprise et augmentée par Hane et Shield dans une publication de 1999 [57].

#### Familles de wedges

Il a été montré dans le paragraphe 3.5.4 qu'il existait des twins cristallographiquement équivalents. Ainsi, tous les twins issus d'une transformation cubique-orthorhombique appartiennent à deux familles et sont soit de type compound, soit de type I ou II (voir la relation 3.5.6 et le tableau 3.2).

Par exemple, un wedge formé par exemple des twins (1 : 2) et (3 : 4) sera cristallographiquement équivalent à un wedge formé des twins (3 : 4) et (5 : 6) ou des twins (1 : 2) et (5 : 6). Finalement, dix groupes de wedges peuvent être établis :

$$G1_{compound}^{C-O} = \{[(1 : 2)(3 : 4)][(3 : 4)(5 : 6)][(1 : 2)(5 : 6)]\} \quad (3.8.6)$$

$$G2_{compound}^{C-O} = \{ [(1 : 2)(1 : 2)][(3 : 4)(3 : 4)][(5 : 6)(5 : 6)] \} \quad (3.8.7)$$

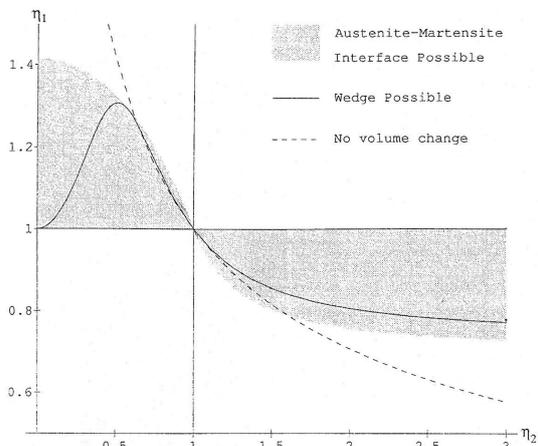


FIGURE 3.8.2 – Restriction sur les paramètres de transformation pour la formation d'un wedge dans le cas d'une transformation cubique-tétraogonale. La zone grisée indique que pour  $\eta_1$  en fonction de  $\eta_2$ , la formation d'une interface entre austénite et martensite est possible. La courbe en trait plein indique que pour les mêmes conditions, la formation d'une microstructure wedge est possible. La courbe en pointillés indique que la transformation austénite-martensite s'effectue à volume constant [15].

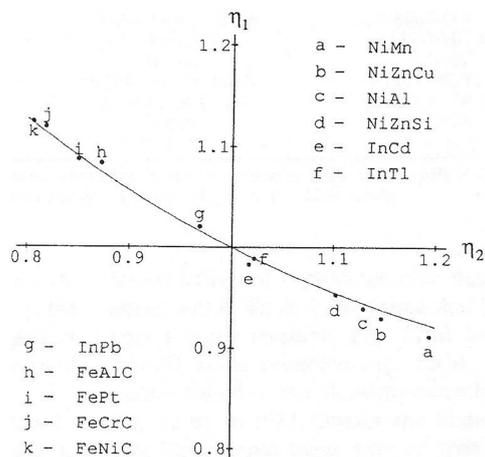


FIGURE 3.8.3 – Zoom de la figure 3.8.2. Comparaison entre la théorie et les mesures sur des AMF réels de type cubique-tétraogonal. La courbe en trait plein représente les conditions auxquelles doit satisfaire un alliage pour former un wedge. Les points correspondent à des valeurs mesurées sur des alliages donnés [15].

$$G3_{typeI,II}^{C-O} = \left\{ \begin{array}{l} [(1:3)(2:4)] [(1:4)(2:3)] [(4:6)(3:5)] \\ [(4:5)(3:6)] [(1:5)(2:6)] [(1:6)(2:5)] \end{array} \right\} \quad (3.8.8)$$

$$G4_{typeI,II}^{C-O} = \left\{ \begin{array}{l} [(2:4)(2:4)] [(1:4)(1:4)] [(2:3)(2:3)] \\ [(1:3)(1:3)] [(4:6)(4:6)] [(3:5)(3:5)] \\ [(4:5)(4:5)] [(3:6)(3:6)] [(1:5)(1:5)] \\ [(2:6)(2:6)] [(1:6)(1:6)] [(2:5)(2:5)] \end{array} \right\} \quad (3.8.9)$$

$$G5_{typeI,II}^{C-O} = \left\{ \begin{array}{l} [(1:3)(1:4)] [(2:4)(2:3)] [(1:3)(2:3)] [(2:4)(1:4)] \\ [(1:4)(2:4)] [(2:3)(1:3)] [(4:6)(4:5)] [(3:5)(3:6)] \\ [(3:5)(4:5)] [(4:6)(3:6)] [(1:5)(2:5)] [(2:6)(1:6)] \\ [(1:6)(2:6)] [(2:5)(1:5)] [(1:5)(1:6)] [(2:6)(2:5)] \end{array} \right\} \quad (3.8.10)$$

$$G6_{typeI,II}^{C-O} = \left\{ \begin{array}{l} [(1:3)(1:5)] [(2:4)(2:3)] [(1:3)(2:3)] [(2:4)(1:4)] \\ [(1:4)(2:4)] [(2:3)(1:3)] [(4:6)(4:5)] [(3:5)(3:6)] \\ [(3:5)(4:5)] [(4:6)(3:6)] [(1:5)(2:5)] [(2:6)(1:6)] \\ [(1:6)(2:6)] [(2:5)(1:5)] [(1:5)(1:6)] [(2:6)(2:5)] \end{array} \right\} \quad (3.8.11)$$

$$G7_{typeI,II}^{C-O} = \left\{ \begin{array}{l} [(1:3)(1:6)] [(2:4)(2:6)] [(1:4)(1:5)] [(2:3)(2:5)] \\ [(1:3)(3:6)] [(2:4)(4:6)] [(1:4)(4:5)] [(2:3)(3:5)] \\ [(3:5)(5:2)] [(4:6)(2:6)] [(4:5)(1:5)] [(3:6)(6:1)] \end{array} \right\} \quad (3.8.12)$$

$$G8_{typeI,II}^{C-O} = \left\{ \begin{array}{l} [(2:3)(4:5)] [(1:4)(3:5)] [(2:4)(3:6)] [(1:3)(4:6)] \\ [(1:4)(2:5)] [(2:5)(3:6)] [(2:3)(1:5)] [(1:3)(2:6)] \\ [(2:4)(1:6)] [(3:6)(1:5)] [(4:5)(1:6)] [(1:6)(3:5)] \\ [(3:5)(2:6)] [(4:6)(2:5)] [(3:6)(1:4)] [(4:5)(1:3)] \\ [(4:6)(2:3)] [(2:6)(4:5)] [(3:5)(2:4)] [(1:6)(2:3)] \\ [(2:5)(1:3)] [(1:5)(2:4)] [(2:6)(1:4)] [(1:5)(4:6)] \end{array} \right\} \quad (3.8.13)$$

$$G9_{compound-typeI,II}^{C-O} = \left\{ \begin{array}{l} [(2:3)(5:6)] [(1:4)(5:6)] [(2:4)(5:6)] [(1:3)(5:6)] \\ [(3:6)(1:2)] [(4:5)(1:2)] [(3:5)(1:2)] [(4:6)(1:2)] \\ [(1:6)(3:4)] [(2:5)(3:4)] [(1:5)(3:4)] [(2:6)(3:4)] \end{array} \right\} \quad (3.8.14)$$

$$G10_{compound-typeI,II}^{C-O} = \left\{ \begin{array}{l} [(3:4)(3:5)] [(3:4)(4:6)] [(3:4)(3:6)] [(1:2)(1:5)] \\ [(1:2)(1:6)] [(1:2)(2:6)] [(5:6)(3:5)] [(5:6)(4:5)] \\ [(5:6)(1:6)] [(5:6)(1:5)] [(5:6)(2:5)] [(3:4)(1:3)] \\ [(3:4)(1:4)] [(5:6)(3:6)] [(3:4)(2:4)] [(3:4)(2:3)] \\ [(1:2)(1:3)] [(1:2)(2:3)] [(1:2)(1:4)] [(1:2)(2:4)] \\ [(5:6)(4:6)] \end{array} \right\} \quad (3.8.15)$$

Il suffira donc par la suite d'étudier uniquement dix wedges pour être certain d'avoir étudié l'ensemble des possibilités de formation d'un wedge.

K. Bhattacharya, K.F.Hane et T.W.Shield [15],[57] montrent que seuls les wedges appartenant aux groupes suivants peuvent satisfaire aux conditions 3.8.2 et 3.8.3. Ces groupes sont : 3.8.10, 3.8.11, 3.8.12.

Sur la figure 3.8.5, les courbes en traits pleins/pointillés traduisent l'évolution des paramètres de transformation pour les trois familles de microstructures wedge compatibles. Autrement dit, elles indiquent l'ensemble des restrictions sur les paramètres de maille (paramètres de transformation) dans un wedge CSF. Pour des raisons de clarté de représentation, le paramètre  $\beta$  est fixé à

une valeur typique pour les AMF base cuivre,  $\beta = 0,9178$ . Les courbes en traits plein représentent des solutions pour des twins de type I, les courbes en pointillés représentent celles pour des twins de type II. La figure 3.8.4 donne une illustration schématique de wedges composés de martensites twinnées de type I et II.

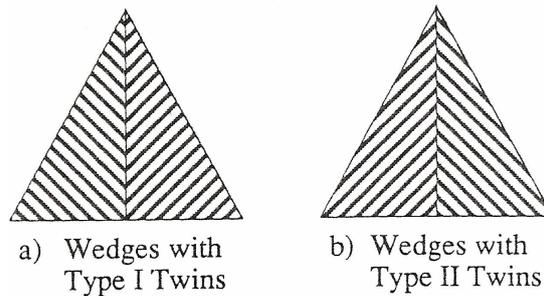


FIGURE 3.8.4 – Wedges twinnés de type I et II [15]. (a) wedge de type I. (b) wedge de type II.

Le prochain chapitre (voir chapitre 4) sera uniquement consacré à l'étude des groupes  $G2_{compound}^{C-T}$  pour la transformation cubique-tétraogonale et  $G5_{typeI,II}^{C-O}$ ,  $G6_{typeI,II}^{C-O}$ ,  $G7_{typeI,II}^{C-O}$ ,  $G3_{typeI,II}^{C-O}$  pour la transformation cubique-orthorhombique.

### 3.9 Les limites du modèle

Les rappels exposés dans la section 3.8 sont d'une grande importance pour la modélisation des microstructures martensitiques. Ils mettent en évidence que **des microstructures peuvent se former dans les AMF, même si leurs paramètres de maille ne correspondent pas parfaitement aux conditions CSF.**

Bien d'autres microstructures *wedge* ont été observées dans des AMF base zinc (CuZnAl) [103], [10], bien que les relations spéciales sur les paramètres de maille ne soient pas vérifiées [10], [62]. De même, la microstructure *X* [102] qui a pourtant été observée expérimentalement dans des AMF InCd [14] et CuAlNi [115], [111], est connue pour n'avoir aucune existence pour les conditions CSF [102].

Plus généralement, il est rare qu'un matériau puisse vérifier simultanément différentes conditions spéciales sur les paramètres de maille correspondant à différentes microstructures CSF. Des micrographies obtenues sur des AMF montrent, sur un même échantillon, de nombreuses microstructures martensitiques différentes. Par conséquent, ces microstructures sont très certainement **non-CSF** et *contraintes* à des degrés divers, même sur des alliages présentant de bonnes performances de mémoire de forme.

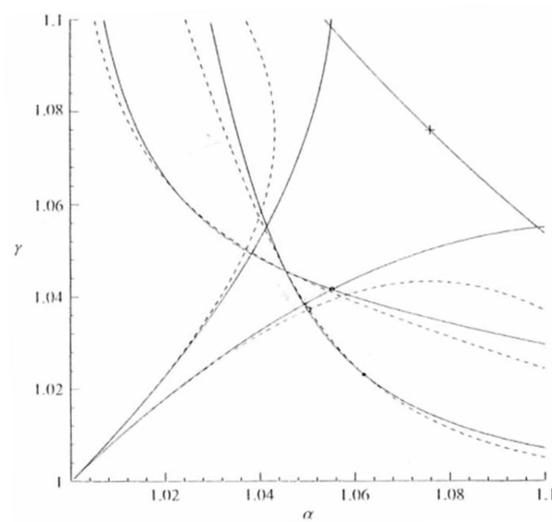


FIGURE 3.8.5 – Formation d'un wedge dans le cas d'une transformation cubique-orthorhombique [57]. L'ensemble de ces courbes est formé des projections des surfaces pour lesquelles la formation d'une microstructure wedge twinnée est possible. Elles sont fonction des paramètres de transformation  $\alpha$ ,  $\gamma$  et  $\beta$ . Le paramètre  $\beta$  est fixé à une valeur typique pour les AMF base cuivre,  $\beta = 0,9178$ . Les courbes en traits pleins représentent des solutions pour des twins de type I, les courbes en pointillés représentent celles pour des twins de type II.

### 3.10 Conclusion

Après de brefs rappels sur la cinématique en grandes déformation dans la section 3.2, ce chapitre s'est attaché à définir dans la section 3.3 la notion de **variante de martensite**. Il a été montré qu'il existait une matrice de déformation associée à chacune de ces variantes et qu'elles étaient multiples. Les illustrations ont été données uniquement dans le cas des transformations cubique-tétraogonale et cubique-orthorhombique (les autres transformations ne seront pas étudiées dans ce document). Dans le but de réduire le nombre de cas à étudier, des relations de symétrie entre différentes variantes de martensite ont ensuite été établies. La section 3.4 a, quant à elle, présenté l'**équation de compatibilité cristallographique** qui est la base de toute l'étude qui va suivre. Les sections 3.5 et 3.6 ont établi des modèles pour le **twin de martensite** et pour le **plan d'habitat**. Dans ces deux cas, les équations et leur résolution ont été rappelées. Les tableaux 3.1 et 3.2 ont permis d'établir des familles de *twins* ou de plans d'habitat, cristallographiquement équivalentes. La section 3.7.5 a présenté quelques microstructures telles que le *wedge twinned*, le *crossing twins*, le *X*, ainsi qu'un tableau de synthèse des microstructures les plus souvent étudiées dans la littérature. Enfin, la section 3.8 a dressé un état de l'art dans le domaine de l'étude de la microstructure *wedge* dans le cas des transformations cubique-tétraogonale et cubique-orthorhombique. Elle établit ensuite une liste de microstructures *wedge* cristallographiquement équivalentes et la notion de compatibilité cristallographique parfaite (CSF). Enfin, une section conclusive 3.9 met en évidence que nombre d'AMF réels ne satisfont pas exactement aux conditions CSF. Il est par conséquent utile de définir la notion de « **presque compatibilité** ». Cette dernière sera largement développée dans le chapitre suivant.

Tout naturellement, se pose alors la question de savoir s'il est possible d'estimer une « *certaine quantité* » qui rendrait compte de la notion de *presque compatibilité*. Le chapitre suivant tentera d'approfondir cette question et d'apporter un certain nombre de réponses.

Deuxième partie

« Presque compatibilité » d'une  
microstructure



## Chapitre 4

# Comprendre l'origine de la mémoire de forme : « presque compatibilité » d'une microstructure

### 4.1 Introduction

Ce chapitre s'inscrit dans la continuité des travaux basés sur l'équation de compatibilité d'Hadamard pour comprendre les microstructures martensitiques dans les AMF. Jusqu'à présent, le raisonnement est le suivant :

- premièrement, la mémoire de forme résulte de la possibilité que possède le matériau de changer de phase en limitant les irréversibilités mécaniques (dislocations...).
- deuxièmement, la possibilité de changer de phase en limitant les irréversibilités mécaniques résulte de la capacité à assurer la continuité du champ de déplacement dans le matériau subissant une transformation de phase.
- enfin, la capacité à assurer la continuité du champ de déplacement dans une microstructure résulte d'une relation spécifique que doivent vérifier les paramètres de maille de l'AMF (on parle de « **restriction** » sur les paramètres de mailles).

Comme les paramètres de maille du matériau sont liés à sa composition chimique, un lien est donc établi entre composition chimique et propriétés mécaniques (voir Figure 4.1.1). Les travaux s'appuyant sur ce raisonnement existent depuis les années 1990. L'article de K. Bhattacharya [15] en constitue le point de départ.



FIGURE 4.1.1 – Relation indirecte entre la composition chimique d'un AMF et ses propriétés mécaniques.

L'équation de compatibilité de Hadamard est à la base de ces travaux théoriques sur les microstructures. En effet, cette équation traduit la continuité du champ de déplacement au passage d'une interface entre deux zones cristallines après une transformation de phase solide-solide. Dans les travaux conduits depuis les années 1990, les déformations considérées pour les calculs sont celles associées au changement de phase du cristal d'austénite : les applications sont faites en effet en utilisant les paramètres de maille des phases austénite et martensite. En d'autres termes, tous les travaux s'incrinant dans cette approche ignorent d'éventuelles déformations élastiques additionnelles. En conséquence, jusqu'à présent, une microstructure martensitique dans un alliage peut être qualifiée de :

- soit compatible à contrainte nulle (*CSF*, pour *Coherent Stress Free*) : ceci est possible si l'alliage considéré a des paramètres de maille qui vérifient la restriction associée à cette microstructure. La transformation de phase via la microstructure est alors réversible : la microstructure pourra disparaître (au sens d'un retour à l'état austénitique) sans qu'il y ait eu d'endommagement ;
- soit non-compatible à contrainte nulle (*non-CSF*) : cela signifie que l'alliage a des paramètres de maille qui ne vérifient pas la restriction associée à cette microstructure. La microstructure est sensée soit ne pas pouvoir exister (création de trop de contraintes locales → énergétiquement non favorable), soit exister mais en faisant perdre la propriété de mémoire de forme à l'alliage (plastification locale, dislocations).

Le présent travail de thèse propose une évolution de cette vision. Le point de départ est le constat suivant :

- un même alliage ne peut pas vérifier en même temps de multiples restrictions sur ses paramètres de maille. Or on observe expérimentalement de multiples microstructures diverses dans un même échantillon d'AMF, chacune d'elles sont associées à une restriction différente sur les paramètres de maille du matériau ;
- la littérature montre des photos de microstructures pour lesquelles les restrictions sur les paramètres de maille de l'AMF sont loin d'être vérifiées.

Il n'est donc pas impensable que la compatibilité se fasse plus ou moins à l'aide de déformations élastiques additionnelles, sans pour autant entraîner des irréversibilités mécaniques se traduisant par la perte de la propriété de mémoire de l'alliage (plastification locale, dislocations). L'objectif de ce chapitre est donc de proposer une étude singulière des microstructures **non forcément CSF**. Deux questions se poseront :

- premièrement, comment *mesurer* la non-compatibilité d'une microstructure ?
- deuxièmement, quelle est la *dose* acceptable de non-compatibilité permettant de garder la réversibilité de la microstructure ?

L'étude sera faite sur une microstructure particulière, le *wedge*, qui a été discutée dans le chapitre précédent et qui a fait l'objet de nombreuses études dans la littérature. Deux types de transformation de phase seront traitées : cubique-tétraгонаle et cubique-orthorhombique.

Pour terminer cette introduction, la Figure 4.1.2 illustre la problématique pour le *wedge* pour ces deux types de transformations : jusqu'où peut-on s'éloigner des restrictions sur les paramètres de maille (représentées par des courbes) tout en gardant la réversibilité ?

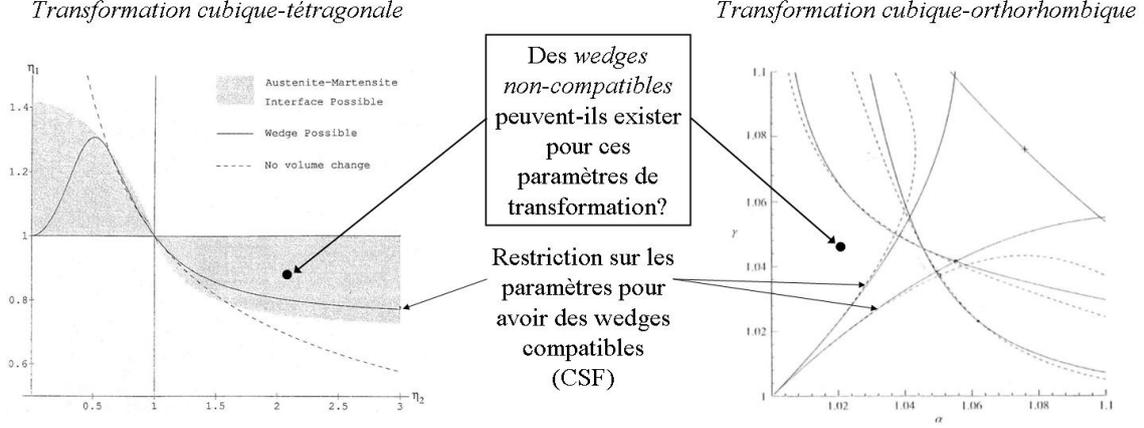


FIGURE 4.1.2 – Illustration de la problématique.

## 4.2 Indicateur de non-compatibilité d'une microstructure *wedge*

### 4.2.1 Relâchement virtuel du plan *midrib*

Pour mémoire (voir section 3.8), les équations définissant un *wedge* CSF  $[(i : j)(k : l)]$  sont les suivantes :

$$\begin{cases} R_{ij/A}U_{ij/A} - I = b_{ij/A} \otimes \hat{m}_{ij/A} \\ R_{kl/A}U_{kl/A} - I = b_{kl/A} \otimes \hat{m}_{kl/A} \\ R_{kl/A}U_{kl/A} - R_{ij/A}U_{ij/A} = a_{ijkl} \otimes \hat{n}_{ijkl} \end{cases} \quad (4.2.1)$$

La description des *wedges* pouvant exister dans des conditions de non-compatibilité a été initiée dans la référence [10] sur des AMF à base cuivre (CuZnAl). Pour mener à bien l'étude des *wedges* ne satisfaisant pas aux équations 4.2.1, l'idée repose sur un « relâchement virtuel » du plan *midrib* (l'interface entre les deux zones martensitiques). Cette idée est illustrée sur la Figure 4.2.1. La Figure 4.2.1-a représente la configuration initiale (cristal d'austénite). Les plans indiqués en pointillés deviendront des interfaces dans la configuration transformée. Les Figures 4.2.1-b et -c représentent cette configuration transformée avec le relâchement virtuel du plan *midrib* (*wedge* ouvert) : il apparaît un angle  $\psi$  entre les deux zones martensitiques. Cet angle constitue un indicateur géométrique de la non-compatibilité de la microstructure. Un *wedge* est CSF lorsque  $\psi$  est nul.

### 4.2.2 Equations d'un *wedge* non-compatible

Que représente cet angle de non-compatibilité  $\psi$  du point de vue des équations de compatibilité? On peut le faire apparaître quand on écrit les équations de compatibilité d'un *wedge*  $[(i : j)(k : l)]$  non-compatible :

$$\begin{cases} R_{ij/A}U_{ij/A} - I = b_{ij/A} \otimes \hat{m}_{ij/A} \\ R_{kl/A}U_{kl/A} - I = b_{kl/A} \otimes \hat{m}_{kl/A} \\ \bar{R}(R_{kl/A}U_{kl/A}) - R_{ij/A}U_{ij/A} = a_{ijkl} \otimes \hat{n}_{ijkl} \end{cases} \quad (4.2.2)$$

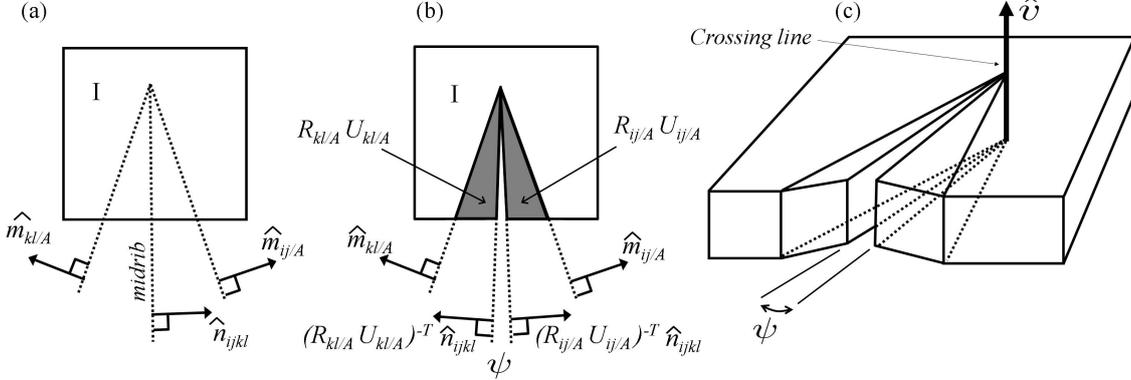


FIGURE 4.2.1 – (a) Configuration initiale : cristal d'austénite. (b) *Wedge* ouvert dans la configuration transformée. (c) Vue en élévation : visualisation de la *crossing line*.

où la différence par rapport aux équations dans le cas CSF est la matrice  $\bar{R}$  apparaissant dans la troisième équation. Cette matrice  $\bar{R}$  est une rotation qui doit assurer que les intersections de toutes les interfaces de la microstructure se fassent sur une même ligne de l'espace (la *crossing line* du *wedge*, définie par le vecteur  $\hat{v}$  sur la Figure 4.2.1-c). Si cette propriété n'est pas vérifiée, la microstructure ne pourrait pas être construite spatialement.

Plus concrètement, la matrice  $\bar{R}$  traduit une rotation autour de l'axe  $\hat{v}$ . Elle doit donc rendre invariant le vecteur  $\hat{v}$ . Comme ce vecteur s'obtient par  $\hat{v} = \hat{m}_{ij/A} \wedge \hat{m}_{kl/A}$ , la matrice  $\bar{R}$  doit vérifier la propriété suivante :

$$\bar{R} (\hat{m}_{ij/A} \wedge \hat{m}_{kl/A}) = \hat{m}_{ij/A} \wedge \hat{m}_{kl/A} \quad (4.2.3)$$

De plus, il peut être montré que l'angle de non-compatibilité  $\psi$  correspond à l'angle de la matrice de rotation  $\bar{R}$ . La valeur absolue de l'indicateur de non-compatibilité s'écrit donc :

$$|\psi| = \left| \arccos \left( \frac{\text{tr} \bar{R} - 1}{2} \right) \right|. \quad (4.2.4)$$

Evidemment, un *wedge* est CSF lorsque la matrice de rotation  $\bar{R}$  est la matrice identité.

### 4.2.3 Calcul pratique de l'angle de non-compatibilité

Le vecteur  $\hat{n}_{ijkl}$  est la normale, dans la configuration non déformée, du plan qui deviendra le plan *midrib* dans la configuration déformée (voir Figure 4.2.1-a). Si on relâche virtuellement la compatibilité cristallographique au niveau de ce plan, le vecteur  $\hat{n}_{ijkl}$  se transforme en  $n_1$  et  $n_2$  de part de d'autre du *wedge* dans la configuration déformée (voir Figure 4.2.1-b). On a donc :

$$n_1 = (R_{ij/A} U_{ij/A})^{-T} \hat{n}_{ijkl} \quad (4.2.5)$$

et

$$n_2 = (R_{kl/A} U_{kl/A})^{-T} \hat{n}_{ijkl}. \quad (4.2.6)$$

L'angle de non-compatibilité  $\psi$  est donné par l'angle entre les normales  $n_1$  et  $n_2$ . La valeur absolue de  $\psi$  peut donc s'obtenir également par la relation suivante :

$$|\psi| = \arcsin \left( \frac{|n_1 \wedge n_2|}{|n_1| |n_2|} \right) \quad (4.2.7)$$

#### 4.2.4 Lien entre $\psi$ et le niveau de contraintes

La valeur de  $\psi$  est d'une certaine manière un indicateur du niveau de contraintes dans la microstructure. En effet, le relâchement du plan *midrib* ne se fait pas dans la réalité. Lorsque  $\psi$  est non nul, la formation de la microstructure génère des déformations additionnelles (élastiques et/ou anélastiques), ce qui se traduit par l'apparition de contraintes. La Figure 4.2.2 illustre cette idée. Elle représente le champ de contraintes existant dans une microstructure *wedge* non-CSF. La méthode numérique consiste à refermer l'angle de non-compatibilité, selon une procédure spécifique. Pour plus d'informations, le lecteur pourra se reporter à l'article [10]. L'étude du champ de contrainte ne sera pas menée dans ce document. De nombreuses questions se posent avant d'effectuer systématiquement des calculs de contrainte dans les microstructures.

On peut dire que plus la valeur de  $|\psi|$  est grande, plus le niveau de contrainte sera élevé, et par conséquent plus la probabilité de former la microstructure sera faible (ou alors avec des irréversibilités mécaniques comme des dislocations).

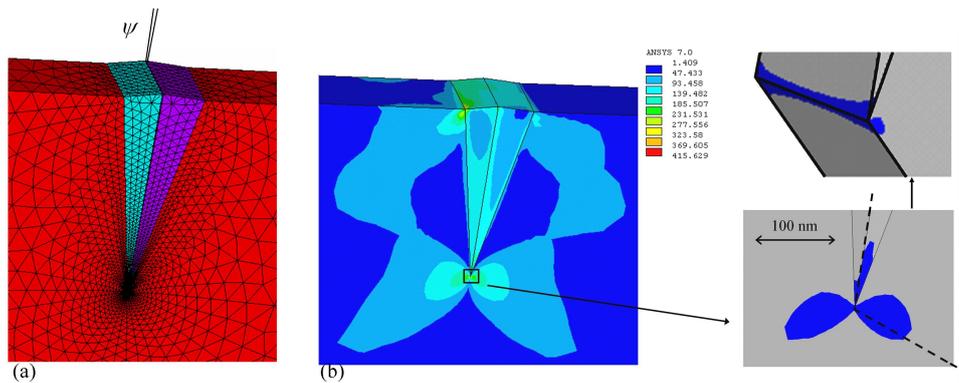


FIGURE 4.2.2 – Illustration du lien entre l'angle  $\psi$  et le niveau de contraintes dans un *wedge* non-CSF. a) Maillage d'un *wedge* ouvert. b) Champ de contrainte causé par la fermeture de l'angle de non-compatibilité (voir Réf. [10] pour plus de détails).

#### 4.2.5 Autre indicateur de non-compatibilité d'une microstructure ?

Dans la littérature, un autre paramètre a été proposé pour quantifier la non-compatibilité d'un *wedge* [58]. Cet indicateur est basé sur la condition de parallélisme des vecteurs  $b_{ij/A}$  et  $b_{kl/A}$  (voir condition 3.8.2, paragraphe 3.8.1). On définit l'angle  $\chi$  entre  $b_{ij/A}$  et  $b_{kl/A}$ . Un *wedge* sera CSF si et seulement si  $\chi = 0$ , ce qui est une condition équivalente à  $\psi = 0$ . Toutefois, il peut être montré que cet angle  $\chi$  n'est pas un bon indicateur de non-compatibilité. En effet, en testant différents jeux de paramètres de maille, des calculs non présentés ici montrent que :

- une même valeur de  $\chi \neq 0$  peut correspondre à des valeurs distinctes de  $\psi$ , donc à différents niveaux de contraintes ;
- de valeurs faibles de  $\chi$  ne correspondent pas toujours à de faibles valeurs de  $\psi$ .

Ces deux raisons montrent que la non-compatibilité est mal mesurée par l'angle  $\chi$ . L'indicateur  $\psi$  proposé dans le cadre de ce thèse semble plus approprié pour caractériser la non-compatibilité d'une microstructure *wedge*.

## 4.3 Résolution des équations d'un *wedge* non-CSF

### 4.3.1 Méthode de résolution

On donne les paramètres de maille de l'austénite et de la martensite d'un alliage. Ces paramètres de maille permettent de déterminer les matrices de transformation correspondant aux variantes de martensite de la transformation de phase considérée. Etant données quatre matrices de transformation  $(U_i, U_j, U_k, U_l)$ , l'objectif est de déterminer tous les *wedges* (CSF ou non) pouvant être créés dans le matériau. En associant les équations 4.2.2 et 4.2.3, on cherche donc toutes les solutions du système suivant :

$$\begin{cases} R_{ij/A}U_{ij/A} - I = b_{ij/A} \otimes \hat{m}_{ij/A} \\ R_{kl/A}U_{kl/A} - I = b_{kl/A} \otimes \hat{m}_{kl/A} \\ \bar{R} (R_{kl/A}U_{kl/A}) - R_{ij/A}U_{ij/A} = a_{ijkl} \otimes \hat{n}_{ijkl} \\ \bar{R} (\hat{m}_{ij/A} \wedge \hat{m}_{kl/A}) = \hat{m}_{ij/A} \wedge \hat{m}_{kl/A} \end{cases} \quad (4.3.1)$$

En pratique, il peut être montré que la quatrième et dernière de ces équations revient à écrire :

$$\hat{m}_{ij/A}, \hat{m}_{kl/A} \text{ et } \hat{n}_{ijkl} \text{ sont coplanaires} \quad (4.3.2)$$

La procédure de résolution utilisée est alors la suivante :

1. on résout d'abord les deux équations de plan d'habitat 4.3.1<sub>1</sub> et 4.3.1<sub>2</sub>. Plusieurs solutions peuvent être obtenues puisque chaque équation de plan d'habitat peut avoir 0, 2, 4 ou 8 solutions ;
2. on résout ensuite l'équation 4.3.1<sub>3</sub> caractérisant la compatibilité au niveau du *midrib*. On peut obtenir 0 ou 2 solutions. Les deux rotations  $\bar{R}$  éventuellement obtenues ne vérifient pas forcément la quatrième équation ;
3. on teste enfin les 128 solutions potentielles obtenues dans les deux premières étapes ( $8 \times 8 \times 2$ ) pour savoir si certaines d'entre elles vérifient la coplanarité des vecteurs  $\hat{m}_{ij/A}$ ,  $\hat{m}_{kl/A}$  et  $\hat{n}_{ijkl}$ . Un *wedge* est obtenu (CSF ou non) chaque fois que ces trois vecteurs sont coplanaires. On obtient à la fin un certain nombre de *wedges* CSF ou non, chacun caractérisé par un angle de non-compatibilité  $\psi$ .

Dans certains cas, les angles de non-compatibilité sont visiblement trop grands pour que le matériau puisse compenser par des déformations élastiques ou non. Cette question sera discutée plus loin.

### 4.3.2 Cas à exclure

Dans certains cas, des solutions sont « *dégénérées* » au sens où elles ne peuvent pas exister en pratique. Cela se produit lorsque les trois vecteurs  $\hat{m}_{kl/A}$ ,  $\hat{m}_{ij/A}$  et  $\hat{n}_{ijkl}$  sont tous parallèles. La figure 4.3.1 présente deux cas de dégénérescence. Dans la suite de ce travail, ces cas sont évidemment exclus des calculs.

### 4.3.3 Autre niveau de multiplicité des solutions

Un *wedge* est donc défini par des normales  $\hat{m}_{kl/A}$ ,  $\hat{m}_{ij/A}$  et  $\hat{n}_{ijkl}$  dans la configuration initiale, et par l'angle  $\psi$ . En configuration *wedge* ouvert, il y a quatre normales en considérant que le plan de normale  $\hat{n}_{ijkl}$  s'est transformé en deux plans de normales  $n_1 = (R_{ij/A}U_{ij/A})^{-T} \hat{n}_{ijkl}$  et

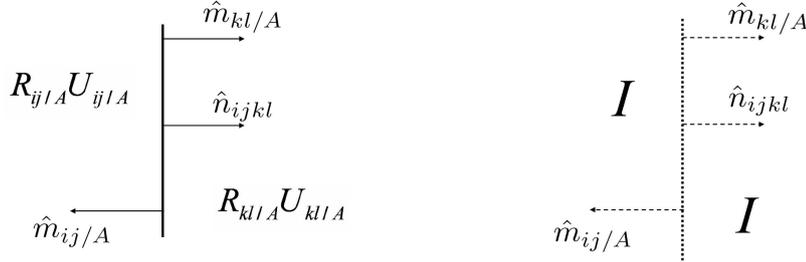


FIGURE 4.3.1 – Schématisation de deux formes dégénérées d'un *wedge* : lorsque les trois vecteurs  $\hat{m}_{kl/A}$ ,  $\hat{m}_{ij/A}$  et  $\hat{n}_{ijkl}$  sont tous parallèles, le *wedge* ne peut pas exister.

$n_2 = (R_{kl/A} U_{kl/A})^{-T} \hat{n}_{ijkl}$  formant l'angle  $\psi$  entre eux.

Pour quatre variantes données  $i$ ,  $j$ ,  $k$  et  $l$ , on a vu plus haut que l'on pouvait avoir plusieurs solutions (au maximum 128). Mais un autre niveau de multiplicité peut être mis en évidence. En effet, pour chacune de ces solutions (définie par quatre normales dans la configuration transformée), on peut définir huit configurations géométriques différentes. La Figure 4.3.2 illustre ce propos : les huit configurations géométriques dessinées possèdent les mêmes normales  $\hat{m}_{kl/A}$ ,  $\hat{m}_{ij/A}$ ,  $n_1 = (R_{ij/A} U_{ij/A})^{-T} \hat{n}_{ijkl}$  et  $n_2 = (R_{kl/A} U_{kl/A})^{-T} \hat{n}_{ijkl}$ .

En valeur absolue, ces huit configurations ont le même angle  $|\psi|$  de non-compatibilité. En fonction de la valeur des paramètres de maille, certaines des huit microstructures correspondent à un angle  $\psi$  positif et les autres correspondent à un angle négatif. Les schémas (1) et (2) de cette Figure 4.3.2 représentent deux microstructures « duales » : *wedge* de martensite et *wedge* d'austénite. Quand l'une a un angle  $\psi$  positif, l'autre a un angle  $\psi$  négatif (Par exemple sur la figure, c'est le *wedge* de martensite qui a été dessiné avec  $\psi > 0$ ).

Comme le matériau tente en réalité d'assurer la continuité du champ de déplacement (avec au pire des dislocations si les déformations élastiques ne suffisent pas), il existera en fait des contraintes mécaniques dans la microstructure. En visualisant la fermeture de l'angle  $\psi$ , on devine que les Figures 4.3.2-(1) et -(2) vont correspondre respectivement à des microstructures sous traction et compression. Il est intéressant de noter qu'un arrangement périodique de *wedges* duaux est souvent observé dans les AMF. La Figure 4.3.3 illustre de type d'arrangement. Les références [115, 92, 76] montrent des micrographies similaires (voir également la référence [114] qui pointe sur une page web). On peut penser qu'une alternance de *wedges* sous traction et sous compression permet de réduire le niveau de contrainte moyen.

Dans la suite de ce travail, ce niveau de multiplicité des *wedges* ne sera pas pris en compte dans la comptabilité des *wedges*. Il suffira simplement de multiplier les nombres par 8 si on souhaite avoir le nombre total de microstructures possibles.

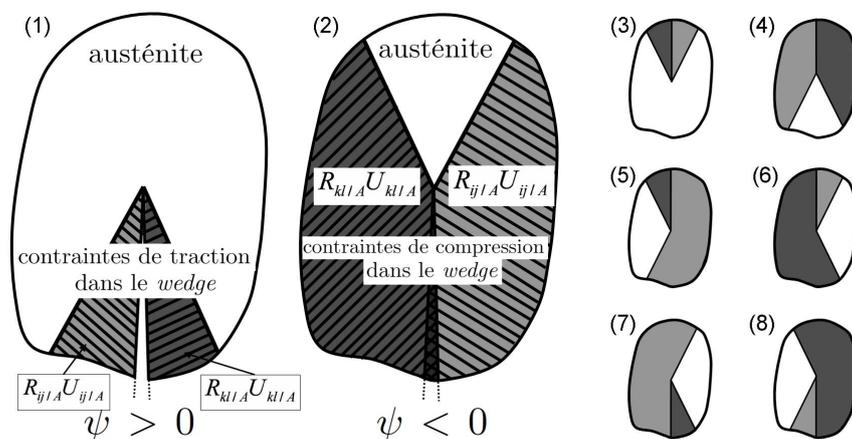


FIGURE 4.3.2 – Huit configurations possibles pour une même solution. Ces microstructures possèdent les mêmes normales d'interfaces  $\hat{m}_{kl/A}$ ,  $\hat{m}_{ij/A}$ ,  $n_1 = (R_{ij/A}U_{ij/A})^{-T}\hat{n}_{ijkl}$  et  $n_2 = (R_{kl/A}U_{kl/A})^{-T}\hat{n}_{ijkl}$ . Les schémas (1) et (2) représentent deux microstructures duales (*wedge de martensite* et *wedge d'austénite*) pour lesquelles les indicateurs de non-compatibilité  $\psi$  sont de signes opposés.

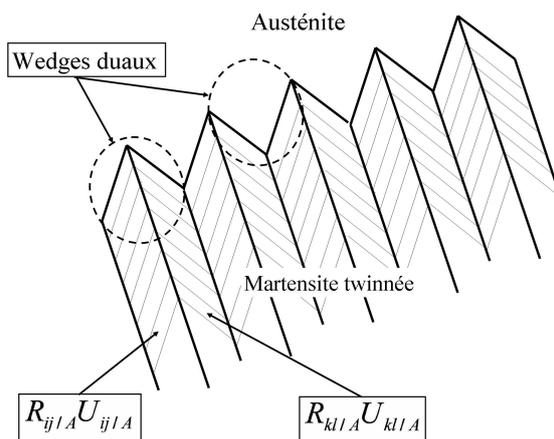


FIGURE 4.3.3 – Microstructure souvent observée dans les AMF : succession de *wedges* duaux.

## 4.4 Concept de « voisinage acceptable » des restrictions sur les paramètres de maille

La section précédente a indiqué la procédure pour calculer les *wedges* non-CSF qui peuvent être formés dans le matériau. Chaque solution est caractérisée par un angle de non-compatibilité  $\psi$  (en fait, on peut considérer la valeur absolue  $|\psi|$  de cet angle car la multiplicité évoquée plus haut montre que les valeurs positives et négatives sont obtenues si l'on considère les 8 configurations géométriques possibles pour chaque solution). Une question est donc maintenant de savoir quel est l'angle maximum  $\bar{\psi}$  acceptable pour que la microstructure se crée sans irréversibilité mécanique (c'est à dire en utilisant uniquement des déformations élastiques additionnelles). Cette question sera traitée plus tard, sur la base de constatations expérimentales. Pour le moment, la présente section discute du concept de voisinage acceptable des restrictions sur les paramètres de maille.

Considérons un *wedge* non-CSF. La valeur de son angle de non-compatibilité varie avec les paramètres de maille. L'angle  $\psi$  est une fonction des paramètres de maille ou de transformation :  $\psi = \psi(\text{paramètres de maille})$  ou  $\psi = \psi(\text{paramètres de transformation})$ . De manière plus générale  $\psi = \psi(U)$ . On cherche les domaines de l'espace des paramètres de maille (ou des paramètres de transformation) pour lesquels :

$$|\psi| \leq \bar{\psi} \quad (4.4.1)$$

où  $\bar{\psi}$  représente une valeur limite à discuter.

Les *wedges* existant dans ces domaines pourront être le siège de contraintes mécaniques, mais ces contraintes seront considérées comme faibles et non nuisibles à la réversibilité de la transformation de phase. On qualifiera ces *wedges* de « **presque-compatibles** ».

L'équation  $\psi = 0$  correspond à une restriction sur les paramètres de maille (ou de manière équivalente sur les paramètres de transformation). On peut donc qualifier les domaines tels que  $|\psi| \leq \bar{\psi}$  de voisinages acceptables des restrictions sur les paramètres de maille. Dans la suite de ce travail, ces domaines seront plus simplement nommés « **LSN** » (pour *Low Stress Neighborhoods*).

Trois cas peuvent en fait se présenter. Ils sont illustrés sur la Figure 4.4.1 :

- **cas 1** : le domaine LSN contient une condition CSF. Ceci signifie en fait que la condition de coplanarité 4.3.2 est vérifiée dans un domaine autour d'une restriction  $\psi(U) = 0$  sur les paramètres de maille;
- **cas 2** : le domaine LSN ne contient pas de condition CSF. Ceci signifie que la restriction  $\psi = 0$  n'est jamais vérifiée dans le domaine LSN défini par  $|\psi| \leq \bar{\psi}$  (en toute rigueur, on ne devrait pas parler de voisinage d'une restriction puisqu'il y a pas de restriction...);
- **cas 3** : le domaine LSN se réduit à une condition CSF. Ceci signifie que la condition de coplanarité 4.3.2 est uniquement vérifiée sur la restriction  $\psi(U) = 0$ . Le moindre écart par rapport à la restriction sur les paramètres de maille ne permet pas la création du *wedge* (ni CSF, ni non-CSF).

Dans la suite de ce travail, on ne s'intéressera qu'aux cas 1 et 2 ci-dessus. En effet, d'un point de vue numérique, en balayant de manière discrète l'espace des paramètres de maille (ou des

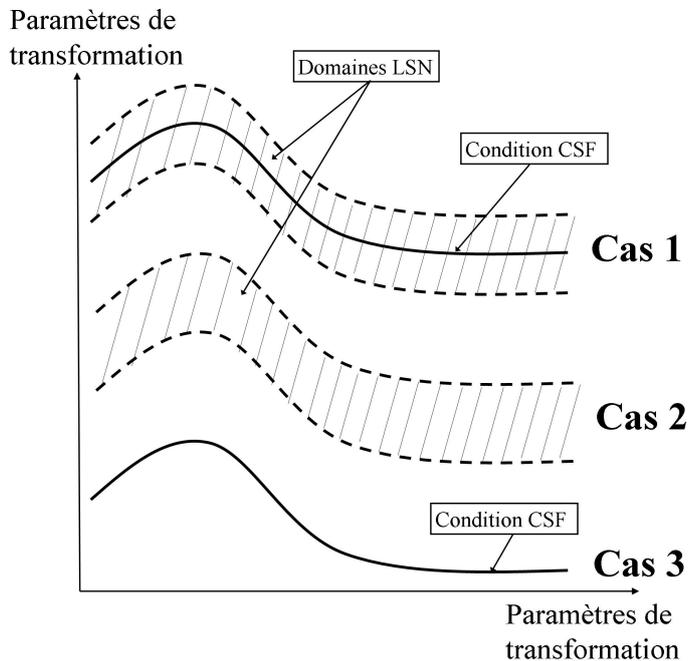


FIGURE 4.4.1 – Notion de voisinage LSN. Cas 1 : domaine LSN incluant une condition CSF. Cas 2 : domaine LSN sans condition CSF. Cas 3 : domaine LSN se réduisant à une condition CSF.

paramètres de transformation), il est très difficile de trouver des configurations correspondant au cas 3. D'autre part, il peut être supposé que les *wedges* correspondant au cas 3 ont peu de chances d'exister dans la nature (le moindre écart des paramètres de maille par rapport à la restriction ne permet pas la création du *wedge* (ni CSF, ni non-CSF)).

## 4.5 Application à la transformation cubique-tétraгонаle

Cette transformation est traitée en premier car ce cas est assez simple. L'étude des *wedges* presque-compatibles pour cette transformation servira de base aux procédures d'analyse et à l'établissement des premiers résultats. Les paramètres de transformation sont  $\eta_1$  et  $\eta_2$ . Rappelons qu'il y a trois variantes de martensite (voir section 3.3.2) :

$$U_1 = \begin{pmatrix} \eta_2 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_1 \end{pmatrix}, U_2 = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_2 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_1 \end{pmatrix}, U_3 = \begin{pmatrix} \eta_1 & 0 & 0 \\ 0 & \eta_1 & 0 \\ 0 & 0 & \eta_2 \end{pmatrix}. \quad (4.5.1)$$

Dans la section 3.8.2, il a été établi qu'il existait deux groupes de *wedges* :

$$\{(1:2)(1:2)\} = \{[(1:2)(1:2)][(1:3)(1:3)][(2:3)(2:3)]\} \quad (4.5.2)$$

$$\{(1:2)(1:3)\} = \{[(1:3)(1:2)][(2:3)(2:1)][(3:1)(3:2)]\} \quad (4.5.3)$$

En utilisant la méthode de résolution définie dans la Section 4.3.1, on montre que seul le groupe  $\{(1:2)(1:3)\}$  permet d'obtenir des *wedges*. L'autre groupe ne permet pas d'avoir des *wedges* (ni CSF, ni non-CSF) quels que soient les paramètres  $(\eta_1, \eta_2)$ .

### 4.5.1 Application numérique pour l'alliage $NiMn_{49,4}$

Pour une première application, on considère l'alliage  $NiMn_{49,4}$  (% at.), dont les paramètres de transformation sont  $\eta_1 = 0,9118$  et  $\eta_2 = 1,1941$  [15]. C'est un AMF à transformation cubique-tétragonale, connu pour générer des *wedges* [3, 15, 56, 62]. Considérons un élément du groupe  $\{(1:2)(1:3)\}$  : par exemple l'élément  $[(1:2)(1:3)]$ . En utilisant la méthode de résolution définie dans la Section 4.3.1, on détermine toutes les solutions possibles avec  $i = 1$ ,  $j = 2$ ,  $k = 1$  et  $l = 3$  (il y en a 128 au maximum). On calcule ensuite l'angle de non-compatibilité  $\psi$  de chacune de ces solutions. La Figure 4.5.1 montre les valeurs de  $\psi$  obtenues. Plusieurs points peuvent être notés :

- sur les 128 cas testés, 32 donnent des *wedges*. Sur la figure, ces 32 solutions ont été classées par ordre croissant des valeurs de  $\psi$  ;
- tous les 32 *wedges* obtenus sont non-CSF, car les valeurs de l'angle de non-compatibilité  $\psi$  sont toutes différentes de zéro ;
- plusieurs *wedges* peuvent avoir le même angle de non-compatibilité. En effet, les résultats se présentent sous la forme de paliers ;
- il existe quatre *wedges* pour lesquels  $\psi = \psi_{min} = 0,2140^\circ$ . La meilleure valeur suivante est d'un ordre de grandeur supérieur à  $\psi_{min}$  (environ  $7^\circ$ ).

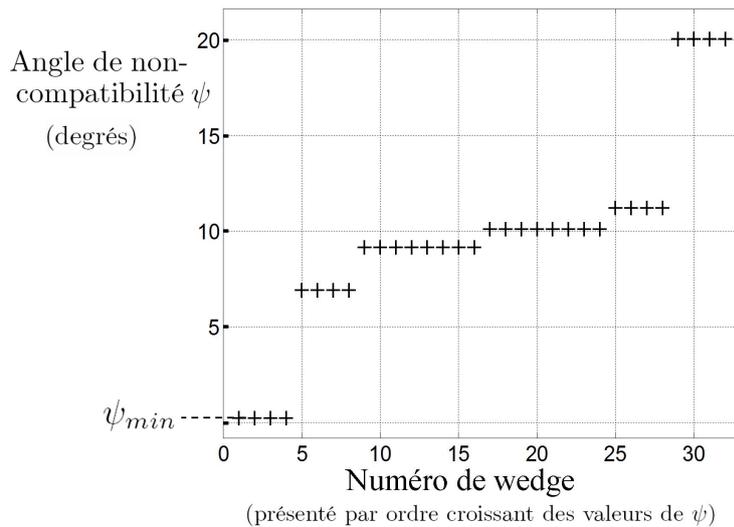


FIGURE 4.5.1 – Angles de non-compatibilité de tous les *wedges* non-CSF pour un alliage  $NiMn_{49,4}$ .

Les quatre *wedges* pour lesquelles  $\psi = \psi_{min}$  sont-ils réellement distincts ? La réponse est positive : il a été vérifié que ces *wedges* sont tous bien différents. Au global, quand on considère tous les éléments du groupe  $\{(1:2)(1:3)\}$ , on obtient 12 *wedges* différents pour lesquels  $\psi = \psi_{min}$ . Cette comptabilité est en accord avec les résultats obtenus (dans le cadre CSF) par les références [15, 56, 62, 18].

### 4.5.2 Application numérique pour d'autres alliages

Le calcul de  $\psi_{min}$  a été réalisé pour d'autres alliages à transformation de phase cubique-tétragonale : les valeurs obtenues pour chaque alliage sont répertoriées dans le tableau 4.1. Pour

tous ces alliages, la valeur de  $\psi_{min}$  est associée aux quatre mêmes solutions que pour l'alliage  $NiMn_{49,4}$ . Il a été vérifié que les valeurs de  $\psi$  pour les autres solutions sont toutes très supérieures à  $\psi_{min}$ . Le lecteur notera que la valeur de  $\psi_{min}$  varie de  $0,0007^\circ$  à  $0,2140^\circ$  en fonction de l'alliage. Ce résultat est pris en compte dans la section 4.6 pour proposer une valeur maximale de l'angle de non-compatibilité permettant la réversibilité d'un *wedge*.

Type d'alliage (% at.)	$\psi_{min}$
$NiAl_{36}$	$0,0623^\circ$
$NiMn_{49,4}$	$0,2140^\circ$
$NiZn_{48}Cu_{20}$	$0,1234^\circ$
$NiZn_{34}Si_{15}$	$0,0165^\circ$
$InTl_{22,73}$	$0,0007^\circ$
$InPb_{32}$	$0,0856^\circ$
$FeNi_{31}Co_{,3}$	$0,0342^\circ$
$FeCr_{7,9}C_{1,1}$	$0,1558^\circ$
$FePt_{24}$	$0,0471^\circ$
$FeAl_7C_2$	$0,1775^\circ$

TABLE 4.1 – Valeur minimum ( $\psi_{min}$ ) de l'indicateur de non-compatibilité  $\psi$  de différents alliages à transformation cubique-tétragonale. Les paramètres de transformation ( $\eta_1, \eta_2$ ) utilisés pour les calculs sont issus des références [15, 18].

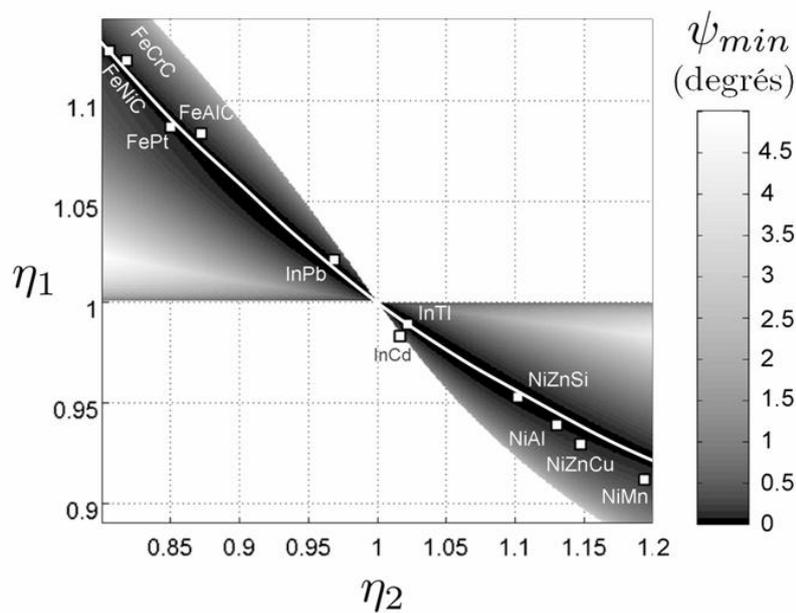
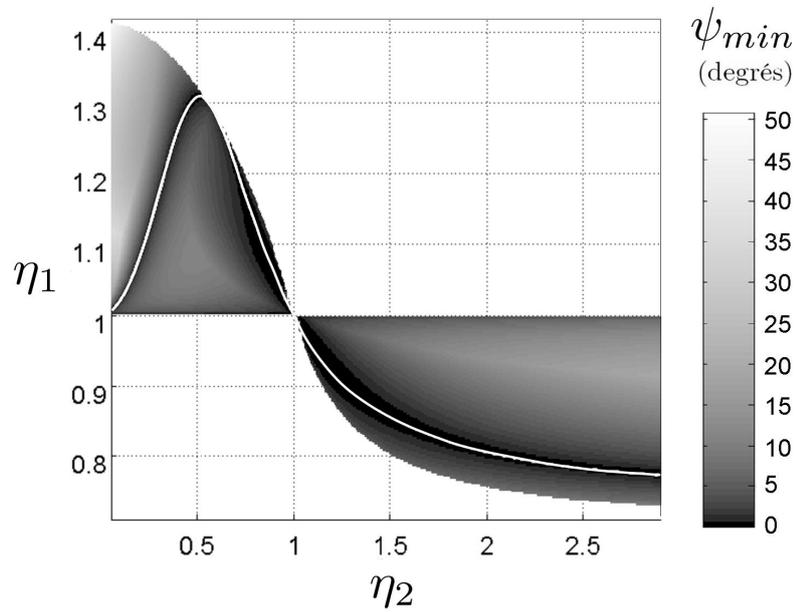
### 4.5.3 Tracé de $\psi_{min}$ dans l'espace des paramètres de transformation

Un alliage subissant une transformation cubique-tétragonale est repéré par un point dans le plan  $(\eta_1, \eta_2)$ . La Figure 4.5.2-a donne la valeur de  $\psi_{min}$  dans le plan  $(\eta_1, \eta_2)$ . Sur cette figure, la compatibilité parfaite ( $\psi_{min} = 0$ ) est représentée par la ligne continue blanche : évidemment, elle coïncide exactement avec la restriction CSF déterminée dans les références [15] et [56]. Les valeurs pour lesquelles  $\psi_{min} \neq 0$  sont représentées par une échelle de gris. On note que les valeurs varient entre 0 et plus de  $50^\circ$  dans la zone d'étude. Les zones où il n'y a aucune valeur correspondent au cas où il ne peut pas exister de *wedges* (ni CSF, ni non-CSF). Un zoom autour de  $\eta_1 = \eta_2 = 1$  est présenté sur la Figure 4.5.2-b. Les points correspondant aux paramètres de transformation d'AMF connus sont indiquées sur cette figure.

## 4.6 Proposition d'une limite pour $\psi$ (valeur de $\bar{\psi}$ )

Nous allons tenter maintenant de répondre à la question suivante. Quel est l'angle de non-compatibilité maximum  $\bar{\psi}$  acceptable pour qu'un *wedge* se crée sans irréversibilité mécanique (c'est à dire en utilisant juste des déformations élastiques additionnelles)? La réponse proposée se base sur des observations expérimentales : l'approche adoptée sera donc heuristique.

Même si les *wedges* sont très souvent observés dans les AMF, les informations expérimentales disponibles pour la détermination d'une valeur de  $\bar{\psi}$  sont rares. Souvent les paramètres de maille ne sont pas précisés (ou il le sont partiellement) dans la littérature montrant des micrographies de *wedges*. Toutefois, deux observations sont disponibles pour permettre une détermination de  $\bar{\psi}$  :



(b) Zoom autour de  $\eta_1 = \eta_2 = 1$ . Les points blancs indiquent les paramètres de transformation d'alliages réels, pris dans les références [15] et [18].

FIGURE 4.5.2 – Valeur minimale  $\psi_{min}$  de l'indicateur de non-compatibilité en fonction des paramètres de transformation  $(\eta_1, \eta_2)$  dans le cas d'une transformation cubique-tétraгонаle. Les restrictions CSF (pour lesquelles  $\psi_{min} = 0$ ) sont représentées par une ligne continue blanche.

- observation 1 : pour la transformation cubique-tétragonale, nous venons de voir que les valeurs de  $\psi_{min}$  ne dépassent pas généralement  $0,2^\circ$  (voir Tableau 4.1);
- observation 2 : pour la transformation cubique-monoclinique, les données expérimentales tirées de [103] et relatives à un AMF CuZnAl (ainsi que l'analyse proposée par [10]) indiquent une valeur de  $\psi$  de l'ordre de  $0,3^\circ$  pour les *wedges* observés.

C'est sur ces deux observations qu'est fondée la détermination de  $\bar{\psi}$ . Dans toute la suite de ce travail, on va considérer :

$$\bar{\psi} = 0,3^\circ \quad (4.6.1)$$

Bien sur, d'autres facteurs influent certainement sur la valeur de  $\bar{\psi}$  : rigidité de l'austénite et de la martensite, limites élastiques... Ces propriétés sont anisotropes et il existe peu d'informations sur ces aspects dans la littérature. En première approximation, on peut toutefois noter que les propriétés élastiques moyennes (pour les polycristaux...) sont du même ordre de grandeur pour tous les AMF (on n'a pas un rapport de 1 à 10). Il n'est donc pas si surprenant que, dans les deux observations ci-dessus, les valeurs de  $\psi$  pour des *wedges* observés soient assez indépendantes du type d'alliage.

La valeur  $0,3^\circ$  proposée comme limite a le mérite de définir ce que l'on va qualifier de petit pour un angle de non-compatibilité. Elle permettra de définir les domaines LSN dans l'espace des paramètres de transformation.

Pour revenir et conclure sur la transformation cubique-tétragonale, on observe qu'il existe un unique domaine LSN. Ce domaine est un « tube » autour de l'unique condition CSF existant pour ce type de transformation (on est dans le cas 1 de la Section 4.4).

## 4.7 Application à la transformation cubique-orthorhombique

Dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique, nous allons voir que les *wedges* presque-compatibles sont beaucoup plus nombreux.

### 4.7.1 Paramètres de transformation

Les matrices de transformation sont au nombre de six (voir section 3.3.2) :

$$\begin{aligned}
 U_1 &= \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 & \frac{\alpha-\gamma}{2} \\ 0 & \beta & 0 \\ \frac{\alpha-\gamma}{2} & 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix}, U_2 = \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 & \frac{-\alpha+\gamma}{2} \\ 0 & \beta & 0 \\ \frac{-\alpha+\gamma}{2} & 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix}, U_3 = \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & \frac{\alpha-\gamma}{2} & 0 \\ \frac{\alpha-\gamma}{2} & \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix}, \\
 U_4 &= \begin{pmatrix} \frac{\alpha+\gamma}{2} & \frac{-\alpha+\gamma}{2} & 0 \\ \frac{-\alpha+\gamma}{2} & \frac{\alpha+\gamma}{2} & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix}, U_5 = \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} & \frac{\alpha-\gamma}{2} \\ 0 & \frac{\alpha-\gamma}{2} & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix}, U_6 = \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\alpha+\gamma}{2} & \frac{-\alpha+\gamma}{2} \\ 0 & \frac{-\alpha+\gamma}{2} & \frac{\alpha+\gamma}{2} \end{pmatrix}. \quad (4.7.1)
 \end{aligned}$$

Les paramètres de transformation sont  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ . Il doit être noté qu'ils correspondent aux trois valeurs propres  $\lambda_i$  des matrices de transformation. Il est habituel de classer ces valeurs propres de façon ordonnée :  $\lambda_1 \leq \lambda_2 \leq \lambda_3$ .

Le lecteur trouvera dans l'annexe A les paramètres de maille de différents alliages, ainsi que leurs paramètres de transformation. Il est observé que le paramètre  $\beta$  est toujours plus petit que  $\alpha$  et  $\gamma$ . On a donc :

$$\lambda_1 = \beta. \quad (4.7.2)$$

Pour reprendre une remarque de la référence [59], intervertir les deux paramètres  $\alpha$  et  $\gamma$  revient simplement à renuméroter les variantes. Par conséquent, ces deux paramètres jouent le même rôle dès lors que toutes les combinaisons de variantes sont testées dans un calcul. On écrira donc :

$$\lambda_1 = \beta, \quad \lambda_2 = \min\{\alpha, \gamma\}, \quad \lambda_3 = \max\{\alpha, \gamma\}. \quad (4.7.3)$$

Les données expérimentales disponibles montrent que  $\beta = \lambda_1$  est toujours plus petit que 1, avec des valeurs allant de 0,90 à 0,95. Les deux valeurs propres  $\lambda_2$  et  $\lambda_3$  prennent respectivement des valeurs allant de 0,98 à 1,04 et de 1,03 à 1,08. Ces valeurs permettent de définir un domaine d'étude dans l'espace  $(\alpha, \beta, \gamma)$  ou  $(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3)$ . En pratique pour les calculs, on fixera la valeur de  $\lambda_1 = \beta$  à 0,93 (valeur moyenne), et on tracera ensuite les résultats pour  $\alpha$  et  $\gamma$  variant entre 0,97 et 1,10.

On notera que :

- le cas  $\alpha = \gamma$  (ou  $\lambda_2 = \lambda_3$ ) correspond au cas de la transformation cubique-tétraгонаle;
- le cas  $\lambda_2 = 1$  correspond au cas où n'importe quelle variante de martensite est directement compatible avec l'austénite. Dans ce cas, il n'est pas besoin de twinning pour créer un plan d'habitat entre l'austénite et la martensite.

Le cas particulier  $\lambda_2 = 1$  ne sera pas traité dans cette thèse (dans ce cas, il n'est pas besoin d'avoir de *twins* dans le *wedge* de part et d'autre du plan *midrib*). Cependant, on notera que la base de données présentée en annexe A contient quelques alliages avec  $\lambda_2$  très proche de 1. La section 4.7.7 sera consacrée au cas où  $\lambda_2$  est proche (mais différent) de 1.

Pour terminer sur ces remarques concernant les paramètres de transformation, on notera avec [59] et [132] que :

- pour  $\lambda_2 < 1$ , seule la famille de *twins compound*  $\{(1 : 2)\}$  peut créer des plans d'habitat avec l'austénite;
- pour  $\lambda_2 > 1$ , seule les familles de *twins* de type I et II  $\{(1 : j)\}$ , pour  $j \neq 2$ , peuvent créer des plans d'habitat avec l'austénite.

Ceci signifie qu'il existe beaucoup plus d'interfaces austénite-martensite pour  $\lambda_2 > 1$  que pour  $\lambda_2 < 1$ . Il faut s'attendre, par conséquent, à ce que le nombre de microstructures presque-compatibles situées de part et d'autre de  $\lambda_2 = 1$  soit très différent [132].

#### 4.7.2 Résultats généraux sur les LSN

En balayant numériquement l'espace des paramètres de transformation, on montre qu'il existe des LSN pour six groupes de *wedges* :

$$\begin{aligned} & \{(1 : 2)(1 : 2)\}_3, \quad \{(1 : 3)(1 : 3)\}_{12}, \quad \{(1 : 3)(1 : 4)\}_{16}, \\ & \{(1 : 3)(1 : 5)\}_{16}, \quad \{(1 : 3)(1 : 6)\}_{12}, \quad \{(1 : 3)(2 : 4)\}_6. \end{aligned} \quad (4.7.4)$$

Les indices indiquent ici les nombres d'éléments de chaque groupe. Pour les autres groupes listés dans la section 3.8.3, il n'y a pas de LSN.

Les résultats généraux suivants sont obtenus :

1. pour  $\lambda_2 < 1$ , les *wedges* presque-compatibles sont ceux du groupe  $\{(1 : 2)(1 : 2)\}$ . Ils ne font intervenir que des *twins compound*. Ils n'existent que dans un seul LSN ;
2. pour  $\lambda_2 > 1$ , les *wedges* presque-compatibles correspondent aux autres groupes. Ils ne font intervenir que des *twins* de type I et/ou II de part et d'autre du plan *midrib*. Ces domaines LSN admettent de nombreuses intersections. Par conséquent, le nombre de *wedges* presque-compatibles varie fortement avec les valeurs des paramètres de transformation. Le nombre le plus important de *wedges* presque-compatibles a été trouvé proche de la condition de tétragonalité  $\alpha = \gamma$  et de la condition  $\lambda_2 = 1$ .

Les résultats présentés dans les références [57] (figure 3) et [59] (figures 4 et 8) permettaient de localiser de nombreuses relations CSF proches de la condition de tétragonalité  $\alpha = \gamma$ , mais pas de la condition  $\lambda_2 = 1$ . Les résultats de l'item 2 ci-dessus sont très intéressants car ils montrent que seule une analyse des *wedges* presque-compatibles permet de révéler une abondance de solutions dans le voisinage de  $\lambda_2 = 1$ .

Le tableau 4.2 donne la liste des *wedges* presque-compatibles pouvant exister dans certains AMF connus à transformation cubique-orthorhombique. Pour chaque *wedge* presque-compatibile, le tableau fournit l'angle  $\psi$  de non-compatibilité correspondant ainsi que l'angle  $\varphi$  formé par les deux plans d'habitat (angle de *wedge*, voir Figure 4.7.1). Le tableau donne également les types de *twin* de part et d'autre du plan *midrib* : type I, type II et *compound*, notés 1, 2 et C respectivement dans le tableau. Les commentaires suivants peuvent être faits :

- Les deux premiers alliages du tableau sont éloignés à la fois de la condition de tétragonalité  $\alpha = \gamma$  et de la condition  $\lambda_2 = 1$ . Pour chacun d'entre eux, il existe plusieurs solutions avec un angle de non-compatibilité  $\psi$  petit. Les valeurs d'angle de *wedge*  $\varphi$  montrent que les solutions correspondent à des configurations géométriques classiquement observées dans les AMF ;
- Les cinq autres alliages du tableau sont proches de la relation  $\lambda_2 = 1$ . Pour  $\lambda_2 < 1$ , seuls les *wedges* presque-compatibles du groupe  $\{(1 : 2)(1 : 2)\}$  (composé de *twins compound*) existent. Pour  $\lambda_2 > 1$ , il peut exister un grand nombre de *wedges* presque-compatibles. Par exemple, l'alliage  $\text{TiNi}_{39}\text{Pd}_{11}$  peut avoir des *wedges* presque-compatibles parmi tous les groupes à l'exception du groupe  $\{(1 : 3)(2 : 4)\}$ . Pour  $\psi < 0,3^\circ$ , il faut noter que les angles de *wedge*  $\varphi$  sont très proches de zéro. Ce point est discuté plus loin.

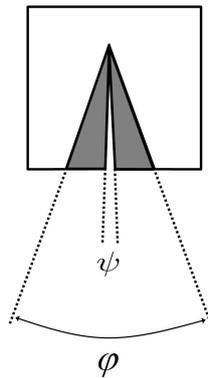


FIGURE 4.7.1 – Angle de non-compatibilité  $\psi$  et angle de *wedge*  $\varphi$ .

Alliage (% at.)	$\lambda_2$	$\psi$	Groupe de variantes	Type de <i>twin</i>	Angle de <i>wedge</i> $\varphi$
CuAl <sub>14,2</sub> Ni <sub>4,3</sub>		0,00002°	{(1 : 3)(1 : 6)}	1/1	23,75°
		0,00007°	{(1 : 3)(1 : 6)}	2/2	31,10°
		0,1756°	{(1 : 3)(1 : 5)}	2/2	17,14°
AuCu <sub>20,7</sub> Zn <sub>30,9</sub> ***		0,1040°	{(1 : 3)(1 : 5)}	1/1	33,65°
		0,1009°	{(1 : 3)(1 : 5)}	2/2	24,42°
		0,1725°	{(1 : 3)(1 : 6)}	1/1	12,47°
		0,2175°	{(1 : 3)(1 : 4)}	2/2	23,63°
TiNi <sub>43</sub> Pd <sub>7</sub> *	0,9970	0,0286°	{(1 : 2)(1 : 2)}	C/C	0,2573°
TiNi <sub>41</sub> Pd <sub>9</sub> *	0,9988	0,0120°	{(1 : 2)(1 : 2)}	C/C	0,0994°
TiNi <sub>39</sub> Pd <sub>11</sub> **	1,0001	0,0032°	{(1 : 3)(1 : 3)}	1/2	0,0956°
		0,0200°	{(1 : 3)(1 : 6)}	2/2	0,5330°
		0,0207°	{(1 : 3)(1 : 4)}	1/1	0,1383°
		0,0226°	{(1 : 3)(1 : 3)}	1/2	0,0277°
		0,0259°	{(1 : 3)(1 : 6)}	1/1	0,3602°
		0,0273°	{(1 : 3)(1 : 4)}	2/2	0,1836°
		0,0400°	{(1 : 3)(1 : 5)}	1/1	0,3083°
		0,0468°	{(1 : 3)(1 : 5)}	2/2	0,3608°
		0,0482°	{(1 : 3)(1 : 6)}	1/1	0,2107°
		0,0725°	{(1 : 3)(1 : 6)}	2/2	0,1810°
TiNi <sub>34</sub> Pd <sub>16</sub> **	1,0050	0,1118°	{(1 : 3)(1 : 3)}	1/2	2,9662°
TiNi <sub>25</sub> Pd <sub>25</sub> **	1,0070	0,1853°	{(1 : 3)(1 : 3)}	1/2	4,1744°

TABLE 4.2 – *Wedges* presque-compatibles pouvant exister dans certains AMF connus à transformation cubique-orthorhombique — Les valeurs des paramètres de transformation utilisés pour les calculs sont issues des références [15, 57, 41, 132]. Les alliages notés \* et \*\* possèdent une valeur de  $\lambda_2$  proche de 1, avec respectivement  $\lambda_2 < 1$  et  $\lambda_2 > 1$ . La composition de l’alliage noté \*\*\* est indiquée en pourcentage massique.

### 4.7.3 *Wedges* presque-compatibles appartenant à des LSN sans relation CSF

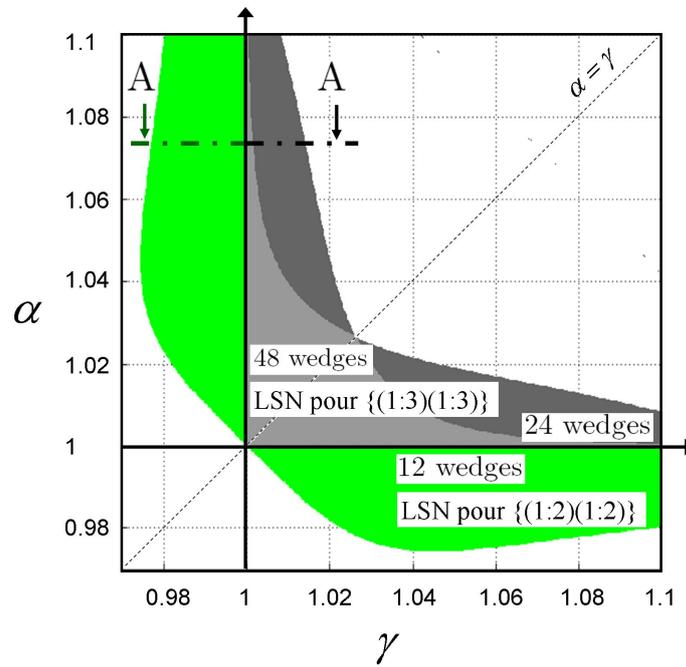
Ce paragraphe est consacré à l'analyse de *wedges* presque-compatibles à classer dans le **cas 2** du paragraphe 4.4. Ils sont dans des LSN n'admettant aucune relation CSF. Deux cas se présentent :

- Dans la zone  $\lambda_2 < 1$  : quatre *wedges* presque-compatibles et cristallographiquement non-équivalents sont issus du groupe  $\{(1 : 2)(1 : 2)\}$ . Ces microstructures sont les seules à faire intervenir des *twins compound*. Le nombre d'éléments contenus dans ce groupe est  $m_{\{(1:2)(1:2)\}} = 3$ . Par conséquent, il y a un total de 12 *wedges* distincts presque-compatibles. Ils sont tous représentés par la même fonction  $\psi = \psi(\alpha, \beta, \gamma)$ . La figure 4.7.2-a montre les zones LSN (en vert) correspondantes donnant ces *wedges*  $\{(1 : 2)(1 : 2)\}$  presque-compatibles. Elles sont représentées dans le plan  $(\alpha, \gamma)$  pour  $\beta = 0,93$ . Elles sont symétriques par rapport à la droite  $\alpha = \gamma$ . Ces microstructures n'existent pas à l'état CSF car la valeur de  $\psi$  n'est jamais nulle à l'intérieur du domaine LSN. Cela peut se voir sur la figure 4.7.2-b, qui représente les valeurs de  $\psi$  en fonction du paramètre de transformation  $\gamma$ ; c'est en fait la coupe AA indiquée sur la figure 4.7.2-a. Cette coupe met en évidence que lorsque  $\lambda_2 = \min\{\alpha, \gamma\}$  tend vers un, l'angle de non-compatibilité  $\psi$  tend vers zéro, mais sans l'atteindre;
- Dans la zone  $\lambda_2 > 1$  : la même situation se produit pour les zones LSN correspondant aux *wedges* de la famille  $\{(1 : 3)(1 : 3)\}$ . Il y a cette fois deux LSN. Ces deux LSN et leur intersection sont représentés par les domaines grisés de la figure 4.7.2-a. La figure 4.7.2-b met en évidence l'évolution de  $\psi$  en fonction de  $\gamma$  (coupe AA de la figure 4.7.2-a). Deux ou quatre solutions presque-compatibles et cristallographiquement non-équivalentes sont issues du groupe de *wedges*  $\{(1 : 3)(1 : 3)\}$  (suivant que l'on est ou non dans l'intersection des deux LSN). Le nombre d'éléments contenus dans ce groupe étant  $m_{\{(1:3)(1:3)\}} = 12$ , il y a un total de 24 ou 48 *wedges* distincts presque-compatibles.

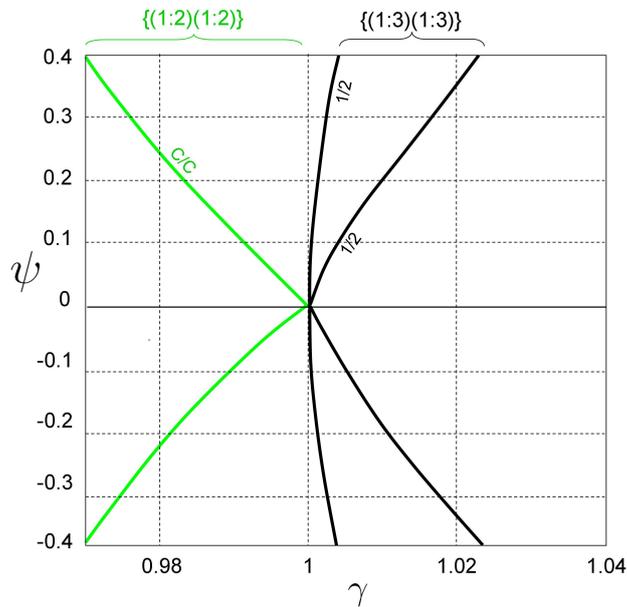
#### Analyse de l'alliage $\text{TiNi}_{43}\text{Pd}_7$

L'alliage  $\text{TiNi}_{43}\text{Pd}_7$  est connu pour avoir toutes les caractéristiques d'un AMF. Les paramètres de transformation sont donnés dans la référence [132] :  $\lambda_1 = \beta = 0,9398$ ,  $\lambda_2 = \alpha = 0,9970$ ,  $\lambda_3 = \gamma = 1,0606$ . Il est donc avec  $\lambda_2 < 1$  (voir tableau 4.2). La transformation de phase peut donc s'obtenir par l'intermédiaire d'un *wedge* presque-compatible  $[(1 : 2)(1 : 2)]$ . L'indicateur de non-compatibilité de ce *wedge* vaut  $\psi = 0,0286^\circ$ . Les caractéristiques géométriques de cette microstructure ont été calculées : premier plan d'habitat (0,49985 0,70506 0,50303) avec plan de twinnage (001) ; second plan d'habitat (0,50303 0,70506 0,49985) avec plan de twinnage (001) ; et plan *midrib* (10 $\bar{1}$ ). On note que l'angle de *wedge* est proche de zéro :  $\varphi = 0,2573^\circ$ . Dernièrement, le *twin ratio*<sup>1</sup> dans les deux zones de martensite twinnées est égal à 0,0486 (soit à peine 5%). En effet, avec une valeur de  $\lambda_2$  très proche de un, cet alliage est proche de la condition nécessaire pour que l'austénite soit compatible avec une seule variante de martensite (martensite non-twinnée) : on peut parler de « plan d'habitat généralisé » (voir figure 4.7.3-a). En fait, une autre configuration peut être construite avec les mêmes normales d'interface : aiguille d'austénite (voir figure 4.7.3-b).

1. Le rapport entre la proportion de martensite  $U_i$  et celui de martensite  $U_j$ .



(a) Domaines LSN (et leur intersection) dans le plan  $(\alpha, \gamma)$  pour  $\beta = 0,93$ . La zone verte représente le domaine LSN du groupe de *wedges*  $\{(1 : 2)(1 : 2)\}$ . Les zones grises (claire et foncée) représentent les deux domaines LSN existant pour le groupe de *wedges*  $\{(1 : 3)(1 : 3)\}$ . Le nombre de *wedges* presque-compatibles distinctes est indiqué.



(b) Coupe AA : angle de non-compatibilité  $\psi$  en fonction du paramètre de transformation  $\gamma$  (pour  $\alpha = 1,0649$  et  $\beta = 0,9248$ ) pour les groupes de *wedges*  $\{(1 : 2)(1 : 2)\}$  et  $\{(1 : 3)(1 : 3)\}$ .

FIGURE 4.7.2 – *Wedges* presque-compatibles appartenant à des LSN sans relation CSF.

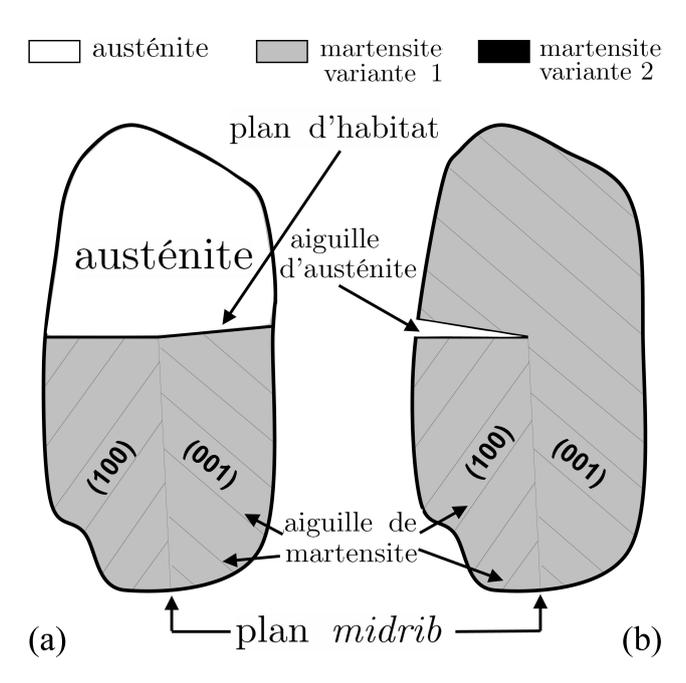


FIGURE 4.7.3 – Sections dans le plan (010) des microstructures que l'on obtient pour l'alliage TiNi<sub>43</sub>Pd<sub>7</sub> (ayant  $\lambda_2$  proche de un et  $\lambda_2 < 1$ ). (a) Plan d'habitat généralisé. (b) Aiguille d'austénite.

### Analyse de l'alliage $\text{TiNi}_{25}\text{Pd}_{25}$

L'alliage  $\text{TiNi}_{25}\text{Pd}_{25}$  possède les paramètres de transformation suivants [132] :  $\lambda_1 = \beta = 0,9167$ ,  $\lambda_2 = \alpha = 1,0070$ ,  $\lambda_3 = \gamma = 1,0775$ . Il est donc avec  $\lambda_2$  proche de 1 et  $\lambda_2 > 1$  (voir tableau 4.2). La transformation de phase peut donc s'obtenir par l'intermédiaire d'un *wedge* presque-compatible  $[(1:3)(1:3)]$ . L'indicateur de non-compatibilité de ce *wedge* vaut  $\psi = 0,1853^\circ$ . Les caractéristiques géométriques de cette microstructure ont été calculées : premier plan d'habitat  $(0,62042 \ 0,41757 - 0,66386)$  avec plan de twinnage **de type I**  $(01\bar{1})$ ; second plan d'habitat  $(0,64463 \ 0,35063 - 0,67935)$  **de type II**  $(0,38753 \ 0,65185 - 0,65185)$ ; et plan *midrib*  $(0,18794 \ 0,93451 - 0,30226)$ . On note que ce *wedge* est composé de *twins* de type I d'un côté du *midrib*, et de *twins* de type II de l'autre côté. On peut parler de *wedges* mixtes. Ces microstructures ne peuvent pas être mises en évidence en considérant uniquement les conditions CSF.

#### 4.7.4 *Wedges* presque-compatibles appartenant à des LSN incluant des relations CSF

Pour poursuivre l'analyse, seront maintenant étudiés les *wedges* appartenant aux groupes  $\{(1:3)(1:4)\}$  et  $\{(1:3)(1:6)\}$ . Les *wedges* appartenant à ces deux groupes sont composés de *twins* de type I ou II et les solutions ne vont exister que pour  $\lambda_2 > 1$ . Les figures 4.7.4-a et -b montrent pour ces deux groupes l'évolution de  $\psi_{min}$  en fonction des paramètres de transformation  $\alpha$  et  $\gamma$  pour  $\beta$  fixé à 0,93. Contrairement aux cas exposés précédemment (voir paragraphe 4.7.3), les LSN admettent des relations CSF ( $\psi = 0$ ). Ces relations CSF sont mises en évidence sur les figures 4.7.4-a et -b (en projection dans le plan  $(\alpha, \gamma)$ ); elles avaient été déterminées antérieurement par [19] et [62].

Pour les configurations  $[(1:3)(1:4)]$  et  $[(1:3)(1:6)]$ , on a **huit** ou **quatre** solutions presque-compatibles (suivant si ces solutions sont dans l'intersection ou non de LSN). Ces solutions sont cristallographiquement non-équivalentes. Ce nombre de solutions doit être multiplié respectivement par **seize** et **douze** pour obtenir le nombre total correspondant de *wedges* presque-compatibles pour les groupes  $\{(1:3)(1:4)\}$  et  $\{(1:3)(1:6)\}$ . En effet, le nombre d'éléments du groupe  $\{(1:3)(1:4)\}$  est  $m_{\{(1:3)(1:4)\}} = 16$ , tandis que celui contenu dans le groupe  $\{(1:3)(1:6)\}$  est  $m_{\{(1:3)(1:6)\}} = 12$ .

Un résultat intéressant à relever ici est que ces groupes  $\{(1:3)(1:4)\}$  et  $\{(1:3)(1:6)\}$  produisent des *wedges* presque-CSF pour des valeurs de paramètres de maille proches de la condition  $\lambda_2 = 1$  (donc très éloignées des relations CSF). Ceci est d'ailleurs également vrai pour les *wedges* issus des autres groupes à l'exception du groupe  $\{(1:3)(2:4)\}$ . Pour cette raison, le nombre total de *wedges* presque-compatibles est grand pour des matériaux dont les paramètres de transformation sont tels que  $\lambda_2$  est proche de un (par valeur supérieures).

#### Cas particulier du groupe de *wedges* $\{(1:3)(2:4)\}$

Il est intéressant ici de noter que des *wedges* presque-compatibles issus du groupe  $\{(1:3)(2:4)\}$  existent dans des domaines LSN proches de la condition de tétragonalité  $\alpha \approx \gamma$ . D'autres groupes possèdent également un angle  $\psi$  petit dans certains domaines proches de cette condition, voir les figures 4.7.2 et 4.7.4. Par conséquent, le nombre de *wedges* presque-compatibles va être plus grand dans certains domaines proches de  $\alpha \approx \gamma$ .

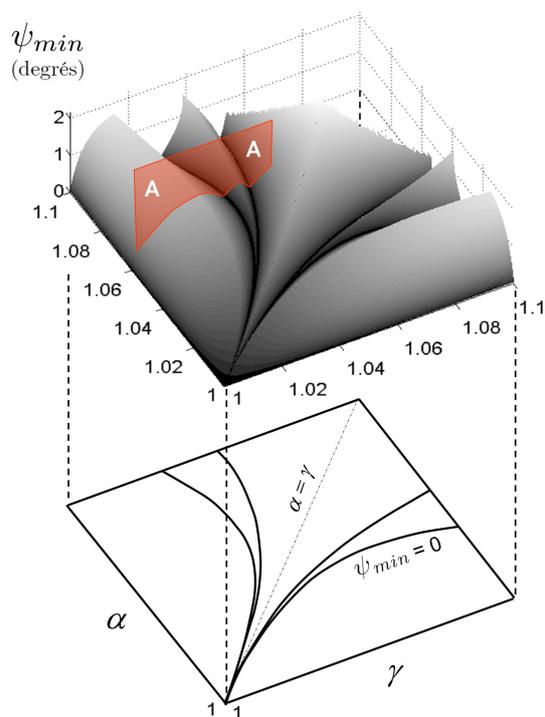
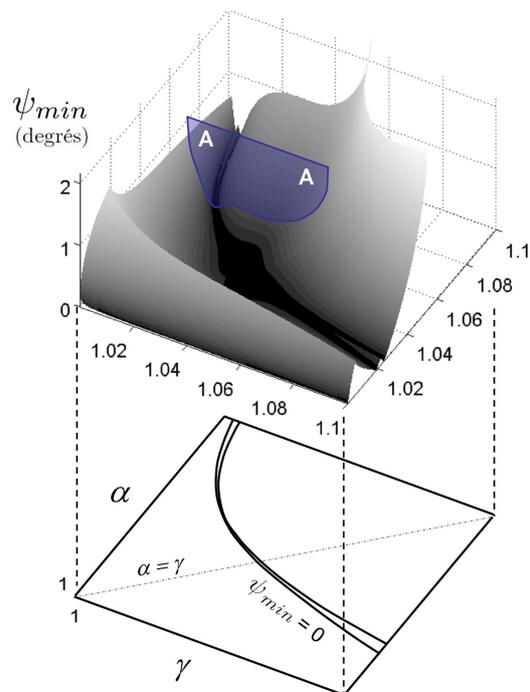
(a) pour le groupe  $\{(1:3)(1:4)\}$ .(b) pour le groupe  $\{(1:3)(1:6)\}$ .

FIGURE 4.7.4 – Angle de non-compatibilité  $\psi_{min}$  en fonction des paramètres de transformation  $\alpha$  et  $\gamma$  pour  $\beta = 0,93$ . Les courbes CSF ( $\psi = 0$ ) sont représentées dans le plan  $(\alpha, \gamma)$ . La coupe repérée AA est représentée en figure 4.7.5.

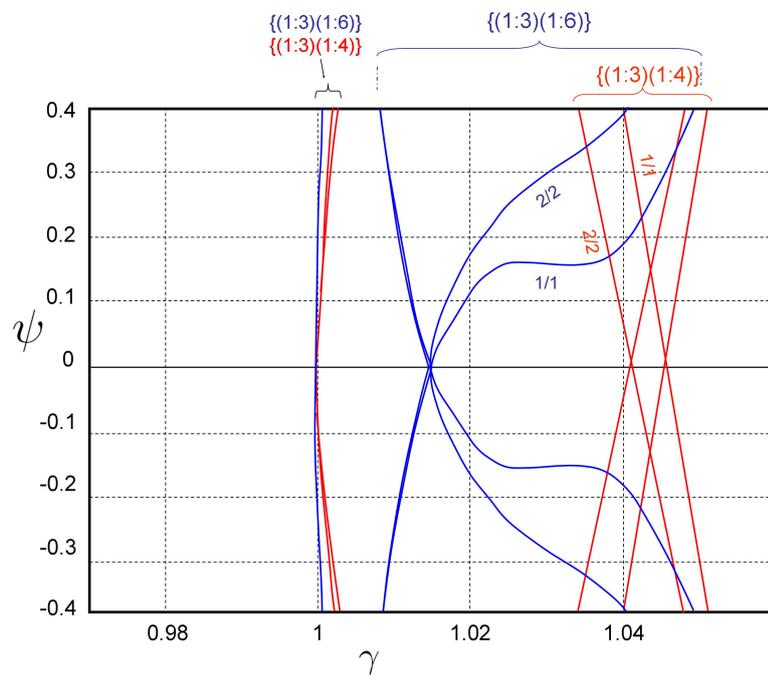


FIGURE 4.7.5 – Indicateur de non-compatibilité  $\psi$  en fonction du paramètre de transformation  $\gamma$ , pour  $\alpha = 1,0649$  et  $\beta = 0,9248$  (coupes AA de la figure 4.7.4) pour les groupes de *wedges*  $\{(1:3)(1:4)\}$  (courbes rouges) et  $\{(1:3)(1:6)\}$  (courbes bleues).

### 4.7.5 Morphologie des domaines LSN - Sensibilité à la variation des paramètres de transformation

La figure 4.7.6 a pour objectif de décrire plus précisément la morphologie des domaines d'existence des *wedges* presque-compatibles dans le cas de la transformation cubique orthorhombique. Ceci, pour tous les groupes de *wedges* satisfaisant la condition  $|\psi| \leq 0,3^\circ$ . Cette figure représente l'indicateur de non-compatibilité  $\psi = \psi(\alpha, \beta, \gamma)$  pour  $\alpha$  et  $\beta$  respectivement fixés à  $\alpha = 1,0649$  et  $\beta = 0,9248$ . Ces valeurs correspondent à celles de l'alliage  $\text{AuCu}_{20,7}\text{Zn}_{30,9}$  [15].

Beaucoup d'observations intéressantes peuvent être conduites à partir des coupes représentées sur la figure 4.7.6. Il est tout d'abord important de noter que les profils de  $\psi$  en fonction de  $\gamma$  ont des formes totalement différentes en fonction des variantes et des *twins* qui composent les différents *wedges*. Ceci implique, comme le montre la figure 4.7.7, que les domaines LSN correspondants ne se situent pas seulement dans le voisinage strict des conditions CSF, comme c'est le cas pour la transformation cubique-tétraogonale. La figure 4.7.7 met en évidence les domaines LSN dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique, pour des *wedges* presque-compatibles. Ces domaines sont représentés dans le plan  $(\alpha, \gamma)$  pour  $\beta = 0,93$  et pour tous les groupes de *wedges*. Les domaines sont différenciés par des niveaux de gris correspondant chacun à un nombre de solutions (voir figure 6.4) de *wedge* presque-compatibles. Par souci de clarté, la partie symétrique par rapport à la droite  $\alpha = \gamma$  n'est pas représentée sur la figure.

Il faut préciser que lorsque la fonction caractéristique  $\psi = \psi(\alpha, \beta, \gamma)$  d'une famille de *wedges* admet un plateau pour lequel  $\psi \leq 0,3^\circ$ , le domaine LSN correspondant peut devenir extrêmement vaste. D'ailleurs, un tel exemple a déjà été mis en évidence pour des *wedges* presque-compatibles se formant dans des alliages à transformation cubique-monoclinique. De nombreux points expérimentaux appartenant à des AMF se trouvent sur un tel plateau [10]. De même, dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique, le lecteur notera que sur la figure 4.7.6, le profil bleu correspondant à des *wedges* appartenant au groupe  $\{(1:3)(1:6)\}$  possède un plateau centré sur une valeur de  $\gamma \approx 1,025$ . Sur ce plateau, la valeur de  $\psi$  est de l'ordre de  $0,17^\circ$ . Ainsi, sur ce type de plateau, les *wedges* appartenant à la courbe bleue notée 1/1 sur la figure 4.7.6 possèdent un angle  $\psi \leq 0,3^\circ$  jusqu'à une valeur de  $\gamma = 1,045$ . Cette valeur de  $\gamma$  est très éloignée de la condition CSF associée, car elle correspond à une déformation beaucoup plus importante que celle donnant  $\psi = 0$ .

Il est par conséquent possible de supposer que les *wedges* non-CSF appartenant au groupe  $\{(1:3)(1:6)\}$  et admettant un vaste domaine pour lequel l'indicateur de non-compatibilité  $\psi$  est petit auront toutes les chances de se former pour un grand intervalle de paramètres de maille.

Au contraire, les profils qui correspondent aux *wedges* appartenant au groupe  $\{(1:3)(1:4)\}$  (identifiés en rouge sur la figure 4.7.6) sont très abrupts. Il faut donc s'attendre à ce que les microstructures correspondantes se forment dans de petits domaines LSN de l'espace des paramètres de transformation, c'est à dire pour des valeurs de  $\psi$  proches de la condition CSF ( $\psi = 0$ ).

Un autre point à noter en observant la figure 4.7.6 est que les *wedges* issus d'un même groupe de variantes n'auront pas les mêmes chances de se former. Par exemple, les *wedges* composés de *twins* de type II et appartenant au groupe  $\{(1:3)(1:6)\}$  auront beaucoup moins de chances de se former que ceux composés de *twins* de type I. En observant leurs profils, force est de constater qu'en s'éloignant de la condition CSF ( $\psi = 0$ ), l'augmentation de  $\psi$  est plus faible dans le cas de *wedges* composés de *twins* de type I que de type II. A cela il faut ajouter que pour former une interface irrationnelle de type II, le « coût énergétique » que doit fournir le matériau est plus grand.

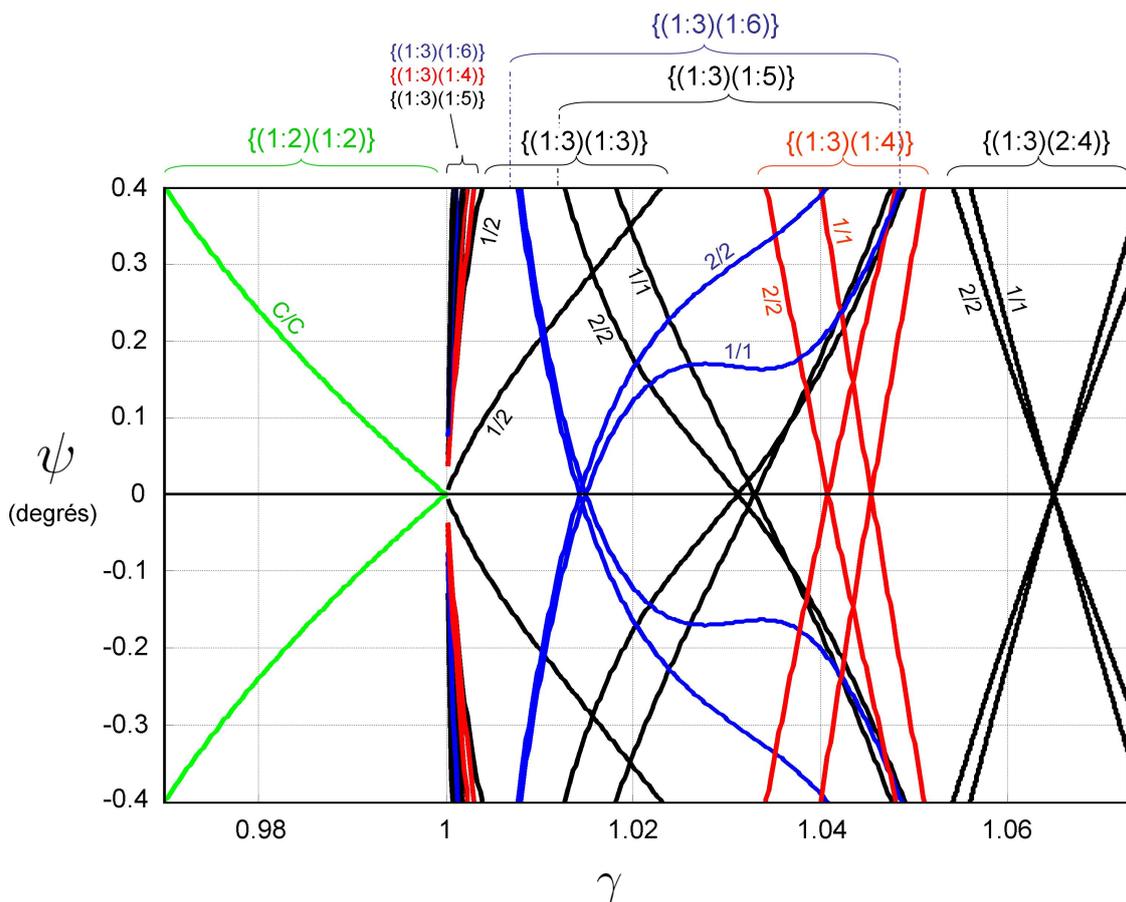


FIGURE 4.7.6 – *Wedges* twinnés dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique. Tracé de l'indicateur de non-compatibilité  $\psi$  en fonction du paramètre de transformation  $\gamma$ , pour  $\alpha = 1,0649$  et  $\beta = 0,9248$  pour tous les groupes de *wedges* presque-compatibles satisfaisant à la condition  $|\psi| \leq 0,3^\circ$ . Les *twins* de type I, II ou *compound* sont respectivement repérés par les symboles 1, 2 ou C. Les accolades horizontales repèrent les sections des LSN pour les différents groupes de *wedges*. Chaque couple de courbes symétriques ( $\psi \rightarrow -\psi$ ) situées de part et d'autre de l'axe  $\gamma$  correspond à un couple dual d'austénite et de martensite (voir figure 4.3.2). Pour  $\psi > 0$  la microstructure est soumise à des contraintes de traction, pour  $\psi < 0$  la microstructure est soumise à des contraintes de compression.

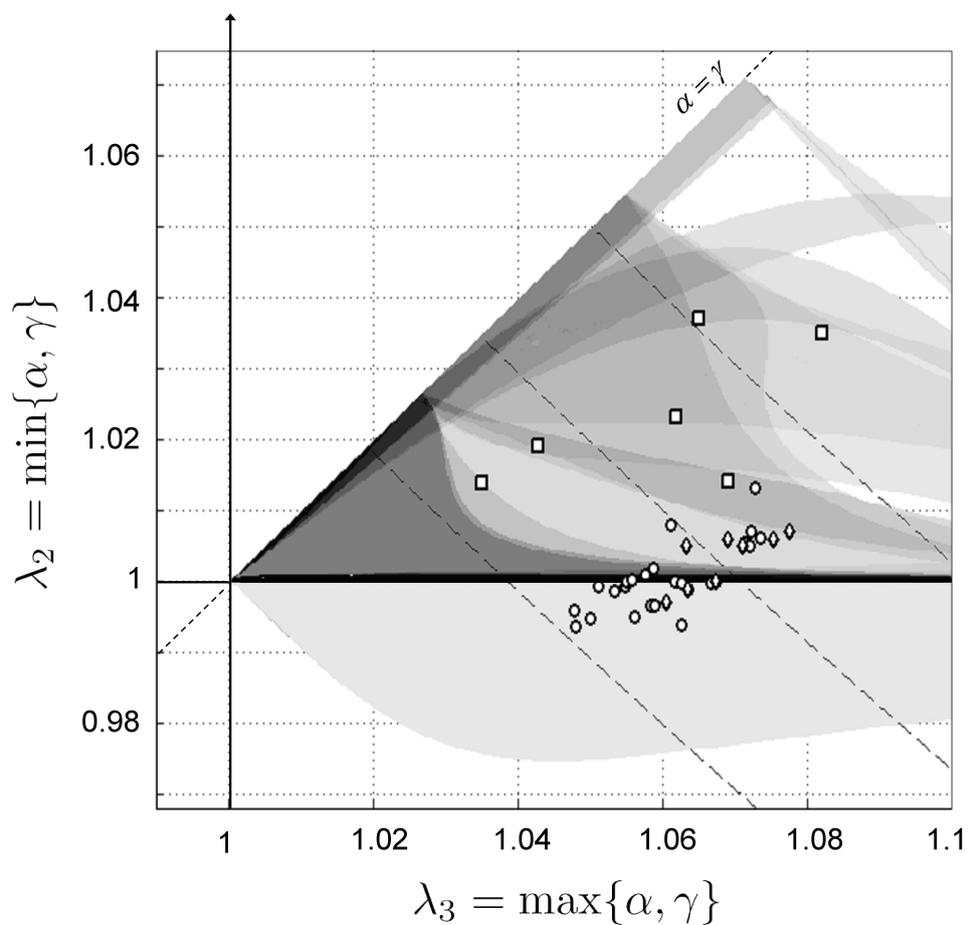


FIGURE 4.7.7 – Domaines LSN et leurs intersections dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique ( $\beta = 0,93$ ). Les domaines LSN sont différenciés par différents niveaux de gris. Les symboles en forme de carré, cercle et losange indiquent les données expérimentales issues respectivement des références [15, 132, 131]. Par souci de clarté, la zone symétrique par rapport à la droite  $\alpha = \gamma$  n'est pas représentée. Les zones en blanc ne comportent pas de domaine LSN.

A contrario, les *wedges* appartenant aux groupes  $\{(1:3)(1:4)\}$  et  $\{(1:3)(2:4)\}$  ont sensiblement la même sensibilité aux variations des paramètres de transformation du fait de la morphologie quasi identique de leurs profils.

La figure 4.7.6 montre d'une façon non ambiguë la parfaite asymétrie par rapport à la condition  $\lambda_2 = 1$ . En effet, dans la région où  $\lambda_2 > 1$  les *wedges* presque-compatibles sont nombreux et produisent un grand nombre de solutions alors qu'il n'y a qu'un seul groupe produisant des *wedges* presque-compatibles dans la région où  $\lambda_2 < 1$ .

Les observations exposées dans cette section montrent que pour prédire la formation d'une microstructure donnée, la connaissance des seules relations spéciales donnant les conditions CSF n'est pas suffisantes. Ainsi, la notion de contrainte, relayée fortement par l'indicateur de non-compatibilité  $\psi$  et la morphologie des domaines LSN joue assurément un rôle très important.

#### 4.7.6 Intersection des domaines LSN

Les intersections de plusieurs domaines LSN donnés forment des sous-domaines dans lesquels les paramètres de transformation d'un AMF agissent favorablement pour la formation de différentes familles de *wedges* presque-compatibles. Tous ces sous-domaines appartenant au plan  $(\alpha, \gamma)$ , pour  $\beta$  fixé à la valeur moyenne de 0,93, sont représentés sur la figure 6.4. Chacun d'entre eux est caractérisé par un nombre total de microstructures notées :  $N_{0,3}^{tot}$ . Toutes ces microstructures peuvent se former sous contrainte faible lorsque les paramètres de transformation  $(\alpha, \beta, \gamma)$  appartiennent à un sous-domaine donné. Dans le cas général, pour un alliage donné caractérisé par ses trois paramètres de transformation  $(\alpha, \beta, \gamma)$ , le nombre total  $N_{0,3}^{tot}$  de solutions possibles appartenant à l'intersection de plusieurs domaines LSN est donné par l'équation :

$$N_{0,3}^{tot} = \sum_{\{(i:j)(k:l)\}} m_{\{(i:j)(k:l)\}} N_{0,3}^{\{(i:j)(k:l)\}} \quad (4.7.5)$$

dans laquelle :

- $N_{0,3}^{\{(i:j)(k:l)\}}$  est le nombre de solutions différentes obtenues à partir des quatre variantes  $U_i, U_j, U_k, U_l$  et ayant un angle de non-compatibilité  $\psi$  tel que  $|\psi| \leq 0,3^\circ$  ;
- $m_{\{(i:j)(k:l)\}}$  est le nombre d'éléments contenus dans le groupe  $\{(i:j)(k:l)\}$ .

Le nombre total de *wedges* presque-compatibles issus de l'équation 4.7.5 est par conséquent une fonction de  $(\alpha, \beta, \gamma)$ . Elle varie très fortement, d'une façon non-continue, dans l'espace des paramètres de transformation en fonction des différents domaines LSN et de leurs intersections. La figure 6.4 met cette propriété en évidence. En effet, les nombres inscrits dans chaque sous-domaine correspondent au nombre de solutions presque-compatibles, pour  $\beta$  fixé. Du fait de la symétrie entre  $\alpha$  et  $\gamma$ , les variables indiquées sur la figure 6.4 sont  $\lambda_2 = \min(\alpha, \gamma)$  et  $\lambda_3 = \max(\alpha, \gamma)$ . Le lecteur remarquera encore une fois, que le nombre maximal de *wedges* presque-CSF se retrouve proche de  $\alpha = \gamma$  et  $\lambda_2 = 1$ . Les points expérimentaux sont notés sur la figure 6.4 par l'intermédiaire de symboles en forme de carré, cercle et losange. Pour chaque alliage, il y a une légère différence entre la valeur moyenne de  $\beta$  fixée ici et la valeur réelle.

#### Cas particulier de l'alliage $\text{AuCu}_{20,7}\text{Zn}_{30,9}$

Un grand nombre d'AMF possède des paramètres de transformation appartenant à des sous-domaines formés par l'intersection de domaines LSN. Ceci signifie qu'il peut y avoir coexistence de

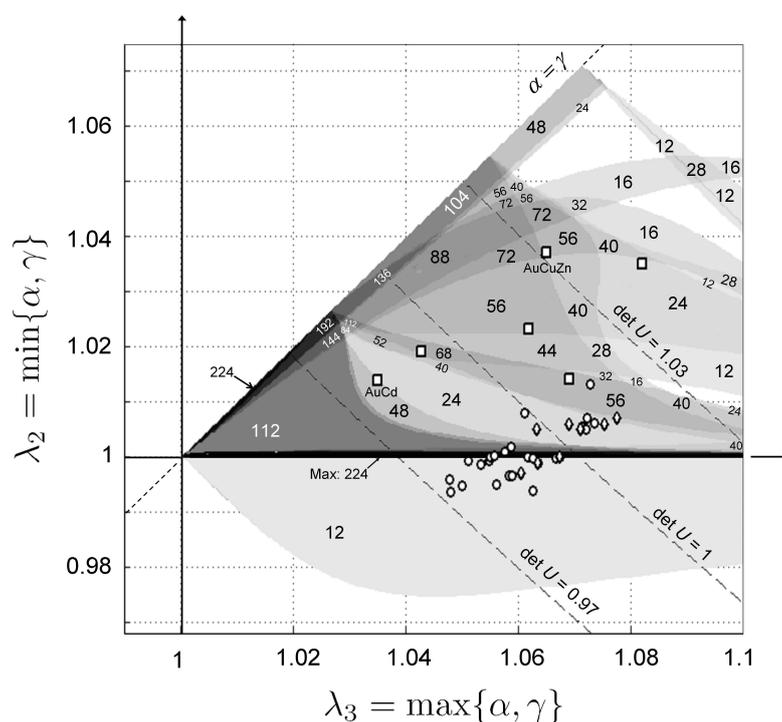


FIGURE 4.7.8 – Domaines LSN et leurs intersections dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique ( $\beta = 0,93$ ). Les domaines LSN sont différenciés par différents niveaux de gris. Pour chaque domaine, le nombre total de solutions presque-compatibles est indiqué. Le nombre maximal de microstructures se trouve proche des lignes  $\alpha = \gamma$  et  $\lambda_2 = 1$ . Les symboles en forme de carré, cercle et losange indiquent les données expérimentales issues respectivement des références [15, 132, 131]. Par souci de clarté, la zone symétrique par rapport à la droite  $\alpha = \gamma$  n'est pas représentée. Les zones en blanc ne comportent pas de domaines LSN. Trois déterminants de  $U$  ayant pour valeurs 0,97, 1 et 1,03, sont repérés par des lignes pointillées.

plusieurs groupes de *wedges* presque-compatibles à l'intérieur de ces sous-domaines. L'exemple de l'alliage  $\text{AuCu}_{20,7}\text{Zn}_{30,9}$  illustre ces propos. En effet, comme le montre la figure 4.7.9, cet alliage peut produire des *wedges* presque-compatibles dans quatre domaines LSN tels que  $|\psi| \leq 0,3^\circ$ . Ces quatre microstructures sont pour deux d'entre elles des *wedges* twinnés de type I appartenant aux groupes  $\{(1:3)(1:5)\}$  et  $\{(1:3)(1:6)\}$ ; pour les deux autres ce sont des *wedges* twinnés de type II appartenant aux groupes  $\{(1:3)(1:5)\}$  et  $\{(1:3)(1:4)\}$ . Les paramètres de transformation de cet alliage sont par conséquent très proches de ceux garantissant la compatibilité parfaite à contrainte nulle, pour environ cinquante *wedges* presque-compatibles (voir figure 4.7.8).

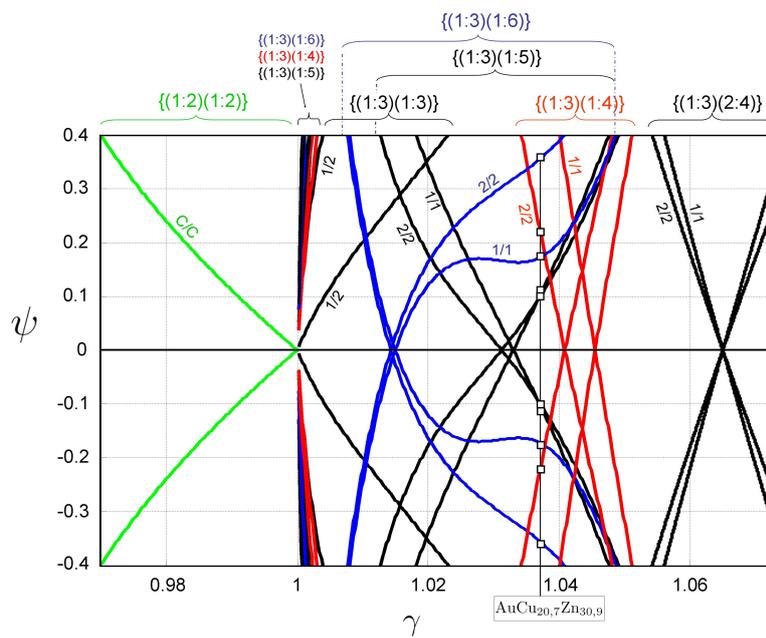


FIGURE 4.7.9 – *Wedges* twinnés dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique. Tracé de l'indicateur de non-compatibilité  $\psi$  en fonction du paramètre de transformation  $\gamma$ , pour  $\alpha = 1,0649$  et  $\beta = 0,9248$  pour tous les groupes de *wedges* presque-compatibles satisfaisant à la condition  $|\psi| \leq 0,3^\circ$ . Les *twins* de type I, II ou *compound* sont respectivement repérés par les symboles 1, 2 ou C. Les symboles en forme de carré représentent l'intersection entre la valeur de  $\gamma$  de l'alliage  $\text{AuCu}_{20,7}\text{Zn}_{30,9}$  et les différents profils LSN.

D'autres AMF (voir tableau 4.2) dont les paramètres de transformation appartiennent à l'intersection de plusieurs domaines LSN ont la capacité à former des *wedges* appartenant à plusieurs groupes.

#### 4.7.7 Autour de $\lambda_2 = 1$

Les résultats présentés dans ce paragraphe peuvent être mis en relation avec des observations faites sur des AMF dont les paramètres de transformation sont proches de  $\lambda_2 = 1$ . Ce cas n'est pas traité en détail dans cette étude, le lecteur intéressé se reportera aux références [37, 132, 41] et à l'annexe A. Cette relation spéciale autorise la compatibilité entre l'austénite et une martensite non twinnée (univariante). Le fait pour un AMF d'approcher cette valeur, produit une forte chute de

l'hystérésis lors du cycle de changement de phase. Ce phénomène est mis en évidence sur la figure 3 de la référence [132]. Cette figure représente une courbe expérimentale en forme de V sur laquelle est reportée l'hystérésis  $H$  en fonction de  $\lambda_2$ , pour  $\lambda_2$  proche de un. De même qu'il en a été fait la remarque dans la section 4.7.2, la distribution de  $H=H(\lambda_2)$  autour de  $\lambda_2 = 1$  met en évidence que le nombre de *twins* et de plans d'habitat est beaucoup plus important pour  $\lambda_2 > 1$  que pour  $\lambda_2 < 1$  [132]. De cette forte asymétrie autour de  $\lambda_2 = 1$  (voir figures 6.4, 4.7.9), trois résultats peuvent être énoncés :

1. pour  $\lambda_2 < 1$  il n'existe que 12 *wedges* presque-compatibles issus du groupe  $\{(1:2)(1:2)\}$ ;
2. pour  $\lambda_2$  compris entre 1 et 1,003, il existe une étroite région dans laquelle se trouvent quelques centaines de *wedges* distincts presque-compatibles ;
3. autour et au delà de  $\lambda_2 \approx 1,003$  ce nombre descend à 24 et correspond à des *wedges* distincts presque-compatibles issus uniquement du groupe  $\{(2:4)(2:4)\}$ .

Pour ce qui concerne les valeurs de l'indicateur de non-compatibilité  $\psi$  correspondant à des données d'alliages réels, elles sont toutes faibles, quelle que soit la position de l'alliage par rapport à  $\lambda_2 = 1$ . Ceci est mis en évidence sur la figure 4.7.10. Cette figure montre également la forte asymétrie existant pour les valeurs de  $\psi$  lorsque  $\lambda_2$  est supérieur ou inférieur à un. Il faut remarquer de plus que les valeurs de  $\psi$  situées du côté où  $\lambda_2 > 1$  sont environ d'un ordre de grandeur supérieur à celles situées du côté où  $\lambda_2 < 1$ .

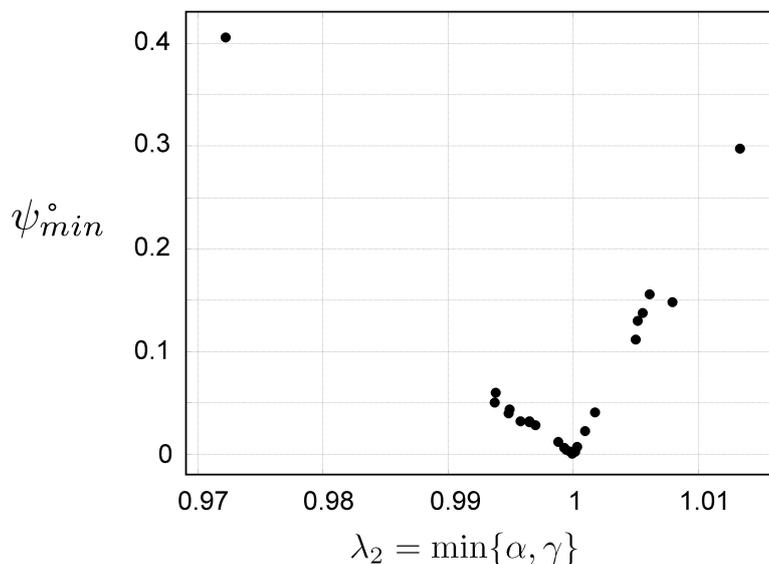


FIGURE 4.7.10 – *Wedges* twinnés dans le cas de la transformation cubique-orthorhombique. Tracé de l'indicateur de non-compatibilité  $\psi_{min}$  autour de  $\lambda_2 = 1$  en fonction de données expérimentales issues d'AMF réels [132, 131]. Pour  $\lambda_2 < 1$ , les valeurs sont calculées à partir de *wedges* issus du groupe 3.8.7. Pour  $\lambda_2 > 1$ , les valeurs sont calculées à partir de *wedges* issus du groupe 3.8.9.

Par conséquent, les *wedges* situés du côté où  $\lambda_2 < 1$  sont plus compatibles, mais moins nombreux que ceux situés du côté où  $\lambda_2 > 1$ . Compatibilité et nombre peuvent éventuellement se

compenser pour expliquer la relative symétrie observée sur la courbe expérimentale de  $H=H(\lambda_2)$  autour de  $\lambda_2 = 1$  (voir pour cela la figure 3 de la référence [132]).

Les caractéristiques des *wedges* presque-compatibles présentés dans ce mémoire, dans les cas où  $\lambda_2 > 1$  et  $\lambda_2$  tendent vers un par valeurs supérieures à un, sont en accord avec les observations de microstructures réalisées sur des AMF TiNiPd par [41]. Pour tous ces alliages, lorsque  $\lambda_2$  tend vers un par valeurs supérieures à un, il se produit un changement au niveau du plan de twinnage. Pour  $\lambda_2$  suffisamment loin de un, le plan de twinnage est de la forme  $\{111\}$  et de type I. Il devient plus chaotique lorsque  $\lambda_2$  est proche de un et est composé des trois types de plans possibles pour la transformation cubique orthorhombique. Pour aller dans le même sens, les figures 4.7.9 et 6.4 montrent que lorsque  $\lambda_2$  tend vers un par valeurs supérieures à un, les *wedges* presque-compatibles appartiennent uniquement au groupe  $\{(2:4)(2:4)\}$ , puis lorsque  $\lambda_2$  est très proche de un, le nombre de groupes auxquels les *wedges* peuvent appartenir, augmente considérablement.

Pour terminer cette section, il est intéressant de rapprocher les résultats exposés dans ce mémoire des observations faites dans la référence [41]. Dans cette dernière, il a été observé des aiguilles d'austénite dans la martensite. Ceci est en accord avec le fait qu'il peut exister des *wedges* austénitiques correspondant aux configurations (2) et (4) de la figure 4.3.2. Ces *wedges* possèdent des plans d'habitat quasiment parallèles. Dans cette référence [41], les auteurs calculent les indices du plan d'habitat  $(7 - 5 5)$  en utilisant une relation dans laquelle  $\lambda_2$  est exactement égal à un. Il faut cependant remarquer que l'alliage utilisé dans cet article possède une valeur de  $\lambda_2$  qui n'est pas assez proche de un ( $\lambda_2 = 1,006$ ) pour satisfaire la précision du calcul. Pour indication, les calculs faits dans le cadre de ce mémoire donnent un plan d'habitat  $(-5 - 3, 3 5)$ . Il y a peu de doute pour qu'un alliage possédant une valeur de  $\lambda_2$  très très proche de un ait un plan d'habitat  $(7 - 5 5)$ .

## 4.8 Transformation cubique-orthorhombique : zones d'intérêt dans l'espace des paramètres de transformation

Depuis une vingtaine d'années, les recherches sur les différentes propriétés des AMF se sont considérablement intensifiées. Elles ont permis d'accroître les performances de ces alliages et de promouvoir les effets mémoire de forme dans de nombreux domaines, notamment en jouant sur la composition des alliages.

Tous les résultats exposés dans les sections précédentes montrent qu'il est possible d'augmenter les performances des AMF à transformation cubique-orthorhombique. En effet, il faut pour cela que les paramètres de transformation d'un AMF donné appartiennent à un domaine approprié de telle sorte que le nombre  $N_{0,3}^{tot}$  de *wedges* presque-compatibles soit grand. En augmentant le nombre de microstructures que le matériau peut créer de manière réversible, la durée de vie du point de vue des effets mémoire de forme en serait considérablement augmentée.

Toutefois d'autres critères (ou contraintes) doivent être pris en compte :

1. le déterminant de la matrice de transformation  $U$  doit être égal ou très proche de un. En effet, les propriétés isochores sont connues pour favoriser l'effet mémoire de forme et aider à l'auto-accommodation des variantes de martensite lors de la transformation de phase, [16]. Des observations faites sur de nombreux AMF [132] indiquent cependant un intervalle assez grand pour le déterminant de  $U$ , typiquement  $det(U)$  doit être compris :  $0,96 < det(U) < 1,07$ .

Dans le but d'encadrer au plus près les zones d'intérêt, l'intervalle suivant sera choisi :  $0,97 < \det(U) < 1,03$  ;

2. la deuxième valeur propre ( $\lambda_2$ ) de  $U$  doit être égale à un ou très proche. Ceci réduit de façon importante l'énergie d'interface austénite-martensite et diminue l'hystérésis [37, 132, 71]. La réversibilité lors de la transformation de phase ainsi que la durée de vie de l'alliage s'en trouvent également augmentées [64, 51, 82].
3. les valeurs de  $\alpha$  et  $\gamma$  doivent être très supérieures à un. En effet, une valeur grande des paramètres de transformation améliore les qualités surperélastiques de l'AMF.

Les trois conditions précédentes pourraient être augmentées d'une quatrième si l'on se permet de changer de type de transformation de phase. En effet, le nombre de matrices de transformation  $U$  doit être le plus grand possible. La symétrie doit se réduire fortement lors de la transformation austénite-martensite. Cette réduction de symétrie favorise la réversibilité lors du changement de phase en aidant le matériau à accommoder les déformations macroscopiques. Par conséquent, le nombre de variantes, de *twins*, de plans d'habitat et plus généralement de microstructures compatibles ou presque-compatibles augmentera.

La proposition centrale de ce travail est d'étudier des « domaines de meilleur compromis » dans lesquels le matériau satisfait au mieux les relations ci-dessus. Ces domaines de meilleur compromis, sont nommés ici « **Zones d'intérêt** ». Celles-ci sont repérées par les lettres (A), (B), (C), (D) sur la figure 4.8.1.

La zone repérée (A) possède :

- un grand nombre  $N_{0,3}^{tot}$  de *wedges* presque-compatibles ;
- des valeurs très supérieures à un pour  $\alpha$  et  $\gamma$  ;
- une valeur de déterminant acceptable ;
- une valeur de  $\lambda_2$  très proche de un.

La zone repérée (B) possède :

- un grand nombre  $N_{0,3}^{tot}$  de *wedges* presque-compatibles ;
- une valeur de déterminant acceptable.

La zone repérée (C) possède :

- un grand nombre  $N_{0,3}^{tot}$  de *wedges* presque-compatibles ;
- une valeur de déterminant acceptable.

Enfin, la zone repérée (D) possède :

- un grand nombre  $N_{0,3}^{tot}$  de *wedges* presque-compatibles ;
- des valeurs très supérieures à un pour  $\alpha$  et  $\gamma$  ;
- une valeur de déterminant très proche de un.

Seuls quelques points expérimentaux de la figure 4.8.1 sont proches des zones (A), (B), (C), (D). Il faut cependant exclure la zone (A) de cette remarque car elle contient nombre d'AMF élaborés spécialement pour avoir une valeur de  $\lambda_2$  très proche de un. Deux alliages (AuCd et Au-CuZn) sont spécifiquement repérés sur la figure 4.8.1. Ils sont proches de domaines donnant un grand nombre  $N_{0,3}^{tot}$  de solutions. Ceci montre qu'il serait aisément possible d'ajuster la composition



chimique de ces alliages pour accroître d'au moins 50% le nombre de solutions presque-compatibles.

D'une manière générale, les alliages à transformation cubique orthorhombique sont plus aptes à l'auto-accomodation que ceux à transformation cubique tétragonale. Ceci est dû au nombre relativement faible de microstructures presque-compatibles pouvant se former au cours de cette dernière transformation. Cependant, pour la transformation cubique orthorhombique les résultats qui viennent d'être exposés montrent qu'il se trouve un nombre relativement important de microstructures presque-compatibles dans le voisinage de la relation de tétragonalité  $\alpha = \gamma$ . Ceci indique qu'un accroissement des performances peut être obtenu dans certains AMF grâce à une légère déviation<sup>2</sup> à partir de la tétragonalité plutôt que de rechercher à avoir des martensites à symétrie orthorhombique très marquée.

## 4.9 Conclusion

L'objectif de ce chapitre a été de proposer un nouveau cadre pour l'étude des microstructures martensitiques dans les AMF. Auparavant, une microstructure martensitique ne pouvait être considérée seulement comme :

- compatible à contrainte nulle (**CSF**) ;
- non-compatible à contrainte nulle (**non-CSF**).

L'apport principal de cette partie de la thèse a été de montrer qu'une microstructure martensitique pouvait être non-compatible à contrainte nulle (*non-CSF*), mais exister dans le matériau sans créer trop d'irréversibilités mécaniques. Le qualificatif microstructure **presque-compatible** a été proposé. En d'autres termes, les restrictions sur les paramètres de maille n'ont pas forcément besoin d'être vérifiées précisément. Dans le présent travail, cette notion de presque compatibilité a été appliquée à une microstructure couramment observée dans les AMF (le *wedge*) et pour deux types de transformation de phase (cubique-tétragonale et cubique-orthorhombique).

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

- la non-compatibilité peut s'exprimer sous la forme d'un angle, résultant du relâchement virtuel de la condition de compatibilité au niveau d'une des interfaces de la microstructure considérée ;
- une valeur limite de cet angle de non-compatibilité a été proposée ( $0,3^\circ$ ). Cette valeur est déduite d'observations tirées de la littérature. Si l'angle de non-compatibilité d'une microstructure est inférieur à cette valeur limite, la microstructure peut exister tout en limitant les irréversibilités mécaniques ;
- dans l'espace des paramètres de maille, les formes des voisinages acceptables autour des restrictions varient suivant les types de transformation, les types de *wedge* et les zones considérées de l'espace des paramètres de maille. Parfois, il n'est pas possible de s'éloigner des restrictions ; dans d'autres cas, il est possible de s'éloigner fortement des restrictions. Ces voisinages acceptables ont été nommés « **LSN** » (pour *Low Stress Neighborhood*) ;
- dans l'espace des paramètres de maille, il existe des intersections de voisinages acceptables correspondant à des microstructures différentes. Ceci explique que dans un même échantillon d'AMF, on observe de nombreuses microstructures diverses ;

---

2. De la maille à symétrie tréragonale.

- dans l'espace des paramètres de maille pour la transformation cubique-orthorhombique, il existe des zones où de très nombreuses microstructures non-CSF peuvent exister. Des AMF aux performances mécaniques améliorées sont attendus dans ces zones.

Ces points montrent bien que la seule analyse des conditions CSF est loin d'être suffisante pour l'étude des microstructures dans les AMF.

Des données expérimentales issues d'AMF connus montrent que l'existence simultanée de familles distinctes de microstructures presque-compatibles est possible. Ceci contribue certainement à expliquer les observations de nombreuses morphologies de microstructures co-existant dans des échantillons d'AMF.

Pour des paramètres de maille donnés, le niveau de compatibilité d'une microstructure influe très probablement sur les comportements du matériau. L'approche exposée dans ce chapitre peut également aider à clarifier certaines observations faites sur l'hystérésis d'AMF lors des cycles de transformation.

L'analyse menée autour de  $\lambda_2 = 1$  montre que combiner des plans d'habitat dans une microstructure complexe est énergétiquement beaucoup plus « coûteux » pour  $\lambda_2 > 1$  que pour  $\lambda_2 < 1$ . Il peut être supposé que ceci diminue le bénéfice d'avoir un grand nombre de *twins* et de plans d'habitat disponibles pour  $\lambda_2 > 1$ .

D'autres microstructures que le *wedge* peuvent être étudiées avec la procédure développée dans ce chapitre. De telles études pourraient permettre de dégager d'autres voisinages acceptables et/ou d'optimiser ceux déjà mis en évidence. Ceci permettrait également de tester la valeur phénoménologique  $\bar{\psi}$  qui a été utilisée pour déterminer les voisinages acceptables (LSN).



## Troisième partie

# Etude des microstructures martensitiques par mesure de champs



## Chapitre 5

# Dispositif expérimental et données préliminaires

### 5.1 Introduction

Le chapitre précédent a présenté une étude théorique sur les microstructures martensitiques dans les AMF. Il s'est attaché plus particulièrement à l'étude de la compatibilité et de la 'presque compatibilité' cristallographique des microstructures. Le présent chapitre se place dans la continuité de cette étude avec pour objectif **l'observation de microstructures martensitiques par mesure de champs**. Deux techniques expérimentales de mesure de champs seront mises en œuvre sur un monocristal de CuAlBe : la **thermographie infrarouge** (TIR) et la **méthode de la grille**.

Dans cette optique, ce chapitre débutera, dans la section 5.2, par un bref état de l'art sur la TIR pour l'étude des AMF. La section 5.3 sera ensuite consacrée à des rappels de thermodynamique des processus irréversibles, pour aboutir à l'équation de la chaleur en deux dimensions. L'échantillon d'AMF utilisé au cours de l'étude expérimentale sera décrit dans la section 5.4. Enfin, l'instrumentation et les différentes méthodes de mesure de champs employées seront présentées en section 5.6. Ce chapitre se terminera par une conclusion.

### 5.2 La thermographie infrarouge pour l'étude des AMF

L'objectif de cette section est de présenter différentes approches de la thermographie infrarouge appliquée à l'observation et à l'étude du comportement des AMF. Il existe des études très variées utilisant cette technique expérimentale. Le but est ici de fournir quelques éléments sur ces différentes applications. Si le lecteur souhaite avoir plus de détails, il pourra consulter les références citées.

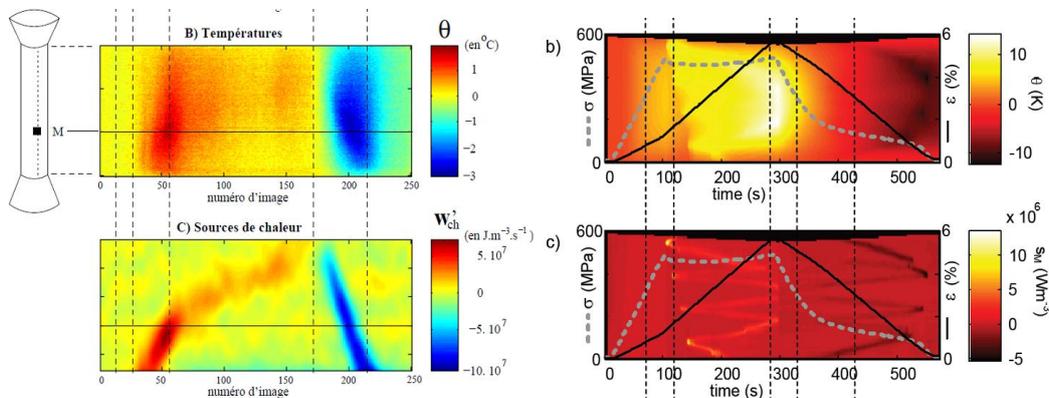
L'utilisation de la TIR en mécanique des solides date du début des années 80. En effet, dans un article paru en 1985 [20], les principales applications de ces techniques ont été recensées. Celles-ci sont, à cette époque, centrées sur *l'analyse de la dissipation et des contraintes au voisinage de l'extrémité d'une fissure*. Quelques années plus tard, la TIR a été utilisée pour la prévision de la limite de fatigue des métaux (voir [73] et références incluses). A la fin des années 80, les travaux d'A. Chrysochoos proposent de mettre en relation les réponses théoriques des différents modèles

proposés dans la littérature et les observations expérimentales. Ces dernières sont réalisées sur des aciers, des alliages d'aluminium et des AMF.

Certains auteurs s'intéressent plus particulièrement aux AMF. Ainsi, R. Abeyaratne et al. [1] proposent une étude sur la propagation des fronts de changement de phase; tandis que J.A. Shaw et S. Kyriakides [112] [113] mettent en évidence par des méthodes couplées (optique et thermique) les aspects thermomécaniques et la propagation de ces mêmes fronts sur des AMF base nickel. Ces travaux constituent certainement une base à tous les problèmes de localisation, aussi bien spatiale<sup>1</sup> que temporelle<sup>2</sup>. A titre d'illustration, la figure 5.2.1 met en évidence le passage des températures aux sources de chaleur au cours du temps et dans l'espace, lors d'un essai de traction uniaxiale sur une éprouvette en AMF base cuivre. La figure 5.2.1-a représente l'évolution des températures et des sources de chaleur au cours du temps et dans l'espace, lors d'un essai de traction uniaxiale sur un tube en AMF base nickel. Ces deux exemples montrent que la localisation des changements de phase est rendue possible dans ce cas grâce aux calcul des sources de chaleur.

Il ne faudrait pas terminer ce bref historique sans citer l'article de synthèse d'A. Chrysochoos, [30]. Cet article consacré à la TIR, peut être considéré comme un état de l'art pour l'année 2002. Il présente le traitement d'images thermiques menant à l'estimation des sources de chaleur à partir de *données infrarouges*. Il est illustré par un certain nombre d'applications, notamment sur les AMF, permettant de mettre en lumière les potentialités de « l'approche énergétique du comportement des matériaux ».

Ainsi, le travail présenté dans cette partie s'inscrit dans la droite ligne de ces premiers travaux. Ce travail de thèse prend également appui sur des travaux plus récents tels que [93, 32, 34, 70, 33, 8, 31, 49, 105].



(a) Evolution des températures (image du haut) mesurées lors d'un essai de traction uniaxiale sur un AMF base cuivre (CuZnAl) et des sources associées (image du bas), [8]. (b) Evolution des températures (image du haut) mesurées lors d'un essai de traction uniaxiale sur un tube en AMF base nickel (NiTi). Sources de chaleur associées (image du bas), [105].

FIGURE 5.2.1 – Illustration du passage des températures aux sources de chaleur sur des AMF à base cuivre et nickel.

1. Forme des fronts de transformation de phase pour les AMF par exemple.  
2. Propagation des fronts de changement de phase.

## 5.3 Cadre thermodynamique

### 5.3.1 Introduction

Le cadre utilisé dans la suite de ce travail sera celui de la Thermodynamique des Milieux Continus (TMC). Il va permettre en effet d'analyser les effets thermiques associés à la déformation d'un milieu continu. La TMC regroupe plusieurs approches dont les objets d'étude sont les systèmes macroscopiques globalement hors équilibre. La première approche nommée Thermodynamique des Processus Irréversibles (TPI), généralise les concepts de la thermostatique à des évolutions lentes et proches de l'équilibre thermodynamique global en se basant sur l'axiome de l'état local. La deuxième approche, nommée Thermodynamique rationnelle (TR), propose de construire une théorie thermodynamique pour des systèmes loin de l'équilibre. L'approche utilisée dans la suite de ce document sera définie par la TPI. Le lecteur intéressé par ces différentes approches pourra se reporter par exemple à la thèse de H. Louche [73] et à ses références.

### 5.3.2 Thermodynamique des Processus Irréversibles

L'objectif de cette section est de résumer les principaux concepts et résultats liés à la TPI. Ainsi, un *système thermodynamique* est un système qui effectue des échanges énergétiques de type travail ou chaleur avec l'extérieur. Un milieu continu peut être considéré comme un système thermodynamique. En effet, à toute particule de ce système pourra être associé un élément de volume supposé homogène et considéré comme un sous-système thermodynamique.

L'axiome de *l'état local*, à la base de la TPI, postule : « à tout instant d'une évolution, tout système, même hors équilibre, peut être considéré comme étant la réunion de sous-systèmes homogènes en état d'équilibre ». Cela signifie que pour des évolutions suffisamment lentes, le temps de retour à l'équilibre thermostatique de chaque particule est infiniment plus petit que les temps caractéristiques du système global.

Un *processus thermodynamique* est une suite d'états par lesquels passe le système qui évolue. Dans la suite de cette étude, un sous-système thermodynamique sera un élément de volume de matériau solide.

À l'équilibre thermodynamique, un élément de volume sera décrit par  $(n + 1)$  variables  $(\alpha_0, \alpha_1, \dots, \alpha_n)$  réelles indépendantes, scalaires ou tensorielles, appelées *variables d'état*. Elles traduisent les caractéristiques mécaniques et physico-chimiques de l'élément de volume. Le choix de ces variables sera guidé par la finesse de la description souhaitée et par le type de phénomène à modéliser. Ainsi, ces variables d'état peuvent être de deux types. Les *variables observables* ( $T$  : température absolue,  $\epsilon$  : déformation totale, ...) qui définissent totalement un système réversible. Les *variables internes* ( $\epsilon_p$  : déformation plastique,  $\epsilon_e$  : déformation élastique, paramètres de transformation microstructurale, paramètre d'endommagement, ...) qui prennent en compte l'histoire interne et l'évolution microstructurale du matériau.

Une *fonction d'état* sera définie comme une fonction  $F$  de ces variables d'état. Elle sera nommée *potentiel thermodynamique* lorsqu'elle représentera des énergies (interne, libre, entropie, ...).

La déformation quasi-statique d'un milieu continu est un exemple typique de processus thermodynamique quasi-statique (au sens de l'état local). Une telle déformation doit donc se pratiquer en accord avec les principes de la TPI, dont les concepts sont rappelés ci-après.

### 5.3.3 Premier principe de la thermodynamique

Il traduit la conservation de l'énergie d'un système. Il exprime la possibilité de transformation de l'énergie mécanique en chaleur et inversement.

#### Ecriture globale

Pour un système S quelconque de volume  $V$  et de frontière  $\delta V$  :

$$\frac{d\mathbf{E}}{dt} = P'_{ext} + Q' \quad (5.3.1)$$

où  $\mathbf{E} = E + K$  représente l'énergie totale du système et :

- $E$  représente l'énergie interne telle que  $E = \int_V \rho e dV$ ,  $e$  étant l'énergie interne spécifique par unité de volume et  $\rho$  la masse volumique;
- $K$  représente l'énergie cinétique telle que  $K = \int_V \rho \vec{v} \cdot \vec{v} dV$ ,  $\vec{v}$  étant la vitesse;
- $P'_{ext}$  représente la puissance des efforts extérieurs. D'après le théorème de l'énergie cinétique il vient :  $\frac{dK}{dt} = P'_{ext} + P'_{int}$ , avec  $P'_{int} = \int_V w'_i dV$  et  $w'_i$  puissance des efforts intérieurs par unité de volume telle que  $w'_i = \sigma : \dot{\epsilon}$ ;
- $Q'$  représente le taux de chaleur reçu de l'extérieur par le système avec  $Q' = \int_V r dV - \int_{\delta V} \vec{q} \cdot \vec{n} dS$ ,  $r$  étant la densité volumique de chaleur d'origine extérieure (rayonnement),  $\vec{q}$  le flux de chaleur et  $\vec{n}$  la normale extérieure à  $\delta V$  en chaque point de la surface extérieure.

#### Ecriture locale

En utilisant le théorème de la divergence, la forme locale de la conservation de l'énergie s'écrit :

$$\rho \frac{de}{dt} = r - \text{div} \vec{q} - w'_i \quad (5.3.2)$$

### 5.3.4 Second principe de la thermodynamique

Le second principe de la thermodynamique postule, quant à lui, l'existence de l'entropie et de la température absolue, notées respectivement  $S$  et  $T$ . Le taux de production d'entropie est toujours supérieur ou égal au taux de chaleur reçu divisé par la température.

#### Ecriture globale

Ce principe est énoncé sous la forme d'une inégalité, appelée Inégalité Fondamentale :

$$\frac{dS}{dt} \geq \int_V \frac{r}{T} dV - \int_{\delta V} \frac{\vec{q} \cdot \vec{n}}{T} dS \quad (5.3.3)$$

#### Ecriture locale

Si  $s$  est la densité spécifique d'entropie, l'entropie  $S$  s'écrit alors :

$$S = \int_{\delta V} \rho s dV \quad (5.3.4)$$

En utilisant à nouveau le théorème de la divergence, la forme locale du second principe s'écrit :

$$\rho \frac{ds}{dt} - \frac{r}{T} + \text{div} \frac{\vec{q}}{T} \geq 0 \quad (5.3.5)$$

Un nouveau potentiel, l'énergie libre spécifique  $\psi$ , est défini par l'équation suivante :

$$\psi = e - Ts \quad (5.3.6)$$

Il vérifie les deux lois d'état suivantes :

$$\begin{cases} \sigma^{rev} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \epsilon^e} \\ s = -\frac{\partial \psi}{\partial T} \end{cases} \quad (5.3.7)$$

où  $\sigma^{rev}$  et  $\epsilon^e$  sont respectivement la contrainte réversible et la déformation élastique.

### Inégalité de Clausius-Duhem

L'inégalité de Clausius-Duhem s'obtient en introduisant l'énergie libre spécifique  $\psi$  dans l'équation 5.3.5. Elle s'écrit :

$$w'_i - \rho(\dot{\psi} + s\dot{T}) - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}} T}{T} \geq 0 \quad (5.3.8)$$

Cette inégalité s'écrit généralement sous une forme condensée en faisant apparaître les deux quantités  $d_1$  et  $d_2$  :

$$d_1 + d_2 \geq 0 \quad (5.3.9)$$

dans laquelle :

- $d_1$  correspond à la dissipation intrinsèque ou mécanique. C'est une partie de la puissance de déformation anélastique, perdue sous forme de chaleur :

$$d_1 = w'_i - \rho(\dot{\psi} + s\dot{T}) \quad (5.3.10)$$

- Elle est liée à l'endommagement dû, par exemple, à la fatigue ou à la plasticité ;
- $d_2$  correspond à la dissipation thermique.

$$d_2 = -\vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}} T}{T} \quad (5.3.11)$$

### 5.3.5 Equation de diffusion de la chaleur

L'équation locale de diffusion de la chaleur (5.3.12) met en évidence les variations spatiale et temporelle de la variable d'état  $T$  (température absolue). Il ne s'agit en fait que d'une réécriture de l'expression locale de la conservation de l'énergie (voir équation 5.3.2) à partir du potentiel thermodynamique d'énergie libre spécifique  $\psi$  qui régit les lois d'état.

$$\rho \frac{de}{dt} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial \alpha_j} \dot{\alpha}_j - \rho \left( T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T^2} \dot{T} + T \frac{\partial^2 \psi}{\partial \alpha_j \partial T} \dot{\alpha}_j \right) = r - \text{div} \vec{q} - w'_i \quad (5.3.12)$$

En introduisant respectivement les définitions de la chaleur spécifique  $C$ , que l'on suppose constante pour des variations de température faibles, et de la loi de Fourier,

$$\begin{cases} C = T \frac{\partial s}{\partial T} \\ \vec{q} = -k \overrightarrow{\text{grad}} T, \end{cases} \quad (5.3.13)$$

l'équation de la chaleur devient :

$$\rho C \dot{T} - \text{div} \left( k \overrightarrow{\text{grad}} T \right) - r = d_1 + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \epsilon} : \dot{\epsilon} + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \alpha_i} \dot{\alpha}_i \quad (5.3.14)$$

avec :

$C$  : chaleur spécifique (en  $J.kg^{-1}.^{\circ}C^{-1}$ );

$\rho$  : masse volumique (en  $kg.m^{-3}$ );

$k$  : tenseur de conductivité (d'ordre 2) (en  $W.m^{-1}.K^{-1}$ ).

### Interprétation des termes de l'équation de la chaleur

Dans un objectif de simplification, l'équation 5.3.14 est réécrite de la manière suivante :

$$\rho C \dot{T} - \text{div} \left( k \overrightarrow{\text{grad}} T \right) = \underbrace{d_1 + w'_{ctm}}_{S_t} + r \quad (5.3.15)$$

Chaque terme de cette équation peut être détaillé :

1.  $\rho C \dot{T}$  et  $\text{div} \left( k \overrightarrow{\text{grad}} T \right)$  : ces deux termes traduisent respectivement le **taux d'absorption** ou **de désorption de chaleur** et les **variations du flux de chaleur** dans le milieu. Ces dernières sont dues aux fuites thermiques par conduction.
2.  $d_1$  : il s'agit du terme de **puissance volumique dissipée** (dissipation intrinsèque). Une définition en est donnée par l'équation 5.3.10. Ce terme est homogène à une puissance volumique ( $W/m^3$ ), et est toujours positif. Il est la conséquence de phénomènes irréversibles (endommagement par fatigue, plasticité, ...) se produisant au niveau de la microstructure lors de la déformation du matériau. Il faut noter ici que les boucles d'hystérésis observées lors d'essais de traction uniaxiaux (chargement/déchargement) pratiqués sur des AMF ne sont que faiblement dues à ce terme. L'autre part est provoquée par les couplages thermomécaniques pour des conditions non isothermes de l'essai [35, 93, 8, 31].
3.  $r$  : il représente le **taux de chaleur volumique** fourni par l'extérieur (effet joule, rayonnement, ...).
4.  $w'_{ctm}$  : ce terme désigne l'ensemble des **couplages thermomécaniques** et se décompose en deux quantités :
  - $\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \epsilon} : \dot{\epsilon}$ , nommé **couplage thermoélastique** ou **couplage isentropique**. Cette quantité rend compte du fait qu'un matériau sollicité en régime élastique se réchauffe lorsqu'il est comprimé et se refroidit lorsqu'il est étiré. Cette quantité couple la température avec la partie élastique  $\epsilon^{el}$  du taux de déformation par l'intermédiaire du coefficient de dilatation thermique dans l'expression de l'énergie libre [117]. Ce terme peut s'écrire de la façon suivante :

$$-T \tilde{A}_{\alpha} : \frac{\partial \epsilon^{el}}{\partial t} \quad (5.3.16)$$

avec  $\tilde{A}$  : tenseur des rigidités du quatrième ordre et  $\underline{\alpha}$  le tenseur du second ordre des dilatations thermiques. L'opérateur « : » effectue la *trace* du produit de deux matrices. Dans le cas particulier d'un matériau isotrope, le terme 5.3.16 devient :

$$-T\alpha\frac{\partial\sigma}{\partial t} \quad (5.3.17)$$

avec  $\alpha$  le coefficient de dilatation thermique et  $\sigma$  la trace du tenseur des contraintes ;  
 –  $\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \alpha_i} \dot{\alpha}_i$ . Cette quantité rend compte de tous les couplages générés par d'autres phénomènes thermomécaniques. Le phénomène le plus caractéristique est celui qui se produit dans le cas des transformations martensitiques des alliages à mémoire de forme : ces couplages sont associés à la chaleur latente de changement de phase.

5.  $S_t$  : ce terme représente la **densité volumique de sources de chaleur d'origine mécanique**. Il montre que les sources de chaleur sont liées à la fois à la dissipation intrinsèque et aux termes de couplages thermomécaniques. L'importance de l'un ou l'autre de ces termes varie en fonction du type de matériau ou de la sollicitation étudiés.

### Réécriture des termes de l'équation de la chaleur

Une réécriture de certains termes de l'équation de la chaleur peut reposer sur quelques hypothèses préliminaires :

- dans l'expression de la dérivée particulaire de  $T$ ,  $\dot{T} = \frac{\partial T}{\partial t} + \vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T$ , la référence [29] a montré qu'à faible vitesse de déformation  $\vec{v}$  et sur des matériaux à diffusivité élevée comme les métaux, il était possible de négliger les termes convectifs. De plus, un calcul théorique effectué dans le cadre de ce mémoire a montré que dans le cas de l'échantillon qui sera utilisé, la quantité  $\vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} T$  était négligeable. Par conséquent,  $\dot{T}$  s'écrira :  $\dot{T} \approx \frac{\partial T}{\partial t}$  ;
- le matériau est considéré comme **isotrope**, par conséquent  $k$  est un scalaire.

Sous ces hypothèses, l'équation 5.3.15 peut s'écrire de la façon suivante :

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} - k \Delta T - r = \underbrace{d_1 + w'_{ctm}}_{s_t} \quad (5.3.18)$$

dans laquelle,  $s_t$  représente les sources de chaleur totales.

### 5.3.6 Champ de températures de référence

L'objectif de ce travail est de localiser les fronts de changement de phase à la surface de l'échantillon par un calcul des sources de chaleur. Pour calculer le terme source, il est intéressant de travailler sur des variations de température. Ces dernières seront considérées par rapport à un champ de températures de référence noté  $T_{ref}$ , pour lequel une attention toute particulière doit être apportée. En effet, il doit être obtenu pour un état du matériau où il ne produit pas de source de chaleur  $s_t$ .

L'équation de diffusion de la chaleur s'écrit :

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} - k \Delta T = s_t + r \quad (5.3.19)$$

Pour le champ de températures de référence, l'équation de diffusion de la chaleur s'écrit :

$$\rho C \frac{\partial T_{ref}}{\partial t} - k \Delta T_{ref} = r \quad (5.3.20)$$

Si de plus :

- à chaque instant, le champ de températures de référence est ramené dans la configuration déformée. Dans la suite de ce mémoire, le calcul des sources de chaleur sera fait en **configuration Eulérienne** (configuration déformée).;
- la chaleur externe  $r$  ne dépend pas du temps ;
- les coefficients  $k$ ,  $\rho$  et  $C$  restent constants tout au long de l'essai.

en posant :

$$\theta = T - T_{ref} \quad (5.3.21)$$

Alors, en soustrayant les équations 5.3.19 et 5.3.20, l'équation de la chaleur s'écrit sous la forme suivante :

$$\rho C \frac{\partial \theta}{\partial t} - k \Delta \theta = s_t \quad (5.3.22)$$

### Remarque

Le champ de températures de référence  $T_{ref}$  est constant tout au long de l'essai, par conséquent :  $\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{\partial T}{\partial t}$ . La figure 5.3.1 montre un champ de référence type obtenu au cours des essais réalisés pour la présente étude. Une linéarité du champ de températures est observée dans les sens longitudinal et transversal de l'échantillon à la température de début d'essai. Par conséquent  $\Delta T_{ref} = 0$ . Donc :  $\Delta \theta = \Delta T$ .

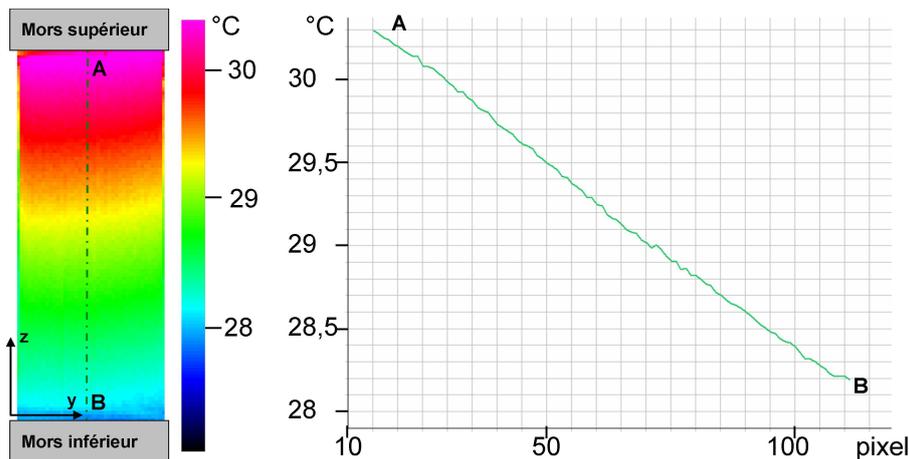


FIGURE 5.3.1 – Gauche : champ de températures à la surface de l'échantillon avant essai (champ de températures de référence  $T_{ref}$ ). Droite : profil des températures mesurées suivant l'axe A-B (1 px = 0,38 mm).

### 5.3.7 Rappels sur le rayonnement thermique : nature et émissivité

La section précédente (5.3.6) montre toute l'importance de l'accès à une mesure précise du champ de températures à la surface de l'échantillon. Par conséquent il ne faudrait pas terminer ce paragraphe sans mentionner que la qualité de la mesure en thermographie IR est très fortement liée à l'analyse du rayonnement issu de la scène thermique. En effet, tout objet émet un rayonnement électromagnétique [73]. Le rayonnement thermique est une émission d'ondes électromagnétiques caractérisée par des longueurs d'ondes comprises entre 0,3 et 1000  $\mu m$ . Le spectre de l'infrarouge occupe la plage [0,75 ; 1000  $\mu m$ ]. Le rayonnement mesurable par observation d'un corps dont la température est  $T_0$  résulte de la superposition de quatre phénomènes, [91], illustrés sur la figure 5.3.2 :

- l'objet à température  $T_0$  émet son propre rayonnement, noté  $Ra$  ;
- le corps réfléchit une partie de l'énergie rayonnée par le milieu ambiant ; elle est notée  $Re$  ;
- si le corps est partiellement transparent, il transmet une partie du rayonnement émis par le fond. La partie de rayonnement transmise par le corps est notée  $Ab$  ;
- il s'ajoute enfin une absorption du rayonnement lors de la traversée de l'atmosphère entre l'objet et la caméra IR ; elle est notée  $Ab_{at}$ .

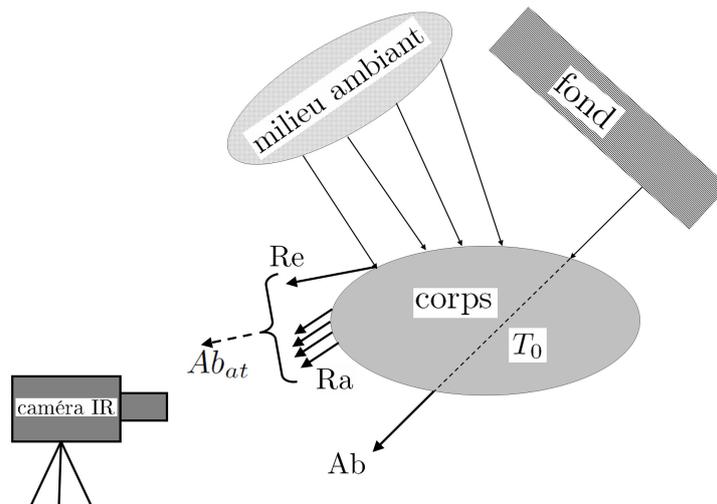


FIGURE 5.3.2 – Représentation schématique de la réflexion ( $Re$ ), des absorptions ( $Ab$ ) et ( $Ab_{at}$ ) et du rayonnement ( $Ra$ ) d'un corps à une température  $T_0$ .

Les rayonnements réfléchis et émis par l'objet observé varient selon la nature de cet objet. Il y a donc nécessité de définir un corps étalon, nommé Corps Noir. Il peut être défini de la manière suivante [73] :

#### **Corps noir**

*Un Corps Noir absorbe complètement tout rayonnement thermique l'atteignant, quelles que soient la longueur d'onde du rayonnement et la direction d'observation. Il est également considéré comme un émetteur parfait à toute température et de manière isotrope. Son émissivité, nommée  $\epsilon$ , est égale à 1.*

**L'émissivité est définie de la manière suivante :**

*L'émissivité d'un matériau est le rapport entre l'énergie qu'il rayonne et celle que rayonnerait un corps noir à la même température. Elle dépend de la direction du rayonnement, de la température et de l'état de surface du matériau.*

La caméra mesure le rayonnement résultant des quatre phénomènes décrits précédemment. Par conséquent, il dépend en même temps de l'émissivité et de la température de l'objet rayonnant. De plus, l'évaluation d'un de ces paramètres nécessite la connaissance de l'autre. Pour plus de détails sur cette question, le lecteur pourra consulter la référence [73]. Il est néanmoins possible de s'affranchir de cette difficulté en utilisant les propriétés des Corps Noirs. En effet, le rayonnement mesuré sur un corps noir provient presque uniquement de son émission propre. C'est pour cette raison que les éprouvettes qui seront utilisées lors des essais en thermographie IR seront préalablement nettoyées, dégraissées puis recouvertes de peinture noire et mate à forte émissivité ( $> 0,96$  [73]). L'éprouvette pourra ainsi être considérée comme un corps noir, dans la mesure où la réflexion IR sur la peinture est négligeable.

### 5.3.8 Equation de la chaleur 2D

Cette section se propose d'établir l'équation de la chaleur 2D. Elle sera à la base de l'estimation des sources de chaleur.

#### Pourquoi une équation 2D ?

A partir de mesures discrètes des variations de température en surface de l'éprouvette en cours de chargement et de l'équation de la chaleur 5.3.22, les sources de chaleur peuvent être évaluées en tout point de la zone utile de l'éprouvette. Les variations de température sont considérées comme les « effets », les sources de chaleur comme les « causes ». Un problème posé de cette façon entre dans le cadre des « problèmes inverses ». Ce type de problème ne possède pas de solution sans information sur les sources de chaleur à déterminer [25]. Une façon de le contourner sera d'utiliser des éprouvettes dont une des dimensions est très inférieure aux deux autres. Ce sera le cas de l'éprouvette utilisée dans la suite de ce travail. En effet, l'éprouvette utilisée a une épaisseur de l'ordre du millimètre : il sera considéré que les sources de chaleur sont homogènes dans l'épaisseur. Ainsi, le problème 3D est ramené à un problème 2D qui ne peut plus être considéré comme inverse. Il n'en demeurera pas moins très instable en raison du fait que les images thermiques sont bruitées. Ce problème n'est plus inverse mais « mal posé ». En effet, la solution est instable vis-à-vis de petites variations des données (bruit). Autrement dit, elle ne dépend pas continûment de ces données.

#### Equation de la chaleur

Dans le cas où les échanges de chaleur entre l'éprouvette plane (de plan  $(y,z)$ ) et le milieu extérieur sont pris en compte, l'équation de la chaleur s'écrit :

$$\rho C \left( \frac{\partial \theta}{\partial t} + \frac{\theta}{\tau} \right) - k \left( \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2} \right) = s_t \quad (5.3.23)$$

où  $\tau$  représente une constante de temps caractérisant les échanges de chaleur entre l'éprouvette et l'air de la salle d'essai (convection).

Dans la suite de ce travail, l'équation 5.3.23 ne sera pas utilisée sous cette forme. En effet, sa résolution nécessite la connaissance des paramètres matériau que sont  $\rho, C, k$  ainsi que  $\tau$ . Ainsi,

l'équation à partir de laquelle seront faits tous les post-traitements des images thermiques prendra la forme suivante :

$$\left(\frac{\partial\theta}{\partial t} + \frac{\theta}{\tau}\right) - D\left(\frac{\partial^2\theta}{\partial y^2} + \frac{\partial^2\theta}{\partial z^2}\right) = \frac{s_t}{\rho C} \quad (5.3.24)$$

Cette équation est issue de l'équation 5.3.23 dans laquelle tous les termes ont été divisés par la quantité  $\rho C$ . De cette façon, un terme matériau sera à connaître :  $D = \frac{k}{\rho C}$ . Le terme  $D$  est nommé **diffusivité** ; il est exprimé en  $m^2.s^{-1}$ . Le terme source devient alors  $\frac{s_t}{\rho C}$  ; il est exprimé en  $^{\circ}C.s^{-1}$ .

## 5.4 Echantillon

### 5.4.1 Géométrie - Composition chimique - Elaboration

Les dimensions de l'échantillon sur lequel ont été réalisés les essais sont  $0,94 \times 17,78 \times 72 \text{ mm}^3$  suivant les directions  $x$ ,  $y$  and  $z$ , respectivement, voir figure 5.4.1. Dans le but d'assurer une prise de mors efficace et d'éviter toute détérioration lors de l'essai de traction, des talons en aluminium sont collés aux extrémités de l'échantillon. Par conséquent, la section utile est située dans la partie centrale de l'échantillon et la longueur utile suivant la direction  $z$  est égale à 53 mm.

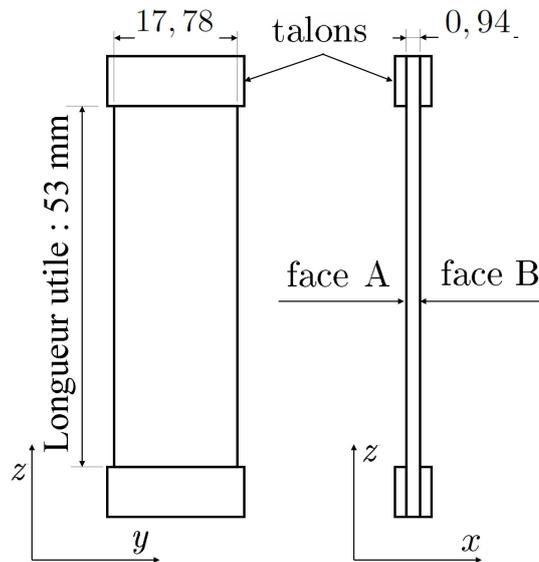


FIGURE 5.4.1 – Echantillon utilisé au cours des différents essais.

Cet échantillon est un AMF monocristallin  $\text{Cu Al}_{11,40} \text{Be}_{0,50}$  (%*pds*). Il a été élaboré par la Société Nimesis Technology (Metz, France), suivant une procédure succinctement décrite ici :

- élaboration d'un lingot polycristallin à la composition chimique désirée ;
- après refroidissement, ce lingot est placé dans un four vertical permettant d'obtenir un gros monocristal par procédé Bridgman : sur l'échantillon une zone plane et horizontale de métal en fusion sépare la partie solide de la partie resolidifiée. Cette interface se déplace du bas de

l'échantillon vers le haut grâce à un mouvement très lent du four, ce qui a pour conséquence de faire croître un monocristal au cours de la solidification ;

- une mise en solution (austénisation) entre 800°C et 850°C est réalisée, suivie d'une trempe à l'eau ;
- une découpe par électro-érosion permet de débiter le lingot en tranches et d'obtenir ainsi un échantillon aux dimensions désirées.

### 5.4.2 Températures de transformation

Les températures de transformation à contrainte nulle n'ont pas été mesurées par méthode DSC, du fait de la taille de l'échantillon monocristallin. Des essais de traction à différentes températures (11°C et 22°C) vont permettre d'évaluer les températures de début de transformation martensitique ( $M_s$ ). Ceci est d'autant plus judicieux que le changement de phase qui sera étudié dans le présent travail se fera sous chargement mécanique. Ces deux températures sont celles de la salle d'essai. Ces essais consistent en une traction uniaxiale suivant la direction  $z$  de l'échantillon. Dans le but d'être dans des conditions isothermes, l'essai a lieu à vitesse de déformation très faible ( $2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ).

A partir des courbes de traction, les contraintes de début de transformation sont déterminées graphiquement. A savoir, 18 MPa pour l'essai réalisé à la température de 11 °C et 33 MPa pour celui réalisé à la température de 22 °C. Ainsi, le début de transformation martensitique à contrainte nulle peut être déterminé :  $M_s \approx -2^\circ\text{C}$ .

### 5.4.3 Orientation cristalline

L'échantillon monocristallin est austénitique à la température ambiante à laquelle ont été réalisés tous les essais ( $T_0 = 22^\circ\text{C}$ ) car  $T_0 > M_s$ . Sa maille cristalline est donc cubique (DO3) à la température ambiante. L'orientation de la maille cubique par rapport aux axes de l'échantillon a été mesurée par une technique de diffraction X [108]. La figure 5.4.2 donne une représentation stéréographique de cette mesure réalisée à l'ENSAM par W. Seiler. Le plan (-1 0 -1) est parallèle, à une déorientation près (6,9 deg), au plan  $yz$  de l'échantillon. De plus, la direction [0 1 0] du cristal est parallèle, à une déorientation près (5,1 deg), à la direction longue ( $z$ ) de l'échantillon. Pour illustrer ce propos, la figure 5.4.3 propose une représentation schématique de la position relative des repères liés au cristal d'austénite et à l'échantillon.

Pour plus de précision, la matrice de rotation  $\mathbf{R}_{\mathbf{c} \rightarrow \mathbf{s}}$  permettant de passer du repère du cristal  $\mathbf{c}$  ([100], [010], [001]) à celui de l'échantillon  $\mathbf{s}$  ( $x, y, z$ ) s'écrit :

$$\mathbf{R}_{\mathbf{c} \rightarrow \mathbf{s}} = \begin{pmatrix} -0,773 & -0,664 & 0 \\ -0,0663 & 0,079 & 0,995 \\ -0,631 & 0,769 & -0,103 \end{pmatrix} \quad (5.4.1)$$

Dans le cadre de ce travail, les paramètres de maille de la martensite n'ont pas été mesurés. A titre d'illustration, un alliage à mémoire de forme proche (Cu Al<sub>11</sub>Be<sub>2</sub> % masse) de celui utilisé au cours de ce travail possède, pour l'austénite, une maille cubique (DO3) de paramètre :  $a_0 = 0,5827 \pm 0,0009 \text{ nm}$ . Pour la phase martensitique, il possède une maille monoclinique (M18R) de type cubic edge de paramètre :  $a = 0,457 \text{ nm}$ ,  $b = 0,534 \text{ nm}$ ,  $c = 3,88 \text{ nm}$ ,  $\theta = 88,3^\circ$ , [10]. Pour un calcul correct de la transformation de phase austénite-martensite à contrainte nulle, ce sont les paramètres de la maille monoclinique 6M1 qui doivent être utilisés [55, 10]. Ils sont déduits de ceux de la maille M18R.



Cette martensite est *microtwinnée* plutôt que *non-twinnée* comme il est noté dans les références [55, 62]. Lors de la formation de la maille de martensite il peut se produire des fautes d'empilement. Par conséquent, une légère modification dans la séquence de microtwinnage va permettre une parfaite compatibilité entre l'austénite et une seule variante de martensite le long d'un plan d'habitat [10]. Pour plus de détails à ce sujet, le lecteur pourra se reporter aux références [55, 10].

Il a été montré dans le deuxième chapitre de ce mémoire que la brisure de symétrie d'un cristal d'austénite produit *plusieurs* variantes de martensite associées chacune à un tenseur de déformation pure. Le nombre de variantes distinctes pour une martensite à symétrie monoclinique de type cubic edge est égal à 12 (voir section 6.3). A titre d'exemple et pour les paramètres de maille cités ci-dessus, une matrice de transformation  $\mathbf{U}$  associée à une variante de martensite s'écrit :

$$\mathbf{U} = \begin{pmatrix} 0,91642 & 0 & 0 \\ 0 & 1,00450 & 0,02658 \\ 0 & 0,02658 & 1,15540 \end{pmatrix} \quad (5.4.2)$$

Les composantes de cette matrice sont données dans la configuration de référence, c'est à dire dans la base de la maille cubique d'austénite. Les matrices associées aux autres variantes s'obtiennent par des opérations de symétrie. Pour plus de précisions sur la construction et la détermination d'une matrice de transformation, le lecteur pourra se reporter à la section 6.3.

#### 5.4.4 Propriétés mécaniques à température ambiante

La figure 5.4.4 représente la courbe contrainte-déformation issue d'un essai effectué dans des conditions isothermes sur l'échantillon d'AMF utilisé dans cette étude. Le caractère isotherme est obtenu grâce à une vitesse de déformation très lente ( $\pm 2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ). L'essai a eu une durée totale de deux heures environ. Cette vitesse de déformation lente permet à la chaleur latente produite durant la transformation de phase de se dissiper dans l'air ambiant et dans les mors, sans provoquer de variation de température significative dans l'échantillon. Pendant le chargement, l'échantillon initialement austénitique se transforme progressivement en martensite ; la transformation inverse se produit au cours de la décharge.

Cette courbe permet d'extraire certaines propriétés du matériau :

- la déformation totale de transformation  $\epsilon^{tr}$ . Elle est de l'ordre de 7%. A la fin de l'essai, aucune déformation résiduelle macroscopique n'est observée ;
- la valeur de la rigidité dans le sens longitudinal  $z$  de l'échantillon. Elle est obtenue à la suite de plusieurs essais. Elle est de l'ordre de 15 *GPa* pour l'austénite et de 14 *GPa* pour la martensite. Ces valeurs ont été mesurées sans extensomètre, uniquement à partir du déplacement du mors mobile ;
- la variation de contrainte  $\Delta\sigma_{hyst}$  mesurée entre les deux plateaux. Elle est de l'ordre de 7 *MPa*. Cette valeur est plus importante au début et à la fin de la transformation de phase. Cette hystérésis mécanique est classiquement observée. Elle est supposée être minimale dans les conditions isothermes de l'essai. Elle est intégralement due à la dissipation mécanique ou dissipation intrinsèque [35, 93, 31].

Au cours d'essais successifs pratiqués dans des conditions identiques, il a été noté de légères différences dans les courbes obtenues. Il peut être supposé que cela est dû à des cinématiques de transformation différentes, du fait peut être des prises de mors aux extrémités de l'échantillon.

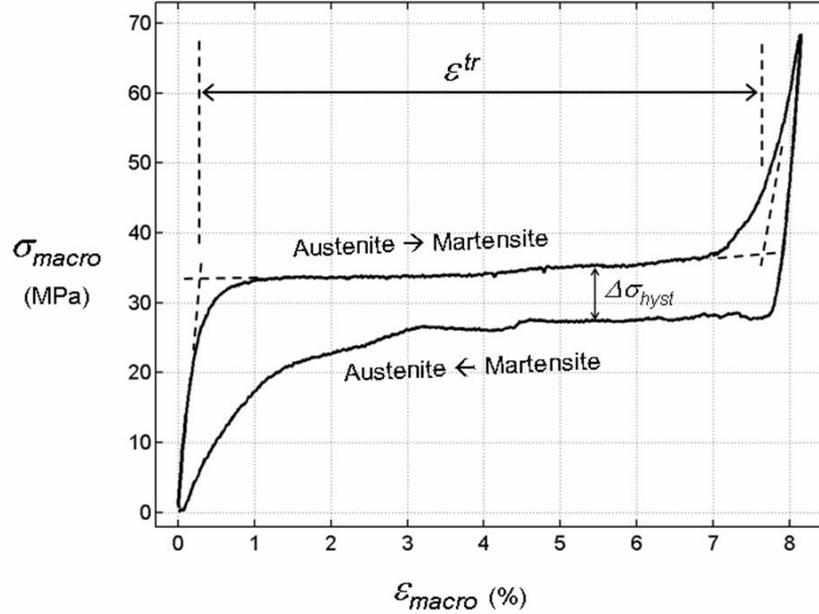


FIGURE 5.4.4 – Courbe contrainte-déformation obtenue dans des conditions isothermes à une température ambiante  $T_0 = 22^\circ C$ .

### 5.4.5 Propriétés physiques complémentaires

D'autres propriétés physiques pour l'austénite et la martensite seront utiles dans la suite de ce travail :

- la masse volumique  $\rho$  est obtenue à partir de la mesure du volume de l'échantillon et de sa masse à température ambiante;
- la chaleur spécifique  $C$  est déterminée à partir de données expérimentales et théoriques indiquées dans la référence [77] pour l'austénite;
- la diffusivité thermique  $D$  du monocristal d'austénite dans la direction  $z$  de l'échantillon sera déterminée selon le mode opératoire décrit dans la section 5.6.2;
- le tenseur du coefficient de dilatation thermique de l'alliage CuAlBe n'est pas donné explicitement dans la littérature. La valeur du coefficient de dilatation thermique pour l'austénite est considérée comme typique d'un alliage base cuivre, [69]. La symétrie cubique de l'austénite permet toutefois d'écrire  $\underline{\alpha}_{aust}$ . Ce tenseur, pour l'austénite, est de la forme :

$$\underline{\alpha}_{aust} \approx 10^{-6} \times \begin{pmatrix} 17 & 0 & 0 \\ 0 & 17 & 0 \\ 0 & 0 & 17 \end{pmatrix} \quad (5.4.3)$$

L'objectif du présent travail étant d'observer des microstructures martensitiques, il eut été pertinent de distinguer les propriétés physiques pour les deux phases. Malheureusement, aussi bien les mesures effectuées dans le cadre de ce mémoire que les nombreuses recherches bibliographiques n'ont pas permis d'accéder à cette information ;

Le tableau 5.1 donne quelques valeurs de propriétés physiques pour l'austénite.

Masse volumique	$\rho = 7800 \text{ Kg.m}^{-3}$
Chaleur spécifique	$C = 430 \text{ J.K}^{-1}.\text{Kg}^{-1}$
Diffusivité thermique	$D = 4,23 \times 10^{-5} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$
Coefficient de dilatation thermique	$\alpha = 1,7 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

TABLE 5.1 – Propriétés physiques de l’austénite de l’AMF monocristallin CuAlBe utilisé au cours de la campagne d’essais.

## 5.5 Chargement mécanique

Les propriétés très particulières de tous les AMF résident dans le fait que, soumis à un chargement mécanique ou thermique, il se produit une transformation martensitique réversible. Ce phénomène s’accompagne d’une part, d’une production de **chaleur latente** endothermique ou exothermique et d’autre part, d’une **déformation** ( $\epsilon^{transformation}$ ), associée à cette transformation. En outre, toute traction/compression appliquée à un matériau est associée à une absorption/production de chaleur. Ce phénomène est nommé : couplage thermoélastique ; la déformation associée est nommée  $\epsilon^{thermoelastique}$ . Enfin, en ce qui concerne les irréversibilités mécaniques, il a été montré dans la référence [35] que dans ce type d’alliage la dissipation mécanique était négligeable devant la chaleur latente. Ces derniers possèdent en outre une très grande réversibilité de déformation. Il se profile alors deux grandes familles de paramètres et de grandeurs physiques. Celles liées à la chaleur, telles que : chaleur latente, couplages thermoélastiques et dissipation mécanique. Celles liées à la déformation, telles que :  $\epsilon^{transformation}$ ,  $\epsilon^{thermoelastique}$  et réversibilité de déformation.

Ces remarques vont conduire à deux approches expérimentales distinctes poursuivant le même objectif : l’étude des microstructures martensitiques.

**La première approche** fera l’objet du chapitre 6. L’échantillon sera soumis à un chargement (traction uniaxiale) quasi-statique, ce dernier est schématisé sur la figure 5.5.1-a. Il permettra, par l’intermédiaire de la mesure des champs de température et de déformation à la surface de l’échantillon, d’estimer les sources de chaleur et les déformations.

**La deuxième approche** fera l’objet du chapitre 7. L’échantillon sera soumis à de petites oscillations mécaniques. Ce chargement est schématisé sur la figure 5.5.1-b. Un post-traitement des images thermiques permettra de remonter aux sources de chaleur.

Ces deux types d’essais seront présentés et explicités dans les chapitres 6 et 7 suivants.

## 5.6 Instrumentation

### 5.6.1 Introduction

Le but de la partie expérimentale de ce travail est d’observer et d’analyser des microstructures martensitiques à la surface d’un échantillon d’AMF. Il s’agit de les révéler par l’intermédiaire d’un dispositif expérimental. Dans cet objectif, cette section sera consacrée à la présentation des caractéristiques principales du dispositif expérimental qui permettra d’effectuer des mesures thermiques et cinématiques au cours d’un essai de traction simple. Plus précisément, le dispositif expérimental est composé d’une machine de traction MTS  $\pm 15kN$ , d’une caméra infrarouge CEDIP JADE MWIR et d’une caméra CCD SENSICAM QE. Les deux caméras sont placées de part et d’autre

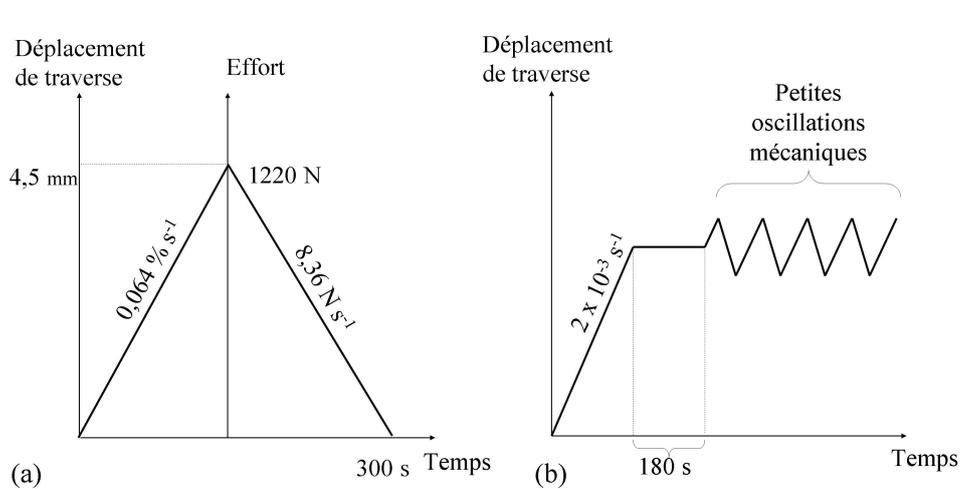


FIGURE 5.5.1 – (a) Schématisation du chargement quasi-statique. (b) Schématisation du chargement sous petites oscillations mécaniques.

de l'échantillon plan. La caméra infrarouge regarde la face B de l'échantillon tandis que la caméra cinématique regarde la face A (voir figure 5.4.1). La figure 5.6.1 représente ce dispositif au cours d'un essai.

Cette section se compose de deux paragraphes. Le premier (paragraphe 5.6.2) est consacré aux mesures thermiques et au calcul des sources de chaleur à la surface de l'échantillon, le second (paragraphe 5.6.3) aux mesures de déformations à la surface de l'échantillon. Elle se termine par un ensemble de remarques conclusives.

## 5.6.2 Mesures thermiques et sources de chaleur

La mesure des sources de chaleur est impossible à réaliser directement. Le travail développé par A. Chrysocoos dans [29], utilisé et augmenté par d'autres auteurs [8, 32, 34, 33, 31, 49, 73, 80, 70, 105], servira de base à l'approche utilisée dans la suite de ce document. Cette approche consiste à utiliser l'information thermique locale fournie par la caméra infrarouge pour évaluer les termes sources de chaleur. Avant de présenter cette approche plus en détails, il est nécessaire de rappeler les principales caractéristiques et propriétés de l'outil de mesure caméra infrarouge.

### La caméra infrarouge

Elle possède  $320 \times 240$  pixels et une résolution thermique qui est fonction de la gamme de températures utilisée. Ce grand nombre de détecteurs permet des cadences d'acquisition d'images extrêmement élevées par rapport aux anciennes générations de caméras. Les détecteurs sont indépendants les uns des autres. La contrepartie est une certaine disparité des caractéristiques des détecteurs qui viennent affecter la qualité des images. En effet, la mesure est moins homogène qu'avec un seul capteur complété par un système de balayage (ancienne génération de caméras). Ainsi, il est nécessaire de *corriger* l'image grâce à une table de NUC (Correction de Non Uniformité) donnée par le constructeur, ou d'effectuer un réglage à l'aide d'un corps noir. Ces corrections se font lors d'une révision ou grâce à un étalonnage avant la mesure. Chaque capteur a sa propre

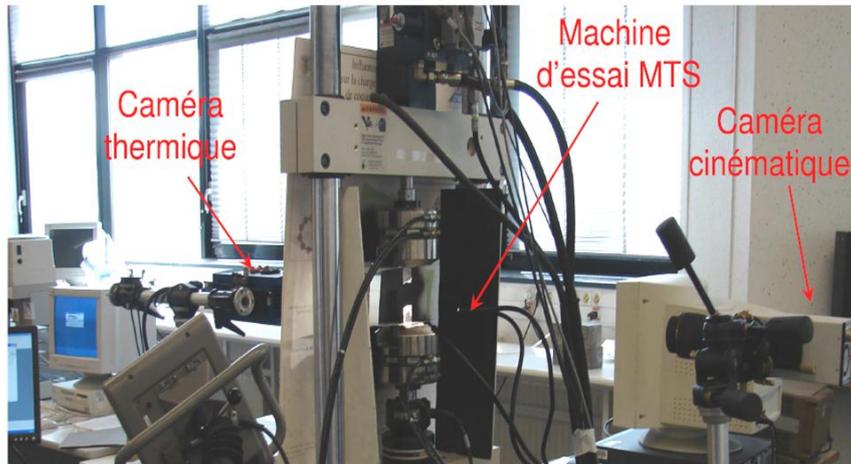


FIGURE 5.6.1 – Dispositif expérimental en configuration d'essai.

courbe d'étalonnage, c'est à dire son gain et son offset propre. La caméra IR avec laquelle ont été faits les essais qui seront présentés dans ce travail est révisée et étalonnée tous les quatre ans. Toutes les courbes ont été considérées à jour lors des essais effectués dans le cadre de ce mémoire. Pour cette étude, la résolution thermique est de 20 mK pour une gamme de température de  $[5 - 40^{\circ}C]$  et pour un temps d'intégration de  $1500\mu s$ . Le fichier de calibration a été réalisé par le constructeur de la caméra. Cette dernière est reliée à un ordinateur PC permettant de la piloter et de réaliser les enregistrements (lancer l'enregistrement d'une scène thermique et/ou d'une image à un temps donné) grâce au logiciel CIRRUS.

Pour les essais présentés dans ce mémoire, la matrice de détecteurs ne sera pas utilisée dans sa totalité : seuls  $80 \times 160$  le seront. Le fait de n'utiliser qu'une partie des détecteurs va permettre d'utiliser une fréquence d'acquisition plus élevée, elle sera fixée à  $f_a = 436$  Hz. Ces derniers choix sont le résultat d'un compromis réalisé après de nombreux essais préliminaires. Une fréquence d'acquisition élevée favorise la résolution temporelle du signal thermique au détriment du nombre de détecteurs utilisés.

Avant de commencer les essais qui permettront de mesurer le champ de températures en surface de l'échantillon, et par conséquent de remonter jusqu'aux sources de chaleur, un certain nombre de questions se posent. Ces questions sont relatives à la détermination de constantes matériau et au post-traitement des images thermiques.

#### Détermination de la constante de temps $\tau$ et de la diffusivité thermique $D$

Ces constantes sont déterminées à partir d'un essai simple décrit ci-après :

- l'éprouvette est maintenue par l'une de ses extrémité afin que la surface de contact entre le

- système de préhension et l'échantillon soit la plus faible possible;
- l'éprouvette est ensuite chauffée par un flux d'air chaud pendant environ 10 s;
- le chauffage est stoppé.

A l'issue de ces trois étapes et après un temps d'attente d'une dizaine de secondes, l'évolution de la température de l'éprouvette est mesurée avec la caméra infrarouge : la température de l'éprouvette revient alors progressivement à la température ambiante.

Comme les sources de chaleur produites par le matériau sont nulles durant cette phase,  $\tau$  et  $D$  peuvent être déterminées simplement en résolvant l'équation 5.3.24.

La procédure d'identification prend en compte les aspects suivants :

- durant toute la phase de retour progressif à la température ambiante, le champ de températures est enregistré à une fréquence d'acquisition de  $10Hz$ . La taille du pixel est, dans le cas de cette mesure, de  $1,78.10^{-4} m$ ;
- la diffusivité  $D$  et la constante de temps  $\tau$  sont recherchées à l'intérieur d'intervalles fixés. Ces derniers sont de  $2,5 \times 10^{-5}$  à  $5,5 \times 10^{-5} m^2.s^{-1}$  pour la diffusivité  $D$  et de 100 à 1000s pour la constante de temps  $\tau$ ;
- les valeurs optimales de la diffusivité et de la constante de temps sont obtenues par la minimisation d'une fonction coût (voir équation 5.6.1).

$$\left\{ \frac{\partial \theta}{\partial t} + \frac{\theta}{\tau} - D\Delta\theta \right\}^2 / \text{nombre de pixels} \quad (5.6.1)$$

A l'issue de cette procédure, les valeurs estimées de  $\tau$  et de la diffusivité  $D$  sont respectivement de  $\approx 400 \pm 100s$  et de  $4,23 \pm 0,5 \times 10^{-05} m^2.s^{-1}$ . La valeur de la constante de temps est très grande. La valeur de la diffusivité est du même ordre de grandeur que celle issue de la littérature [31, 91].

Il faut noter que, au cours des essais réalisés pour ce mémoire, le terme d'échange radial  $\theta/\tau$  est négligeable comparé aux termes temporel et de conduction. Pour être précis, ce terme a tout de même été pris en compte dans le calcul des sources de chaleur.

### Post-traitement des résultats. Filtrage du signal thermique.

L'objectif de cette section est de présenter le traitement du signal thermique qui a été réalisé. En effet, le but étant d'estimer les sources de chaleur à partir des champs de températures mesurés à la surface de l'éprouvette, le problème du calcul des dérivées se pose. Le calcul des sources de chaleur nécessite le calcul de dérivées à la fois temporelles et spatiales. Les champs expérimentaux de température étant toujours bruités, la question du filtrage est donc inévitable. Afin de pouvoir calculer correctement les sources de chaleur, il faut réduire le bruit des champs de température mesurés. Ce filtrage est délicat car il s'agit de n'enlever au signal que le bruit, et non les informations qui sont propres aux phénomènes à observer.

### Généralités

Certains des termes de la partie se trouvant à gauche de l'équation 5.3.24 sont filtrés séparément et avec des paramètres spécifiques. Il s'agit :

- du terme temporel  $\frac{\partial \theta}{\partial t}$ ;
- du terme  $-D\Delta\theta$ , traduisant la conduction.

D'un point de vue très général, il existe de nombreuses méthodes permettant de filtrer un signal. Leur efficacité doit être jugée sur la qualité d'évaluation des opérateurs calculés à partir du signal filtré. Il peut être utile de rappeler ici certaines d'entre elles :

1. filtrage linéaire : moyenne dans le temps, moyenne dans l'espace, filtrage passe-bas appliqué par Transformée de Fourier Directe (TFD) ou par convolution ;
2. filtrage non-linéaire : filtre de Wiener, filtre médian, ... ;
3. lissage : interpolation polynomiale associée à un ajustement par la méthode des moindres carrés ;
4. statistique : méthode du noyau [73] ;
5. projection dans une base et seuillage des coefficients : base spectrale de l'opérateur Laplacien, base d'ondelette.

L'ensemble des ces méthodes et plus particulièrement le filtrage passe-bas appliqué par TFD est développé dans [73] et les références incluses ; le lecteur intéressé pourra s'y reporter. Plusieurs méthodes de filtrage peuvent potentiellement être utilisées. Actuellement, aucune d'entre elles ne fait partie ou n'a initié une norme à respecter.

Aussi, le but des paragraphes suivants est de présenter concrètement la procédure utilisée lors du calcul des termes temporels et de conduction et de détailler ses avantages et ses inconvénients.

### Calcul du terme temporel

Le terme temporel est calculé en trois étapes :

1. le calcul est réalisé par différences finies suivant le schéma numérique :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{\theta_{i,j,k+\Delta k} - \theta_{i,j,k-\Delta k}}{2\Delta k \Delta t} \quad (5.6.2)$$

2. le filtrage est effectué en écartant plus ou moins les points de calcul ;
3. techniquement, le calcul est réalisé par l'intermédiaire d'un produit de convolution implémentée sous le logiciel *Matlab* (fonction *conv2*).

De nombreux tests réalisés aux cours des différents essais ont permis d'établir que le filtrage le plus efficace, compte tenu des phénomènes à observer et du type d'essai, devait être le suivant :

- (1 0 0 0 0 0 0 -1) : pour les essais sous **chargement quasi-statique**. Ce filtrage correspond à une résolution temporelle pour le calcul de  $\frac{\partial \theta}{\partial t}$  de 0,020 s ;
- (1 0 -1) : pour les essais sous **petites oscillations mécaniques**. Ce filtrage correspond à une résolution temporelle pour le calcul de  $\frac{\partial \theta}{\partial t}$  de 0,007 s.

### Calcul du terme de conduction

Une attention toute particulière doit être portée au filtrage du terme Laplacien. Pour s'en convaincre, le lecteur pourra se reporter à l'analyse minutieuse et précise réalisée à ce sujet dans la référence [91].

Le terme temporel est calculé en trois étapes :

1. le calcul est réalisé, pour chaque image, par différences finies dans les directions  $y$  et  $z$  de l'échantillon, suivant le schéma numérique :

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} = \frac{\theta_{i+\Delta i, j, k} - 2\theta_{i, j, k} + \theta_{i-\Delta i, j, k}}{(\Delta i \Delta y)^2} \quad (5.6.3)$$

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2} = \frac{\theta_{i, j+\Delta j, k} - 2\theta_{i, j, k} + \theta_{i, j-\Delta j, k}}{(\Delta j \Delta z)^2} \quad (5.6.4)$$

2. le filtrage est effectué en écartant plus ou moins les points de calcul ;
3. techniquement, le calcul est réalisé par l'intermédiaire d'un produit de convolution implémentée sous le logiciel *Matlab* (fonction *conv2*).

Finalement, et de même que pour le calcul du terme temporel, de nombreux tests réalisés aux cours des différents essais, ont permis d'établir que le filtrage le plus efficace, compte tenu des phénomènes à observer et du type d'essai, devait être le suivant :

- (1 0 0 0 -2 0 0 0 1) : pour l'essai sous **chargement quasi-statique**. Ce masque correspond à une résolution spatiale pour le calcul de  $\frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2}$  de  $9 \times 9$  pixels ;
- (1 -2 1) : pour l'essai sous **petites oscillations mécaniques**. Ce masque correspond à une résolution spatiale pour le calcul de  $\frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2}$  de  $3 \times 3$  pixels.

La figure 5.6.2 illustre les commentaires et les choix énoncés dans les sections 5.6.2 et 5.6.2. Pour cette figure, les calculs de sources de chaleur ont été conduits en combinant des résolutions temporelles de 0,011 s et 0,034 s avec des résolutions spatiales de  $7 \times 7$  pixels et  $23 \times 23$  pixels. Les résultats obtenus montrent de façon claire qu'il est nécessaire d'utiliser des résolutions temporelles et spatiales *petites* pour la détermination des champs de sources à la surface de l'échantillon. L'utilisation de telles résolutions va permettre de mettre en évidence des fronts de chaleur latente.

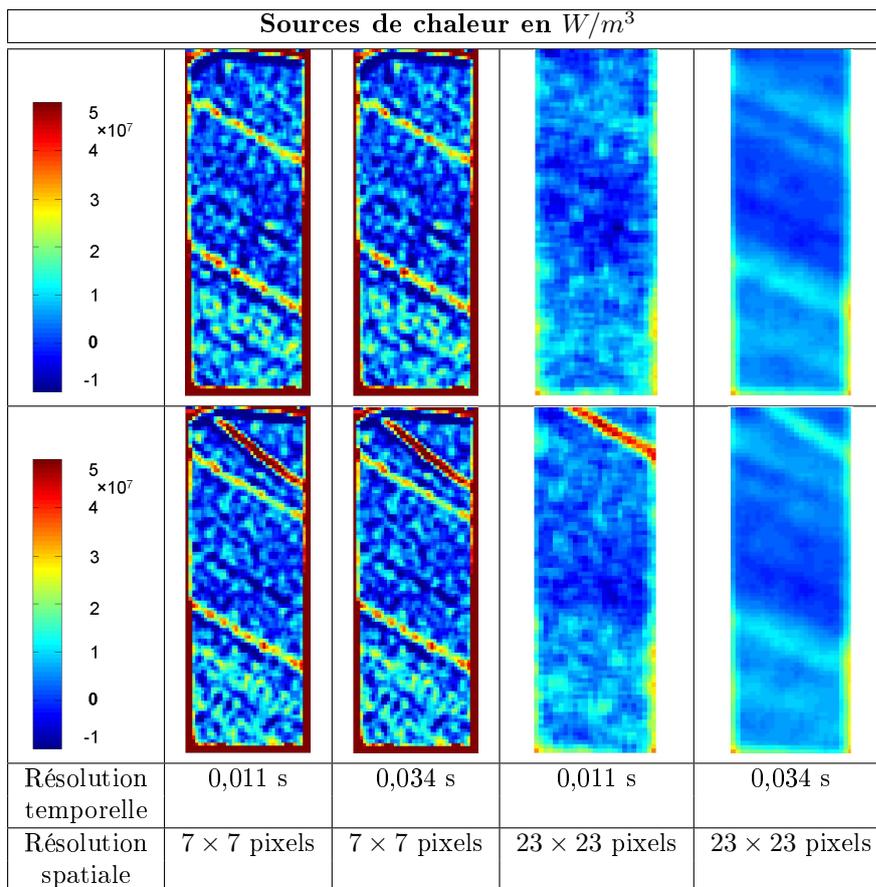


FIGURE 5.6.2 – Fronts de chaleur latente calculés avec deux résolutions temporelles et deux résolutions spatiales. Fronts calculés à deux instants  $t$  et  $t + \delta t$ , avec  $\delta t = 1/436$  s. Les sources de chaleur représentées dans la partie supérieure de la figure sont calculées à l'instant  $t$ . Celles représentées dans la partie inférieure, le sont à l'instant  $t + \delta t$ .

### 5.6.3 Mesure du champ de déformation par la méthode de la grille

Durant l'essai de traction, un champ de déformation se développe à la surface de l'échantillon. Ce champ est mesuré par la méthode de la grille. Pour mettre en oeuvre cette méthode, il est tout d'abord nécessaire de déposer une grille croisée (dans le cas de cet essai) sur la surface à observer (face A de l'échantillon, voir figure 5.4.1) [94].

Au cours de l'essai de traction, l'évolution de la grille, qui est solidaire de la surface à observer, est filmée par une caméra CCD. Les images cinématiques acquises par la caméra sont ensuite traitées numériquement pour en déduire un champ de déplacement et un champ de déformation [119, 7].

#### Réglages pour les mesures cinématiques

Elle est équipée d'une matrice de capteurs CCD ( $1040 \times 1376$  pixels). La taille maximum du champ observable est de  $41 \times 55 \text{ mm}^2$ ; ce qui veut dire que dans ce cas, la déformation sera mesurée sur toute la surface utile de l'échantillon. En effet, la surface utile de l'échantillon utilisé est de  $17,78 \times 53 \text{ mm}^2$ . Un objectif SIGMA de 105 mm est monté sur la caméra. L'ensemble est fixé sur un système de tables croisées. La période de cette grille est digitalisée par 5 pixels. La face A de l'échantillon est éclairée par trois flexibles orientables alimentés par une source de lumière froide (KL 2500 LCD). Ceci assure un éclairage uniforme de la grille et ne perturbe pas la mesure du champ thermique sur l'autre face.

#### Transfert de la grille

Une grille croisée est un système de lignes orthogonales imprimées sur un substrat à l'aide d'une machine d'impression de très haute précision (12000 dpi de résolution).

Seuls les points principaux liés au mode opératoire de transfert de la grille seront développés dans le paragraphe suivant, le lecteur intéressé par les questions de préparation et de transfert de grille pourra se reporter à la référence [94]. Après avoir dégraissé convenablement la surface de l'échantillon, une couche d'adhésif est déposée. Cette couche doit être la plus régulière possible. La grille croisée est ensuite transférée sur la couche d'adhésif. Lors de cette opération, une attention toute particulière doit être apportée au fait que les lignes verticales (ou horizontales) de la grille doivent être parallèles aux bords de l'échantillon. Une pression légère et uniforme est appliquée et l'ensemble échantillon, adhésif, grille est placé dans un four durant 24 heures à une température de  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  dans le but de polymériser la colle. A l'issue de la cuisson, le substrat est enlevé, les lignes noires de la grille sont transférées sur l'adhésif blanc. Ainsi, les lignes de la grille sont facilement discernables par la caméra, dès lors qu'une échelle correcte est choisie. L'épaisseur de la couche d'adhésif après cuisson est alors comprise entre 0,1 et 0,2 mm; par conséquent, il sera supposé dans la suite de ce travail, que la déformation de la grille épousera très précisément celle de la surface de l'échantillon. En pratique, l'adhésif se déforme sans dommage jusqu'à 18% environ, ce qui a été montré dans [6].

#### Post-traitement des résultats

La grille préparée selon le mode opératoire mentionné précédemment est solidaire de la surface à observer. L'évolution de cette grille au cours de l'essai est ensuite filmée par la caméra CCD.

Pour différentes valeurs de chargement, les images de grille sont traitées par un programme spécifique développé par C. Badulescu dans le cadre de sa thèse [4] : le champ de déformation est ainsi déduit. Traiter des images de grille pour en déduire un champ de déplacement est une opération classique qui fait l'objet de nombreux articles disponibles dans la littérature. Pour s'en convaincre, le lecteur pourra se reporter par exemple à la référence [4] et références incluses. Il est montré que le déplacement est proportionnel à la variation de phase d'un signal lumineux périodique. Le passage du champ de déplacement au champ de déformation consiste habituellement en un lissage et une dérivation numérique. Une évolution de cette méthode vient d'être récemment proposée dans les références [5] pour les grilles unidirectionnelles et [7] pour les grilles bidirectionnelles. Elle tient compte du fait que, par construction, le pas de la grille n'est pas régulier. L'amplitude des variations de pas peut atteindre quelques micromètres pour un pas de grille de 100 à 200 micromètres. Ces défauts pourraient être interprétés comme une déformation locale parasite venant s'ajouter à la distribution de déformation due à l'élongation ou au cisaillement de l'échantillon chargé. Ils peuvent être éliminés s'ils sont clairement identifiés et soustraits entre l'image courante de la grille et l'image initiale. En pratique, ceci est obtenu en exprimant les dérivées de phase courantes dans la configuration de référence, de façon à s'assurer que les défauts de grille sont soustraits rigoureusement au même point matériel. Ce mode opératoire convient très bien en petites déformations, comme il est précisé dans [5, 7]. Dans le cas de grandes déformations, comme c'est le cas dans cette étude, la correction sur la variation de pas est appliquée pour chaque couple d'images de grille. Ceci conduit à un incrément de petite déformation. Ces incréments sont ensuite ajoutés les uns aux autres et donnent ainsi une très bonne approximation du tenseur des déformations de Hencky  $\mathbf{H}$  si les rotations locales restent faibles, ce qui est le cas dans notre étude.

Le tenseur des déformations de Green-Lagrange  $\mathbf{E}$  est déduit du tenseur des déformations de Hencky, par la relation :

$$\mathbf{E} = \frac{1}{2}(e^{2\mathbf{H}} - \mathbf{I}) \quad (5.6.5)$$

dans laquelle  $\mathbf{I}$  est le tenseur identité du second ordre.

Un point important de cette méthode est que la dérivée de phase issue des images cinématiques est obtenue par un produit de convolution [5, 7]. La taille du noyau de convolution a une influence certaine sur le champ de déformation mesuré, et plus particulièrement lorsque les phénomènes sont très localisés. La formation de fines bandes de martensite ou d'austénite qui apparaissent à la surface de l'échantillon en est un exemple typique. Ce phénomène est mis en évidence dans la suite de cette étude. Dans le cas où l'épaisseur d'une bande est très inférieure à la taille du noyau, l'amplitude de la déformation est automatiquement sous-évaluée. Elle peut être même annulée, si l'épaisseur d'une bande est négligeable devant la taille du noyau. Pour le traitement des images cinématiques de cette étude, un noyau d'une taille de 30 pixels a été utilisé. Les 30 pixels correspondent à six fois l'écart-type de l'enveloppe Gaussienne utilisée. L'écart-type a pour sa part une taille de 5 pixels. Le pas de grille ayant une valeur de 0,2 mm et une période de la grille étant codée par 5 pixels, la taille du noyau de convolution sera égale à 1,2 mm ( $= 30 \times 0,2/5$ ). Dans le cas où une zone de déformation observée aurait une épaisseur beaucoup plus faible que cette quantité, l'amplitude de déformation calculée sera obligatoirement plus petite que la précédente. A ce sujet, une étude spécifique relative à l'atténuation du signal convolué a été conduite [4]. Elle a montré que la taille de la zone réellement affectée par l'atténuation n'excédait pas 20 pixels en pratique, c'est à dire  $20 \times 0,2/5 = 0,8$  mm. De ce fait, l'amplitude de tout phénomène localisé plus petit que cette valeur sera affectée et atténuée. Ce coefficient d'atténuation est plus petit que un et il décroît

considérablement avec la taille de l'événement. La figure 5.6.3 ([4]) illustre ce propos en mettant en évidence l'évolution des coefficients  $k(-)$  en fonction  $l_c/p(-)$ . Le coefficient d'atténuation  $k(-)$  représente les coefficients  $k_{xx}$ ,  $k_{yy}$  et  $k_{zz}$  relatifs respectivement aux trois déformations planes  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  et  $\epsilon_{zz}$ . La quantité  $l_c/p(-)$  désigne le rapport entre la largeur du phénomène observé<sup>3</sup> et le pas de la grille. Ainsi, sachant que le pas de la grille est de 0,2 mm, une zone déformée homogène d'une largeur de 0,6 mm ferait l'objet d'une mesure de déformation restituée à au moins 80%. Autrement dit, la déformation *vraie* est alors au moins égale à la déformation *mesurée* divisée par 0,8. Pour de plus amples précisions, le lecteur pourra se reporter à la référence [4].

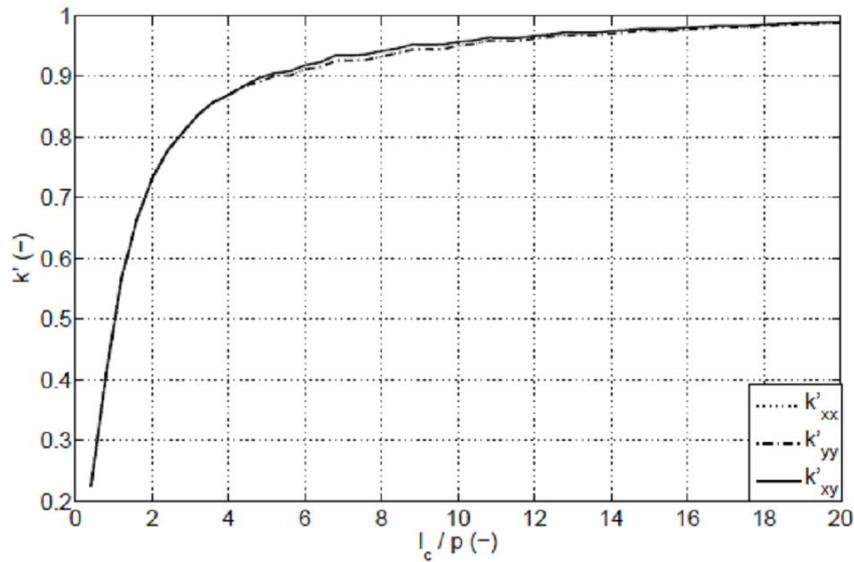


FIGURE 5.6.3 – Coefficients d'atténuations  $k(-)$  exprimés en fonction de  $l_c/p(-)$ , pour des bandes inclinées d'un angle  $\theta = 45^\circ$  par rapport à l'axe horizontal de l'échantillon [4].

## 5.7 Différence de résolution entre mesures thermiques et cinématiques

Suite à ce qui a été exposé précédemment, le lecteur notera que le nombre de pixels disponibles sur les deux caméras (cinématique et thermique) est très différent. Ceci va conduire en pratique à une meilleure résolution spatiale pour le champ de déformations que pour le champ de températures. Du fait des technologies utilisées, la caméra thermique va pouvoir enregistrer un plus grand nombre d'images que la caméra cinématique, pour laquelle le *buffer* est rapidement plein. Pour les essais qui ont été réalisés dans le cadre de ce travail, lorsque la caméra cinématique enregistre 330 images, la caméra thermique enregistre environ 75000 dans le même temps. Ceci va conduire en pratique à une meilleure résolution temporelle du champ de températures que du champ de déformations.

3. Par exemple, des bandes de déformation inclinées d'un angle  $\theta = 45^\circ$  par rapport à l'axe horizontal de l'échantillon.



## Chapitre 6

# Analyse de microstructures martensitiques lors d'un essai de traction uniaxiale quasi-statique

### 6.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'une part de mettre en évidence la façon dont apparaît la martensite dans un échantillon complètement austénitique au début de l'essai, et d'autre part d'identifier l'organisation spatiale des phases austénite/variantes de martensite à la surface de l'échantillon. L'analyse expérimentale a été effectuée à partir d'un essai de traction uniaxiale quasi-statique. La courbe contrainte/déformation relative à cet essai est représentée sur la figure 6.1.1 (courbe rouge). L'essai quasi-statique est lent. Pour cette application, l'ordre de grandeur de la durée d'un chargement/déchargement quasi-statique est de 300 secondes ( $\pm 2 \times 10^{-3} s^{-1}$ ).

A titre d'illustration, la courbe contrainte/déformation d'un essai isotherme a été représentée sur la figure 6.1.1 (courbe bleue). Un essai isotherme est très lent, l'ordre de grandeur de la durée d'un chargement/déchargement isotherme est de deux heures ( $\pm 2 \times 10^{-5} s^{-1}$ ). Ces valeurs sont données à titre indicatif pour l'échantillon utilisé dans le cadre de ces essais.

Au cours de l'essai décrit dans ce chapitre, la montée quasi-statique a été pilotée en déformation jusqu'à 9% à la vitesse de  $0,064 \% \cdot s^{-1}$ , la descente quasi-statique, quant à elle, a été pilotée en force à partir de 1220 N jusqu'à zéro à  $8,36 N \cdot s^{-1}$ .

Sur la figure 6.1.1, le lecteur aura remarqué le caractère non-isotherme de l'essai quasi-statique conduit à  $\pm 2 \times 10^{-3} s^{-1}$ . Cette caractéristique se traduit d'une part par une augmentation de l'hystérésis de transformation et d'autre part, par une augmentation de l'inclinaison des plateaux de transformation.

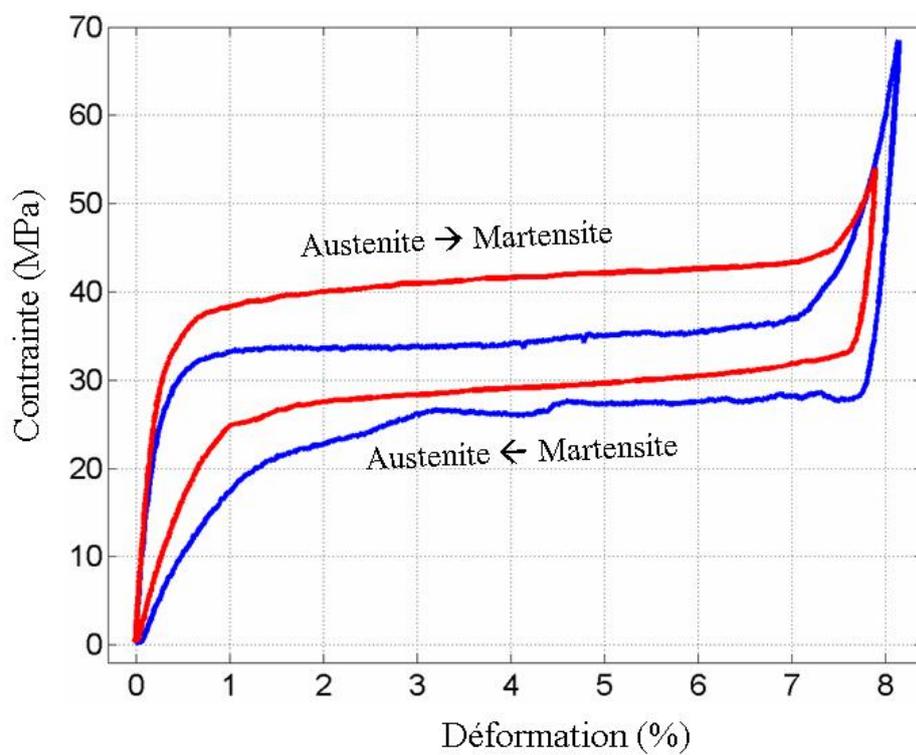


FIGURE 6.1.1 – Courbes de traction uniaxiale contrainte/déformation. La courbe rouge représente un essai de traction quasi-statique (non-isotherme). La courbe bleue représente un essai de traction isotherme.

## 6.2 Résultats expérimentaux durant la montée

Lors de la montée quasi-statique, une courbe de traction (contrainte/déformation) a été obtenue, voir figure 6.2.1. Sur cette courbe, un certain nombre de points particuliers ont été notés. Ils correspondent aux niveaux de chargement pour lesquels le champ de déformation (et le champ de sources de chaleur dans certains cas) est visualisé et discuté dans la suite de ce chapitre.

Seules les distributions  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  seront montrées. La composante  $E_{yz}$  est beaucoup plus faible que les deux précédentes car la martensite apparaît sous forme de bandes de cisaillement inclinées par rapport à l'axe horizontal de l'échantillon ( $y$ ).

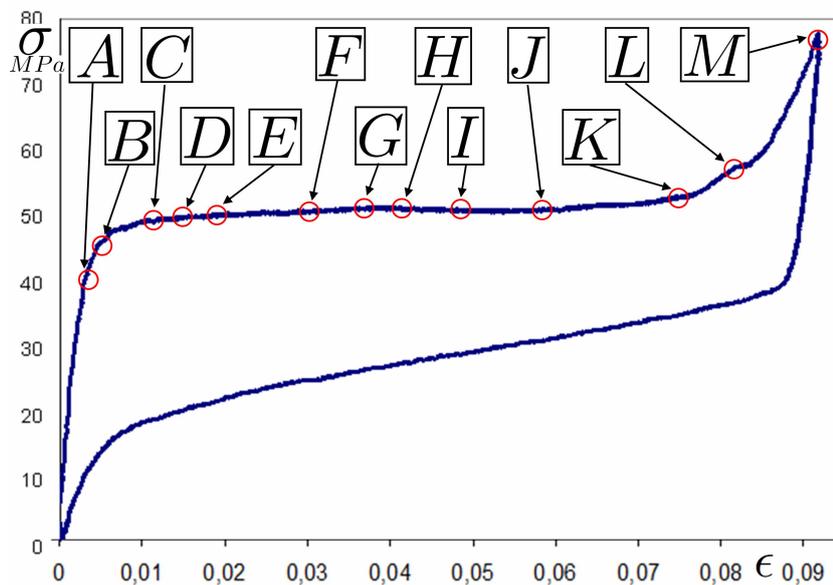
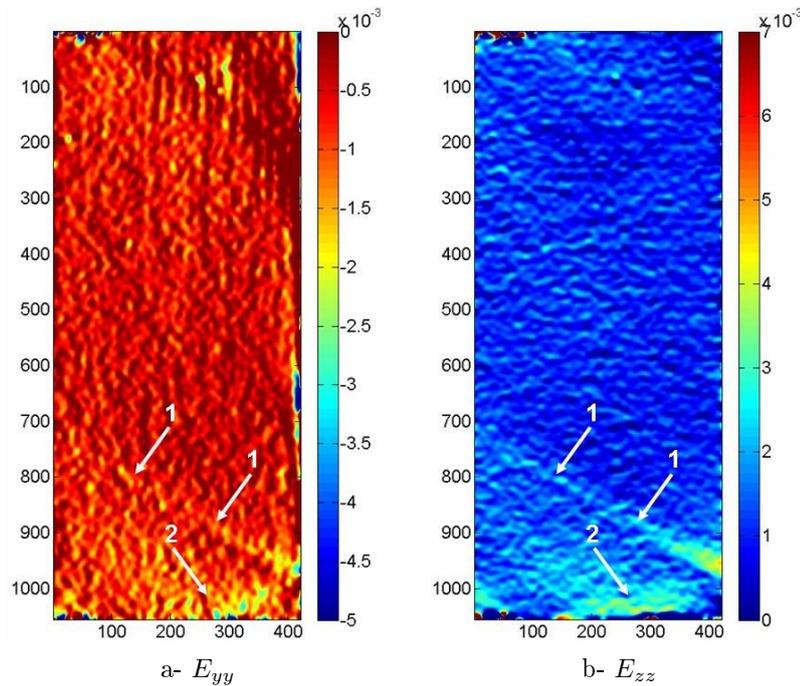
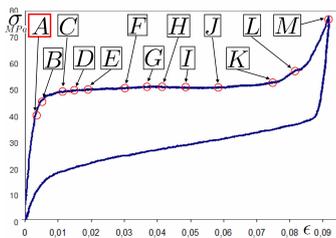


FIGURE 6.2.1 – Courbe contrainte-déformation. Les points repérés par des cercles rouges et nommés A à M, feront l'objet de commentaires et de cartographies.

FIGURE 6.2.2 – Champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point A

### 6.2.1 Point A



Ce point se situe à la fin de la zone linéaire de la courbe contrainte-déformation. Les figures 6.2.2-a et -b présentent les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  en ce point. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

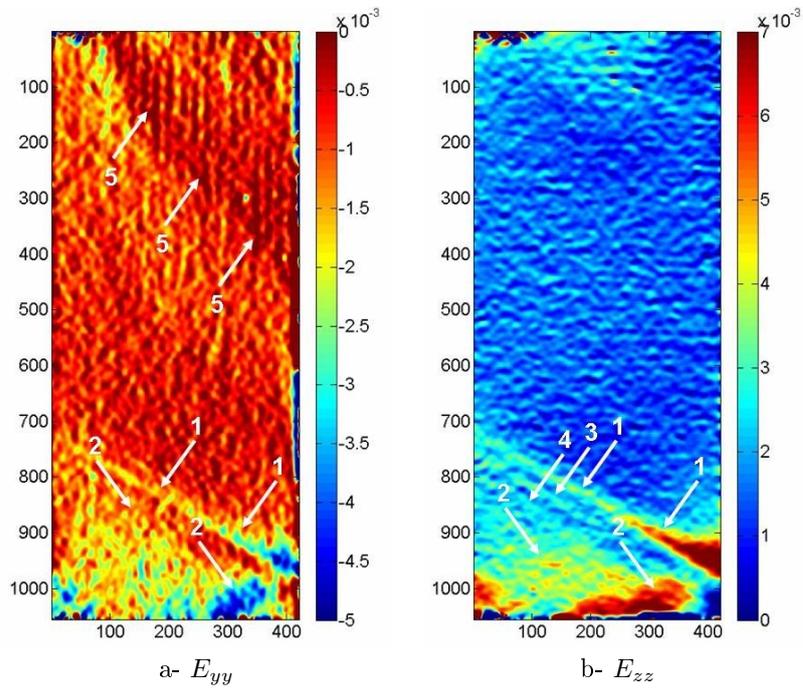
- ces champs sont les premiers pour lesquels des singularités apparaissent ;
- les champs de déformations  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  mettent en évidence des *aiguilles* prenant naissance en bas à droite de l'échantillon (voir l'aiguille notée 1 sur la figure 6.2.2-a et -b) ;
- il peut être supposé ici légitimement que ce sont des aiguilles

de martensite ;

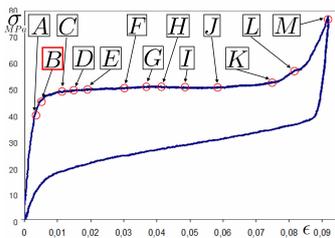
- une transformation supplémentaire se produit dans la même zone, près du mors fixe (voir flèche 2) ;
- le lecteur notera que le champ de déformations  $E_{yy}$  est négatif sur toute la surface de l'échantillon du fait du coefficient de Poisson.

#### Remarque

Sur la partie supérieure des figures 6.2.2-a et -b, l'aspect bruité nettement visible résulte simplement de l'échelle choisie. Il faut souligner ici la très bonne résolution en déformation de la mesure, elle est de l'ordre de  $1 \times 10^{-4}$ .

FIGURE 6.2.3 – Champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point B

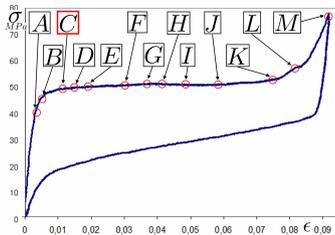
## 6.2.2 Point B



Les figures 6.2.3-a et -b présentent les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point B. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- la zone comportant un nombre important de singularités et très localisée observée au point A (zone 2), est confirmée lorsqu'est examiné le champ de déformation au point B ;
- la zone 2 de la figure 6.2.3-a occupe maintenant toute la largeur inférieure de l'échantillon ;
- l'aiguille notée 1 traverse maintenant toute la largeur de l'échantillon ;
- deux nouvelles aiguilles parallèles peuvent aussi être distinguées (voir aiguilles 3 et 4 sur les figures 6.2.3-a et -b) ;
- des hétérogénéités de déformation apparaissent également dans la partie supérieure (zone 5 de la figure 6.2.3-a) ;
- les hétérogénéités dues à la transformation de phase et situées au dessous de la zone 1 sont certainement perturbées par la prise de mors.

### 6.2.3 Point C



Le point C est situé au début du plateau de la courbe contrainte-déformation.

Les figures 6.2.5-a et -b présentent les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point C. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- d'autres aiguilles apparaissent près de l'aiguille 1 : les aiguilles 6, 7, 8 situées au dessus l'aiguille 1, ainsi que l'aiguille 9 située au dessous ;
- ces nouvelles aiguilles peuvent être réparties en deux groupes : l'un composé des aiguilles 1, 6, 7 et 8 qui sont parallèles entre elles, l'autre composé des aiguilles 3, 4, et 9 qui sont également parallèles entre elles. Les aiguilles appartenant à des groupes différents présentent des orientations différentes ;
- une troisième orientation apparaît dans la partie basse de l'échantillon : l'aiguille 10. Celle-ci sera plus visible sur les figures suivantes ;
- deux nouvelles aiguilles 11 et 12 apparaissent en haut à gauche de l'échantillon, l'une (aiguille 11) étant plus visible que l'autre. Ces dernières semblent parallèles aux aiguilles 1, 6, 7 et 8.

#### [R1]

Il faut noter que sur la figure 6.2.5 l'échelle des couleurs a été modifiée par rapport à celle de la figure précédente (figure 6.2.3) pour tenir compte de l'augmentation du niveau de déformation global. Le niveau de bruit visuel diminue donc automatiquement.

#### [R2]

Il faut rappeler, à ce stade de l'interprétation des essais, que le noyau de convolution utilisé pour le traitement des images cinématiques a une influence sur l'amplitude de la déformation. Il en a d'autant plus si l'évènement a une taille plus petite que 20 pixels (voir section 5.6.3). La différence significative en amplitude observée sur cette figure (6.2.5) tient vraisemblablement au fait que l'aiguille 12 est plus fine que ses voisines. Toutes se déforment certainement avec la même amplitude.

La figure 6.2.4 présente l'évolution des sources de chaleur produites en trois points de l'échantillon pendant quelques secondes. La figure 6.2.4-a permet de localiser les trois points à la surface de l'échantillon. Les sources de chaleur sont données pour  $t = 8,22$  s. Un cadre de quelques pixels a été placé sur la cartographie du champ de sources de façon à éliminer les effets de bord. Ceux-ci sont dus au fait que la taille du noyau de convolution n'est pas négligeable comparée à celle des images thermiques. La taille finale de la cartographie des sources de chaleur est de  $38 \times 109$  pixels. La figure 6.2.4-b présente l'évolution des sources de chaleur aux points notés : 1, 2, 3 de la figure 6.2.4-a ; juste avant et juste après  $t = 8,22$  s. Sur la figure 6.2.4-b, des pics dont la durée est inférieure à 0,1 s sont clairement visibles. Ceci montre que le post-traitement utilisé pour le traitement numérique des images thermiques permet de mettre en évidence des évènements rapides en terme de chaleur latente. Cette dernière est produite par la transformation de phase austénite-martensite. Le lecteur notera que deux pics sont observés pour le point numéro 2. Ceci montre que la résolution spatiale utilisée ne permet pas de distinguer deux zones de transformation vraisemblablement très proches l'une de l'autre.

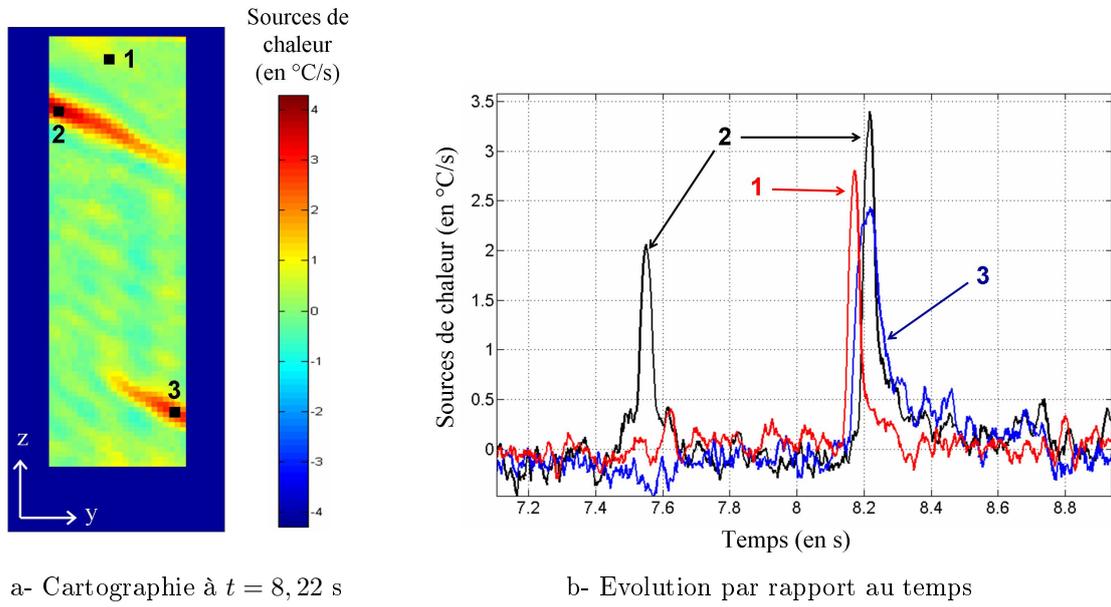


FIGURE 6.2.4 – Evolution des sources de chaleur pour trois points donnés de l'échantillon pendant quelques secondes (juste avant le point C).

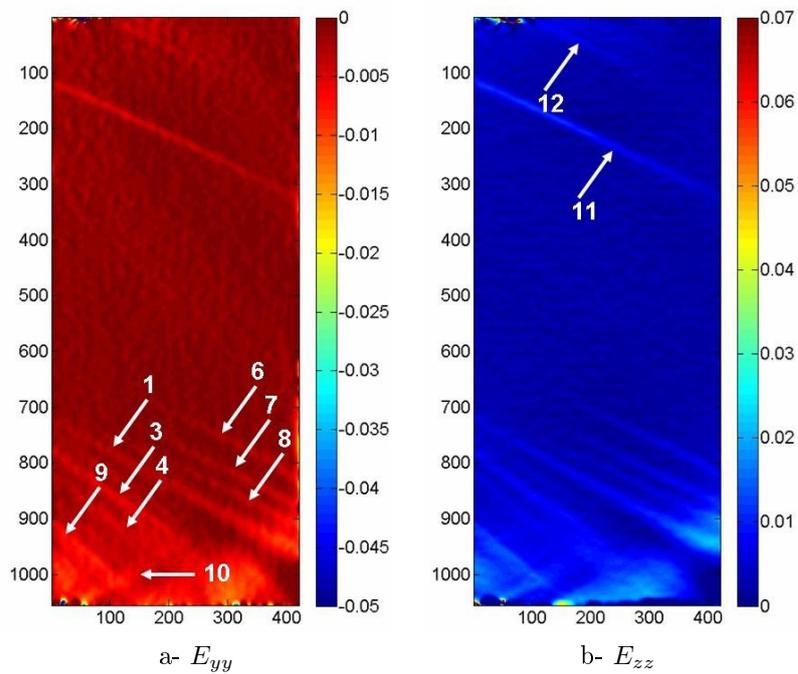
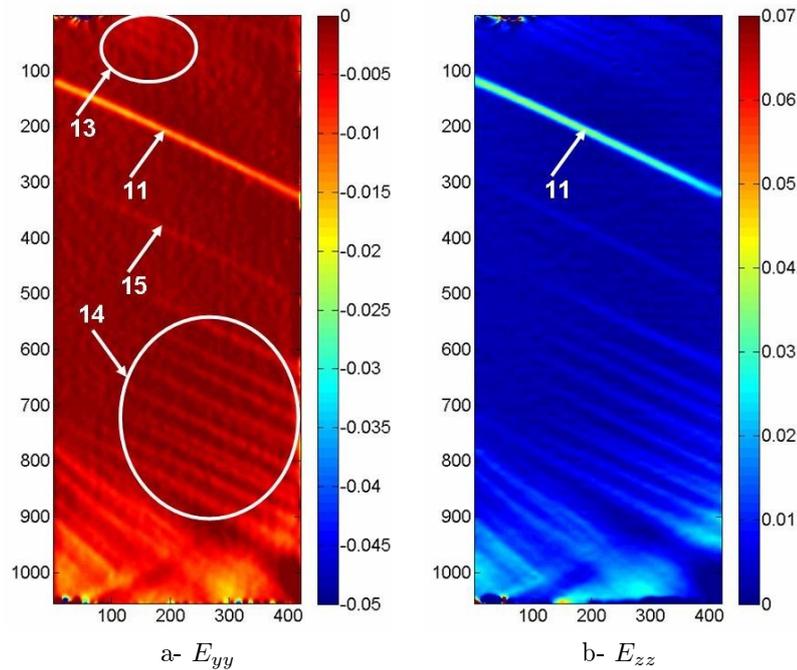
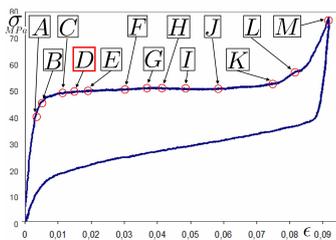


FIGURE 6.2.5 – Champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point C

FIGURE 6.2.6 – Champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point D

### 6.2.4 Point D



Bien que la déformation macroscopique au point D soit très voisine de celle correspondant au point précédent, de nouveaux événements apparaissent sur les cartographies des champs de déformation. Les figures 6.2.6-a et -b présentent les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  en ce point. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- les événements apparaissant en ce point se présentent sous la forme de groupes d'aiguilles situés en haut à droite (groupe d'aiguilles 13) et dans la partie basse (groupe d'aiguilles 14) de l'échantillon ;
- l'aiguille 11 est plus épaisse qu'au point C ;
- parmi toutes les aiguilles visibles sur la cartographie des déformations, l'amplitude de la déformation de l'aiguille 11 apparaît comme la plus importante ;
- une nouvelle aiguille apparaît sous l'aiguille 11 : aiguille 15 ;
- l'aiguille 11 ne cessera de s'épaissir dans toute la suite de l'essai.

Au point D, il est intéressant de comparer les champs de déformation et le champ de chaleur : voir figure 6.2.7.

Le champ de chaleur est obtenu par intégration dans le temps du champ de source de chaleur. La valeur maximale de l'échelle de chaleur a été volontairement limitée de façon à accentuer le contraste entre les zones transformées en martensite et celles non transformées. De même que

pour la cartographie des sources de chaleur, la taille finale de celle de la chaleur est de  $38 \times 109$  pixels. Sur les cartographies des champs de déformation, les zones correspondant au champ de chaleur ont été représentées en surbrillance. La figure 6.2.7 montre que les champs de chaleur et de déformation sont similaires ; ceci confirme que les deux techniques utilisées sont cohérentes : les zones où la chaleur est nulle correspondent à des zones encore austénitiques ; les autres (zones rouges) correspondent à des zones transformées en martensite.

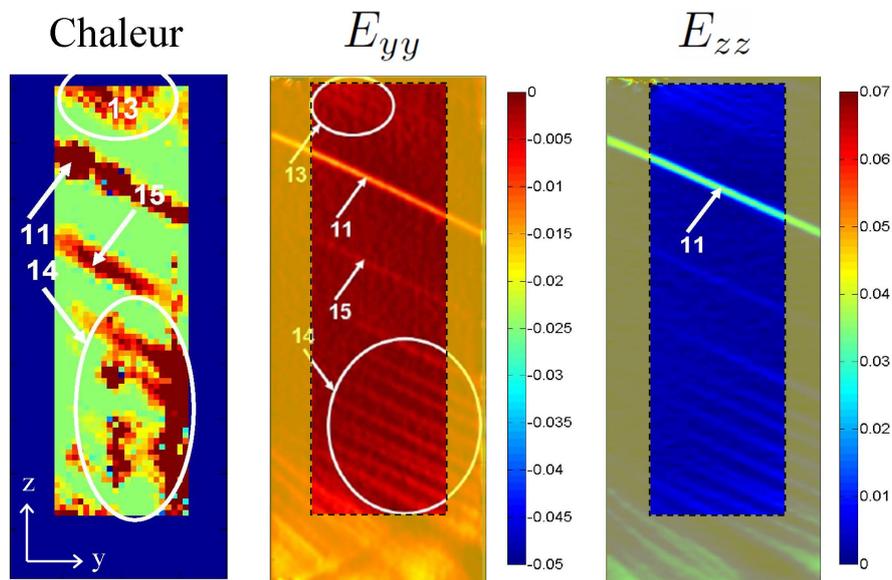
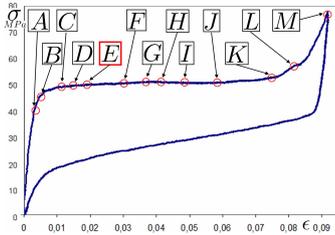


FIGURE 6.2.7 – Comparaison entre les champs de chaleur et de déformation au point D.

### 6.2.5 Point E

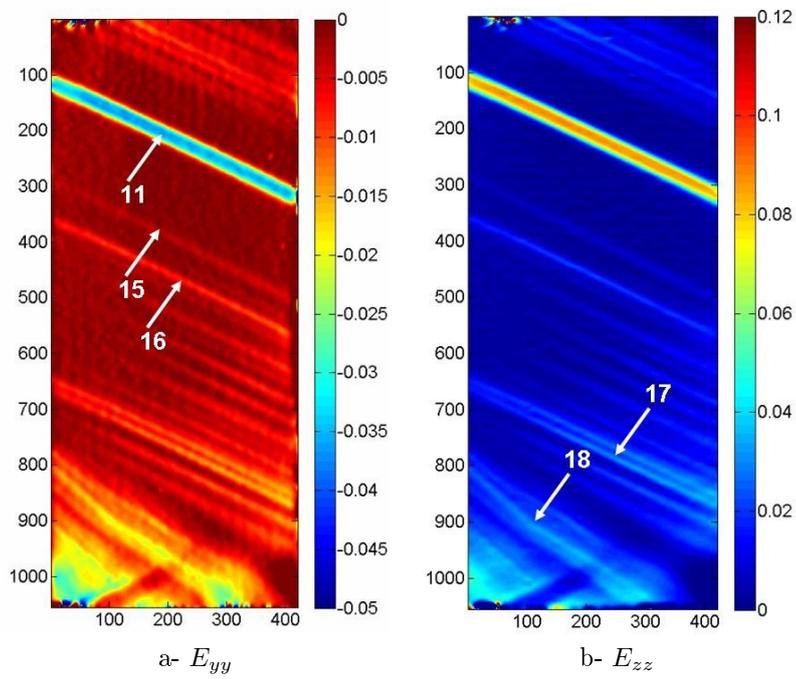


Les figures 6.2.8-a et -b présentent les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point E. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

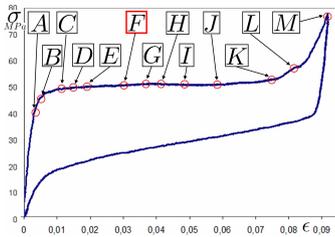
- l'aiguille 11 s'est élargie d'une manière significative pour devenir une bande ;
- les lignes jaunes délimitant la bande 11 sont dues à l'atténuation brutale du niveau de déformation. Cette atténuation est la conséquence de la taille du noyau utilisé pour le traitement numérique des images cinématiques. Les frontières entre les zones austénitiques et martensitiques sont par définition des

plans d'habitat. Elles se distinguent nettement sur la figure 6.2.8-b et font un angle mesuré de -27 deg par rapport à l'axe y de l'échantillon ;

- parmi les aiguilles visibles sur les figures 6.2.8-a et -b, certaines ont des valeurs de déformation mesurées plus grandes que d'autres. C'est le cas par exemple des aiguilles 16 et 17 ;
- la zone 17 est la réunion de deux aiguilles très proches l'une de l'autre ;
- les aiguilles situées en bas à gauche de l'échantillon présentent une cassure au point 18. Il peut être supposé que dans ce cas précis, il y ait un changement de plan d'habitat ;
- à l'intérieur de l'aiguille 11, le niveau de déformation apparaît comme beaucoup plus grand que dans les aiguilles adjacentes ;
- le niveau de déformation mesuré a augmenté pour l'ensemble des aiguilles, ceci comparé aux points précédents.

FIGURE 6.2.8 – Champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point E

### 6.2.6 Point F



La croissance de certaines aiguilles se poursuit jusqu'au point F.

Les figures 6.2.9-a et -b présentent les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point F. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- l'aiguille 11 est devenue une bande large à l'intérieur de laquelle la déformation semble homogène. Ceci peut permettre de supposer que la zone 11 est constituée d'une unique variante de martensite. Cette zone étant suffisamment large, la mesure du niveau de déformation est supposée exacte dans cette zone. En effet, la largeur de la bande est beaucoup plus grande que la taille du noyau utilisé pour le traitement numérique des images cinématiques ;
- une nouvelle aiguille est apparue (aiguille 19). Elle croît immédiatement à un niveau de déformation supérieur à celui de ses voisines, la comparaison des figures 6.2.8-a et 6.2.9-a permet de le constater ;
- les aiguilles 17 se sont maintenant transformées en une bande dans laquelle peut être distinguée une alternance de lignes rouges et jaunes, pratiquement parallèles au plan d'habitat. Cette alternance de lignes peut être interprétée comme plusieurs aiguilles de martensite très proches, pénétrant dans l'austénite. La partie gauche est très hétérogène en déformation ; elle est très certainement constituée d'un mélange d'austénite et de martensite. La partie droite de cette bande semble quasiment homogène en déformation. Il peut être supposé qu'elle n'est constituée que de martensite.

La comparaison entre les champs de chaleur et de déformation est faite sur la figure 6.2.10. Les deux cartographies sont très similaires. Cependant, il est clair que sur celle du champ de chaleur, il est impossible de discriminer deux événements très proches l'un de l'autre. Ceci est dû à la résolution spatiale qui n'est pas aussi bonne que celle du champ de déformation (voir par exemple les aiguilles 13 ou les aiguilles 15 et 16).

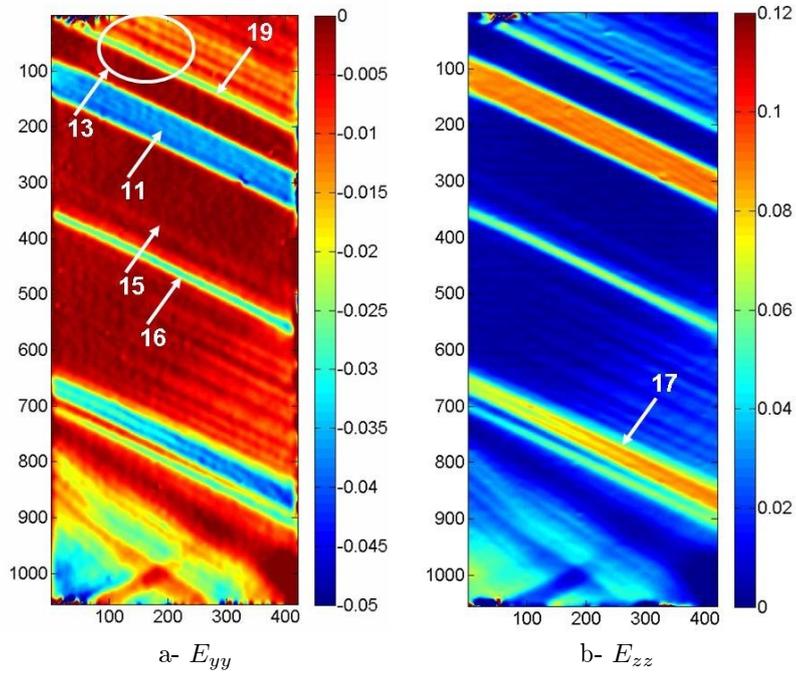
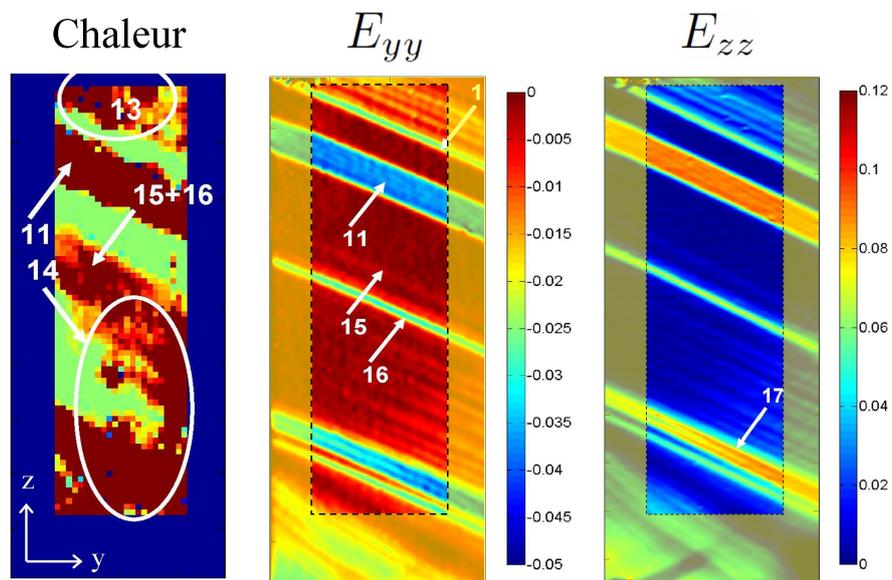
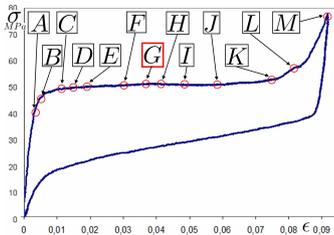
FIGURE 6.2.9 – Champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point F

FIGURE 6.2.10 – Comparaison entre les champs de chaleur et de déformation au point F.

### 6.2.7 Point G



Le point G est localisé au milieu du plateau de la courbe contrainte-déformation.

Les figures 6.2.11-a et -b présentent les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point G. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- les aiguilles 17 sont maintenant devenues une large bande. Pour suivre cette évolution, il faut comparer les figures 6.2.8, 6.2.9 et 6.2.11. En effet, la figure 6.2.8 fait apparaître la réunion de deux aiguilles très proches l'une de l'autre (zone 17), alors que la figure 6.2.11 fait apparaître un grand nombre d'aiguilles réunies en une bande large, juste au dessus du plan d'habitat numéroté 20. Quelle que soit la figure (6.2.8, 6.2.9 ou 6.2.11), le niveau de déformation est plus important sur la partie droite que sur la partie gauche des aiguilles ;

- d'une manière générale, il y a une nette différence entre les réponses en déformation sur les côtés droit et gauche de l'échantillon. Sur le côté droit le niveau de déformation est beaucoup plus élevé qu'à gauche ;

- la bande 11 située dans la partie supérieure de l'échantillon (figure 6.2.11) fait clairement apparaître deux couleurs alternées. Cette alternance de couleurs occupera toute la partie supérieure de l'échantillon à la fin de l'essai (fin de la montée et début de la descente) ;

- la zone numérotée 22 sur la figure 6.2.11-a est très certainement une alternance de phases austénite et martensite. Les couleurs rouge et jaune correspondent chacune respectivement à de la martensite et de l'austénite ;

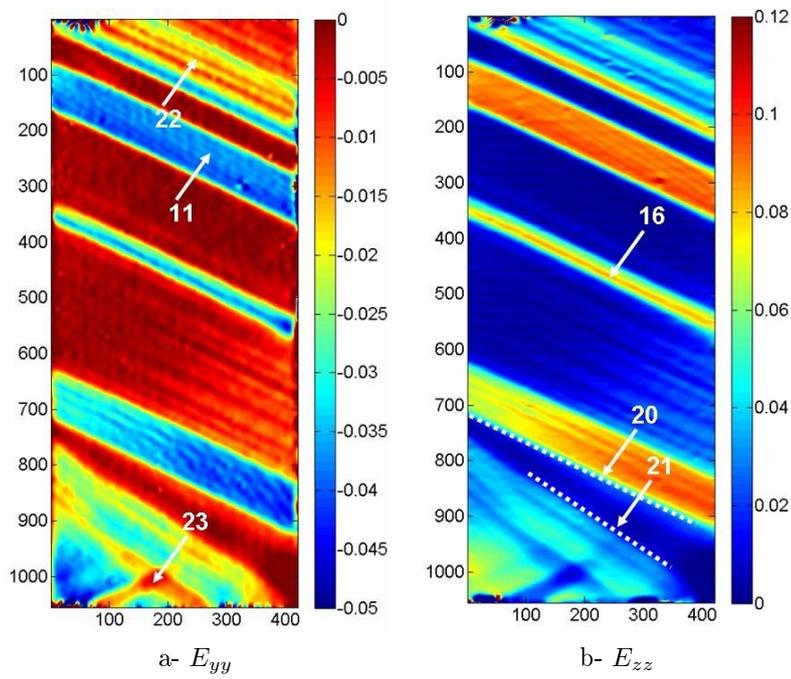
- deux plans d'habitat d'orientations distinctes sont visibles sur le bas de l'échantillon : plans 20 et 21. Ils existaient sur les images précédentes, mais n'étaient pas aussi marqués. Les zones situées au dessus du plan 20 et en dessous du plan 21 sont certainement composées de variantes de martensite différentes ;

- la zone située au-dessous du plan 21 est globalement plus chaotique que la précédente, elle semble être composée d'un mélange de martensite et d'austénite. Dans cette zone, il faut également remarquer, juste en dessous du plan 21, sur la gauche de l'échantillon, une alternance d'aiguilles de martensite dans l'austénite ;

- la trace du plan 21 sur la surface de l'échantillon présente une cassure ; ce phénomène a déjà été mentionné dans la section 6.2.5 ;

- les angles formés par les traces de ces plans 20 et 21 et l'axe  $y$  de l'échantillon sont respectivement de  $-33$  deg et de  $-40$  deg ;

- une microstructure présentant deux bandes d'austénite coucourantes (zone 23) est clairement visible sur le bas de l'échantillon.

FIGURE 6.2.11 – Champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point G

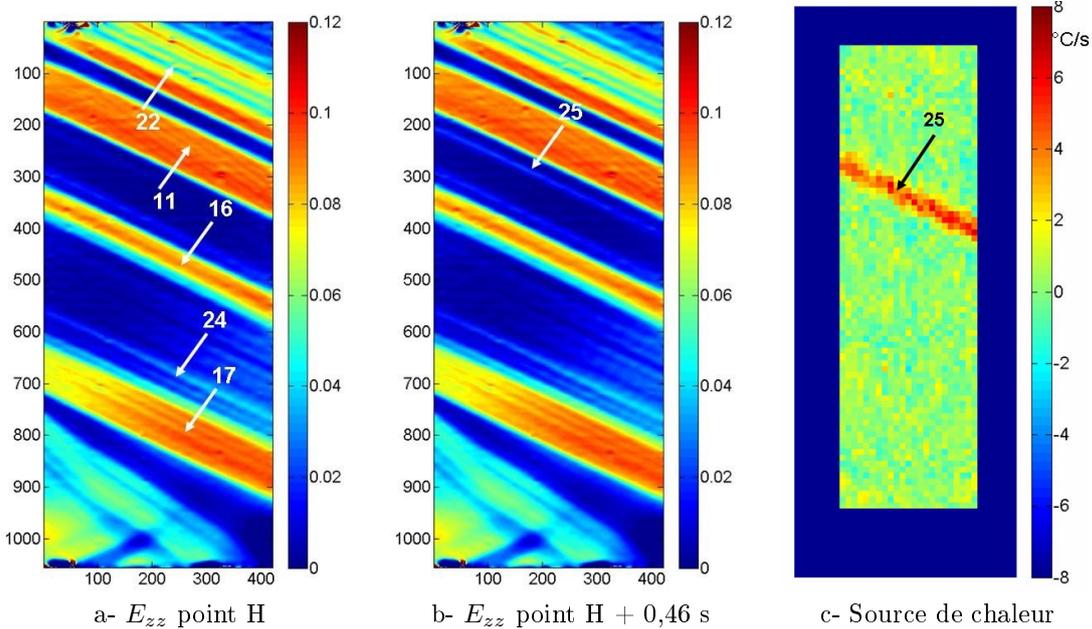
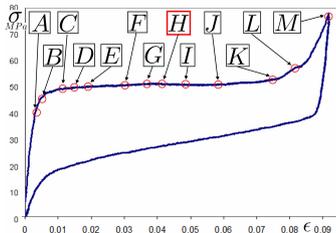


FIGURE 6.2.12 – Champ de déformation  $E_{zz}$  au point H et H + 0,46 s. Source de chaleur au point H + 0,46 s.

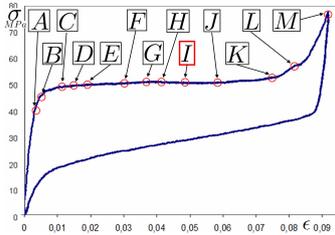
### 6.2.8 Point H



Les figures 6.2.12-a et -b présentent respectivement les champs de déformation  $E_{zz}$  aux points H et H+0,46 s. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- l'alternance de bandes rouges et jaunes devient de plus en plus visible : voir les bandes 11, 17 et 22 ;
- la croissance de la bande 16 est plus importante que celle des autres bandes. Ceci peut être vérifié en comparant les champs de déformation  $E_{zz}$  aux points G et H (voir figures 6.2.11-b et 6.2.12-a) ;
- sur la figure 6.2.12-b, l'aiguille 25 est clairement visible, alors qu'elle l'est à peine sur l'image 6.2.12-a. Ceci illustre le fait que les aiguilles de martensite apparaissent de manière subite ;
- l'apparition de l'aiguille 25 s'accompagne d'une source de chaleur (chaleur latente exothermique) très localisée (voir figure 6.2.12-c), due à la transformation de l'austénite en martensite ;
- l'aiguille 25 est très fine et l'amplitude de la déformation correspondante apparaît faible (voir figure 6.2.12-b). Ce bas niveau d'amplitude de déformation, comparé aux autres aiguilles, est un effet du traitement numérique des images cinématiques. Par conséquent, la déformation réelle est certainement plus grande.

## 6.2.9 Point I



A ce stade de l'essai, le niveau de déformation est très différent selon les bandes de martensite.

La figure 6.2.13 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point I. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- le champ déformation de la bande 16 semble plus homogène que dans d'autres bandes : 17 et 22 ;
- la bande 26 se présente sous la forme d'une bande jaune/vert plutôt large, identique à la bande 22 ;
- la couleur verte clairement visible sous la bande 26 correspond certainement à un mélange entre l'austénite et de fines aiguilles de martensite très proches les unes des autres.

de martensite très proches les unes des autres.

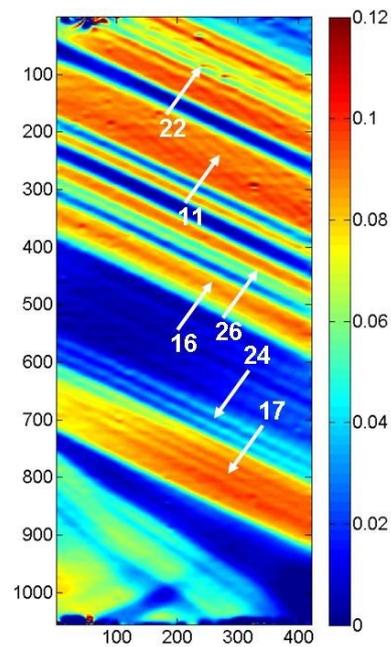
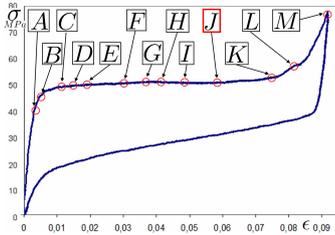


FIGURE 6.2.13 – Champ de déformation  $E_{zz}$  au point I

## 6.2.10 Point J



La figure 6.2.14 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point J. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- lors du passage de la figure 6.2.13 à la figure 6.2.14, les flèches 22 et 26 indiquent exactement les mêmes zones : curieusement, ces dernières passent du jaune au rouge. Ceci met en évidence que le matériau s'adapte à la déformation macroscopique qui lui est imposée, en activant une alternance de variantes de martensite certainement différentes. Entre les zones transformées, subsistent encore des zones d'austénite sous forme de bandes ;
- le commentaire précédent montre qu'au cours de l'essai, la position spatiale des phases et des variantes n'est pas figée ;
- la valeur mesurée de la déformation évolue en fonction de la largeur de la zone occupée par une variante de martensite. La taille du noyau utilisé pour le traitement numérique des images cinématiques en est la cause.

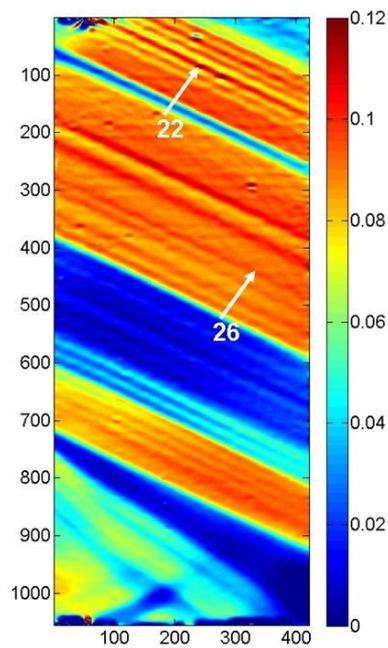
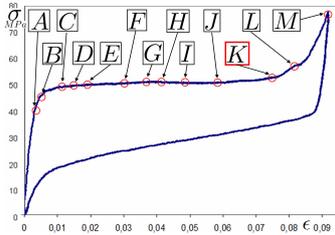


FIGURE 6.2.14 – Champ de déformation  $E_{zz}$  au point J

## 6.2.11 Point K



La figure 6.2.15 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point K. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- grâce au choix de l'échelle des couleurs, la différence de déformation entre les variantes de martensite est clairement mise en évidence dans la partie supérieure de l'échantillon ;
- il semble que les plans séparant les martensites citées ci-dessus, sont quasiment parallèles au plan d'habitat bordant la zone austénitique 27 ;
- à cette étape de l'essai, l'austénite non encore transformée est principalement localisée dans trois zones : bandes 23, 27 et 28 ;
- la zone 28 forme maintenant un coin d'austénite pas encore transformée dans la martensite.

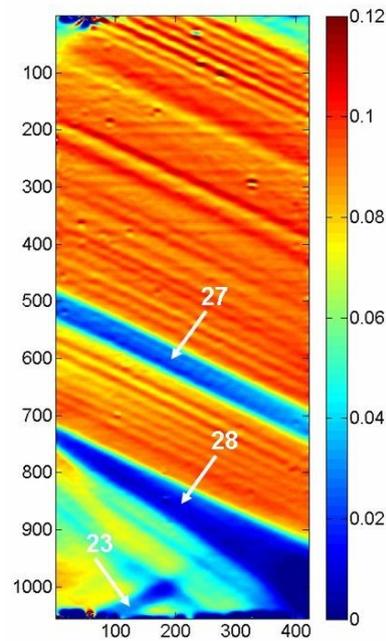
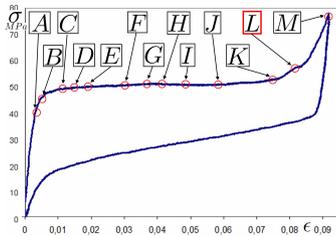


FIGURE 6.2.15 – Champ de déformation  $E_{zz}$  au point K

## 6.2.12 Point L



La figure 6.2.16 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point L. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- l'austénite est presque complètement transformée;
- il subsiste seulement une zone d'austénite dans le bas de l'échantillon (bande 28), plus quelques petites zones localisées également dans le bas de l'échantillon (bande 23);
- à ce stade de l'essai, la bande d'austénite 27 encore visible au point K (voir figure 6.2.15) a complètement disparu.

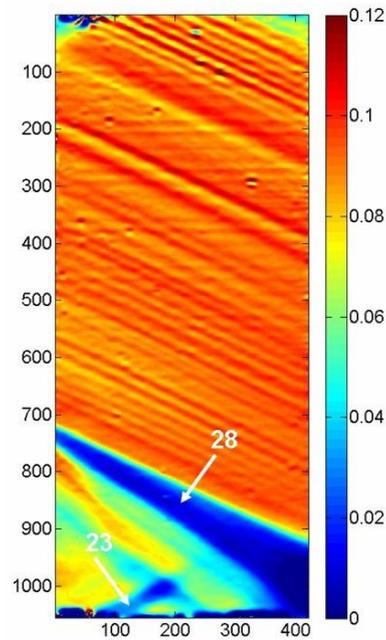
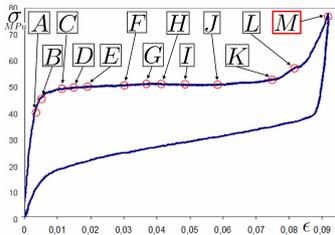


FIGURE 6.2.16 – Champ de déformation  $E_{zz}$  au point L

### 6.2.13 Point M



Le point M correspond au dernier champ de déformation mesuré au cours de la montée.

La figure 6.2.17 présente les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point M. Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- à ce stade de l'essai, l'austénite est presque complètement transformée en martensite ;

- le champ de déformation  $E_{yy}$  montre d'une façon évidente que les zones de martensite situées au-dessus et en dessous de la zone austénitique se déforment de manières différentes. Elles ne sont donc pas constituées des mêmes variantes de martensite.

Ceci est confirmé par le fait que les traces des deux plans d'habitat entre la bande 28 et la martensite ont des orientations différentes ;

- en dessous de la zone austénitique 28, les deux phases cohabitent encore ;
- le plan d'habitat 21 repéré au point G (voir figures 6.2.11-a et -b) ne présente plus de cassure, il est matérialisé par une ligne droite dans le plan de l'échantillon. L'angle mesuré de ce plan d'habitat est égal à  $-33$  deg ;
- la partie inférieure de l'échantillon reste très affectée par la prise de mors.

**Pour conclure sur la fin de la montée quasi-statique**, un certain nombre de résultats intermédiaires peuvent être mentionnés :

1. la déformation moyenne mesurée  $E_{yy}$  de la zone située au dessus de la zone austénitique 28 est de l'ordre de  $-4\%$  ;
2. la déformation moyenne mesurée  $E_{yy}$  de la zone située au dessous de la zone austénitique 28 est beaucoup plus hétérogène que la précédente. Elle comporte des zones dont le niveau de déformation se situe aux alentours de  $-6\%$ , et d'autres se situant aux alentours de  $-1\%$  ;
3. la déformation moyenne mesurée  $E_{zz}$  des deux zones mentionnées ci-dessus est du même ordre de grandeur :  $10\%$  ;
4. de part et d'autre de la zone austénitique, les twins de martensite sont constitués de variantes de martensite différentes.

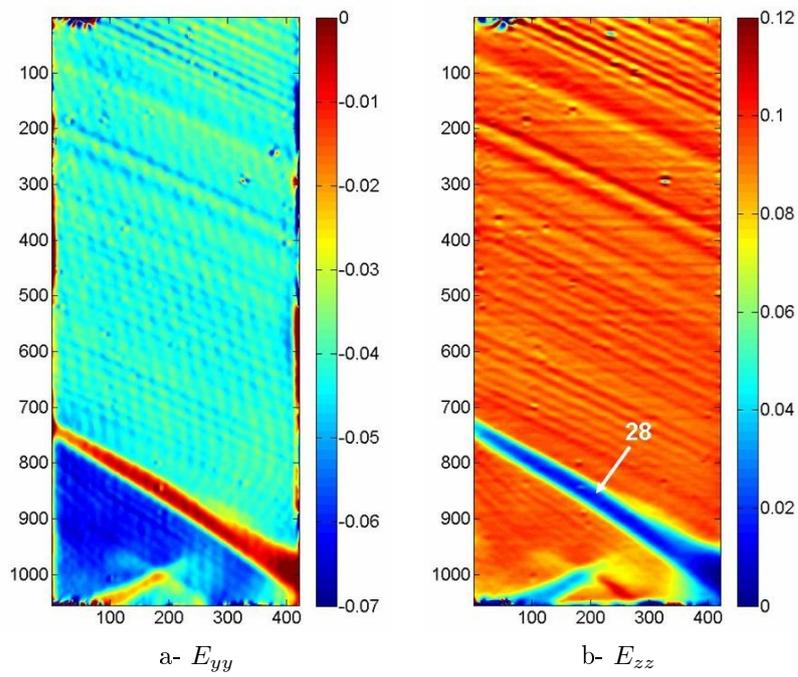


FIGURE 6.2.17 –  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point M

### 6.2.14 Champs de déplacement

Outre les champs de déformation, la méthode de la grille permet d'accéder aux champs de déplacement. La figure 6.2.18 en donne une représentation schématique aux points A, D, F, H, I et M. Ces points correspondent à différentes étapes de chargement discutées dans les sections précédentes. Il faut noter que sur la figure 6.2.18, les déplacements ont été fortement dilatés d'une même valeur, aussi bien suivant l'axe  $z$  que suivant l'axe  $y$ . De plus, pour les figures 6.2.18-d, -e, -f, le champ de déplacement a été tronqué dans sa partie supérieure, dans le but d'en faciliter la lecture. La figure 6.2.18-a correspond à l'apparition de la première singularité à la surface de l'échantillon ; la figure 6.2.18-f correspond à la fin de la montée. Sur cette dernière, la zone austénitique non transformée (voir zone 28 sur la figure 6.2.17) se trouvant dans la partie basse de l'échantillon est facilement repérable. En effet, c'est la seule zone schématisée par les mailles carrées d'origine. Il faut cependant noter que cet ensemble de mailles (zone 28) a subi une rotation de type solide rigide.

A ce stade de description de l'essai, il est maintenant important de donner un éclairage en termes de compatibilité cristallographique entre les phases.

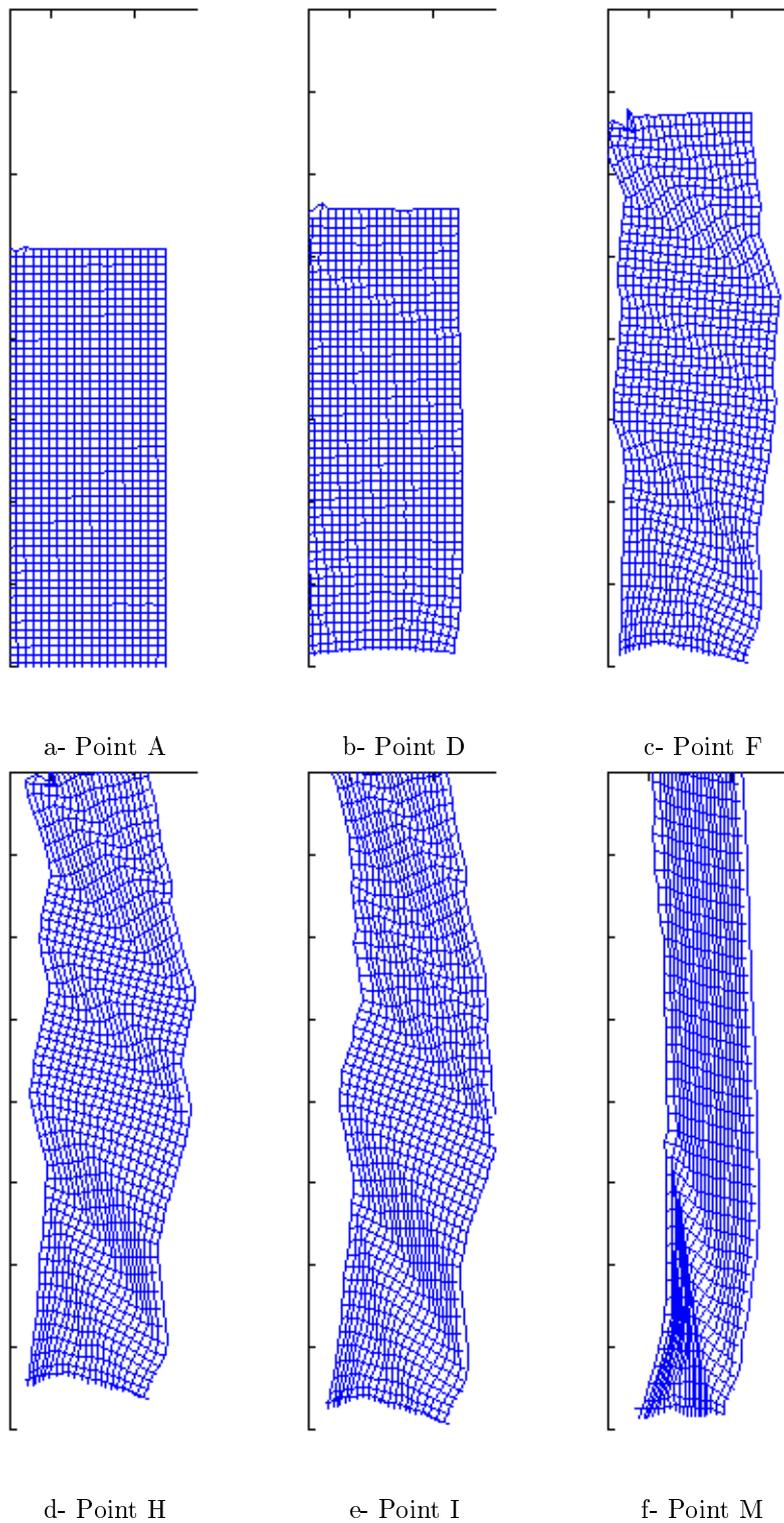


FIGURE 6.2.18 – Représentation schématique des champs de déplacement suivant les axes  $y$  (horizontal) et  $z$  (vertical) de l'échantillon, lors de la montée pour six points donnés. Les échelles suivant les axes  $y$  et  $z$  ont été volontairement dilatées d'une même valeur.

### 6.3 Bases théoriques pour l'analyse des observations expérimentales durant la montée

L'alliage à mémoire de forme CuAlBe utilisé dans le cadre de ce travail obéit à la transformation de phase de type cubique monoclinique lorsqu'il est soumis à une contrainte. L'objectif est maintenant de montrer comment les cartographies des champs de chaleur et de déformation peuvent être utilisées pour identifier les variantes de martensite apparues au cours de l'essai.

Dans la suite de cette section, les différents concepts établis dans la première partie de ce mémoire vont être utilisés. Pour plus d'informations sur ce type de transformation, le lecteur pourra se reporter aux références suivantes : [48, 12, 62, 97, 18].

Cette section va s'articuler de la manière suivante : un premier paragraphe proposera des rappels sur les notions liées aux variantes de martensite dans le cas spécifique de la transformation cubique monoclinique. Un deuxième définira les notions de plans d'habitat entre l'austénite et une variante de martensite. Enfin, après un développement succinct des notions liées au plan de twinning, deux paragraphes consacrés respectivement à la sélection des variantes et à l'expression des données dans le plan de l'échantillon seront présentés.

#### 6.3.1 Transformation cubique monoclinique de type *cubic edge*

Lors d'une transformation cubique monoclinique de type *cubic edge*, la rupture de symétrie de la maille cubique conduit à douze possibilités pour l'orientation spatiale de la maille monoclinique. Les matrices de transformation associées à ces différentes orientations (variantes de martensite) sont les suivantes :

$$\begin{aligned}
 \mathbf{U}_1 &= \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \rho & \sigma \\ 0 & \sigma & \tau \end{pmatrix} & \mathbf{U}_2 &= \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \rho & -\sigma \\ 0 & -\sigma & \tau \end{pmatrix} & \mathbf{U}_3 &= \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \tau & \sigma \\ 0 & \sigma & \rho \end{pmatrix} & \mathbf{U}_4 &= \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \tau & -\sigma \\ 0 & -\sigma & \rho \end{pmatrix} \\
 \mathbf{U}_5 &= \begin{pmatrix} \tau & 0 & \sigma \\ 0 & \beta & 0 \\ \sigma & 0 & \rho \end{pmatrix} & \mathbf{U}_6 &= \begin{pmatrix} \tau & 0 & -\sigma \\ 0 & \beta & 0 \\ -\sigma & 0 & \rho \end{pmatrix} & \mathbf{U}_7 &= \begin{pmatrix} \rho & 0 & \sigma \\ 0 & \beta & 0 \\ \sigma & 0 & \tau \end{pmatrix} & \mathbf{U}_8 &= \begin{pmatrix} \rho & 0 & -\sigma \\ 0 & \beta & 0 \\ -\sigma & 0 & \tau \end{pmatrix} \\
 \mathbf{U}_9 &= \begin{pmatrix} \rho & \sigma & 0 \\ \sigma & \tau & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix} & \mathbf{U}_{10} &= \begin{pmatrix} \rho & -\sigma & 0 \\ -\sigma & \tau & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix} & \mathbf{U}_{11} &= \begin{pmatrix} \tau & \sigma & 0 \\ \sigma & \rho & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix} & \mathbf{U}_{12} &= \begin{pmatrix} \tau & -\sigma & 0 \\ -\sigma & \rho & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix}.
 \end{aligned} \tag{6.3.1}$$

où  $\beta, \rho, \tau$  et  $\sigma$  sont les paramètres de transformation calculés à partir des paramètres de maille de l'austénite ( $a_0$ ) et de la martensite ( $a, b, c$  et  $\theta$ ). Ils ont pour expression [62] :

$$\rho = \frac{\alpha^2 + \gamma^2 + 2\alpha\gamma(\sin(\theta) + \cos(\theta))}{2\sqrt{\alpha^2 + \gamma^2 + 2\alpha\gamma\sin(\theta)}} \tag{6.3.2}$$

$$\sigma = \frac{\alpha^2 - \gamma^2}{2\sqrt{\alpha^2 + \gamma^2 + 2\alpha\gamma\sin(\theta)}} \tag{6.3.3}$$

$$\tau = \frac{\alpha^2 + \gamma^2 + 2\alpha\gamma(\sin(\theta) - \cos(\theta))}{2\sqrt{\alpha^2 + \gamma^2 + 2\alpha\gamma\sin(\theta)}} \tag{6.3.4}$$

$$(\cos\theta)^2 = \frac{(1 - \alpha^2)(1 - \gamma^2)}{\alpha^2\gamma^2} \quad (6.3.5)$$

avec :

$$\alpha = \frac{a \times \sqrt{2}}{a_0} \quad (6.3.6)$$

$$\beta = \frac{b}{a_0} \quad (6.3.7)$$

$$\gamma = \frac{c \times \sqrt{2}}{3 \times a_0} \quad (6.3.8)$$

Dans ces expressions :

- $a_0$  correspond à la taille de la maille *DO3* ou *L2<sub>1</sub>* ;
- $a, b, c$  sont les paramètres de maille de la cellule *6M1* comme indiqué dans les références [10, 62, 18].

### 6.3.2 Plan d'habitat

Dans la suite de ce mémoire, les vecteurs surmontés du symbole '^' seront unitaires. L'équation du plan d'habitat s'écrit [12] :

$$\mathbf{R}_i \mathbf{U}_i - \mathbf{I} = b_i \otimes \hat{m}_i \quad (6.3.9)$$

Dans cette équation, les inconnues sont la rotation  $\mathbf{R}_i$ , le vecteur cisaillement  $b_i$  (*shape strain*) et le vecteur normal au plan d'habitat  $\hat{m}_i$ . L'opérateur  $\otimes$  correspond au produit tensoriel tel que la composante  $(i, i)$  soit égale à  $b_i \hat{m}_i$ . Pour chacune des douze variantes, il existe deux solutions qui peuvent être calculées analytiquement. Par conséquent, l'équation du plan d'habitat 6.3.9 va fournir 24 solutions distinctes ( $\mathbf{R}_i, b_i, \hat{m}_i$ ).

### 6.3.3 Plan de twinnage

La compatibilité entre deux variantes de martensite  $\mathbf{U}_i$  et  $\mathbf{U}_j$  est donnée par l'équation de twinnage suivante [97, 18] :

$$\mathbf{Q}_{ij} \mathbf{U}_j - \mathbf{U}_i = a_{ij} \otimes \hat{n}_{ij} \quad (6.3.10)$$

Dans cette équation, les inconnues sont la *rotation de twinnage*  $\mathbf{Q}_{ij}$ , le *vecteur cisaillement*  $a_{ij}$  et le vecteur normal au *plan de twinnage*  $\hat{n}_{ij}$  dans la configuration de référence, c'est à dire dans la base du cristal d'austénite, avant transformation.

Le vecteur  $p_{ij} = \mathbf{U}_i^{-T} \hat{n}_{ij} = (\mathbf{Q}_{ij} \mathbf{U}_j)^{-T} \hat{n}_{ij}$  donne la normale au plan de twinnage dans la configuration déformée. En fonction du choix des deux variantes  $\mathbf{U}_i$  and  $\mathbf{U}_j$ , l'équation 6.3.10 peut avoir zéro ou deux solutions ( $\mathbf{Q}_{ij}, a_{ij}, \hat{n}_{ij}$ ).

Il existe différents types de twins [97]. Deux variantes  $\mathbf{U}_i$  and  $\mathbf{U}_j$  sont toujours reliées par un certain nombre de rotations  $P$  appartenant au groupe ponctuel  $\mathcal{P}$  de l'austénite, telles que :

$$\mathbf{U}_j = \mathbf{P}^T \mathbf{U}_i \mathbf{P}. \quad (6.3.11)$$

Plusieurs cas peuvent se produire [97] :

1. si  $\mathbf{U}_i$  et  $\mathbf{U}_j$  sont *seulement* reliées par une rotation d'angle  $\pi$ , les deux solutions existent toujours et décrivent des twins de type-I ou de type-II. Pour mémoire, un twin de type-I possède un plan de twinnage ayant des indices cristallographiques rationnels; un twin de type-II possède un plan de twinnage ayant des indices cristallographiques irrationnels;
2. si  $\mathbf{U}_i$  et  $\mathbf{U}_j$  sont reliées par *au moins* deux rotations différentes d'angle  $\pi$ , les deux solutions existent toujours et correspondent à des 'twins compound'. Ces derniers possèdent des plans de twinnage ayant des indices cristallographiques rationnels;
3. si  $\mathbf{U}_i$  et  $\mathbf{U}_j$  ne sont reliées par *aucune* rotation d'angle  $\pi$ , deux sous-cas peuvent se présenter :
  - les deux solutions de twinnage existent toujours et sont alors nommées *génériques non conventionnelles*;
  - les deux solutions de twinnage n'existent que pour certaines restrictions sur les paramètres de transformation  $\beta$ ,  $\rho$ ,  $\tau$  et  $\sigma$ ; elles sont alors nommées *non génériques*.

La notation  $(i : j)$  indique une paire de matrices de transformation  $\mathbf{U}_i$  et  $\mathbf{U}_j$  telles que l'équation de twinnage 6.3.10 ait des solutions. Pour aller dans le même sens que [58] et de ce qui a été réalisé dans la première partie de ce document, il est intéressant de rassembler les couples  $(i : j)$  dans des groupes selon le critère suivant :  $(k : l)$  et  $(i : j)$  sont cristallographiquement équivalents quand ils sont reliés par une rotation  $\mathbf{P}$  appartenant au groupe ponctuel  $\mathcal{P}$  :

$$\mathbf{U}_k = \mathbf{P}^T \mathbf{U}_i \mathbf{P}, \quad \text{et} \quad \mathbf{U}_l = \mathbf{P}^T \mathbf{U}_j \mathbf{P}. \quad (6.3.12)$$

En utilisant ce critère, sept groupes distincts sont obtenus. Lorsque sont exclus les twins *non génériques*<sup>1</sup>, il reste cinq groupes :

**Premier groupe de twins compound :**

$$S'_c = \{ (1 : 2) (3 : 4) (5 : 6) (7 : 8) (9 : 10) (11 : 12) \};$$

**Deuxième groupe de twins compound :**

$$S''_c = \{ (1 : 3) (2 : 4) (5 : 7) (6 : 8) (9 : 11) (10 : 12) \};$$

**Premier groupe de twins de type-I et type-II :**

$$S'_t = \left\{ \begin{array}{l} (1 : 7) (1 : 8) (2 : 7) (2 : 8) (3 : 9) (3 : 10) \\ (4 : 9) (4 : 10) (5 : 11) (5 : 12) (6 : 11) (6 : 12) \end{array} \right\};$$

**Deuxième groupe de twins type-I et type-II :**

---

1. Ces twins n'existent pas pour les paramètres de transformation de l'AMF utilisé au cours de cette étude.

$$S_t'' = \left\{ \begin{array}{cccccc} (1 : 11) & (1 : 12) & (3 : 5) & (3 : 6) & (4 : 5) & (4 : 6) \\ (7 : 9) & (7 : 10) & (8 : 9) & (8 : 10) & (2 : 11) & (2 : 12) \end{array} \right\};$$

**Groupe de twins génériques non conventionnels :**

$$S_{gnc} = \left\{ (1 : 4) (2 : 3) (5 : 8) (6 : 7) (9 : 12) (10 : 11) \right\}.$$

### 6.3.4 Critères de sélection des variantes

Il existe principalement dans la littérature deux critères de sélection des variantes lors d'une transformation de phase sous contrainte : voir pour cela [130]. Ces deux critères sont nommés : *contrainte de cisaillement maximum* (notée **RSS** pour *Resolved Shear Stress*) et *énergie de transformation maximum* (notée **TW** pour *Transformation Work*). Ces critères permettent d'identifier les variantes de martensite qui seront préférentiellement activées par le matériau lors d'un chargement mécanique.

Pour chacune des 24 solutions  $(\mathbf{R}_i, b_i, \hat{m}_i)$  de l'équation du plan d'habitat (voir équation 6.3.9), l'énergie de transformation **TW** est calculée avec l'équation suivante [130] :

$$TW = \sigma : \mathbf{E} \quad (6.3.13)$$

dans laquelle **E** est le tenseur des déformations associé au changement de phase (tenseur de Green-Lagrange) défini par :

$$\mathbf{E} = \frac{1}{2} ((\mathbf{R}_i \mathbf{U}_i)^T (\mathbf{R}_i \mathbf{U}_i) - \mathbf{I}) \quad (6.3.14)$$

et  $\sigma$  le tenseur des contraintes.

Parmi les 24 solutions distinctes possibles  $(\mathbf{R}_i, b_i, \hat{m}_i)$  ayant pour origine les 12 variantes de martensite, celles qui auront la plus grande valeur pour **TW** seront préférentiellement activées par le matériau. Le critère **RSS** est quant à lui calculé par :

$$\mathbf{RSS}_i = \hat{m}_i \cdot \sigma \hat{b}_i \quad (6.3.15)$$

où  $\hat{m}_i$  est la normale unitaire au plan d'habitat et  $\hat{b}_i$  est la norme de  $b_i$  (*shape strain*).

Il a été montré que le critère **TW** est plus fiable que **RSS** [130]. En effet, lors du calcul du critère **RSS** (équation 6.3.15), intervient le vecteur cisaillement  $b_i$  issu de l'équation du plan d'habitat 6.3.9. Dans le cas où la transformation de phase ne se fait pas à volume constant, ce vecteur n'est pas contenu dans le plan d'habitat et n'est donc pas perpendiculaire à  $\hat{m}_i$ . C'est donc le critère **TW** qui sera utilisé dans la suite de ce travail.

### 6.3.5 Expression des données dans le plan de l'échantillon

La figure 6.3.1 présente le modèle qui sera utilisé pour analyser les différentes microstructures observées durant la montée quasi-statique. Ce modèle fait intervenir deux variantes de martensite notées  $i$  et  $j$ . Il est supposé que la variante  $i$  est préférentiellement activée durant la montée. Elle

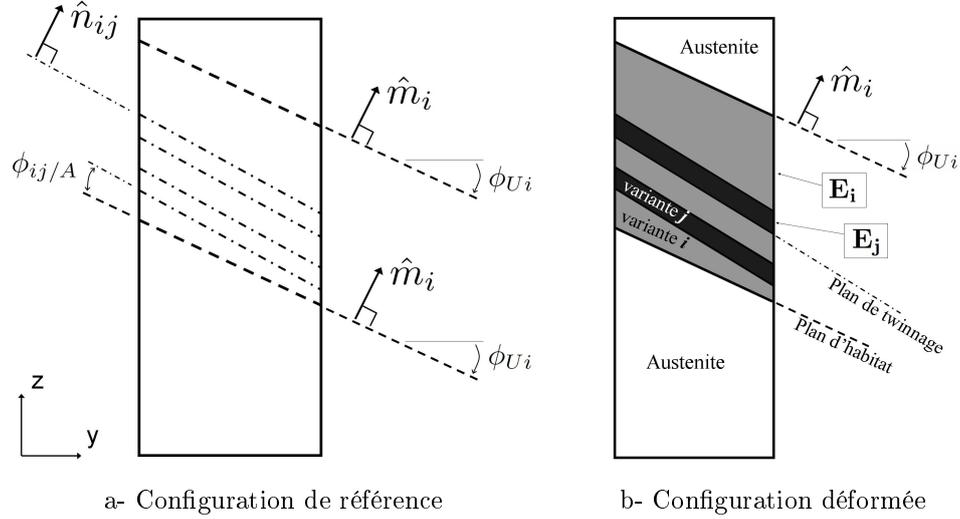


FIGURE 6.3.1 – Modèle de microstructures observées durant la montée quasi-statique.

forme avec la variante  $j$  des plans de twinning dont la trace dans le plan de l'échantillon est sensiblement parallèle aux plans d'habitats formés par la variante  $i$  et l'austénite.

Pour comparer les calculs théoriques avec les données expérimentales, il est nécessaire de ramener certaines quantités dans le plan  $(y, z)$  de l'échantillon :

- l'angle  $\phi_{U_i}$  entre l'axe  $y$  et la trace du plan d'habitats entre la variante  $i$  et l'austénite ;
- l'angle  $\phi_{ij/A}$  entre la trace du plan de twinning entre les variantes  $i$  et  $j$  et le plan d'habitats entre la variante  $i$  et l'austénite. Cet angle est défini ici dans la configuration de référence non déformée de façon à faciliter la comparaison avec les résultats expérimentaux ;
- les composantes  $E_{zz}$ ,  $E_{yy}$  et  $E_{yz}$  du tenseur des déformations de Green-Lagrange dans chaque zone martensitique.

En pratique, si  $(\hat{e}_1, \hat{e}_2, \hat{e}_3)$  sont les vecteurs unitaires définis par les directions  $([100], [010], [001])$  du cristal cubique d'austénite, alors, à titre illustratif, le calcul de l'angle d'un plan d'habitats de normale  $\hat{m}$  dans le plan  $(y, z)$  de l'échantillon sera donné par la procédure suivante. L'équation du plan d'habitats s'écrit comme suit :

$$\hat{m}_1 e_1 + \hat{m}_2 e_2 + \hat{m}_3 e_3 = C \quad (6.3.16)$$

dans laquelle  $m_i, i = 1 \dots 3$  sont les composantes de  $\hat{m}$  dans la base du cristal d'austénite et  $C$  une constante réelle. Cette équation peut être exprimée dans la base de l'échantillon en utilisant la matrice de passage  $\mathbf{R}_{\mathbf{c} \rightarrow \mathbf{s}}$  établie par [108] et définie dans la section 5.4 :

$$\hat{m}' = \mathbf{R}_{\mathbf{c} \rightarrow \mathbf{s}} \hat{m} \quad (6.3.17)$$

Ainsi, la trace du plan d'habitats dans le plan  $(y, z)$  de l'échantillon s'écrit :

$$\hat{m}'_2 y + \hat{m}'_3 z = C' \quad (6.3.18)$$

où  $C'$  est une constante réelle. L'angle  $\phi_{U_i}$  entre l'axe horizontal  $y$  de l'échantillon et la trace du plan d'habitat dans le plan  $(y, z)$  de l'échantillon est défini par :

$$\phi_{U_i} = -\text{atan}\left(\frac{\hat{m}'_2}{\hat{m}'_3}\right) + k\pi \quad (6.3.19)$$

où  $k$  est une constante réelle entière.

Le même calcul pourra être conduit pour le plan de twinnage en utilisant le vecteur  $\hat{p}$  (normale au plan de twinnage) :

$$\phi_{ij/A} = -\text{atan}\left(\frac{p'_2}{p'_3}\right) + k\pi \quad (6.3.20)$$

Enfin, les composantes du tenseur des déformations de Green-Lagrange exprimées dans le plan de l'échantillon (notées  $E'$ ) sont déduites du même tenseur exprimé dans la base du cristal d'austénite en utilisant la relation suivante :

$$E' = \mathbf{R}_{\mathbf{c} \rightarrow \mathbf{s}}^{\mathbf{T}} E \mathbf{R}_{\mathbf{c} \rightarrow \mathbf{s}} \quad (6.3.21)$$

## 6.4 Interprétation des résultats en termes de microstructures

L'objectif de cette section est de trouver, à partir de la mesure des paramètres de transformation sur une zone martensitique donnée, les variantes qui seront préférentiellement activées par l'échantillon lors de la transformation de phase sous contrainte.

### 6.4.1 Identification des variantes de martensite activées par le matériau

Les variantes à identifier sont notées  $i$  et  $j$  sur la figure 6.3.1-b. Plusieurs critères vont permettre de mener à bien cette identification :

1. il est supposé que les déformations élastiques ne modifient pas la structure des matrices de transformation  $U$  définies en section 6.3.1. Dans ce cas, les composantes théoriques du tenseur des déformations qui apparaissent lors de la transformation de phase ont des valeurs très proches de celles mesurées à la surface de l'échantillon ;
2. le déterminant de la matrice de transformation  $U_i$  doit être le plus proche possible de 1, voir section 4.8. Les valeurs du déterminant trop éloignées de 1 ne sont pas prises en compte. En effet, des observations effectuées sur de nombreux AMF [132] indiquent un intervalle pour le déterminant de  $U$  :  $0,96 < \det(U) < 1,07$ . Pour plus de détails, le lecteur se reportera au chapitre 4 section 4.8 ;
3. l'angle  $\phi_{U_i}$  calculé formé par la trace du plan d'habitat et l'axe  $y$  de l'échantillon doit correspondre à l'angle  $\phi_{U_i}$  mesuré ;
4. pour des paramètres de transformation donnés, la variante activée par l'échantillon doit correspondre à une valeur élevée du critère énergétique  $\mathbf{TW}$  défini dans la section 6.3.4.

### Identification des paramètres de transformation

Le calcul théorique de ces critères utilise les matrices de transformation  $U_i$  associées au changement de phase. Certaines valeurs de paramètres de transformation sont disponibles dans la littérature. Elles sont mesurées par diffraction-X sur des échantillons différents de celui utilisé dans

la présente étude. Pour cette raison, il a été décidé d'identifier  $U_i$  à partir de la mesure de la déformation. Ceci est rendu possible grâce à la mesure du niveau de déformation d'une zone de martensite donnée.

Les paramètres de transformation sont identifiés (équations 6.4.1 et 6.4.2), par le calcul de l'écart quadratique entre les composantes du tenseur des déformations de Green-Lagrange, *mesurées* et *théoriques*. La procédure suivante est appliquée :

- les déformations moyennes  $E_{yy}^{mesure}$ ,  $E_{zz}^{mesure}$  et  $E_{yz}^{mesure}$ , sont mesurées sur une zone transformée de l'échantillon. Cette zone est choisie de telle sorte qu'elle soit la plus homogène possible en déformation. En pratique, c'est la bande 11 de la figure 6.2.12-a qui a été utilisée. Une petite zone de  $5 \times 5$  pixels a été utilisée pour mesurer les déformations moyennes ;
- les valeurs initiales pour les paramètres de transformation  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  sont proposées. Pour des raisons pratiques, elles sont issues de la littérature [10] et appartiennent à un alliage dont la composition chimique est proche de la composition de celui utilisé au cours de ce travail :  $\alpha = 1,1091$ ,  $\beta = 0,91642$  et  $\gamma = 0,499$  (voir section 5.4). Ainsi, les valeurs minimum les plus proches seront considérées comme optimales ;
- un intervalle de variation est fixé pour  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  :  $\pm 0,05$ , ainsi qu'un nombre de pas  $p$  divisant cet intervalle ;
- pour chaque valeur des paramètres de transformation et pour chaque variante  $U_i$ , ( $i = 1$  à  $12$ ), les déformations moyennes  $E_{yy}^{théorique}$ ,  $E_{zz}^{théorique}$  et  $E_{yz}^{théorique}$  sont calculées dans la base de l'échantillon par les équations 6.3.14 et 6.3.21 ;
- une fonction coût  $f(\alpha, \beta, \gamma)$  est calculée numériquement (équation 6.4.1) ; elle correspond à l'écart quadratique entre les composantes mesurées et calculées du tenseur de Green-Lagrange notées respectivement :  $E_{zz}^{mesure}$ ,  $E_{yy}^{mesure}$ ,  $E_{yz}^{mesure}$  et  $E_{zz}^{théorique}$ ,  $E_{yy}^{théorique}$ ,  $E_{yz}^{théorique}$  :

$$f(\alpha, \beta, \gamma) = \sqrt{(E_{zz}^{théorique} - E_{zz}^{mesure})^2 + (E_{yy}^{théorique} - E_{yy}^{mesure})^2 + (E_{yz}^{théorique} - E_{yz}^{mesure})^2} \quad (6.4.1)$$

- douze valeurs de  $\min \{f(\alpha, \beta, \gamma)\}$  sont calculées par l'équation 6.4.2, chacune d'entre elles pour une variante de martensite donnée. Dans certains cas, des valeurs aberrantes de  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  ont été trouvées : une valeur est considérée comme aberrante si elle se trouve au bord de l'intervalle dans lequel est recherchée la valeur minimum. Dans ce cas, cela veut dire que la fonction continue à décroître en-dehors de l'intervalle de recherche retenu ;

$$Argmin \{f(\alpha, \beta, \gamma)\} = (\alpha_{min}, \beta_{min}, \gamma_{min}) \quad (6.4.2)$$

- connaissant le paramètre  $a_0$  de la maille d'austénite, les paramètres  $a$ ,  $b$  et  $c$  de la maille de martensite peuvent être calculés par les équations 6.3.6, 6.3.7 et 6.3.8.

A l'issue de cette procédure quatre variantes seulement ont été trouvées :  $U_4$ ,  $U_3$ ,  $U_9$  et  $U_{10}$ . Les valeurs de  $\min \{f(\alpha, \beta, \gamma)\}$  sont représentées sur l'histogramme 6.4.1.

Les paramètres de transformation des matrices  $U_4$  et  $U_3$  sont rigoureusement identiques. Il en est de même pour les matrices  $U_9$  et  $U_{10}$ . En fonction du signe choisi pour le paramètre de transformation  $\sigma$  (voir section 6.3.1),  $U_3$  peut être nommée  $U_4$  et  $U_9$  peut être nommée  $U_{10}$ . Il n'y a par conséquent que deux solutions différentes. Par souci de clarté, les deux solutions possibles sont nommées  $U_3$  et  $U_9$  dans la suite de ce mémoire.

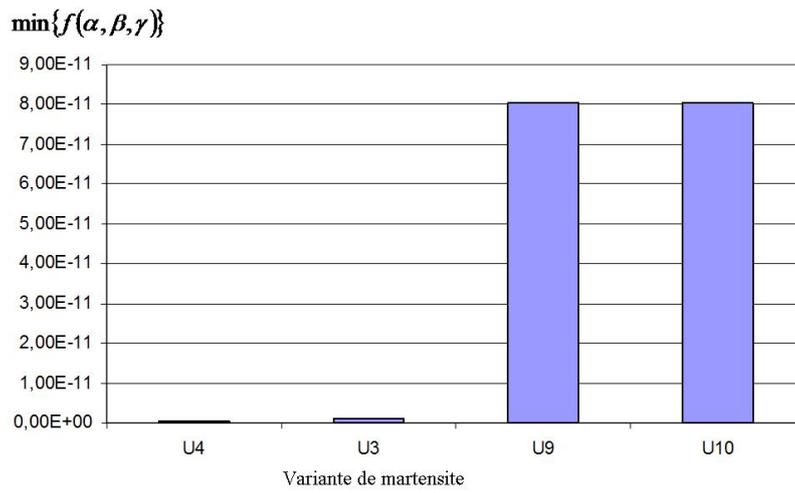


FIGURE 6.4.1 – Identification des paramètres de transformation  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ .

#### Identification des variantes grâce au calcul du déterminant

Les valeurs du déterminant pour les variantes  $U_3$  et  $U_9$  sont respectivement 0,9877 et 1,0267. Ces valeurs sont acceptables car très proches de 1. De ce point de vue, ces deux variantes ont toutes les chances d'être activées par le matériau lors de la transformation de phase.

#### Identification des variantes grâce au calcul du critère énergétique TW

Pour chacune de ces deux variantes :  $U_3$  et  $U_9$ , les paramètres de transformation identifiés précédemment sont utilisés pour calculer le critère énergétique TW. Les résultats obtenus à partir des paramètres de transformation de la variante  $U_3$  sont présentés figure 6.4.2. Cette dernière montre que les variantes  $U_3$  et  $U_4$  possèdent le critère **TW** le plus élevé. Il faut noter que la valeur de TW pour les variantes  $U_9$  et  $U_{10}$  est très proche.

Une autre série de résultats a été obtenue à partir des paramètres de transformation de la variante  $U_9$ , les valeurs sont similaires. Ceci montre que du point de vue de ce critère, les deux solutions ( $U_3$  et  $U_9$ ) ont des chances identiques d'être activées par le matériau lors de la transformation de phase.

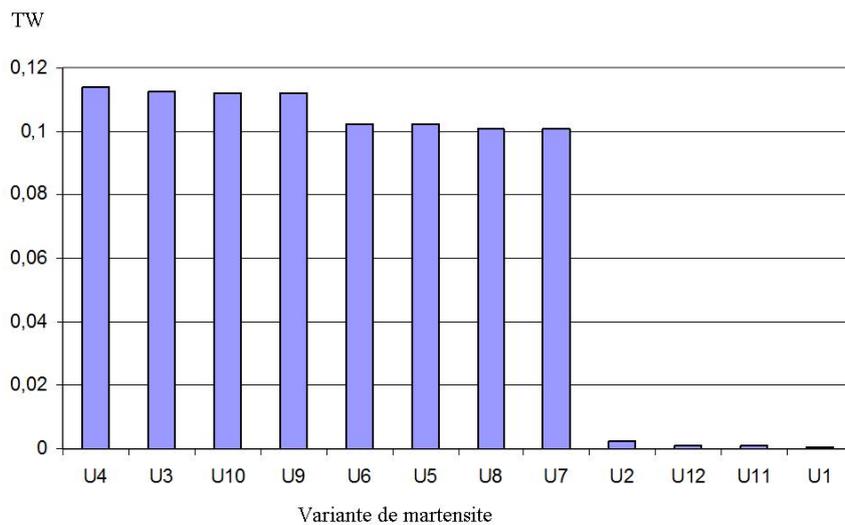


FIGURE 6.4.2 – Critère énergétique **TW** (en  $J$ ) pour chacune des douze variantes, calculé à partir des paramètres de transformation de la variante  $U_3$ .

#### Identification des variantes grâce au calcul du plan d'habitat

Le calcul de l'angle du plan d'habitat entre les douze variantes de martensite et l'austénite à la surface de l'échantillon est utilisé dans le but de vérifier les variantes activées lors de la transformation martensitique. Ce calcul sera effectué grâce aux paramètres de transformation identifiés pour les variantes 3 et 9. Les angles obtenus seront ensuite comparés à l'angle expérimental mesuré sur la figure 6.4.3-a. La valeur de cet angle est de  $-27^\circ$ . L'écart minimum entre la mesure de

l'angle expérimental et celle de l'angle calculé est obtenu pour un plan d'habitat calculé à partir de la variante 3. L'angle calculé est égal à  $-33^\circ$ . Dans le cas où le calcul est conduit à partir de la variante 9, l'angle calculé est égal à  $-36^\circ$ .

Le plan d'habitat calculé à partir de la variante 3 donne un angle plus proche de la valeur expérimentale que celui calculé à partir de la variante 9. La différence de  $6^\circ$  entre les valeurs mesurées et calculées semble acceptable compte tenu de l'erreur de positionnement de l'échantillon dans les mors de la machine de traction.

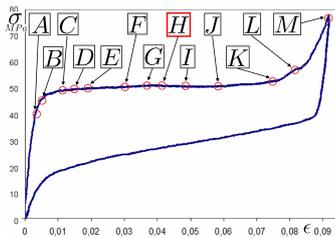
Variante $U_3$		
	valeurs expérimentales	Valeurs théoriques
$\phi_{U_3}$	$-27^\circ$	$-33^\circ$
$E_{zz}$	0,102	0,0905
$E_{yy}$	-0,046	-0,0381
$E_{yz}$	0,0051	0,0011

TABLE 6.1 – Angle entre la trace du plan d'habitat et l'axe  $y$  de l'échantillon. Composantes du tenseur de Green-Lagrange.

En conclusion, il semble que la variante 3 aît une probabilité d'être activée par le matériau plus importante que la variante 9.

#### 6.4.2 Interprétation en termes de microstructures au point H

En tout point de la courbe contrainte-déformation, il pourrait être proposé une interprétation en terme de microstructure. Dans ce mémoire, par souci de concision et de clarté, seules deux interprétations sont proposées au cours de la montée quasi-statique : la première au point H, la seconde au point M.



La figure 6.4.3-a reprend le champ de déformation déjà présenté et commenté dans la section précédente. Sur cette figure ont été tracées des lignes pointillées noires et blanches. Les lignes pointillées blanches correspondent à la trace des **plans d'habitat** sur la surface de l'échantillon, et se trouvant au dessus de la zone austénitique 28. Les lignes pointillées noires correspondent à la trace des **plans d'habitat** sur la surface de l'échantillon, et se trouvant au dessous de la zone austénitique 28.

Concernant la figure 6.4.3-a et la partie supérieure de l'échantillon, les commentaires suivants peuvent être formulés :

- tous les plans d'habitat sont parallèles et font un angle mesuré de  $-27^\circ \pm 1^\circ$  par rapport à l'axe horizontal de l'échantillon ( $y$ ) ;
- cette valeur est en bon accord avec celle calculée théoriquement à partir de la variante  $U_3$  :  $-33^\circ$ .

D'autre part, concernant la partie inférieure de l'échantillon, les commentaires suivants peuvent être formulés :

- le plan situé sous la zone austénitique 28 est brisé et les angles (mesurés) qu'il forme avec l'axe horizontal de l'échantillon sont de  $-40^\circ$  et  $-33^\circ$  ;
- il est hasardeux dans ce cas de proposer une interprétation en termes de plan d'habitat du fait que cette zone est très affectée par la prise de mors ;
- il semble que la zone située sous le plan brisé ne puisse pas être considérée comme représentative d'une microstructure obtenue sous contrainte uniaxiale.

Pour ce qui concerne la partie supérieure de l'échantillon, la figure 6.4.3-b propose une interprétation en terme de microstructure. Cette figure fait apparaître une alternance de bandes d'austénite et de martensite :

- la martensite notée  $M$  correspond à la variante  $U_3$  ;
- que ce soit pour l'austénite ou la martensite, les bandes ne sont pas toutes de la même largeur à ce stade de l'essai ; en revanche les plans d'habitat ont tous la même inclinaison ;
- il faut noter une alternance de bandes étroites en haut et à droite de l'échantillon ;
- dans la partie centrale de l'échantillon, l'austénite et la martensite sont imbriquées. Cette imbrication se présente sous la forme d'aiguilles de martensite, dans l'austénite ;
- cette microstructure sous forme d'aiguilles de martensite est représentée à une échelle plus grande sur la figure 6.4.3-c. Dans cette zone, le niveau de déformation mesuré est de l'ordre de 4%. Cette valeur faible peut s'expliquer par le fait que la largeur d'une bande est beaucoup plus faible que la taille du noyau utilisé pour le traitement numérique des images cinématiques. Ceci a pour conséquence d'écraser la réponse en déformation ;
- outre les aiguilles de martensite, la figure 6.4.3-c fait apparaître des *zones de transition*. Ces zones sont en fait des artefacts de calcul dus au traitement numérique des images cinématiques.

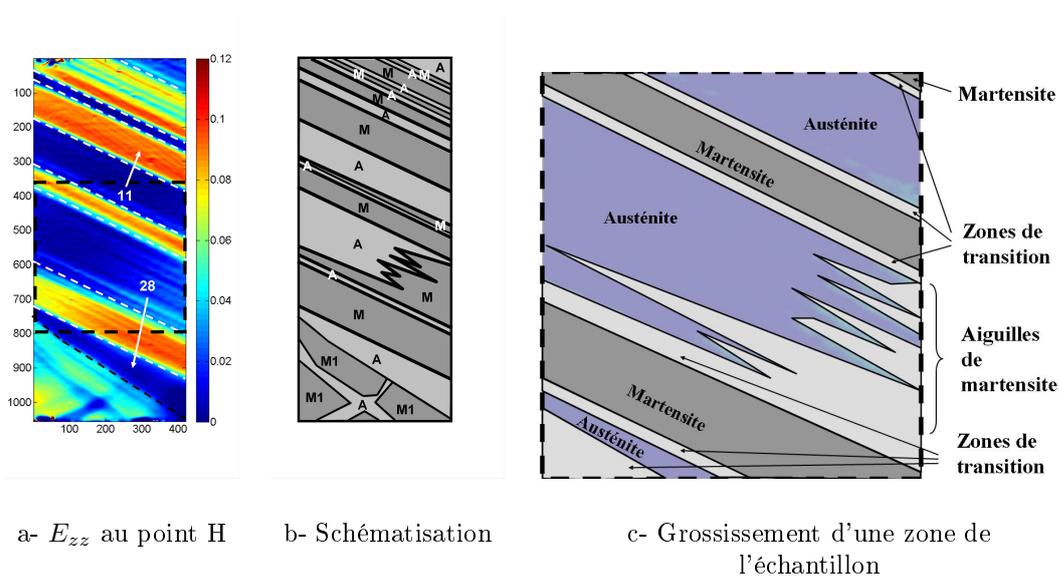


FIGURE 6.4.3 – Schématisation de microstructures martensitiques au point H. (a) Champ de déformation  $E_{zz}$  au point H : les lignes pointillées (noires et blanches) indiquent les plans d'habitat ; le cadre en traits pointillés circonscrit la zone de l'échantillon à zoomer. (b) Schématisation de microstructures martensitiques : les zones gris clair notées  $A$  correspondent à de l'austénite ; les zones gris foncé notées  $M$  correspondent à une variante de martensite ; les zones notées  $M_1$  correspondent à une autre variante de martensite. (c) Schématisation de microstructures martensitiques à la surface de l'échantillon (zoom).

### 6.4.3 Interprétation en termes de microstructures au point M

#### Identification des twins de martensite

A la fin de la montée quasi-statique une alternance de bandes de couleurs est clairement visible sur la zone martensitique située au dessus du coin d'austénite 28 non transformée (voir figure 6.2.17-b). Ces bandes de couleurs différentes sont parallèles aux aiguilles de martensite et aux plans d'habitat préalablement observés. Il est proposé ici d'interpréter ces couleurs différentes comme de la martensite twinnée. Pour conforter cette interprétation, il est nécessaire de donner des conditions additionnelles pour trouver la variante  $j$  pouvant former un twin avec la variante  $i$  déterminée précédemment ( $U_3$  ou  $U_9$ ) :

- la trace du plan de twinnage dans le plan  $(y, z)$  de l'échantillon doit être sensiblement parallèle à la trace du plan d'habitat entre la variante  $i$  et l'austénite, ceci de façon à satisfaire les observations expérimentales ;
- s'il est supposé que la variante  $j$  puisse apparaître directement dans l'austénite, l'angle calculé formé entre la trace du plan d'habitat et l'axe  $y$  de l'échantillon doit être proche de l'angle mesuré ( $-27^\circ$ ).

L'étude des différentes variantes  $j$  pouvant former un twin avec les variantes  $i = 3$  ou  $i = 9$  conduit à un certain nombre de solutions listées dans le tableau 6.2. Elles satisfont partiellement les deux conditions citées précédemment.

Variante $i$	3	3	9
Variante $j$	2	5	11
$\phi_{U_{ij}/A}$	$3, 6^\circ$	$0, 1^\circ$	$0, 0^\circ$
$\phi_{U_j}$	$49^\circ$ ou $89^\circ$	$-36^\circ$	$-35^\circ$
$E_{zz}$ dans la variante $j$	0,002	-0,011	-0,001
TW pour la variante $j$	0,002	0,0102	0,005

TABLE 6.2 – Grandeurs prises en compte pour la détermination de la variante  $j$  activée dans la martensite twinnée ( $i : j$ ).

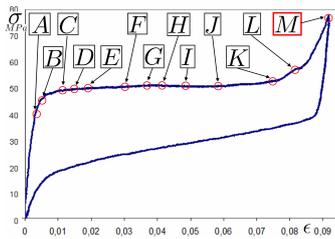
Concernant les solutions listées dans le tableau 6.2, un certain nombre de commentaires peuvent être formulés :

1. la **martensite twinnée (3 : 2)** donne une trace de plan de twinnage sur la surface de l'échantillon sensiblement parallèle à celle du plan d'habitat entre l'austénite et la variante 3. De plus, tous les angles calculés de la trace du plan d'habitat entre l'austénite et la variante 2 sont très différents de l'angle mesuré ( $-27^\circ$ ). Ceci signifie que la variante 2 ne peut pas apparaître directement dans l'austénite ou le long de l'interface austénite  $\rightarrow$  martensite, mais seulement dans la variante 3. Le niveau de déformation dans la variante 2 est plus faible que celui de la variante 3, ceci peut expliquer la plus faible amplitude de déformation observée dans les bandes oranges de la figure 6.2.17-b ;
2. la **martensite twinnée (3 : 5)** satisfait globalement les conditions exposées précédemment du point de vue du plan d'habitat et du plan de twinnage. Cependant, pour le plan d'habitat, une différence de  $8^\circ$  doit être notée entre les angles mesurés et calculés. Le niveau de déformation de la variante 5 est pour le moins inattendu car il est négatif bien qu'une traction soit appliquée à l'échantillon. Ceci peut être expliqué par le fait que l'état de contrainte dans l'échantillon est loin d'être *uniaxial*, cette hypothèse d'uniaxialité étant donc trop réductrice ;

3. la **martensite twinnée (9 : 11)** satisfait également pleinement les conditions requises du point de vue du plan d'habitat et du plan de twinnage; mais encore une fois la déformation longitudinale est négative, ce qui est pour le moins inattendu.

Le tableau 6.2 montre également que le critère TW des variantes  $j = 2$  et  $j = 11$  est très faible.

### Microstructures martensitiques au point M



La figure 6.4.4-a reprend le champ de déformation déjà présenté et commenté dans la section précédente. Sur cette figure ont été tracées des lignes pointillées noire et blanche. La ligne pointillée blanche correspondent à la trace du **plan d'habitat** sur la surface de l'échantillon, et se trouvant au dessus de la zone austénitique 28. La ligne pointillée noire correspond à la trace des **plans d'habitat** sur la surface de l'échantillon, et se trouvant au dessous de la zone austénitique 28.

Concernant ces plans d'habitat, le lecteur pourra se reporter aux commentaires du paragraphe 6.4.2 précédent.

Une interprétation en terme de microstructure est proposée sur la figure 6.4.4. La figure 6.4.4-a indique pour mémoire, le champ de déformation  $E_{zz}$  au point M. Les figures 6.4.3-b et -c schématisent globalement pour la première et sous forme de zoom pour la seconde, les microstructures à la surface de l'échantillon :

- la partie supérieure de l'échantillon fait apparaître un twinnage de deux variantes de martensite  $M_1 + M_2$ . Ces dernières sont identifiées comme étant les variantes  $U_3$  et  $U_2$  (voir paragraphe 6.4.3) ;
- l'alternance de ces deux variantes (voir figure 6.4.3-c) se fait sous forme de bandes de largeurs différentes, mais de même orientation par rapport à l'axe horizontal de l'échantillon ;
- dans la partie basse de l'échantillon, deux twins de martensite sont schématisés :  $M_3 + M_4$  et  $M_5 + M_6$ . Leurs plans d'habitat respectifs sont différents (lignes pointillés noirs de la figure 6.4.4-a). Ils sont également différents de celui du twin  $M_1 + M_2$  (lignes pointillées blanches de la figure 6.4.4-a) ;
- Dans le cas des twins  $M_3 + M_4$  et  $M_5 + M_6$ , il est difficile d'identifier le numéro des variantes.

## 6.5 Montée quasi-statique - Conclusion

Les calculs et les observations expérimentales présentés dans cette section montrent que l'identification des variantes qui composent un twin de martensite est beaucoup plus complexe que l'identification d'une variante de martensite le long d'un plan d'habitat. Par conséquent, seules des possibilités de solution sont avancées ici. Tous les indicateurs définis dans ce mémoire ( identification des paramètres de transformation, critère énergétique, plan d'habitat, ...) ne permettent pas de faire converger le résultat vers une solution unique. Les limites de ce type d'approche ont peut être été atteintes, principalement en ce qui concerne :

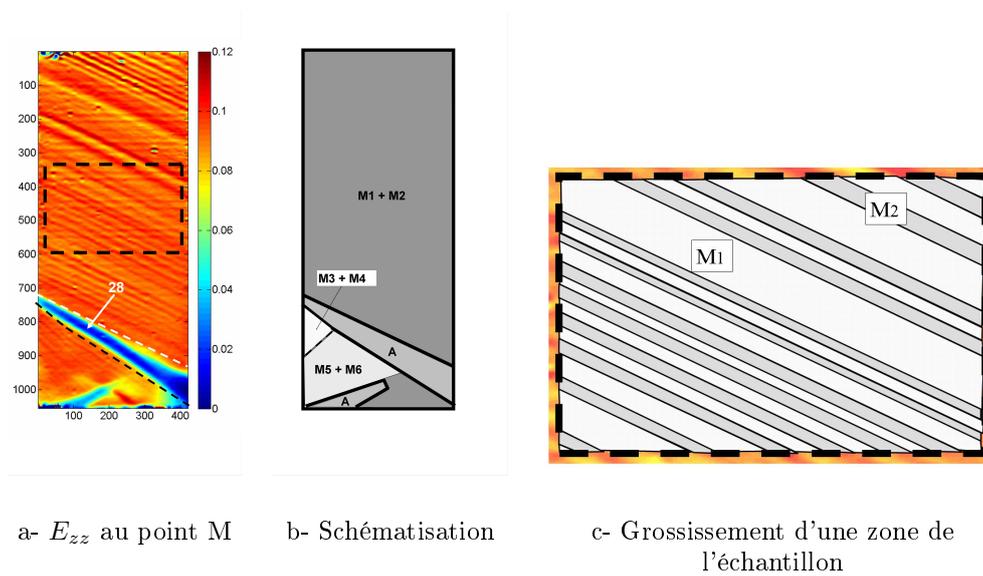


FIGURE 6.4.4 – Schématisation de microstructures martensitiques au point M. (a) Champ de déformation  $E_{zz}$  au point M : le cadre en trait plein circonscrit la zone de l'échantillon à zoomer. (b) Schématisation de microstructures martensitiques : les zones gris clair notées  $A$  correspondent à de l'austénite ; les zones gris foncé notées  $M_1 + M_2$  correspondent à un twin de martensite ; les zones gris clair notées  $M_3 + M_4$  et  $M_5 + M_6$ , correspondent à d'autres twins de martensite. (c) Grossissement d'une zone donnée de l'échantillon.

- la nature de l'état de contrainte dans l'échantillon. Les résultats présentés dans ce mémoire reposent sur l'hypothèse d'une contrainte uniaxiale dans l'échantillon. Cette hypothèse est certainement *trop forte*, du moins par endroits;
- l'échelle d'observation. Une observation au microscope aurait certainement fourni des informations supplémentaires sur la nature de la martensite twinnée par exemple;
- le calcul du critère énergétique TW est fait sous l'hypothèse de contrainte uniaxiale.

## 6.6 Résultats expérimentaux sous chargement quasi-statique durant la descente

Les résultats expérimentaux obtenus sous chargement quasi-statique font l'objet d'une présentation en deux sections. Une première section s'attache plus particulièrement à la description de la montée sous chargement quasi-statique. Elle vient d'être largement commentée dans la section 6.2. Les microstructures induites par le changement de phase ont été mises en évidence. Dans le même esprit, cette deuxième section se propose de présenter et commenter les résultats expérimentaux obtenus lors de la descente sous chargement quasi-statique.

Au cours de la descente quasi-statique, une courbe contrainte/déformation a été obtenue (voir figure 6.6.1) et sur laquelle un certain nombre de points particuliers ont été notés. Ils correspondent aux niveaux de chargement pour lequel le champ de déformation (et le champ de sources dans certains cas) est visualisé et discuté. L'objectif étant d'une part, de mettre en évidence la façon dont apparaît l'austénite dans un échantillon devenu complètement martensitique au début de la descente et d'autre part d'identifier l'organisation spatiale des phases austénite/variantes de martensite à la surface de l'échantillon.

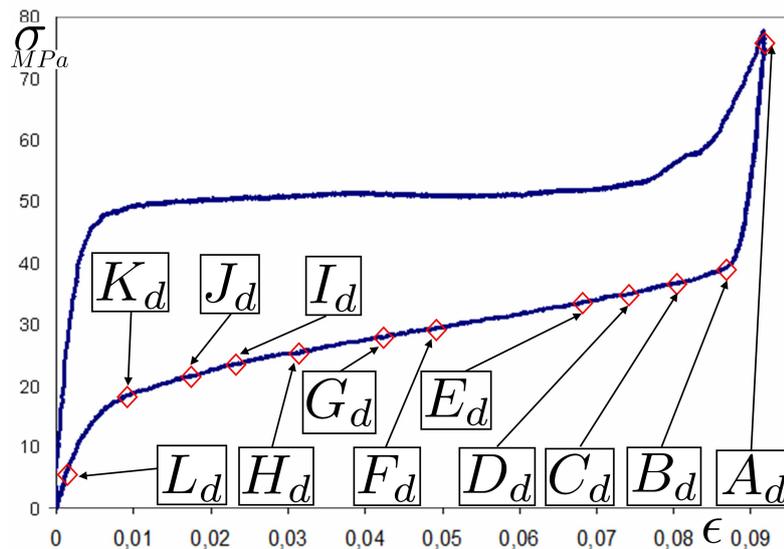
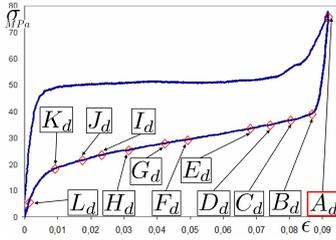


FIGURE 6.6.1 – Courbe contrainte-déformation. les points repérés par des losanges rouges et nommés  $A_d$  à  $L_d$  feront l'objet d'un commentaire.

### Remarque

Lors du chargement quasi-statique pendant la descente, le champ de déformation de référence est celui obtenu sous contrainte nulle au début de la montée quasi-statique. Par contre, le champ de sources de chaleur est remis à zéro juste avant le début de la descente.

### 6.6.1 Point $A_d$



identique.

Ce point se situe au début de la descente. A ce stade de l'essai, l'échantillon est presque entièrement martensitique.

La figure 6.6.2 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point  $A_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- le champ de déformation est identique à celui obtenu en fin de chargement, à l'exception d'un plan noté 50 qui apparaît en haut à gauche de l'échantillon ;
- ce plan n'est pas parallèle aux bandes de martensites identifiées au cours de la montée ;
- la zone austénitique 28 non-transformée à la montée reste

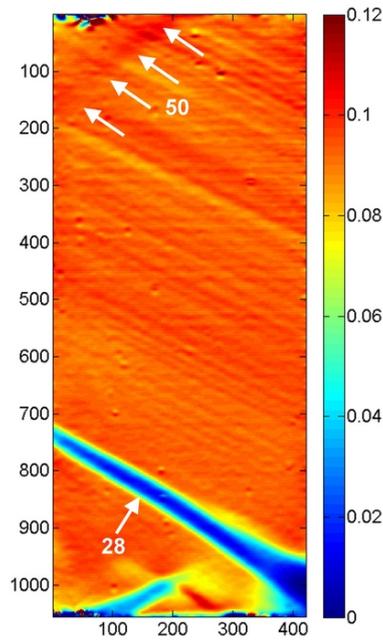
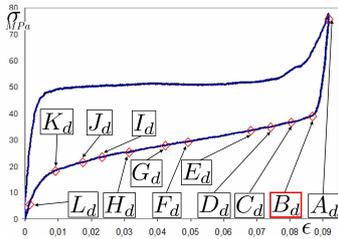


FIGURE 6.6.2 – Champ de déformation  $E_{zz}$  au point  $A_d$ .

### 6.6.2 Point $B_d$



Le point  $B_d$  est situé au début du plateau de la courbe contrainte-déformation.

La figure 6.6.3 représente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point  $B_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- le plan 50 devient plus marqué qu'au point précédent ;
- de nouvelles zones de transformation 51 et 52 apparaissent sous forme de bandes ;
- les bandes 51 et 52 sont parallèles aux plans de twinnage obtenus en fin de chargement ;
- la bande 52 est beaucoup plus large et marquée que la

bande 51 ;

- les bandes 51 et 52 sont toutes les deux traversantes.

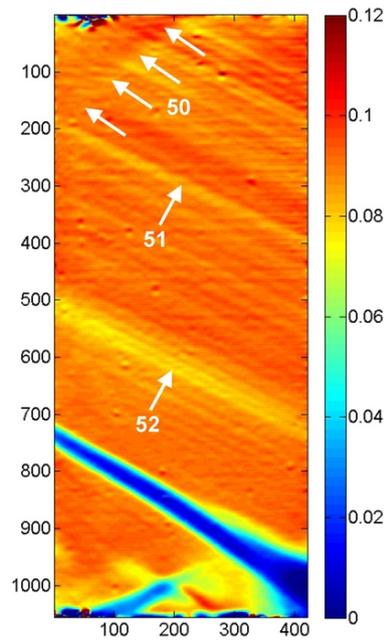
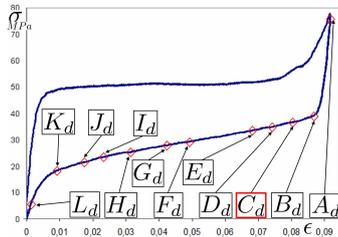


FIGURE 6.6.3 – Champ de déformation  $E_{zz}$  au point  $B_d$ .

### 6.6.3 Point $C_d$



Le point  $C_d$  est situé sur le plateau de la courbe contrainte-déformation.

Les figures 6.6.4-a et -b représentent respectivement les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $C_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- les bandes 51 et 52 sont encore plus marquées que sur l'image précédente ;
- contrairement à la bande 51, la bande 52 s'est considérablement élargie. Ceci montre que les bandes de transformation n'évoluent pas à la même vitesse ;
- sur le haut de l'échantillon le plan 50 s'est transformé en une zone en forme de X notée 54. Elle présente des contours très contrastés (voir figure 6.6.4-a). Il semble que cette microstructure en forme de X soit composée de deux bandes d'austénite concourantes ;
- une bande, notée 53, apparaît dans la partie supérieure de l'échantillon ; elle est peu marquée et assez large. Elle est concourante à la bande 51 ;
- le niveau de déformation à l'intersection des deux bandes de la zone 54 est plus faible que dans les bandes elles-mêmes. Ceci veut certainement dire que le pourcentage entre l'austénite et la martensite est différent d'une zone à l'autre.

La figure 6.6.4-c représente les sources de chaleur détectées 1,9 s avant le point  $C_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- les sources de chaleur sont négatives (couleur bleue). En effet, la transformation inverse (martensite  $\rightarrow$  austénite) est endothermique ;
- l'amplitude de l'échelle a été volontairement réduite dans le but de mettre en évidence de façon contrastée les phénomènes à observer ;
- la zone en forme de X notée 54 est, ici également, très nettement visible sur le haut de l'échantillon ;
- de même, la bande centrale notée 52 est très marquée ;
- ces deux zones correspondent certainement à des fronts de transformation martensite  $\rightarrow$  austénite.

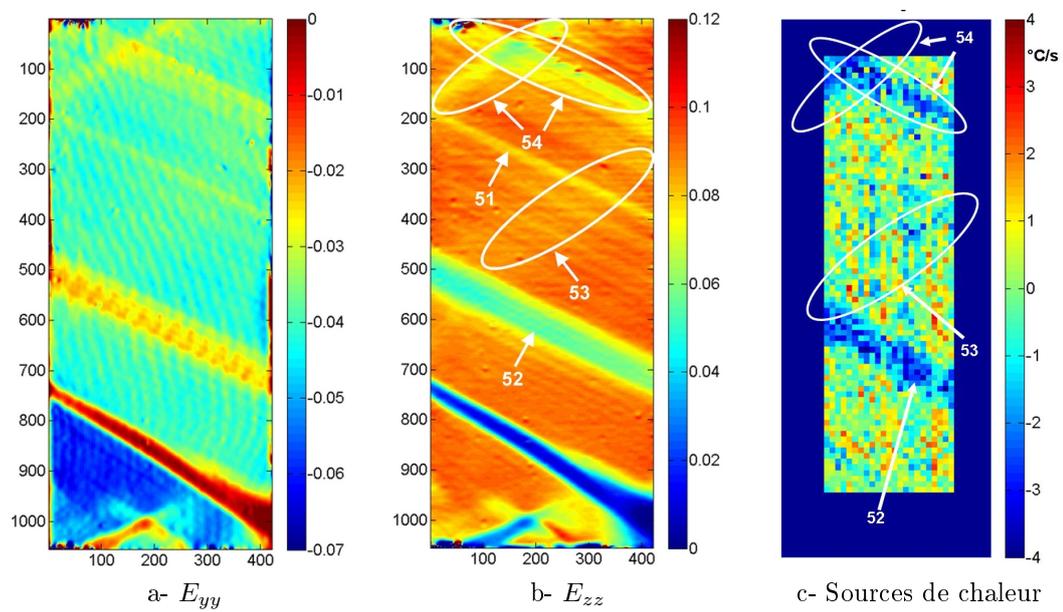
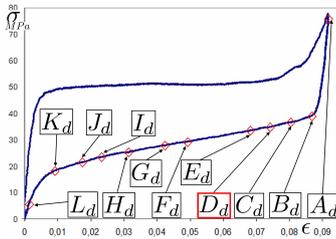


FIGURE 6.6.4 –  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $C_d$ . Les sources de chaleur sont détectées 1,9 s avant le point  $C_d$ . L'échelle du champ de sources a été réduite dans le but d'améliorer le contraste.

### 6.6.4 Point $D_d$

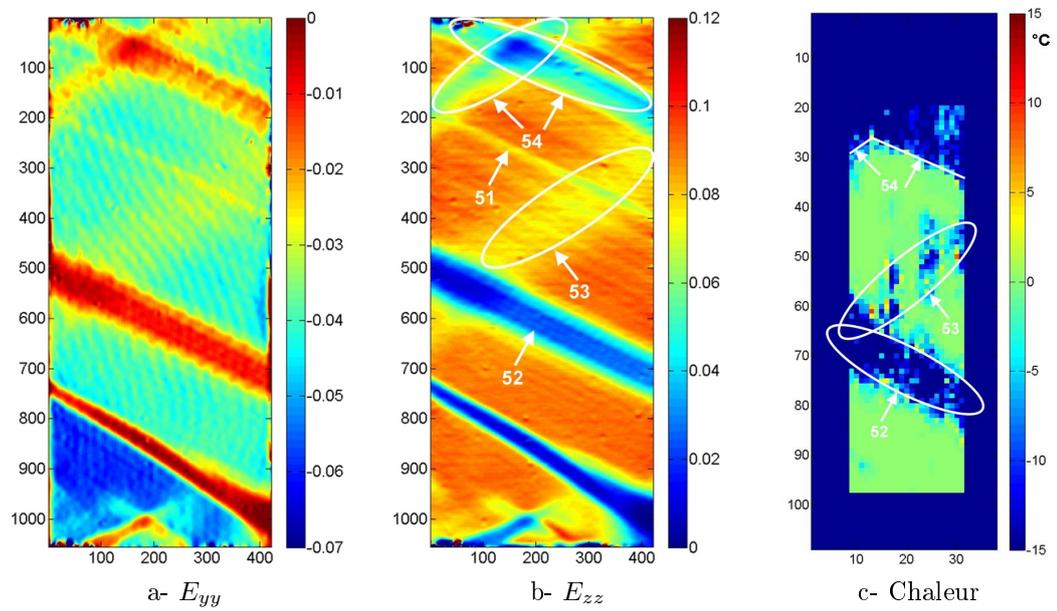


Les figures 6.6.5-a et -b présentent respectivement les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $D_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

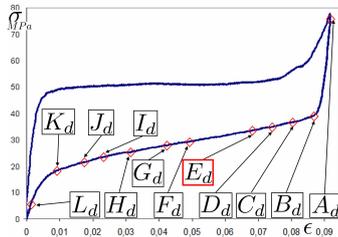
- la zone en forme de X, notée 54, est maintenant très marquée. Son niveau de déformation mesuré dans les branches du X est de l'ordre de 5% ; beaucoup moins dans la partie centrale : 1%
- la bande d'austénite 52 s'élargit à la fois vers le haut et le bas de l'échantillon ;
- les bandes 53 et 51 forment une nouvelle microstructure en forme de 'X'. Elle est située en dessous de celle décrite au point  $C_d$  ;
- la bande 53 est de couleur jaune, ce qui correspond à une déformation de l'ordre de 8% ;
- les bandes 51, 52, et 54, de couleur rouge sur la figure 6.6.5-a, sont nettement repérables. Le faible niveau de déformation permet de penser que ces zones sont majoritairement constituées d'austénite.

A ce stade de la descente, il est intéressant de comparer les champs de déformation et le champ de chaleur. Ce dernier est représenté sur la figure 6.6.5-c. Cette dernière (figure 6.6.5-c) présente la chaleur accumulée au point  $D_d$  depuis le point  $A_d$  (où une initialisation de la chaleur a été faite). Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- la chaleur est négative. En effet, la transformation inverse (martensite  $\rightarrow$  austénite) est endothermique ;
- les zones pour lesquelles la chaleur est nulle (martensite non encore transformée) et celles pour lesquelles la chaleur est négative (phase austénitique) se superposent respectivement aux zones déformées et non-déformées (voir figures 6.6.5-a et -b). Les résultats obtenus avec les deux techniques (méthode de la grille et calcul des sources de chaleur) sont bien cohérents.

FIGURE 6.6.5 –  $E_{yy}$ ,  $E_{zz}$  et chaleur de transformation au point  $D_d$ .

### 6.6.5 Point $E_d$



La figure 6.6.6-a présente les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $E_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- la croissance des zones austénitiques 52 et 54 se poursuit ;
- les zones 53 et 52 forment maintenant une nouvelle microstructure en forme de X ; leur intersection est à un niveau de déformation proche de zéro ;
- la zone 53, dans sa partie supérieure, est composée d'une alternance de bandes jaunes et vertes qui correspondent respectivement à des déformations de 7% et 6% ;
- la zone située en haut et à droite de l'échantillon (au-dessus de 54), de couleur rouge uniforme au point  $D_d$  est maintenant traversée par une nouvelle bande clairement marquée : notée 55 ;

de 54), de couleur rouge uniforme au point  $D_d$  est maintenant traversée par une nouvelle bande clairement marquée : notée 55 ;

- l'amplitude de la déformation est plus faible à l'intersection des deux branches de chacune des deux microstructures en forme de X. La zone d'intersection est certainement composée d'austénite pure alors que les branches sont composées d'un mélange austénite/martensite.

A ce stade de l'essai, la figure 6.6.6 propose une interprétation en termes de microstructure. Cette figure compare les cartographies de déformation (figure 6.6.6-a) et une cartographie de chaleur (figure 6.6.6-b) proche du point  $E_d$ . Il faut remarquer ici que l'amplitude de la chaleur est négative. Ceci confirme le fait que les bandes observées dans les zones correspondantes des cartographies de déformation correspondent à de l'austénite. Cette dernière est issue de la transformation de phase endothermique martensite  $\rightarrow$  austénite. Suite à ces commentaires, la figure 6.6.6-c propose un modèle de microstructure basé sur l'analyse des cartographies de déformation et de chaleur :

- les zones dans lesquelles la chaleur est négative contiennent de l'austénite (pure ou mélangée à de la martensite) ;
- l'observation attentive de la zone 52 (partie droite) permet de mettre en évidence que les zones de mélange austénite/martensite contiennent des aiguilles de martensite. Un modèle est proposé sur le zoom de la figure 6.6.6-c.

L'interprétation qui vient d'être proposée met en évidence que la mesure simultanée des champs de déformation et de chaleur donne des informations complémentaires. Ces dernières conduisent à des scénarii réalistes en termes d'interprétation de microstructures.

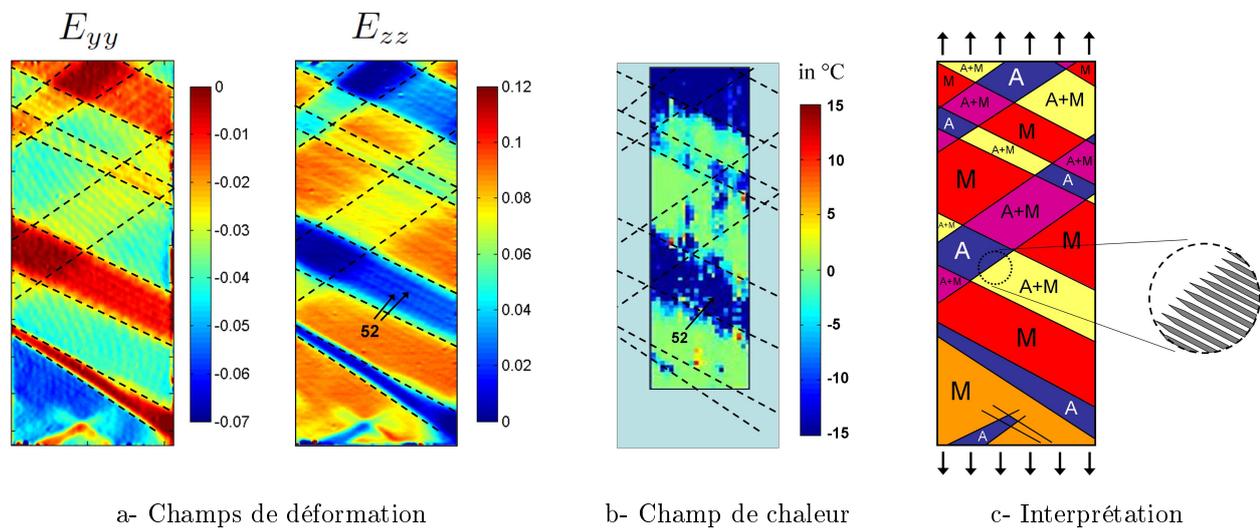


FIGURE 6.6.6 – Interprétation en termes de microstructures aux alentours du point  $E_d$

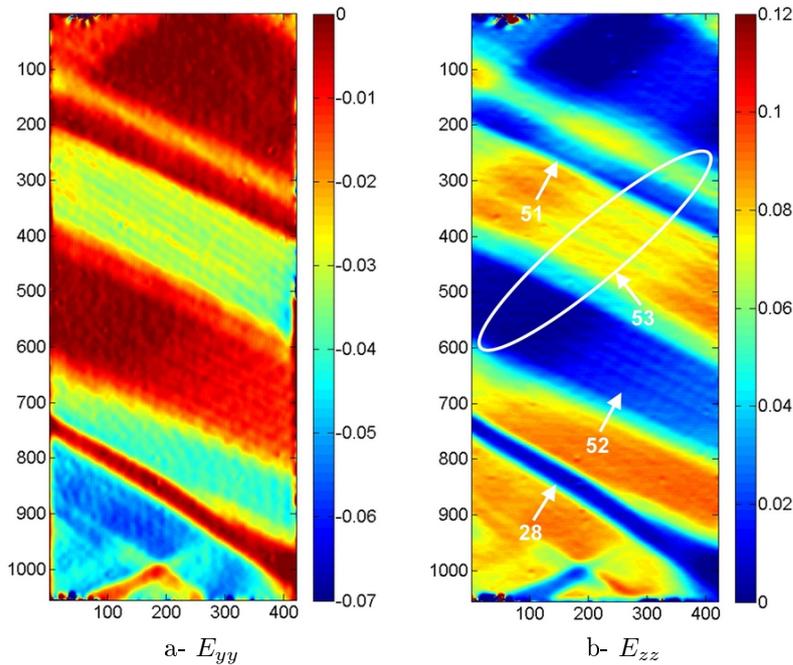
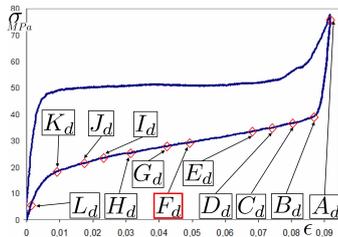


FIGURE 6.6.7 –  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $F_d$

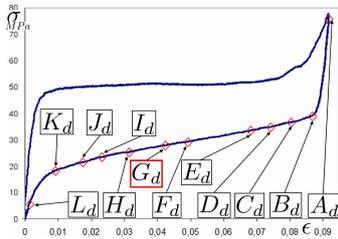
### 6.6.6 Point $F_d$



Le point  $F_d$  est situé au milieu du plateau de la courbe contrainte-déformation et très proche du point  $E_d$ . Les figures 6.6.7-a et 6.6.7-b présentent respectivement les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $F_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- à ce stade de la descente, les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  commencent à prendre l'aspect de ceux qui avaient été présentés lors du chargement (montée) de l'échantillon, c'est-à-dire une alternance de bandes inclinées ;
- les déformations se présentent sous forme de bandes inclinées dans un même sens mais de largeurs différentes ;

- il subsiste néanmoins les traces de la zone de déformation 53. Cette dernière est visible uniquement sur la composante  $E_{zz}$  ;
- les zones 51 et 52 ne sont pas homogènes en déformation et varient du bleu clair au bleu foncé, respectivement de 4% à 0% ;
- les zones situées sur la partie gauche de l'échantillon se déforment moins que celles situées sur la partie droite ;
- le lecteur notera que la zone 28 correspondant à un coin d'austénite non-transformée en fin de chargement n'a toujours pas évolué à ce stade de la décharge.

6.6.7 Point  $G_d$ 

La figure 6.6.8 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point  $G_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- à l'exception des zones 56 et 57 et à ce stade de la décharge, l'allure du champ de déformation obtenu lors du chargement est maintenant retrouvée ;
- les traces de la microstructure en X apparue au début de la décharge sont encore visibles sur la partie supérieure de l'échantillon. Elles se manifestent sous l'aspect d'une zone bleu clair (déformation de l'ordre de 4%) située en haut de l'échantillon (zones 56 et 57) ;
- la zone 52 s'élargie aussi bien vers le haut de l'échantillon que vers le bas ;
- la zone 51 garde sensiblement la même largeur qu'au point précédent.

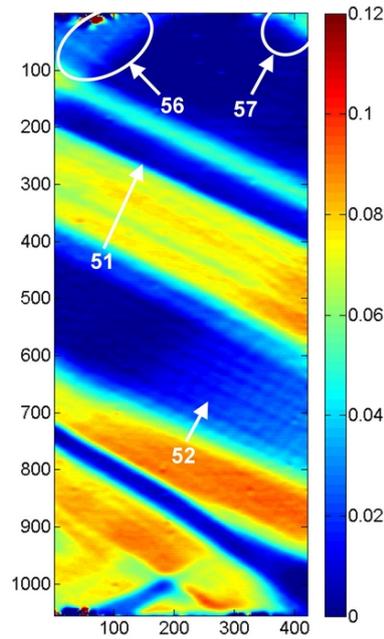


FIGURE 6.6.8 –  $E_{zz}$  au point  $G_d$

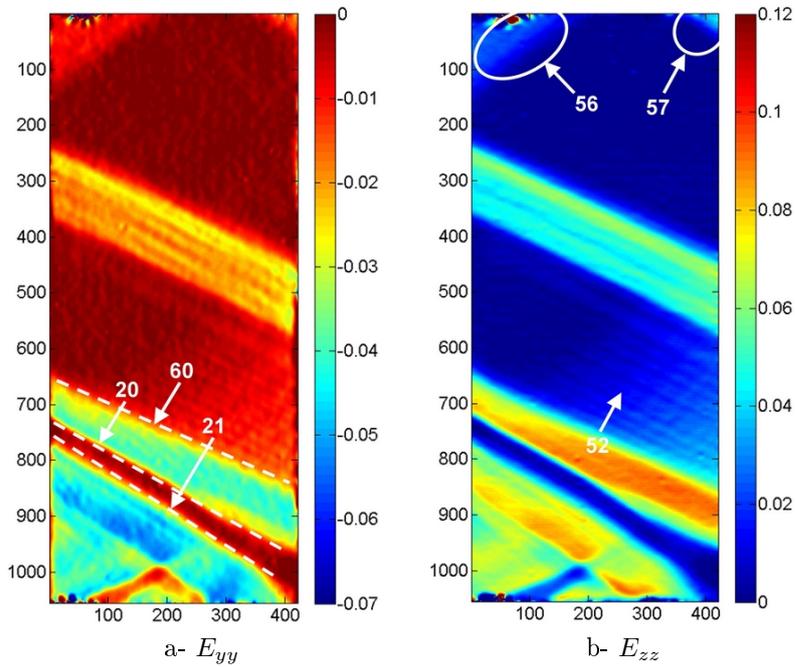
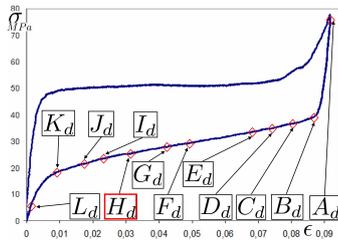


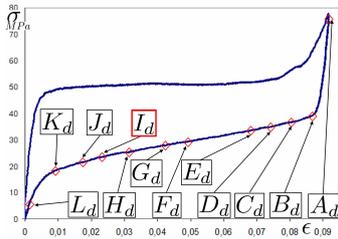
FIGURE 6.6.9 –  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $H_d$

### 6.6.8 Point $H_d$



Les figures 6.6.9-a et -b présentent les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $H_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- la zone de transformation 52 s’est encore élargie. Le niveau de déformation mesuré de sa partie droite (4%) est plus élevé qu’à gauche (0,5%) ;
- la zone non encore totalement transformée se trouvant juste au dessus est constituée d’une alternance de lignes jaunes et bleues, correspondant à des niveaux de déformation respectivement mesurés de 7% et 4% ;
- trois plans d’habitat 20, 21 et 60 sont mis en évidence sur la figure 6.6.9-a. Les plans 20 et 21 ont déjà été observés lors de la montée ;
- ces trois plans sont tous non parallèles ce qui pourrait signifier que les mécanismes de changements de phase qui s’opèrent dans cette zone restent très influencés par les conditions aux limites imposées sur le bas de l’échantillon.

6.6.9 Point  $I_d$ 

Le point  $I_d$  se trouve sur le dernier tiers du plateau de la courbe contrainte-déformation (voir figure 6.6.1).

La figure 6.6.10 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point  $I_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- par rapport aux points précédents, l'échelle des déformations a été modifiée de façon à améliorer le contraste ;
- à ce stade de la décharge, la zone 28 (austénite) et celle se trouvant en dessous sont toujours dans la même configuration qu'en fin de chargement et début de décharge ;
- la partie centrale de l'échantillon fait apparaître une alternance de quelques bandes traversantes ;
- juste en dessous, sur la partie droite de l'échantillon apparaît une série d'aiguilles non traversantes très rapprochées, notées 58 ;
- la microstructure située sur le bas de l'échantillon reste inchangée.

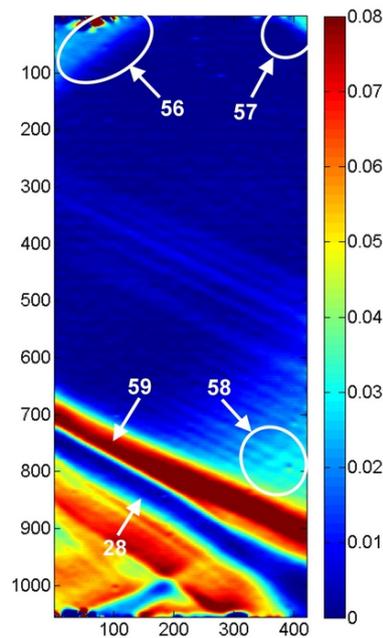
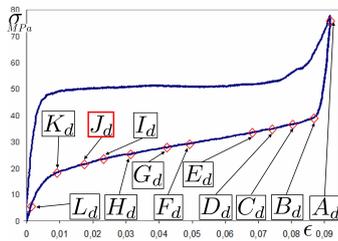


FIGURE 6.6.10 –  $E_{zz}$  au point  $I_d$

### 6.6.10 Point $J_d$



La figure 6.6.11 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point  $J_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- à l'exception d'une zone d'aiguilles située au dessus de la zone de martensite notée 59, la partie supérieure de l'échantillon est complètement transformée en austénite.

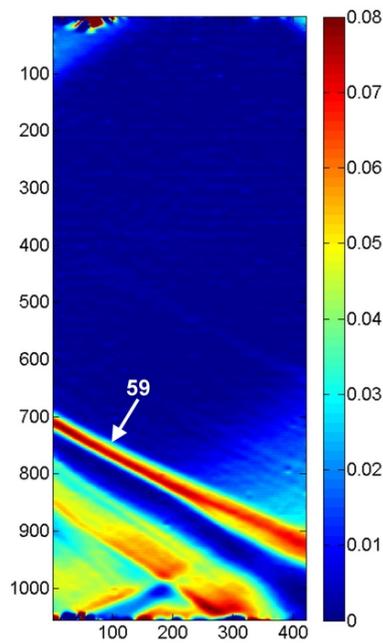
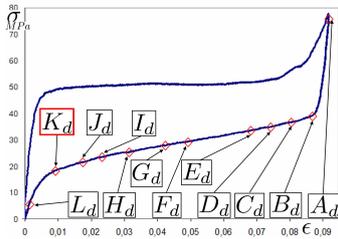


FIGURE 6.6.11 –  $E_{zz}$  au point  $J_d$

### 6.6.11 Point $K_d$



Le point  $K_d$  est situé à la fin du plateau de la courbe contrainte-déformation (voir figure 6.6.1).

La figure 6.6.12 présente le champ de déformation  $E_{zz}$  au point  $K_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- la zone 59 (clairement marquée au point  $J_d$ , voir figure 6.6.11), laisse maintenant la place à une ligne bleu clair correspondant à un niveau de déformation de l'ordre de 3% ;
- la zone située au dessus de cette ligne a vu son niveau de déformation diminuer ;
- la zone située en dessous voit son niveau de déformation moyen diminuer considérablement : de 5% environ au point  $J_d$  à 1,5% au point  $K_d$ .

diminuer considérablement : de 5% environ au point  $J_d$  à 1,5% au point  $K_d$ .

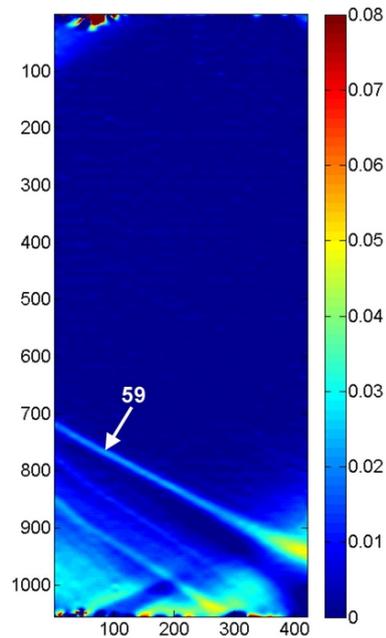


FIGURE 6.6.12 –  $E_{zz}$  au point  $K_d$

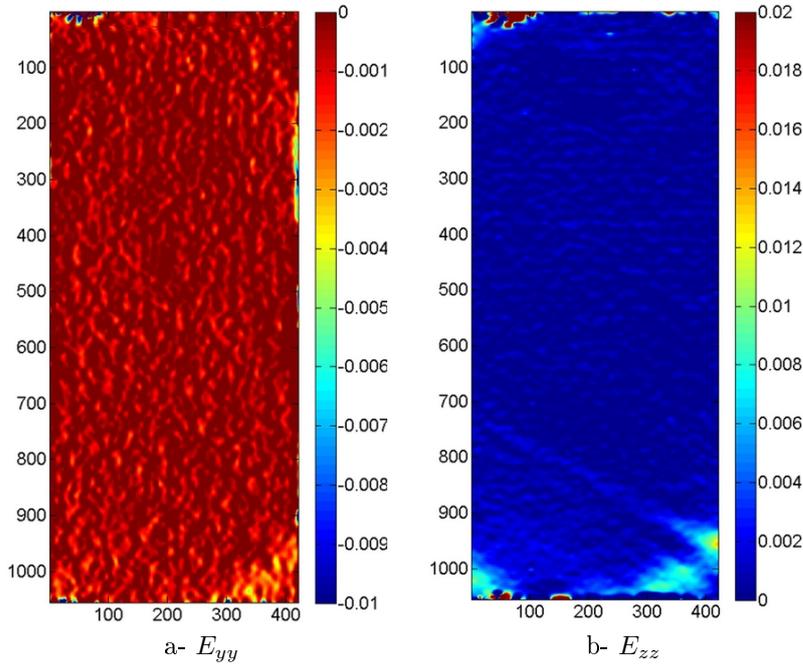
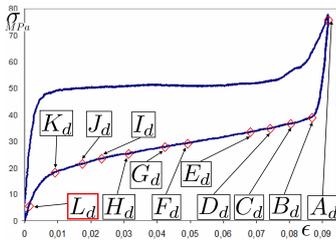


FIGURE 6.6.13 –  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $L_d$

### 6.6.12 Point $L_d$



Le point  $L_d$  est situé au milieu de la zone de déformation élastique de l'austénite. C'est le dernier point de la descente qui fait l'objet d'un commentaire.

Les figures 6.6.13-a et -b présentent respectivement les champs de déformation  $E_{yy}$  et  $E_{zz}$  au point  $L_d$ . Les commentaires suivants peuvent être formulés :

- les échelles correspondant aux cartographies des champs de déformation ont été réduites par rapport à celles des points précédents ;
- les champs de déformation sont quasiment homogènes sur

toute la surface de l'échantillon. Toute la martensite s'est retransformée en austénite, c'est donc que l'échantillon austénitique à température ambiante a retrouvé son état d'origine ;

- le lecteur remarquera cependant que les parties haute et basse de l'échantillon sont, à ce stade de la décharge, certainement encore perturbées par les prises de mors.

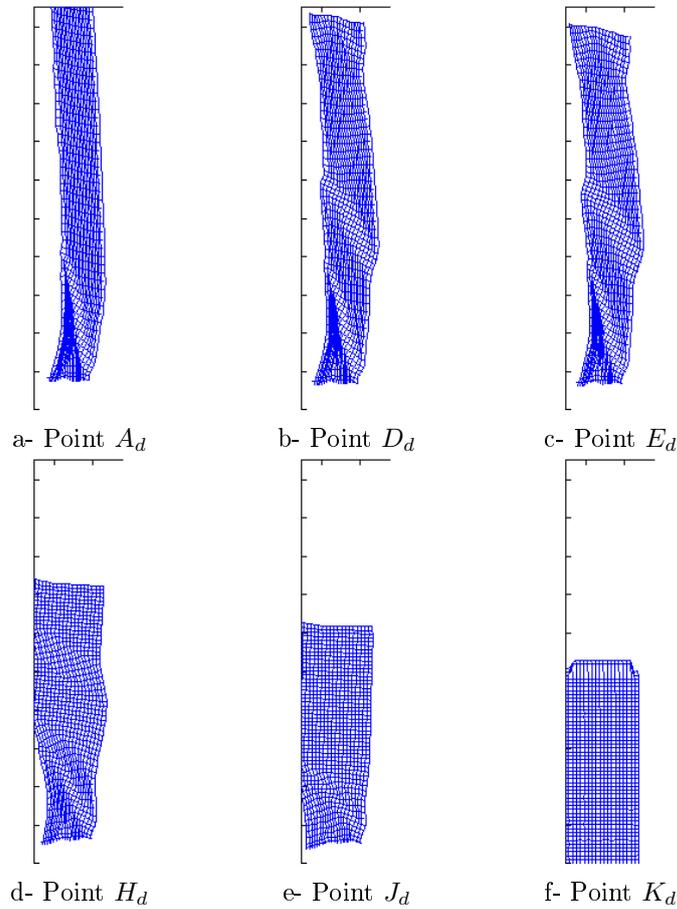


FIGURE 6.6.14 – Représentation schématique des champs de déplacement suivant les axes  $y$  (horizontal) et  $z$  (vertical ascendant) de l'échantillon, lors de la décharge. Les échelles suivant  $y$  et  $z$  ont été volontairement contractées/dilatées.

### 6.6.13 Champs de déplacement

La figure 6.6.14 donne une représentation schématique des champs de déplacement aux points  $A_d$ ,  $D_d$ ,  $E_d$ ,  $H_d$ ,  $J_d$  et  $K_d$ . Sur cette figure, les déplacements suivant les axes  $y$  et  $z$  ont été fortement contractés/dilatés, de façon à ce que la visualisation s'en trouve améliorée. Les points  $A_d$  et  $K_d$  correspondent respectivement au début et à la fin de la descente. Ces derniers ainsi que les points  $D_d$ ,  $E_d$ ,  $H_d$  et  $J_d$  sont ceux qui ont été discutés dans la section précédente. Bien entendu, les singularités observées sur les cartographies des champs de déformation se retrouvent sur celles des champs de déplacement.

## 6.7 Conclusion

Les résultats exposés dans les sections précédentes sont riches d'enseignement. Deux méthodes complémentaires ont été utilisées : la méthode de la grille et le calcul des sources de chaleur. Ces résultats ont été obtenus au cours d'un essai de traction uniaxial quasi-statique :

1. lors de la montée, il a été montré que la transformation austénite-martensite se produisait suivant des bandes de martensite parallèles et disjointes. Ces bandes peuvent se former soit à partir d'un bord de l'éprouvette, soit à partir du centre, et d'une façon quasiment instantanée. Au milieu du plateau de la courbe contrainte/déformation, elles sont toutes composées d'une seule variante de martensite. A la fin de la montée, l'échantillon devenu presque entièrement martensitique laisse apparaître un twinnage dans sa partie supérieure. Le twin le *plus probable* a été identifié comme étant composé des variantes  $U_3$  et  $U_2$ . La partie basse de l'échantillon est composée de zones d'austénite pas encore transformée et de twins de martensite qui sont difficilement identifiables. Cette partie de l'échantillon est certainement très affectée par les conditions aux limites imposées par le mors inférieur au cours de l'essai ;
2. lors de la descente, la transformation inverse se produit d'une façon plus complexe que lors de la montée. En effet, le retour à une déformation nulle se produit par activation de microstructures en forme de X composées de zones austénitiques et de zones de mélange austénite-martensite. Il semblerait que cette transformation (martensite  $\rightarrow$  austénite) se produise par l'intermédiaire de zones où coexistent les deux phases. La transformation austénite  $\rightarrow$  martensite s'opère de façon préférentielle de la droite vers la gauche de l'échantillon alors que la transformation inverse (martensite  $\rightarrow$  austénite) se produit de la gauche vers la droite ;
3. les deux méthodes de mesure de champ utilisées au cours de ce mémoire sont très complémentaires et montrent une bonne cohérence entre les cartographies de champs de déformation et de champs de chaleur. La bonne résolution spatiale de la méthode de la grille permet de détecter de fines microstructures tandis que la thermographie IR permet de discriminer les phases en présence, surtout au cours de la descente.

## Chapitre 7

# Analyse de microstructures martensitiques révélées grâce à de petites oscillations mécaniques

### 7.1 Introduction

Lors d'un changement de phase sous contrainte dans un AMF à température ambiante, les couplages thermomécaniques jouent un rôle important sur la réponse mécanique de l'échantillon. Le changement de phase austénite  $\rightarrow$  martensite produit de la chaleur latente qui contribue à une augmentation globale de la température de l'échantillon. Ce changement de température influe sur la cinétique de transformation puisque cette dernière peut être également pilotée par la température. Les **couplages entre température et changement de phase** ont été étudiés dans le détail dans de nombreuses références [112, 104, 93, 32, 34, 70, 33, 8, 31, 49, 105, 20, 30, 113]. Dans la plupart des matériaux, dont les AMF, il existe un autre type de couplage thermomécanique : le **couplage thermoélastique** (ou **couplage isentropique**). Concrètement, il s'agit du couplage entre la température et la déformation élastique par l'intermédiaire du coefficient de dilatation thermique [117]. Dans le cas d'un chargement cyclique, ce couplage a pour conséquence de relier l'amplitude des oscillations de contrainte à celle des oscillations de température. Ainsi, connaissant les champs de température mesurés à la surface d'un échantillon par thermographie IR, il est possible de pratiquer ce qui est appelé une « *analyse des contraintes thermoélastiques* » (*Thermoelastic Stress Analysis en anglais*). Cette technique d'investigation non destructive a été appliquée sur de nombreux matériaux. En revanche, la littérature présente peu d'exemples concernant les AMF [43, 42].

Dans le but d'étudier les microstructures martensitiques se formant lors d'une transformation de phase sous contrainte, ce chapitre se propose de présenter une **nouvelle approche expérimentale** basée sur la mesure de champs de température. En effet, le chargement mécanique choisi ici (chargement cyclique) va permettre de mettre en évidence des microstructures martensitiques existant dans l'échantillon d'AMF par l'intermédiaire d'un traitement spécifique de la réponse en température. Il est nécessaire de rappeler ici que la seule observation des champs de température ne donne pas une information suffisamment claire<sup>1</sup> sur l'évolution des microstructures martensitiques.

---

1. Ceci est dû au phénomène de diffusion thermique [110].

Ceci justifie la mise en œuvre d'un post-traitement de l'information thermique.

## 7.2 Conditions d'essai

### 7.2.1 Chargement mécanique

Tous les essais ont été réalisés sur la même machine de traction (MTS  $\pm 15$  kN) et à température ambiante ( $T_o = 22 \pm 2$  °C). La procédure de base est également identique pour tous les essais. La figure 7.2.1 schématise cette procédure :

1. **L'étape 1** impose une déformation  $\epsilon_{macro}$ , l'objectif étant de transformer partiellement l'échantillon<sup>2</sup> en martensite. La vitesse de déformation est la même pour tous les essais :  $2 \times 10^{-3} s^{-1}$ . La déformation macroscopique finale est notée  $\epsilon_{macro}$ ; elle diffère selon les essais ;
2. **L'étape 2** correspond à un temps d'attente à déplacement imposé. Cette étape permet à l'échantillon de revenir à température ambiante. En effet, au cours de l'étape précédente, la température de l'échantillon a augmenté du fait de la production de chaleur latente associée au changement de phase. Pour tous les essais, un temps d'attente de 3 mn est fixé afin d'assurer le retour de l'échantillon à l'équilibre thermique ;
3. **A l'étape 3**, un **petit déplacement cyclique** est imposé au mors mobile. Ce déplacement se fait autour de la position atteinte à l'étape 2. La fréquence de chargement ainsi que l'amplitude de déformation sont constantes; elles sont respectivement notées :  $f_L$  et  $\Delta\epsilon_{macro}$ .

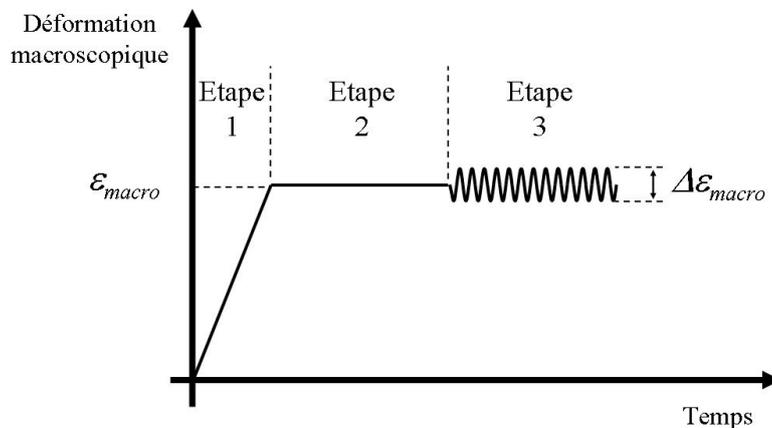


FIGURE 7.2.1 – Procédure de base du chargement.

L'amplitude de  $\Delta\epsilon_{macro}$  a été choisie en tenant compte des deux points suivants :

- elle doit être la plus **grande** possible de façon à observer les effets du couplage thermoélastique. En effet, plus l'amplitude des oscillations de la déformation élastique sont grandes, plus la variation de température due aux couplages thermoélastiques l'est également ;
- elle doit être assez **petite** de façon à n'induire qu'une configuration de microstructure pendant le chargement cyclique.

2. Austénitique à température ambiante et contrainte nulle.

D'une façon générale, la fréquence de chargement  $f_L$  doit être la plus grande possible dans le but de réaliser l'essai au mieux dans des conditions adiabatiques. Enfin, le choix de  $f_L$  et de  $\Delta\epsilon_{macro}$  résulte aussi des limitations physiques de la machine d'essai. Dans la suite, les valeurs numériques de ces deux paramètres seront fournies pour chaque essai considéré.

### 7.2.2 Mesure de la température

Le champ de température a été mesuré à la surface de l'échantillon pendant l'étape 3 (voir figure 7.2.1) du cycle de chargement. Le temps d'intégration utilisé au cours de ces mesures est de 1500  $\mu s$ . La résolution thermique est de 0,02 °C et la fréquence d'acquisition de  $f_a = 436$  Hz. La carte des températures issue de la caméra est constituée de  $80 \times 60$  pixels. La résolution spatiale est de 0,36 mm (elle correspond à la taille d'un pixel). La surface de l'échantillon regardée par la caméra IR a été peinte uniformément avec une peinture noire mate et opaque. Il sera par conséquent considéré que l'émissivité thermique est proche de 1. La peinture est appliquée seulement quelques instants avant l'essai, dans le but de réduire les risques de faïençage au cours de l'essai.

#### [R1]

La fréquence d'acquisition  $f_a = 436$  Hz ne doit pas être un multiple de la fréquence de chargement  $f_L$  qui dans le cas de cet essai sera de 13 Hz. En effet, l'analyse des données thermiques sera faite par l'intermédiaire d'une transformée de Fourier discrète; une fréquence multiple de l'autre perturberait cette analyse.

#### [R2]

Pour un certain nombre de raisons techniques, la mesure de température n'a pas été synchronisée avec le chargement mécanique. Cependant, il faut rappeler que l'objectif de l'étude n'est pas de pratiquer une analyse dynamique classique, mais d'observer des microstructures martensitiques.

## 7.3 Application à un petit chargement cyclique

Le post-traitement des données thermiques est pratiqué pendant la phase de cyclage (étape 3) décrite dans la section 7.2.1. Un certain nombre de considérations doivent être prises en compte dans le cas d'un chargement de ce type :

#### • Conditions adiabatiques

L'essai doit être pratiqué dans des conditions adiabatiques. Pour celà, la fréquence de chargement  $f_L$  doit être suffisamment élevée. L'adiabaticité peut être vérifiée, dans le cas d'un comportement purement thermoélastique, par l'intermédiaire du critère d'adiabaticité suivant [86] :

$$\mu \ll \left( 2 \left| \frac{\sigma}{\Delta\sigma} \right| \right)^{1/2} \quad (7.3.1)$$

dans laquelle  $\Delta$  représente l'opérateur Laplacien et  $\sigma$ , la somme des contraintes principales et  $\mu$  la longueur de diffusion thermique  $\mu$  exprimée en mètres [86] définie par :

$$\mu = \left( \frac{D}{\pi f_L} \right)^{1/2} \quad (7.3.2)$$

Les quantités  $D$  et  $f_L$  représentent respectivement la diffusivité thermique du matériau et la fréquence de chargement. Elles ont pour valeurs :  $D = 4,23 \pm 0,5 \times 10^{-05} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  (voir section 5.6.2) et 13 Hz ; ceci conduit (équation 7.3.2) à une longueur  $\mu \approx 1 \text{ mm}$ . Dans le cas particulier de ces essais réalisés sous contrainte uniaxiale sur un échantillon à section constante, il peut être supposé que le critère 7.3.1 est vérifié. Il est à noter que contrairement aux couplages thermoélastiques [86], il n'existe pas de résultats théoriques similaires concernant d'autres couplages thermomécaniques tels que les transitions de phase par exemple.

- **Couplages thermoélastiques**

Les couplages thermoélastiques conduisent à une oscillation de la température à la même fréquence que celle de la déformation élastique, mais en opposition de phase (équation 5.3.16). Ainsi, la température augmente lorsque le chargement décroît et inversement.

- **Chaleur latente**

Si un changement de phase austénite-martensite (ou martensite-austénite) se produit cycliquement pendant le chargement mécanique, la chaleur latente produite conduit à une oscillation de la température. Il faut préciser que la transformation d'une variante de martensite en une autre ne produit pas de chaleur latente.

- **Dissipation mécanique**

Durant les essais réalisés sous chargement cyclique, le niveau maximum atteint par la contrainte sera tel qu'il n'y a pas de déformation plastique, du moins à l'échelle macroscopique. De plus, les dommages dus à la fatigue ainsi que les frottements internes ne doivent pas contribuer à une augmentation significative de la température, du moins pendant quelques cycles. Par conséquent, il peut être supposé que la dissipation mécanique  $d_1$  durant ces cycles ne participera pas à la variation de température (cependant, ceci n'empêche pas qu'elle contribue à l'hystérésis mécanique dans le plan contrainte-déformation, [35, 93, 31]).

- **Température**

La température est exprimée en Kelvin (équation 7.3.3). Pendant la partie cyclage de l'essai, l'amplitude de la variation de température est de l'ordre de un degré ; par conséquent, dans cette équation,  $T$  pourra être considérée comme égale à la température ambiante  $T_0$ .

- **Sources de chaleur extérieures**

Les sources de chaleur externes par rayonnement sont considérées comme petites et constantes dans le temps. En effet, cette hypothèse est réaliste pour au moins deux raisons :

- au cours de l'essai, l'échantillon a été entouré de protections. Une fenêtre rectangulaire a été aménagée dans la protection se trouvant entre la face avant de l'échantillon et la caméra IR ;
- les variations de température à l'intérieur de l'échantillon restent petites.

Elles seront par conséquent négligées dans le cadre de cet essai.

### Remarque au sujet des couplages thermoélastiques

Un essai réalisé dans des conditions adiabatiques permet de négliger le terme de diffusion ( $-D\Delta T$ ) de l'équation de la chaleur. Ainsi, l'intégration de l'équation 5.3.24 sur un demi-cycle conduit à :

$$\Delta T = \frac{T_0}{\rho C} \Delta \left( \tilde{A}\underline{\alpha} : \underline{\epsilon}^{el} \right) \quad (7.3.3)$$

dans laquelle  $\Delta T$  représente l'amplitude des oscillations de température et  $\Delta \left( \tilde{A}\underline{\alpha} : \underline{\epsilon}^{el} \right)$  l'amplitude du terme  $\left( \tilde{A}\underline{\alpha} : \underline{\epsilon}^{el} \right)$ . Comme en outre  $\underline{\epsilon}^{el} = \tilde{A}^{-1}\underline{\sigma}$ , il vient :

$$\Delta T = \frac{T_0}{\rho C} \Delta \left( \tilde{A}\underline{\alpha} : \tilde{A}^{-1}\underline{\sigma} \right) \quad (7.3.4)$$

Si de plus, l'état de contrainte est uniaxial suivant la direction  $z$ , le rapport entre l'amplitude des températures  $\Delta T$  et l'amplitude de la contrainte longitudinale  $\Delta\sigma_{macro}$  s'écrit :

$$\frac{\Delta T}{\Delta\sigma_{macro}} = \frac{T_0}{\rho C} \tilde{A}\underline{\alpha} : \left( \tilde{A}^{-1}z \otimes z \right) \quad (7.3.5)$$

où «  $\otimes$  » représente le produit tensoriel tel que :  $[a \otimes b]_{ij} = a_i b_j$ .

Ce rapport dépend de paramètres matériaux tels que :  $\rho, C, \tilde{A}$  et  $\underline{\alpha}$ . Il dépend en outre des propriétés anisotropiques du matériau. En utilisant les données relatives à l'austénite, consignées dans le tableau 5.1, l'application numérique de  $\Delta T / \Delta\sigma_{macro}$  donne 0,0016 °C/MPa. Du fait d'un manque de données disponibles dans la littérature, ce calcul ne peut pas être réalisé pour la martensite. Cependant, on peut s'attendre à un ordre de grandeur similaire.

## 7.4 Calcul des sources de chaleur

Le calcul des sources de chaleur est réalisé à partir de l'équation de la chaleur 2D (éq. 5.3.24). Cette équation ainsi que la méthode de résolution utilisée dans le cadre de ces essais sont détaillées dans la section 5.6.2. Il faut cependant rappeler que dans l'équation de la chaleur (éq. 5.3.24),  $\theta$  représente la variation de température entre la température de référence  $T_{ref}(y, z)$  mesurée lors du retour à l'équilibre thermique de l'échantillon (fin de l'étape 2, voir figure 7.2.1) et la température courante  $T(y, z, t)$ . Il est à noter que  $T_{ref}(y, z) \approx T_0$  ( $T_0$  : température ambiante). En fait, la faible différence entre ces deux températures vient du fait que le mors supérieur de la machine de traction est légèrement plus chaud que le mors inférieur.

Concernant les unités, il faut également rappeler que les sources de chaleur sont habituellement exprimées en  $W.m^{-3}$ . Pour ce travail et pour des raisons pratiques, tous les termes de l'équation de la chaleur seront divisés par la quantité  $\rho C$ . Le membre de gauche de l'équation de la chaleur ne contient par conséquent qu'un seul paramètre matériau : la diffusivité  $D$ . De ce fait, les sources de chaleur seront exprimées en  $^{\circ}C.s^{-1}$ , comme dans le chapitre précédent.

## 7.5 Résultats expérimentaux

### 7.5.1 Réponse mécanique

Dans le but d'illustrer la réponse de l'échantillon à un déplacement cyclique, deux essais préliminaires sont présentés. Le premier est un essai non-isotherme, le deuxième, un essai isotherme. Ils sont interrompus au milieu du plateau de transformation austénite/martensite. Le caractère non isotherme est obtenu pour une vitesse de déformation rapide ( $\pm 10^{-2} s^{-1}$ ) et une fréquence élevée (13 Hz). Le caractère isotherme est obtenu, quant à lui, pour une vitesse de déformation lente ( $\pm 2 \times 10^{-5} s^{-1}$ ) et une fréquence faible (0,008 Hz). La figure 7.5.1-a montre la courbe contrainte-déformation obtenue lors de ces deux essais. Le chargement consiste tout d'abord en un déplacement imposé du mors mobile, dans le but de transformer partiellement l'austénite en martensite. Il se poursuit par un temps d'attente à déplacement imposé (uniquement dans le cas de l'essai non isotherme) pour permettre à l'échantillon un retour à température ambiante, la contrainte décroît en même temps que la température. Enfin, pour les deux essais, une oscillation autour du déplacement moyen obtenu précédemment est appliquée à l'échantillon.

Pour les deux essais, l'amplitude de déformation imposée pendant le chargement cyclique est sensiblement la même :  $\Delta \epsilon_{macro} \approx 0,2\%$  ; seule la fréquence de chargement diffère. L'amplitude de la contrainte  $\Delta \sigma_{macro}$  est mesurée pendant la partie cyclique de l'essai. Deux commentaires peuvent être formulés :

- dans le cas de l'essai non isotherme, le retour à la température ambiante conduit la contrainte  $\Delta \sigma_{macro}$  à coïncider pratiquement avec celle de l'essai isotherme. La figure 7.5.1-a illustre ce commentaire. Ce phénomène est détaillé et modélisé dans la référence [9] ;
- la figure 7.5.1-b met en évidence les boucles internes obtenues lors de la partie cyclage de l'essai. Bien que l'amplitude de déformation  $\Delta \epsilon_{macro}$  imposée soit légèrement plus grande pour la fréquence de 13 Hz que pour celle de 0,008 Hz, les rapports moyens  $\Delta \sigma_{macro} / \Delta \epsilon_{macro}$  sont sensiblement les mêmes. Ils ont une valeur de l'ordre de 3,5 GPa pour les deux essais. Cette très faible valeur de raideur est une propriété d'amortissement caractéristique des AMF.

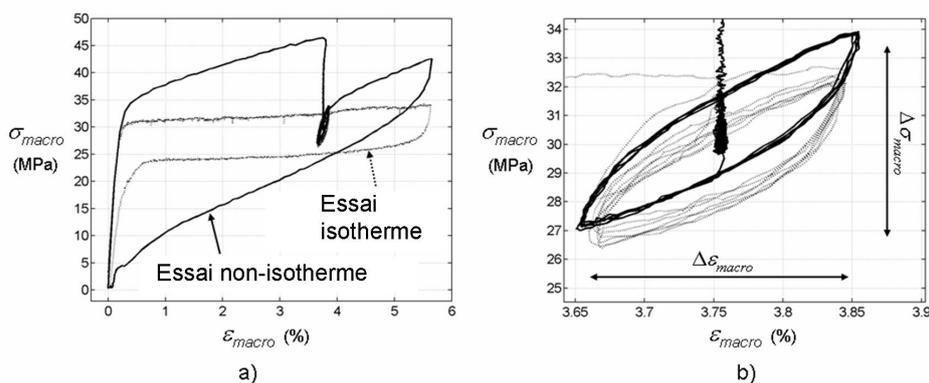


FIGURE 7.5.1 – Tests préliminaires. a) Comparaison entre un essai isotherme et non isotherme. b) Zoom sur la partie cyclage des deux essais. Les lignes gris clair et foncé se rapportent respectivement à l'essai isotherme et non isotherme.

### 7.5.2 Réponse thermique

Dans ce qui va suivre, c'est la réponse thermique d'un essai non-isotherme qui sera analysée. Cette dernière sera conduite pour l'étape 3 (voir figure 7.2.1) du chargement cyclique.

#### a) Remarques préliminaires

La figure 7.5.2-a présente trois cartographies différentes d'amplitudes de températures  $\Delta T$  obtenues pour des conditions de chargement identiques. Entre ces trois essais, l'échantillon a été démonté d'entre les mors puis replacé avec soin dans une position identique. De même, la pression exercée par les mors de la machine de traction sur les talons de l'échantillon est identique d'un essai à l'autre. Bien que ces trois cartographies correspondent au même état de déformation macroscopique (même valeur de  $\epsilon_{macro}$ ), il apparaît que les champs des amplitudes de température à la surface de l'échantillon sont très différents. Il se pose alors légitimement, la question de la reproductibilité de la réponse thermique de l'échantillon. Ces différences entre les réponses locales peuvent être en partie expliquées par la façon de positionner l'échantillon dans les mors de la machine de traction. Pour illustrer ce propos, la figure 7.5.2-b met en évidence l'influence d'un défaut volontaire d'alignement entre l'axe  $z$  de l'échantillon et la direction de traction. Cette figure montre sans ambiguïté qu'un défaut d'alignement altère fortement la cartographie des amplitudes de températures. Par conséquent, dans la suite de ce document, le lecteur ne s'étonnera pas de voir des champs de température différents en fonction de l'essai présenté.

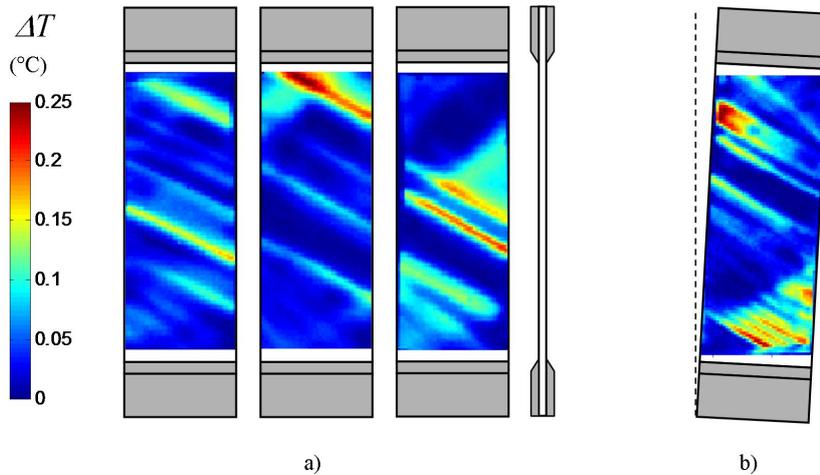


FIGURE 7.5.2 – Reproductibilité de la réponse thermique. a) Conditions de chargement identiques :  $\epsilon_{macro} = 3,8\%$ ,  $\Delta\epsilon_{macro} = 0,0038\%$ ,  $f_L = 13$  Hz. b) Influence d'un défaut d'alignement.

#### b) Evolution des sources de chaleur

La figure 7.5.3 représente l'évolution des sources de chaleur pendant l'étape 3 du cycle de chargement. Ce calcul de sources a été réalisé pour les conditions suivantes :  $\epsilon_{macro} = 3,85\%$ ,  $\Delta\epsilon_{macro} = 0,192\%$ ,  $f_L = 13$  Hz. L'intervalle de temps entre deux images successives est de  $1/436$  s, ce qui correspond à une fréquence d'acquisition  $f_a$  de 436 Hz. Par conséquent, un cycle mécanique

complet est représenté par 33 images successives. Les cartographies de sources de chaleur de la figure 7.5.3 correspondent à un peu plus d'un cycle mécanique. A ce stade de la présentation des sources de chaleur, il est important de donner des clés de décryptage des cartographies de la figure 7.5.3 :

- des effets de bords parasites matérialisés par une ligne rouge apparaissent sur le côté gauche de l'échantillon. Ils ne doivent pas être pris en compte pour l'analyse;
- le champ de source, lorsqu'il est quasiment nul, est représenté en vert. S'il est non nul, il est représenté en rouge (sources de chaleur positives) ou en bleu (sources de chaleur négatives);
- les sources de chaleur positives correspondent à une production de chaleur latente c'est à dire à une transformation de phase austénite  $\rightarrow$  martensite;
- les sources de chaleur négatives correspondent à une absorption de chaleur latente c'est à dire à une transformation de phase martensite  $\rightarrow$  austénite.

Au cours du chargement, les sources positives et négatives apparaissent successivement aux mêmes endroits. Il peut être déduit des observations que la transformation cyclique austénite  $\leftrightarrow$  martensite se produit à la même fréquence que celle du chargement.

D'un point de vue général, les zones de transformation se présentent sous la forme de bandes étroites. Les champs de sources sont composés principalement de bande parallèles, inclinées suivant un angle mesuré par rapport à l'axe  $y$  de l'échantillon ( $27^\circ \pm 2$ ). Ce dernier doit être comparé à ceux mesurés et calculés dans les sections 6.4.2. Cette comparaison montre sans ambiguïté que ces bandes sont reliées aux plans d'habitat, c'est à dire des interfaces austénite-martensite. Dans la partie basse et gauche de l'échantillon, le lecteur remarquera deux bandes ayant des orientations différentes (voir figure 7.5.3). Cette différence d'inclinaisons peut s'expliquer par un état de contraintes plus complexe dû à la prise de mors. Ceci a déjà été observé et discuté dans le chapitre précédent, section 6.4.3.

Deux zones identifiées sur la figure 7.5.3 par les lettres **T** et **Z** méritent des commentaires spécifiques.

**Zone T** : elle est de forme triangulaire et composée de bandes très proches les unes des autres. Ceci est visible même si la résolution spatiale est insuffisante sur certaines images. Les bandes contenues dans cette zone ne traversent pas toute la largeur de l'échantillon. Dans la section suivante concernant cette zone d'autres commentaires seront proposés.

**Zone Z** : elle est localisée entre deux bandes très marquées. Le champ de source étant assez bruité, le lecteur observera plus particulièrement les zones indiquées par une flèche :

- l'intérieur de la zone **Z** est de couleur légèrement bleue (sources de chaleur négatives) lorsque ses deux frontières sont rouges (sources de chaleur positives);
- à l'inverse, l'intérieur de la zone **Z** est de couleur légèrement rouge (sources de chaleur positives) lorsque ses deux frontières sont bleues (sources de chaleur négatives).

Ces observations sont d'ailleurs confirmées par la figure 7.5.4. Cette dernière présente l'évolution des sources de chaleur en fonction du temps pour deux zones de l'échantillon : à la frontière et à l'intérieur de la zone **Z**. Tout d'abord, cette figure confirme le fait que les sources de chaleur oscillent à la même fréquence que le chargement ( $13Hz$ ); ensuite, les sources situées à l'intérieur de la zone **Z** oscillent en opposition de phase avec celles situées à la frontière.

Ces observations conduisent à distinguer **deux phénomènes** se produisant dans l'échantillon : **transformation de phase** et **couplage thermoélastique**. En effet, le signe « - » présent dans le second membre (5.3.16) de l'équation de diffusion de la chaleur indique que les termes de couplages thermoélastiques oscillent en opposition de phase avec la déformation élastique et le chargement.

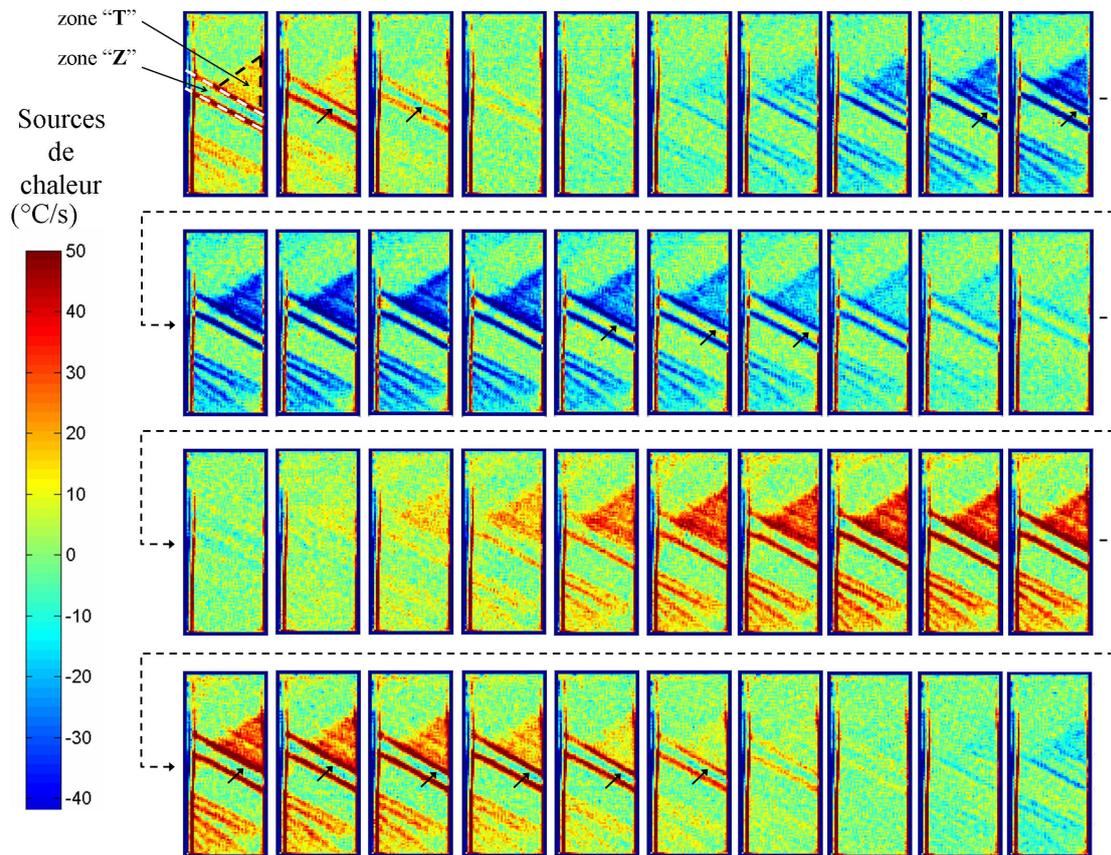


FIGURE 7.5.3 – Evolution des sources de chaleur pour  $\epsilon_{macro} = 3,85\%$ ,  $\Delta\epsilon_{macro} = 0,192\%$ ,  $f_L = 13$  Hz. L'intervalle de temps entre deux images successives est de  $1/436$  s.

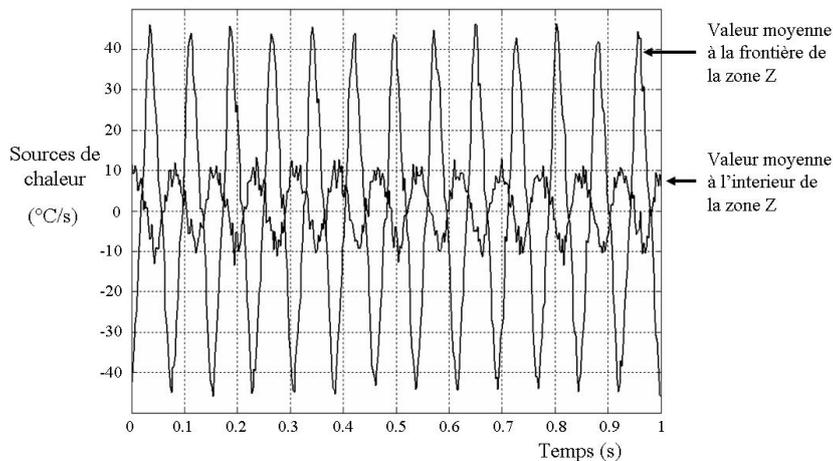


FIGURE 7.5.4 – Evolution des sources de chaleur en fonction du temps pour deux zones de l'échantillon ( $\epsilon_{macro} = 3,85\%$ ,  $\Delta\epsilon_{macro} = 0,192\%$ ,  $f_L = 13$  Hz) : à la frontière et à l'intérieur de la zone **Z**.

Au contraire, la chaleur latente oscille *globalement* en phase avec le chargement. *Globalement*, car il est possible qu'il y ait un léger déphasage, caractéristique des propriétés amortissantes des AMF [124].

Pour terminer l'identification de la zone **Z**, il est intéressant de rappeler deux points :

- la zone **T**, située juste au-dessus de la zone **Z** est composée d'un mélange d'austénite et de martensite. Cette dernière se présente sous la forme d'aiguilles non traversantes ;
- les deux lignes bordant la zone **Z** peuvent être considérées comme des plans d'habitat dont les mouvements cycliques induisent une production ou une absorption de chaleur latente.

A partir des deux points précédemment exposés, il peut être déduit que la zone **Z** est entièrement constituée de martensite. Les sources de chaleur à l'intérieur de la zone **Z** correspondent alors au couplage thermoélastique dans la martensite.

### c) Influence de l'amplitude de la contrainte macroscopique

La figure 7.5.5-a montre l'amplitude des oscillations de température  $\Delta T$  en fonction de l'amplitude de contrainte  $\Delta\sigma_{macro}$  pour sept points matériels appartenant à l'échantillon (voir figure 7.5.5-b). En pratique, les différentes valeurs de l'amplitude des contraintes  $\Delta\sigma_{macro}$  sont obtenues en faisant varier l'amplitude des déformations  $\Delta\epsilon_{macro}$  à l'étape 2 du chargement. Il faut noter que la cartographie du champ de l'amplitude des températures  $\Delta T$  normalisé par l'amplitude des contraintes  $\Delta\sigma_{macro}$  représentée sur la figure 7.5.5-b, a une résolution spatiale moins bonne que la cartographie des sources de chaleur représentée sur la figure 7.5.3. Pour s'en convaincre, il suffit de comparer les parties basses de l'échantillon entre les figures 7.5.3 et 7.5.5-b.

Avec la résolution thermique de la caméra IR de quelques centièmes de degré et grâce au traitement numérique du signal thermique par transformée de Fourier discrète, la résolution de l'amplitude des températures est de l'ordre de quelques millièmes de degré. En normalisant l'amplitude des températures par l'amplitude des contraintes macroscopiques, la résolution du rapport

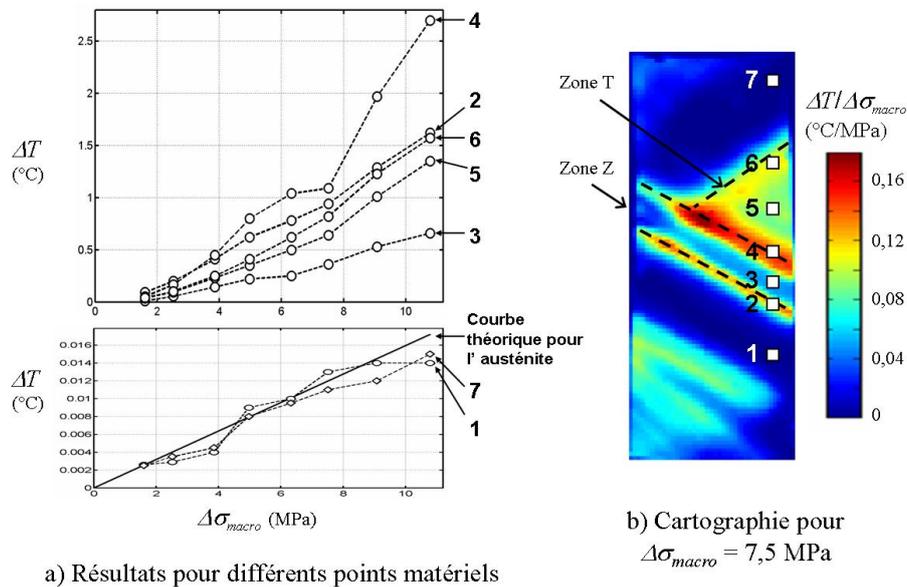


FIGURE 7.5.5 – Amplitude de température  $\Delta T$  en fonction de l'amplitude de contrainte  $\Delta\sigma_{macro}$ , pour  $\epsilon_{macro} = 3,85\%$  et  $f_L = 13$  Hz.

$\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  sera donc suffisante pour permettre de proposer des hypothèses concernant les couplages thermoélastiques dans l'échantillon (le rapport  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  est estimé à  $0,0016$  °C/MPa pour l'austénite, voir pour cela la section 7.3).

Quelques commentaires peuvent être formulés concernant la figure 7.5.5-a :

- les réponses thermiques pour les points 1 et 7 sont similaires. Les courbes sont sensiblement linéaires et le rapport moyen  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  est de  $0,0014$  °C/MPa. Cette valeur est du même ordre de grandeur que celle correspondant au couplage thermoélastique théorique dans l'austénite ( $0,0016$  °C/MPa) ;
- le point 3 se trouve à l'intérieur de la zone Z. Le rapport  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  mesuré est égal à  $0,05$  °C/MPa. Cette valeur est plus grande que la valeur théorique correspondant au couplage thermoélastique de l'austénite. Dans la section précédente, l'analyse des sources de chaleur avait conduit à considérer que la zone Z était entièrement martensitique. Bien que le couplage thermoélastique dans la martensite ne puisse pas être évalué théoriquement, il pouvait être supposé qu'il soit du même ordre de grandeur que celui de l'austénite. A ce stade de la description, une hypothèse peut être formulée. La courbe relative au point 3 (voir figure 7.5.5-a) est sensiblement linéaire ; par conséquent le rapport  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  mesure clairement le couplage thermoélastique d'une variante de martensite dans la zone Z. Dans cette zone, le couplage thermoélastique est **35 fois plus grand** que dans l'austénite. Contre toute attente, les couplages thermoélastiques dans l'austénite et la martensite sont donc assez différents. Cette dernière remarque pourrait être expliquée tout d'abord par le fait que la martensite est fortement anisotrope et ensuite par le fait que seule l'amplitude des contraintes uniaxiales  $\Delta\sigma_{macro}$  est prise en compte. Or, les contraintes réelles ne sont certainement pas parfaitement uniaxiales et leurs valeurs éloignées (localement) de la contrainte macroscopique ;
- les autres points matériels possèdent des rapports  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  plus grands. Ces derniers ne

peuvent pas être attribués aux seuls couplages thermoélastiques. En outre, les courbes  $\Delta T$  fonction de  $\Delta\sigma_{macro}$  ne sont pas linéaires et la droite d'ajustement linéaire pour un point donné ne passe pas par l'origine de repère. Dans les zones correspondant à ces points, la chaleur latente a certainement une grosse influence. Cela signifie que dans ces zones il y a des interfaces austénite/martensite; pendant un cycle de chargement, le mouvement de ces interfaces conduit à une production/absorption de chaleur latente. Le point 5, qui se trouve à l'intérieur de la zone triangulaire notée 'T', possède un rapport  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  plus petit que celui des points 4 et 6 (ces derniers sont à la frontière de la la zone 'T').

Dans la section suivante, ces observations feront l'objet d'une interprétation en termes de microstructures.

#### d) Proposition d'interprétation en termes de microstructures

Dans cette section, la réponse thermique dans la zone triangulaire T sera utilisée pour en déduire une microstructure. Le passage d'une activité thermique à une microstructure s'effectue par l'intermédiaire de la production/absorption cyclique de chaleur latente, c'est-à-dire du mouvement cyclique des interfaces austénite/martensite. La figure 7.5.6-a distingue plusieurs zones à la surface de l'échantillon. La distinction est obtenue en fonction du niveau de l'activité thermique. Une échelle arbitraire de quatre couleurs a été choisie :

- dans la **zone blanche**, il n'y a aucun mouvement des interfaces austénite/martensite. C'est une zone purement austénitique ou martensitique;
- les trois **zones grises** distinguent différents niveaux d'activité thermique liée au mouvement cyclique des interfaces austénite/martensite. A l'intérieur de la zone triangulaire, le lecteur remarquera l'existence d'une activité thermique faible (notée « petit mouvement » sur la figure 7.5.6-a).

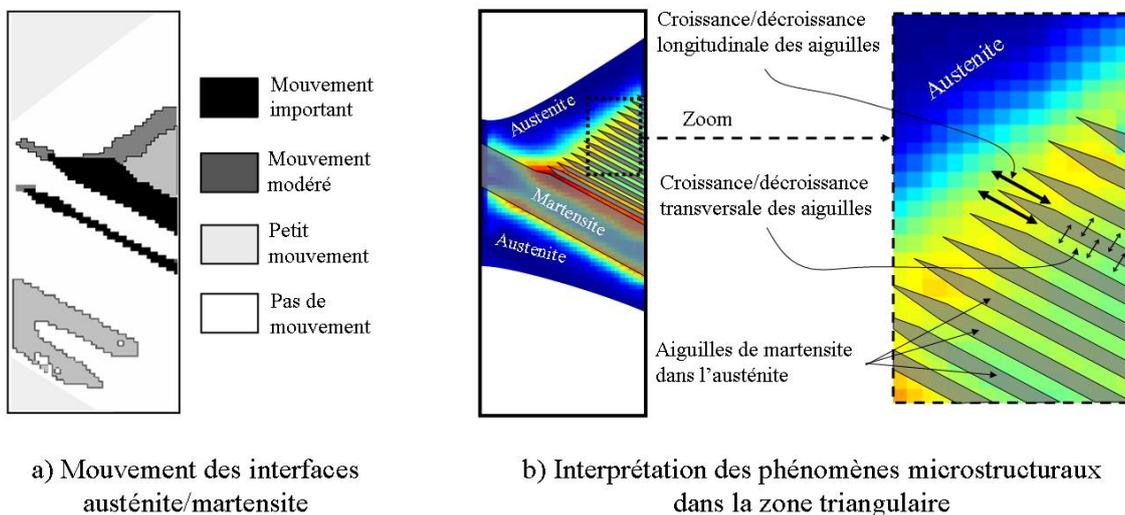


FIGURE 7.5.6 – Interprétation en termes de microstructure pendant un cycle de chargement, pour  $\epsilon_{macro} = 3,85\%$ ,  $\Delta\epsilon_{macro} = 0,192\%$  et  $f_L = 13$  Hz.

La figure 7.5.6-b permet d'avancer un peu plus dans l'interprétation de l'activité thermique. Il faut rappeler ici que l'intérieur de la zone T est composée d'aiguilles de martensite très proches

les unes des autres, contenues dans l'austénite. Ces aiguilles ont une inclinaison par rapport à la direction  $z$  de l'échantillon correspondant globalement à celle du plan d'habitat calculé dans la section 6.3 et observée dans d'autres zones de l'échantillon. Il peut être supposé que ces aiguilles ont deux modes de croissance : longitudinal et transversal. Cette supposition peut permettre d'expliquer les différences d'activité thermique dans la zone triangulaire. Le zoom représenté sur la figure 7.5.6-b illustre cette interprétation. En effet, durant le petit chargement cyclique, il se produit un mouvement longitudinal des interfaces austénite/martensite à la pointe des aiguilles de martensite, ce qui a pour conséquence de créer une activité thermique intense (voir par exemple le point 6 de la figure 7.5.5-b). Le mouvement latéral des interfaces austénite/martensite crée une activité thermique plus faible.

Ce résultat fournit des informations sur la façon dont la martensite croît dans l'austénite. Tout d'abord, la croissance se produit à la fois dans les directions longitudinale et transversale. Ensuite, le mouvement des interfaces est plus important suivant la direction longitudinale des aiguilles de martensite que dans la direction transversale. Ainsi, la différence de couleur (vert et jaune) observée sur le zoom de la figure 7.5.6-b peut être expliquée.

#### e) Evolution de la réponse thermique en fonction de la déformation macroscopique

L'objectif est maintenant d'observer l'évolution des microstructures martensitiques en fonction de la déformation macroscopique  $\epsilon_{macro}$ . La figure 7.5.7 décrit les différentes étapes de l'essai qui vont permettre de mettre en évidence cette évolution :

- à l'**étape 1**, une déformation  $\epsilon_{macro}$  est appliquée à l'échantillon ;
- l'**étape 2** consiste en un temps d'attente qui va permettre à l'échantillon de revenir à température ambiante ;
- un petit chargement cyclique est appliqué à l'**étape 3**. Pour cette étape, les mêmes fréquences de chargement  $f_L = 13$  Hz et amplitude de déformation  $\Delta\epsilon_{macro} = 0,192\%$  sont appliquées.

L'essai est arrêté lorsque l'échantillon est quasi martensitique c'est à dire lorsque la pente de la courbe contrainte/déformation à l'étape 1 approche la valeur du module d'Young de la martensite. Pour terminer, l'échantillon est ramené à contrainte nulle.

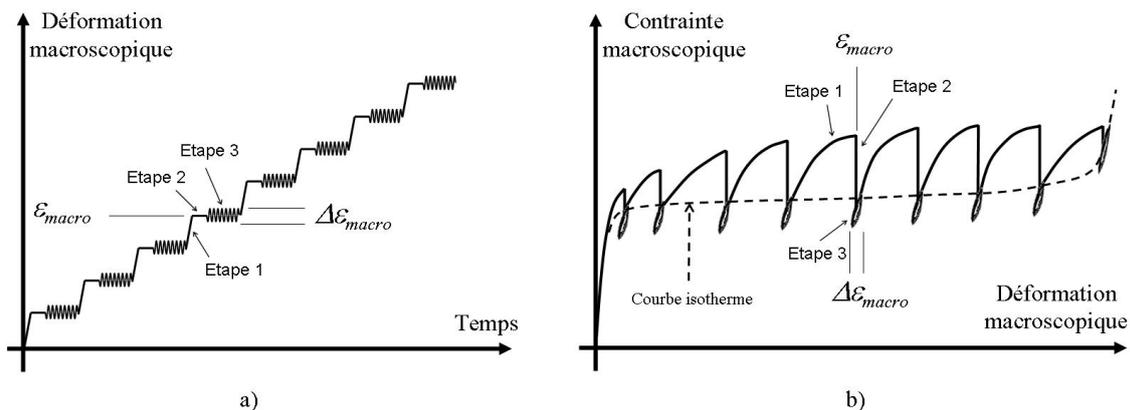


FIGURE 7.5.7 – Représentation schématique du chargement mécanique. a) Evolution de la déformation macroscopique en fonction du temps. b) Courbe macroscopique contrainte/déformation.

La figure 7.5.8 présente un certain nombre de cartographies du rapport  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  en fonction de la déformation macroscopique  $\epsilon_{macro}$ . La figure 7.5.9 quant à elle, compare les cartographies du rapport  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  et les sources de chaleur pour trois valeurs données de la déformation macroscopique  $\epsilon_{macro}$ . Le lecteur notera encore une fois que la cartographie des champs de sources de chaleur est plus facile à interpréter (elle est plus claire et plus contrastée) que celle du rapport  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$ .

A partir de ces figures (7.5.8 et 7.5.9), les analyses suivantes peuvent être formulées :

1. lorsque l'échantillon est austénitique, ou quasiment austénitique, c'est-à-dire lorsque  $\epsilon_{macro} < 0,4\%$ , le champ de  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  est de l'ordre de  $0,0014\text{ }^\circ\text{C}/\text{MPa}$ . Cette valeur est clairement relative au couplage thermoélastique dans l'austénite. Le champ de  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  présente des hétérogénéités localisées principalement sur le bas de l'échantillon pour  $\epsilon_{macro} = 0,15\%$  et  $0,19\%$ ; ainsi que dans la partie centrale pour  $\epsilon_{macro} = 0,38\%$ . Certaines de ces hétérogénéités se présentent sous forme de bandes étroites : elles peuvent être interprétées comme étant des aiguilles de martensite dans l'austénite. Elles apparaissent aux extrémités de l'échantillon; la prise de mors est certainement à l'origine de ce phénomène;
2. sur le plateau de la courbe contrainte/déformation, à partir de  $\epsilon_{macro} > 0,4\%$ , le champ de  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  présente de très fortes concentrations à la surface de l'échantillon. Elles ont la forme de bandes et la plupart sont parallèles. Une observation attentive de la figure 7.5.9 permet d'apporter des informations complémentaires. Pour  $\epsilon_{macro} = 0,96\%$ , des aiguilles de martensite non traversantes sont observables dans la partie droite et basse de l'échantillon. Pour  $\epsilon_{macro} = 3,85\%$  de nombreuses et fines bandes de sources de chaleur, très rapprochées, sont observées sur toute la surface de l'échantillon et plus particulièrement sur la partie supérieure. Ceci montre que l'échantillon est traversé par de nombreuses et fines zones de martensite;
3. lorsque l'échantillon est proche de l'état purement martensitique, aux alentours de  $\epsilon_{macro} = 7,70\%$ , les hétérogénéités de  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  décroissent aussi bien en nombre qu'en intensité. Seule la partie supérieure de l'échantillon présente encore une forte concentration. Le champ de sources de chaleur correspondant (voir figure 7.5.9) montre que quelques zones de chaleur latente (sous forme de bandes) existent encore dans l'échantillon. Le rapport  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro}$  dans la zone martensitique est de l'ordre de  $0,004\text{ }^\circ\text{C}/\text{MPa}$ , ce qui représente une valeur trois fois plus grande que dans la zone austénitique.

#### f) Comparaison entre le champ des amplitudes de température $\Delta T$ et le champ de déformation $\epsilon_{zz}$

La figure 7.5.10 propose une comparaison entre le champ des amplitudes de température  $\Delta T$ , le champ de sources de chaleur et le champ de déformation  $\epsilon_{zz}$  maximum pour une déformation macroscopique donnée ( $\epsilon_{macro} = 0,96\%$ ). Pour plus de précision concernant la mesure de ce dernier, le lecteur pourra se reporter aux sections 5.6 et 5.6.3 de ce mémoire.

La figure 7.5.10 établit d'une façon très claire la correspondance entre le champ des amplitudes de température, le champ des sources de chaleur et le champ de déformation. A partir des informations fournies par le champ de déformation, les deux cartographies relatives aux températures et aux sources de chaleur permettent d'identifier deux microstructures : un plan d'habitat et une zone contenant des aiguilles de martensite. Cette figure inspire deux commentaires :

- la résolution spatiale de la cartographie du champ de déformation est meilleure que celle du champ de sources de chaleur. Les aiguilles de martensite contenues dans l'austénite peuvent

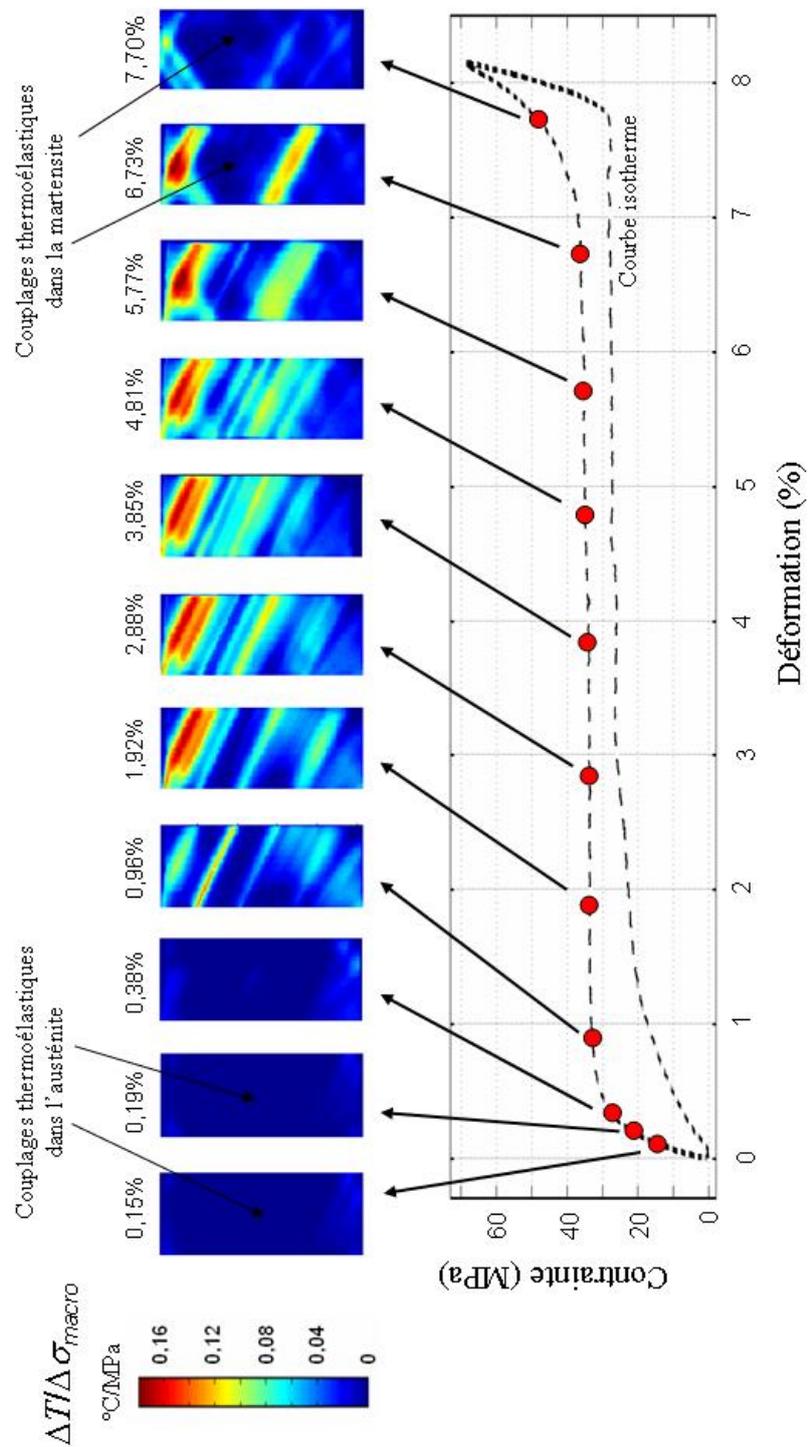


FIGURE 7.5.8 – Cartographies représentant le rapport entre l'amplitude des températures  $\Delta T$  et l'amplitude des contraintes  $\Delta \sigma_{macro}$  en fonction de  $\epsilon_{macro}$  donné.

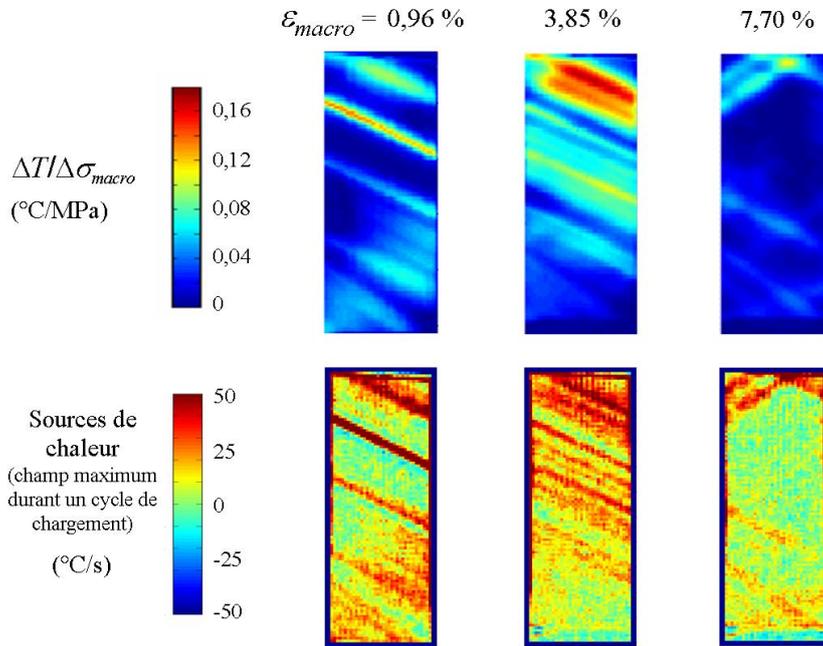


FIGURE 7.5.9 – Comparaison entre les cartographies du rapport  $\Delta T / \Delta \sigma_{macro}$  et celles des sources de chaleur pour trois déformations macroscopiques  $\epsilon_{macro}$  données. Les champs de sources de chaleur choisis correspondent au champ maximum pendant le chargement cyclique.

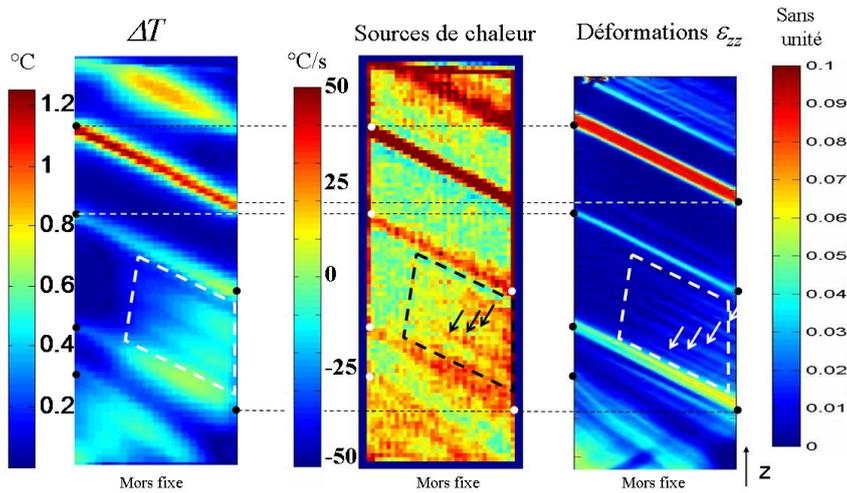


FIGURE 7.5.10 – Comparaison entre le champ des amplitudes de température  $\Delta T$ , le champ de sources de chaleur et le champ de déformation pour  $\epsilon_{macro} = 0,96 \%$ ,  $\Delta \epsilon_{macro} = 0,192 \%$  et  $f_L = 13 \text{ Hz}$ .

- être identifiées sans aucune ambiguïté sur la cartographie du champ de déformation. Les fronts de transformation entre austénite et aiguilles de martensite sont visibles sur la cartographie des sources de chaleur. Par contre, la cartographie des amplitudes de température ne permet pas d'être aussi catégorique. Elle révèle toutefois une zone d'activité thermique d'une intensité moyenne qui peut être interprétée comme des mouvements d'interfaces austénite/martensite ;
- la zone rouge du champ de déformation située dans la partie supérieure de l'échantillon, correspond à une bande de martensite, séparée de l'austénite (bleu foncé) par deux plans d'habitat. Les niveaux élevés de température sur la cartographie du champ des amplitudes de température correspondent à des plans d'habitat c'est-à-dire des interfaces entre austénite et martensite.

### 7.5.3 Etude complémentaire : influence de la fréquence de chargement

Des commentaires complémentaires peuvent être formulés au sujet de l'influence de la fréquence de chargement sur la réponse thermique de l'échantillon. La figure 7.5.11 présente plusieurs cartographies d'amplitude de température obtenues pour des fréquences de chargement différentes. Ces différentes fréquences ont été appliquées successivement, au cours d'un même chargement mécanique, de la plus petite à la plus grande : de 13 Hz à 51 Hz.

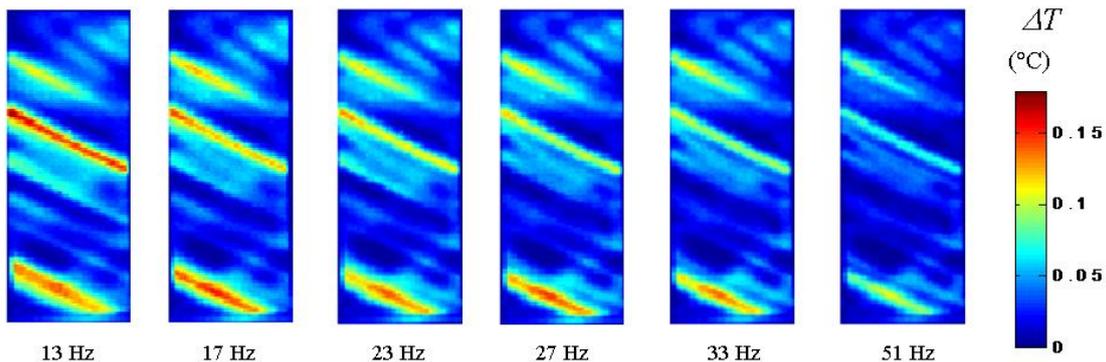


FIGURE 7.5.11 – Influence de la fréquence de chargement  $f_L$  sur le champ des amplitudes de température  $\Delta T$ , pour  $\epsilon_{macro} = 3,79\%$  et  $\Delta\epsilon_{macro} = 0,038\%$ .

Les deux commentaires suivants sont inspirés par la figure 7.5.11 :

- toutes les cartographies présentent le même motif. Il s'agit d'une succession de bandes inclinées situées aux mêmes endroits de l'échantillon ;
- l'amplitude des températures décroît sensiblement lorsque la fréquence de chargement augmente.

Ce dernier commentaire ne peut pas trouver d'explication en ne considérant que les seuls couplages thermoélastiques. En effet, lorsque la fréquence de chargement augmente, dans le cas d'un comportement purement thermoélastique, l'oscillation de l'amplitude des températures augmente jusqu'à une valeur asymptotique donnée par l'équation 7.3.3. Dans le cas d'un changement de phase avec production/absorption de chaleur latente, la figure 7.5.8 montre que la situation n'est pas si simple. Les arguments suivants peuvent illustrer le fait qu'un couplage plus subtil existe dans les monocristaux d'AMF :

1. d'une part, il est attendu qu'une augmentation de vitesse de déformation macroscopique entraîne une augmentation de l'amplitude des températures. Cette dernière augmentation est due à une augmentation du taux de chaleur latente;
2. d'autre part, un changement local de température a une influence directe sur la cinétique de transformation de phase. Une augmentation/diminution de température va réduire la fraction volumique de martensite/austénite, et donc la production/absorption de chaleur latente.

Ces deux arguments apparemment contradictoires montrent que des couplages thermomécaniques complexes existent probablement au sein de l'échantillon. C'est cette complexité qui explique certainement la raison pour laquelle les températures présentées sur la figure 7.5.11 diminuent dès lors que la fréquence de chargement augmente. Contrairement au cas des couplages thermoélastiques [86], aucun résultat théorique n'existe concernant les comportements cycliques adiabatiques avec production/absorption de chaleur latente. Il faut noter que ces couplages thermomécaniques doivent jouer un rôle dans les propriétés amortissantes des AMF.

## 7.6 Conclusion

L'objectif de cette étude, tout comme celle exposée dans le chapitre précédent (sous chargement quasistatique), est l'observation de microstructures martensitiques. Le chargement a été réalisé sur un gros monocristal d'AMF CuAlBe. L'étude exposée dans ce chapitre présente une **méthode singulière** pour l'analyse des microstructures martensitiques. L'approche est basée sur la réponse thermique d'un échantillon en comportement pseudoélastique, soumis à de petites boucles mécaniques internes. Deux quantités ont été calculées à partir du champ thermique mesuré par la caméra IR : l'amplitude des oscillations de température et les sources de chaleur. Ces deux quantités ont permis de mettre en évidence des microstructures martensitiques par l'intermédiaire de deux couplages thermomécaniques :

1. **les couplages thermoélastiques** : dans la phase austénitique, le rapport mesuré entre l'amplitude de température  $\Delta T$  et l'amplitude des contraintes macroscopiques  $\Delta\sigma_{macro}$  est en bon accord avec la valeur théorique :
  - valeur mesurée :  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro} = 0,0014^\circ C/MPa$ ;
  - valeur calculée :  $\Delta T/\Delta\sigma_{macro} = 0,0016^\circ C/MPa$ .
 Pour la phase martensitique, il y a un manque d'information notable dans la littérature au sujet de l'anisotropie du coefficient d'extension thermique du cristal de martensite dans les AMF. Ces données seraient d'un grand intérêt pour accéder d'un point de vue théorique aux couplages thermoélastiques dans la martensite. Toutefois, ce travail expérimental a montré que les effets de ces couplages sont différents dans les deux phases ;
2. **les couplages relatifs au changement de phase** : pendant le petit chargement cyclique (étape 3, fig. 7.5.7), la chaleur latente est alternativement produite et absorbée. L'activité thermique intense dans l'échantillon est provoquée par le mouvement cyclique des interfaces austénite/martensite. La cartographie des sources de chaleur a permis de localiser des microstructures martensitiques. En particulier, une configuration spécifique a été étudiée. Il s'agit d'une zone constituée d'aiguilles de martensite dans l'austénite, ne traversant pas toute la largeur de l'échantillon et formant une zone triangulaire. En analysant l'activité thermique dans cette dernière, une interprétation en terme de microstructure a été proposée. Il a été montré d'une part, que la croissance des aiguilles de martensite se faisait dans deux directions (longitudinale et transversale), et d'autre part, que le mouvement des interfaces est plus important dans la direction longitudinale de l'aiguille que dans la direction transversale.

L'approche expérimentale qui vient d'être exposée est complémentaire de celle qui a été présentée dans le chapitre 6. Le chargement est complexe et nécessite une machine de traction adaptée et performante. Le traitement numérique des données thermiques est par contre très rapide (champ des amplitudes de température). Il l'est un peu moins pour la détermination des champs de sources de chaleur. Il donne cependant accès à des interprétations fiables en termes de microstructures martensitiques.



# Chapitre 8

## Conclusion générale

L'objectif de cette thèse est l'étude des **microstructures martensitiques** dans les alliages à mémoire de forme. Pour atteindre cet objectif, ce mémoire a été articulé en deux parties :

- une approche théorique, basée sur la notion de compatibilité cristallographique au niveau des interfaces constituant les microstructures ;
- une approche expérimentale, basée sur l'analyse de champs de déformation et de température dans un monocristal d'AMF sollicité mécaniquement.

### Approche théorique

L'étude théorique s'est inscrite dans la continuité de travaux basés sur l'équation de compatibilité d'Hadamard pour comprendre les microstructures martensitiques dans les AMF. Ces travaux s'appuyaient sur des résultats obtenus dans les années 1990 [15]. Le raisonnement était le suivant. D'abord, la mémoire de forme résulte de la possibilité de changer de phase en limitant les irréversibilités mécaniques (dislocations...). Ensuite, la possibilité de changer de phase en limitant les irréversibilités mécaniques résulte de la capacité à assurer la continuité du champ de déplacement dans le matériau subissant une transformation de phase. Enfin, la capacité à assurer la continuité du champ de déplacement dans une microstructure résulte d'une relation spécifique que doivent vérifier les paramètres de maille de l'AMF (on parle de **restriction** sur les paramètres de mailles). Comme en outre, les paramètres de maille du matériau résultent de sa composition chimique, un lien est établi entre composition chimique et propriétés mécaniques (voir Figure 8.0.1, déjà présentée dans l'introduction générale).



FIGURE 8.0.1 – Relation indirecte entre la composition chimique d'un AMF et ses propriétés mécaniques.

L'équation de compatibilité entre deux déformations traduit la continuité du champ de déplacement au passage d'une interface entre deux zones cristallines après une transformation de phase solide-solide. Dans les travaux publiés depuis les années 1990, les déformations considérées

sont celles associées au changement de phase du cristal d'austénite. Les applications de la théorie sont en effet réalisées en utilisant les paramètres de maille des phases austénite et martensite. En d'autres termes, tous les travaux s'incrivant dans cette approche ignoraient les déformations élastiques additionnelles éventuelles. Une microstructure martensitique ne pouvait donc être considérée que :

- compatible à contrainte nulle (*CSF* pour *Coherent Stress Free*),
- non-compatible à contrainte nulle (*non-CSF*).

Le présent travail de thèse a proposé une évolution de cette vision. Le point de départ a été le constat suivant :

- un même alliage ne peut pas vérifier en même temps plusieurs restrictions sur ses paramètres de maille. Cependant, de multiples et diverses microstructures sont observées dans un même échantillon d'AMF ;
- la littérature montre des microstructures observées pour lesquelles les restrictions sur les paramètres de maille sont loin d'être vérifiées.

L'apport principal de cette partie de thèse a été de montrer qu'une microstructure martensitique pouvait être non-compatible à contrainte nulle (*non-CSF*) mais exister dans le matériau sans pour autant créer trop d'irréversibilités mécaniques. Le qualificatif microstructure **presque compatible** a été proposé. En d'autres termes, les restrictions sur les paramètres de maille n'ont pas forcément besoin d'être vérifiées de manière précise. Dans le présent travail, cette notion de presque-compatibilité a été appliquée à une microstructure couramment observée dans les AMF (le *wedge*, qui est un coin de martensite dans l'austénite) et pour deux types de transformation de phase (cubique-tétraogonale et cubique-orthorhombique).

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

- la non compatibilité d'une microstructure peut s'exprimer sous la forme d'un angle résultant du relâchement virtuel de la condition de compatibilité au niveau d'une des interfaces de la microstructure considérée ;
- une valeur limite de cet angle de non compatibilité a été proposée ( $0,3^\circ$ ). Cette valeur est déduite d'observations tirées de la littérature. Si l'angle de non compatibilité d'une microstructure est inférieur à cette valeur limite, la microstructure peut exister tout en limitant les irréversibilités mécaniques. En d'autres termes les distorsions élastiques (contraintes) ne seront pas trop grandes ;
- dans l'espace des paramètres de maille, les formes des voisinages acceptables autour des restrictions varient suivant les types de transformation, les types de wedge et les zones considérées de l'espace des paramètres de maille. Parfois, il n'est pas possible de s'éloigner des restrictions ; dans d'autres cas, il est possible de s'éloigner fortement des restrictions ;
- dans l'espace des paramètres de maille, il existe des intersections de **voisinages acceptables du point de vue des contraintes mécaniques** correspondant à des microstructures différentes. Ceci explique que dans un même échantillon d'AMF, on observe de nombreuses microstructures diverses ;
- dans l'espace des paramètres de maille pour la transformation cubique-orthorhombique, il existe des zones où de très nombreuses microstructures non-CSF peuvent exister sans créer trop de contraintes. Des AMF aux performances mécaniques améliorées sont attendus dans ces zones.

## Approche expérimentale

### Mise en évidence de microstructures grâce à un chargement quasi-statique

L'objectif était ici d'**observer et d'étudier** des **microstructures martensitiques** dans un monocristal d'AMF par des techniques de **mesure de champ**. L'étude expérimentale a été effectuée sur un gros monocristal d'AMF à base cuivre (CuAlBe). Ce type d'alliage génère habituellement de grosses microstructures lors de la transformation de phase. Cette caractéristique particulière a été un critère important de choix du matériau à étudier : ce choix a en effet permis de tester les techniques d'analyse sur des phénomènes de tailles significatives (macroscopiques).

### Mesure de champ de déformations

Lors de l'essai de traction, la transformation de phase crée des zones déformées à la surface de l'échantillon. La méthode de mesure de champs cinématiques par la méthode de la grille a été utilisée sur cette application. Les résultats présentés dans les sections 6.2 et 6.6 en montrent toutes les possibilités : accès direct au champ de déformation avec une très bonne résolution spatiale.

### Mesure de champ de températures

La formation d'une microstructure martensitique est soit exothermique pour une transformation austénite  $\rightarrow$  martensite, soit endothermique dans le cas de la transformation inverse. Le passage d'un champ de température mesuré à la surface de l'échantillon à un champ de source de chaleur (chaleur latente) devait par conséquent permettre de remonter jusqu'aux fronts de changement de phase et à la reconstruction des microstructures. L'objectif était ambitieux, d'autant plus que les phénomènes à mettre en évidence sont rapides et très localisés (fronts de changement de phase suivant des plans réticulaires). Les cartographies de champs de sources calculées et présentées dans ce mémoire montrent que l'objectif de départ a été atteint. Le choix d'une fréquence d'acquisition élevée (436 Hz) a très certainement contribué à la qualité des résultats obtenus. Pour ce qui concerne les champs de chaleur, les résultats sont plus mitigés. La remise du champ sources de chaleur en configuration Lagrangienne a été rendue possible grâce à la connaissance du champ de déformation au cours du temps. La sommation dans le temps d'un grand nombre d'images associée à ce calcul en configuration Lagrangienne, tend à dégrader les résolutions spatiales et temporelles des cartographies de champs de chaleur.

### Couplage des deux méthodes

Le couplage des deux méthodes (sources de chaleur et champs de déformation) a été une aide précieuse pour l'identification de microstructures martensitiques. La mesure des champs de déformation a permis de localiser les zones déformées tandis que le calcul des sources de chaleur a permis de discriminer et de localiser de façon certaine les zones de l'échantillon qui changent de phase. Ainsi, l'évolution des microstructures martensitiques au cours du temps a pu être suivie. Les sections relatives à la charge et à la décharge quasi-statique (respectivement 6.2 et 6.6) en donnent un certain nombre d'exemples.

Au cours de la **charge**, de nombreux **plans d'habitat** ont été mis en évidence. Ces plans sont des interfaces entre des **bandes de martensites** et l'austénite. Dans certaines zones de l'échantillon, la transformation s'est produite sous forme de **aiguilles de martensite** dans l'austénite. La fin du chargement a laissé un échantillon dans lequel la partie supérieure était occupée par une **martensite twinnée** et la partie inférieure par un **coin d'austénite** non transformée et une zone

de **mélange austénite/martensite**.

Pour ce qui concerne la **décharge**, la transformation inverse a fait apparaître des microstructures plus complexes : **microstructures** en forme de **X**. Au début de la décharge, les microstructures situées dans la partie inférieure de l'échantillon sont restées identiques à celles obtenues en fin de charge. A la fin de la décharge, l'échantillon est revenu à déformation nulle.

### Mise en évidence de microstructures grâce à de petites oscillations mécaniques

Cette technique singulière propose une autre approche pour l'étude et l'analyse de microstructures martensitiques. Cette approche est basée sur la réponse thermique d'un échantillon (en comportement pseudoélastique) soumis à de petites boucles mécaniques internes. Deux quantités ont été calculées à partir du champ thermique mesuré par la caméra IR : l'amplitude des oscillations de température et les sources de chaleur. Ces deux quantités ont permis de mettre en évidence des microstructures martensitiques grâce à deux couplages thermomécaniques :

- **les couplages thermoélastiques** : il a été montré que le couplage thermoélastique est différent dans l'austénite et dans la martensite.

Pour la phase austénitique, les rapports mesuré et calculé entre l'amplitude de température  $\Delta T$  et l'amplitude des contraintes macroscopiques  $\Delta\sigma_{macro}$  sont en bon accord.

Pour la phase martensitique, il y a un manque d'information notable dans la littérature au sujet de l'anisotropie du coefficient d'extension thermique du cristal de martensite dans les AMF. Ces données seraient d'un grand intérêt pour accéder d'un point de vue théorique aux couplages thermoélastiques dans la martensite ;

- **les couplages relatifs au changement de phase** : pendant le petit chargement mécanique cyclique, l'activité thermique intense dans l'échantillon est provoquée par le petit mouvement cyclique des interfaces austénite/martensite. Des microstructures martensitiques ont été localisées grâce à la cartographie de source de chaleur.

L'analyse de l'activité thermique de certaines zones a permis de proposer une interprétation en termes de microstructure. En particulier, une configuration spécifique a été étudiée. Il s'agit d'une zone constituée d'aiguilles de martensite dans l'austénite, ne traversant pas toute la largeur de l'échantillon et formant une zone triangulaire. En analysant l'activité thermique dans cette dernière, une interprétation en terme de microstructure a été proposée. Il a été montré par exemple que la croissance des aiguilles de martensite se faisait dans deux directions (longitudinale et transversale), et que le mouvement des interfaces est plus important suivant la direction longitudinale de l'aiguille que suivant la direction transversale.

## Chapitre 9

# Perspectives

Le démarrage d'un travail de thèse tel que celui qui vient d'être présenté rendait le rédacteur interrogatif : il se demandait quelle pourrait bien être sa contribution sur un sujet, où lui semblait-il, tout était dit ! Quelques années plus tard, la fin de ce mémoire le laisse embarrassé devant la somme considérable de champs sur lesquels il reste encore à progresser !

**Concernant l'approche théorique** utilisant la notion de compatibilité cristallographique, les perspectives sont nombreuses :

1. les AMF présentent plusieurs types de transformations. Dans ce mémoire, seules les transformations cubique-tétraгонаle et cubique-orthorhombique ont été étudiées. Il resterait à étudier avec la même approche les deux types de transformation cubique-monoclinique (*cubic-axis* et *face diagonal*) qui concernent de nombreux types d'AMF (TiNi, ...);

De plus, pour certains AMF à base titane ou nickel, cette transformation s'opère par l'intermédiaire d'une autre phase, notée *phase R*, de symétrie trigonale. En tenant compte de cette phase intermédiaire, il serait certainement très fructueux de revisiter l'étude de la 'compatibilité' ou presque compatibilité des microstructures martensitiques pour ces AMF ;

2. dans la première partie de ce mémoire, la notion de presque-compatibilité a été illustrée à l'aide de la microstructure particulière nommée *wedge*. Elle est applicable, bien entendu, à toutes les autres microstructures. Il serait certainement très intéressant de l'appliquer à d'autres microstructures telles que X,  $\lambda$ , triangle ou diamant pour n'en citer que quelques unes observées dans la littérature ;
3. l'indicateur géométrique de non compatibilité défini dans ce mémoire traduit la presque compatibilité d'une microstructure. Comme son nom l'indique, cet indicateur est purement géométrique et par conséquent ne tient pas compte des caractéristiques physiques de l'alliage (la rigidité notamment).

Il serait judicieux de faire évoluer cet indicateur vers un indicateur **mécanique** de non compatibilité. En effet, la notion de presque-compatibilité pourrait être reliée aux contraintes mécaniques.

Pour illustrer cette idée, la microstructure *wedge* presque compatible peut être prise en exemple. Le relâchement virtuel du plan midrib peut être assimilé à une *fissure virtuelle* pratiquée dans la microstructure. Ainsi, de même que les coefficients  $K_{I_c}$  ou  $G_{I_c}$  caractérisent

la propagation brutale d'une fissure en mécanique de la rupture, un indicateur **mécanique** de non-compatibilité pourrait caractériser les déformations élastiques tolérables par un AMF sous l'effet d'une fissure virtuelle;

4. l'élaboration d'un matériau nouveau passe souvent par une phase de mise au point longue et coûteuse. Dans le but de réduire le temps de mise au point il serait certainement très prometteur de coupler les notions de presque-compatibilité d'une microstructure avec des méthodes *ab initio* ou de *dynamique moléculaire*. Autrement dit, les résultats présentés dans ce mémoire l'ont été dans l'espace des paramètres de transformation (paramètres de maille). Il faudrait qu'ils le soient dans l'espace des compositions chimiques. Un tel couplage pourrait permettre de *cibler* au mieux la composition chimique d'un AMF ayant des caractéristiques physiques voulues.

**Concernant l'approche expérimentale**, les perspectives sont tout autant nombreuses :

1. le temps de dépouillement d'une scène thermique est extrêmement long (grand nombre d'images). Pour aborder à nouveau ce type d'étude, il serait impératif de revoir toute la programmation permettant le calcul numérique des images thermiques :
  - une programmation en C++ ;
  - l'utilisation de multiples processeurs ;
  - une interface graphique.
 Cette refonte des programmes devrait permettre de réduire la taille mémoire nécessaire, de diminuer considérablement les temps de calcul et d'automatiser le traitement numérique des images thermiques ;
2. lors des essais présentés dans ce mémoire, la transformation martensitique de l'échantillon a été obtenue sous contrainte mécanique. Pour compléter cette étude, il serait intéressant de réaliser une campagne d'essais utilisant un chargement thermique permettant de faire descendre la température de l'échantillon en dessous de  $M_f$  ;
3. dans le but d'être plus précis sur l'interprétation de certaines microstructures (martensite twinnées, aiguilles de martensite, aiguilles d'austénite), il aurait été souhaitable de réaliser des zooms à l'aide de la caméra thermique, sur de petites zones de l'échantillon préalablement identifiées ;
4. les outils numériques (différences finies, ...) utilisés pour le traitement numérique des images thermiques sont rapides et ont donné des résultats intéressants. D'autres techniques de filtrage/dérivation mériteraient d'être testées (filtre Gaussien, ondelettes, ...);
5. enfin, concernant les essais sous petit chargement mécanique, il serait nécessaire de synchroniser les signaux thermique et mécanique. En effet, cette synchronisation permettrait d'une part d'étudier le déphasage entre ces deux signaux, et d'autre part d'effectuer le lien entre les couplages thermomécaniques. Par ailleurs, l'influence de la fréquence de chargement est certainement à approfondir.

## Annexe A

# Valeurs des paramètres de maille de certains AMF

L'objectif de cette annexe est de consigner en un même document les paramètres de maille d'un grand nombre d'alliages à mémoire de forme. Il est en effet difficile de trouver dans la littérature de telles informations ainsi rassemblées. Il est donc apparu utile de regrouper les informations récoltées au fil des lectures bibliographiques. Cette annexe débute par un rappel des relations permettant de transformer une composition d'alliage exprimée en pourcentage atomique en une composition exprimée en pourcentage massique. Elle se poursuit par la présentation de tableaux regroupant les paramètres de maille d'AMF subissant les transformations suivantes : cubique-tétragonale, cubique-orthorhombique et cubique-monoclinique (de deux types).

### A.1 Formules de transformation d'une composition atomique en une composition massique

A titre d'illustration, on considère un alliage Cu-Al-Ni dont la composition est exprimée en % atomique (%*at.*). Les masses atomiques du cuivre, de l'aluminium et du nickel sont respectivement :  $P_{Cu} = 63,546$  u,  $P_{Al} = 26,9815$  u et  $P_{Ni} = 58,6934$  u. L'expression de la composition en % massique (%*pds*) s'obtient par les relations suivantes :

$$Cu\%_{pds} = \frac{100}{1 + \frac{P_{Al} \cdot Al\%_{at} + P_{Ni} \cdot Ni\%_{at}}{P_{Cu} \cdot Cu\%_{at}}} \quad (A.1.1)$$

$$Al\%_{pds} = \frac{100}{1 + \frac{P_{Cu} \cdot Cu\%_{at} + P_{Ni} \cdot Ni\%_{at}}{P_{Al} \cdot Al\%_{at}}} \quad (A.1.2)$$

$$Ni\%_{pds} = \frac{100}{1 + \frac{P_{Cu} \cdot Cu\%_{at} + P_{Al} \cdot Al\%_{at}}{P_{Ni} \cdot Ni\%_{at}}} \quad (A.1.3)$$

### A.2 Alliages à transformation cubique-tétragonale

Le tableau A.1 donne les paramètres de transformation  $\eta_1$  et  $\eta_2$  d'un certain nombre d'alliages à transformation cubique-tétragonale. Pour les cinq derniers alliages du tableau, les paramètres de

maille de l'austénite ( $a_0$ ) et de la martensite ( $a$  et  $b$ ) sont également donnés.

Type d'alliage (% at.)	$a_0$ (nm)	$a$ (nm)	$b$ (nm)	$\eta_1$	$\eta_2$	Références biblio- graphiques
<i>NiAl</i> <sub>36</sub>	-	-	-	0,9392	1,1302	[15]
<i>NiMn</i> <sub>49,4</sub>	-	-	-	0,9118	1,1941	"
<i>NiZn</i> <sub>48</sub> <i>Cu</i> <sub>20</sub>	-	-	-	0,9296	1,1477	"
<i>NiZn</i> <sub>34</sub> <i>Si</i> <sub>15</sub>	-	-	-	0,9530	1,1026	"
<i>InTi</i> <sub>22,73</sub>	-	-	-	0,9889	1,0221	"
<i>InPb</i> <sub>32</sub>	-	-	-	1,0208	0,9688	"
<i>InCd</i> <sub>5,6</sub>	-	-	-	0,9830	1,0170	"
<i>FeNi</i> <sub>31</sub> <i>C</i> <sub>0,3</sub>	-	-	-	1,1241	0,8059	"
<i>FeCr</i> <sub>7,9</sub> <i>C</i> <sub>1,1</sub>	-	-	-	1,1195	0,8184	"
<i>FePt</i> <sub>24</sub>	-	-	-	1,0868	0,8583	"
<i>FeAl</i> <sub>7</sub> <i>C</i> <sub>2</sub>	-	-	-	1,0833	0,8727	"
<i>Ni</i> <sub>52</sub> <i>Mn</i> <sub>25</sub> <i>Ga</i> <sub>23</sub>	0,3618	0,7826	0,6483	2,1630	1,7918	[129]
<i>Ni</i> <sub>53</sub> <i>Mn</i> <sub>25</sub> <i>Ga</i> <sub>22</sub>	0,3618	0,7753	0,6598	2,1429	1,8236	"
<i>Ni</i> <sub>54</sub> <i>Mn</i> <sub>25</sub> <i>Ga</i> <sub>21</sub>	0,3618	0,7671	0,6689	2,1202	1,8488	"
<i>Ni</i> <sub>55</sub> <i>Mn</i> <sub>25</sub> <i>Ga</i> <sub>20</sub>	0,3618	0,7623	0,6710	2,1069	1,8546	"
<i>Ni</i> <sub>56</sub> <i>Mn</i> <sub>25</sub> <i>Ga</i> <sub>19</sub>	0,3618	0,7552	0,6706	2,0873	1,8535	"

TABLE A.1 – Données concernant des AMF à transformation cubique-tétraogonale. Les quantités  $\eta_1$  et  $\eta_2$  représentent les paramètres de transformation. Les quantités  $a$  et  $b$  représentent les paramètres de la maille tétraogonale,  $a_0$  est celui de la maille cubique. Les cases notées '-' ne sont pas disponibles.

### A.3 Alliages à transformation cubique-orthorhombique

Le tableau A.2 donne les paramètres de transformation  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  d'un certain nombre d'alliages à transformation cubique-orthorhombique. Les paramètres de maille de l'austénite ( $a_0$ ) et de la martensite ( $a$ ,  $b$  et  $c$ ) sont donnés pour certains alliages.

Alliage (%pds)	Alliage (%at.)	$a_0$ (nm)	$a$ (nm)	$b$ (nm)	$c$ (nm)	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	Références bibliographiques
$CuAl_{13,95}Ni_{3,93}$	-	-	-	-	-	1,0619	0,9178	1,0230	[115]
$CuAl_{14,2}Ni_{4,3}$	-	0,5836	-	-	-	1,0619	0,9178	1,0231	[89]
$CuAl_{14,3}Ni_{4,2}$	-	0,5835	0,4389	0,5342	0,4224	1,0638	0,9155	1,0238	[107]
$CuAl_{13,8}Ni_4$	-	0,5836	-	-	-	1,0619	0,9178	1,0231	[87]
$CuAl_{13,8}Ni_4$	-	-	-	-	-	1,0619	0,9178	1,0231	[61]
-	$CuAl_{27,14}Ni_{3,64}$	-	0,4389	0,5342	0,4224	-	-	-	[128]
-	$CuAl_{27,14}Ni_{3,64}$	-	0,44	0,533	0,424	-	-	-	[128]
-	$CuAl_{27,7}$	-	0,451	0,520	0,422	-	-	-	"
-	$CuAl_{28,5}Ni_{2,7}$	-	0,440	0,533	0,424	-	-	-	"
$AuCd_{47,5}$	-	-	-	-	-	1,0138	0,9491	1,0350	[15]
-	$AuCu_{20,7}Zn_{30,9}$	-	-	-	-	1,0649	0,9248	1,0371	"
$CuSn_{15,3}$	-	-	-	-	-	1,082	0,906	1,035	"

TABLE A.2 – Données concernant des AMF à transformation cubique-orthorhombique.  $a_0$  représente le paramètre de la maille cubique.  $a, b, c$  représentent les paramètres de la maille orthorhombique.  $\alpha, \beta, \gamma$  sont les paramètres de transformation. Certaines valeurs ne sont pas disponibles (cases avec '-').

Le tableau A.3 consigne les paramètres de maille et/ou de transformation d'AMF à transformation cubique-orthorhombique ayant une propriété particulière : la deuxième valeur propre  $\lambda_2$  de leurs matrices de transformation  $U_i$  est proche de un. Ces alliages sont notamment discutés dans la section 4.7.7.

Alliage (%pds)	$a_0$ (nm)	a (nm)	b (nm)	c (nm)	$\lambda_1$	$\lambda_2$	$\lambda_3$	Références biblio- graphiques
<i>TiNi</i> <sub>50</sub>	-	-	-	-	0,9280	0,9694	1,1182	[40]
<i>TiNi</i> <sub>45</sub> <i>Cu</i> <sub>5</sub>	-	-	-	-	0,9403	0,9722	1,0972	"
<i>TiNi</i> <sub>40</sub> <i>Cu</i> <sub>10</sub>	-	-	-	-	0,954762	0,99486	1,0561	"
<i>TiNi</i> <sub>35</sub> <i>Cu</i> <sub>15</sub>	-	-	-	-	0,957627	0,994764	1,04987	"
<i>TiNi</i> <sub>30</sub> <i>Cu</i> <sub>20</sub>	-	-	-	-	0,954018	0,995842	1,047827	"
<i>TiNi</i> <sub>25</sub> <i>Cu</i> <sub>25</sub>	-	-	-	-	0,9502	0,9937	1,0479	"
<i>TiNi</i> <sub>39</sub> <i>Cu</i> <sub>10</sub>	-	-	-	-	0,95618	0,986234	1,051651	"
<i>TiNi</i> <sub>34</sub> <i>Cu</i> <sub>15</sub>	-	-	-	-	0,95694	0,99221	1,050141	"
<i>TiNi</i> <sub>33</sub> <i>Cu</i> <sub>15</sub>	-	-	-	-	0,960181	0,995146	1,052183	"
<i>TiNi</i> <sub>28</sub> <i>Cu</i> <sub>20</sub>	-	-	-	-	0,954448	0,993087	1,04971	"
<i>TiNi</i> <sub>41</sub> <i>Cu</i> <sub>10</sub>	-	-	-	-	0,958868	0,988907	1,055587	"
<i>TiNi</i> <sub>36</sub> <i>Cu</i> <sub>15</sub>	-	-	-	-	0,953706	0,991457	1,051257	"
<i>TiNi</i> <sub>31</sub> <i>Cu</i> <sub>20</sub>	-	-	-	-	0,952291	0,997728	1,049707	"
<i>TiNi</i> <sub>37</sub> <i>Cu</i> <sub>15</sub>	-	-	-	-	0,954167	0,99078	1,053404	"
<i>TiNi</i> <sub>43</sub> <i>Cu</i> <sub>5</sub>	-	-	-	-	0,957985	0,99367	1,054371	"
<i>TiNi</i> <sub>25</sub> <i>Cu</i> <sub>25</sub>	-	-	-	-	0,950171	0,99367	1,047902	"
<i>TiNi</i> <sub>39</sub> <i>Pd</i> <sub>11</sub>	0,30499	0,28304	0,43135	0,4604	0,9280	1,0001	1,0674	"
<i>TiNi</i> <sub>41</sub> <i>Pd</i> <sub>9</sub>	-	-	-	-	0,9341	0,9988	1,0635	"
<i>TiNi</i> <sub>32</sub> <i>Pd</i> <sub>8</sub>	-	-	-	-	0,9234	1,0055	1,0712	"
<i>TiNi</i> <sub>43</sub> <i>Pd</i> <sub>7</sub>	0,30248	0,30157	0,4226	0,4645	0,9234	1,0055	1,0712	"
<i>TiNi</i> <sub>28</sub> <i>Pd</i> <sub>22</sub>	-	-	-	-	0,9201	1,0061	1,0735	"
<i>TiNi</i> <sub>27</sub> <i>Pd</i> <sub>23</sub>	0,30779	0,27691	0,44321	0,46930	0,9201	1,0061	1,0735	"
<i>TiNi</i> <sub>34</sub> <i>Pd</i> <sub>16</sub>	-	-	-	-	-	1,005	-	"
<i>TiNi</i> <sub>43</sub> <i>Pd</i> <sub>7</sub>	-	-	-	-	-	0,997	-	"
<i>TiNi</i> <sub>25</sub> <i>Pd</i> <sub>25</sub>	-	-	-	-	0,9305	1,0071	1,0721	"
<i>TiNi</i> <sub>30</sub> <i>Cu</i> <sub>13</sub> <i>Pd</i> <sub>7</sub>	-	-	-	-	0,9485	0,9993	1,0548	"
<i>Ti</i> <sub>52</sub> <i>Ni</i> <sub>33</sub> <i>Cu</i> <sub>8</sub> <i>Pd</i> <sub>7</sub>	-	-	-	-	0,9419	0,9965	1,0584	"
<i>TiNi</i> <sub>28</sub> <i>Cu</i> <sub>20</sub> <i>Pd</i> <sub>2</sub>	-	-	-	-	0,953	0,995	1,051	"
<i>TiNi</i> <sub>33</sub> <i>Cu</i> <sub>15</sub> <i>Pd</i> <sub>2</sub>	-	-	-	-	0,951	0,995	1,049	"
<i>TiNi</i> <sub>25</sub> <i>Cu</i> <sub>22</sub> <i>Pd</i> <sub>3</sub>	-	-	-	-	0,9492	0,9994	1,0511	"
<i>TiNi</i> <sub>26</sub> <i>Cu</i> <sub>20</sub> <i>Pd</i> <sub>4</sub>	-	-	-	-	0,9504	0,9999	1,0550	"
<i>TiNi</i> <sub>35</sub> <i>Cu</i> <sub>10</sub> <i>Pd</i> <sub>5</sub>	-	-	-	-	0,9486	0,9965	1,0589	"
<i>TiNi</i> <sub>30</sub> <i>Cu</i> <sub>10</sub> <i>Pd</i> <sub>10</sub>	-	-	-	-	0,9368	1,0009	1,0575	"
<i>TiNi</i> <sub>24</sub> <i>Cu</i> <sub>15</sub> <i>Pd</i> <sub>11</sub>	-	-	-	-	0,9349	1,0017	1,0586	"
<i>TiNi</i> <sub>34</sub> <i>Cu</i> <sub>5</sub> <i>Pd</i> <sub>11</sub>	-	-	-	-	0,9347	1,0001	1,0617	"
<i>TiNi</i> <sub>22</sub> <i>Cu</i> <sub>20</sub> <i>Pd</i> <sub>8</sub>	-	-	-	-	0,9355	1,0003	1,0558	"
<i>TiNi</i> <sub>43</sub> <i>Pt</i> <sub>7</sub>	0,30321	0,28286	0,42870	0,45740	0,9329	0,9998	1,0667	"
<i>TiNi</i> <sub>40</sub> <i>Pt</i> <sub>10</sub>	0,30450	0,28151	0,43283	0,46157	0,9329	0,9998	1,0667	"
<i>TiNi</i> <sub>37</sub> <i>Pt</i> <sub>13</sub>	0,30467	0,27836	0,43658	0,46221	0,9136	1,0133	1,0727	"
<i>TiNi</i> <sub>40</sub> <i>Au</i> <sub>10</sub>	0,30660	0,28971	0,43089	0,46073	0,9449	0,9938	1,0626	"
<i>TiNi</i> <sub>37</sub> <i>Au</i> <sub>13</sub>	0,30743	0,28901	0,43446	0,4620	0,9401	0,9997	1,0626	"
<i>TiNi</i> <sub>35</sub> <i>Au</i> <sub>15</sub>	0,30803	0,28820	0,43642	0,46231	0,9401	0,9997	1,0626	"
<i>TiNi</i> <sub>32</sub> <i>Au</i> <sub>18</sub>	0,30872	0,28886	0,44005	0,46323	0,9357	1,0079	1,0610	"

TABLE A.3 – Données concernant des AMF à transformation cubique-orthorhombique ayant  $\lambda_2$  proche de un.

## A.4 Alliages à transformation cubique-monoclinique de type *cubic-axis*

Le tableau A.4 donne les paramètres de maille d'un certain nombre d'alliages à transformation cubique-monoclinique de type *cubic-axis*. Le paramètre de maille de l'austénite est noté  $a_0$  (il correspond selon les cas à une cellule A2/B2 ou DO3/L2<sub>1</sub>). Les paramètres de maille de la martensite sont notés  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $\vartheta$  (ils correspondent selon les cas à une cellule M18R ou M9R).

Alliage (%at.)	$a_0$ (nm)	$a$ (nm)	$b$ (nm)	$c$ (nm)	$\vartheta$ degré	Références biblio- graphiques
$CuZn_{15}Al_{17}$	0,5996	0,4553	0,5452	3,8977	87,5	[10]
$CuZn_{14,6}Al_{16,1}$	0,5843	0,4430	0,5304	3,8012	88,9	"
$CuZn_{24,75}Al_{9,32}^*$	0,2939	0,36783	0,25998	1,91277	89,5	"
$CuZn_{26,6}Al_{7,06}$	0,294	0,452	0,264	1,918	89	"
$CuZn_{24,7}Al_{11}$	0,587	0,445	0,527	3,866	89	"
$CuZn_{23,73}Al_{9,4}$	0,5870	0,4441	0,5330	3,813	89,08	"
$CuZn_{24,7}Al_9$	0,294	0,441	0,267	1,918	89	"
$CuZn_{22,48}Al_{2,58}$	0,5846	0,4405	0,534	3,8260	87,5	"
$CuZn_{37,65}$	0,292	0,441	0,268	1,920	88,4	"
$CuZn_{39,3}$	0,294	0,4412	0,2678	1,919	88,5	"
$CuZn_{20}Ga_{12}$	0,586	0,440	0,533	3,822	88,33	"
$CuAl_{14}Ni_4$	0,5836	0,4430	0,5330	3,819	89,0	"
$CuAl_{11}Be_2$	0,5827	0,457	0,534	3,88	88,3	"
$CuAl_{10}Zn_5Mn_5$	0,587	0,444	0,536	3,822	90	"

TABLE A.4 – Paramètres de maille d'un certain nombre d'alliages à transformation cubique-monoclinique de type *cubic-axis*. Le paramètre de maille de l'austénite est noté  $a_0$  (il correspond selon les cas à une cellule A2/B2 ou DO3/L2<sub>1</sub>). Les paramètres de maille de la martensite sont notés  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $\vartheta$  (ils correspondent selon les cas à une cellule M18R ou M9R). Pour l'alliages noté \*, la très faible valeur du paramètre de maille  $a$  paraît douteuse.

## A.5 Alliages à transformation cubique-monoclinique de type *face-diagonal*

Le tableau A.5 donne les paramètres de maille d'un certain nombre d'alliages à transformation cubique-monoclinique de type *face-diagonal*. Le paramètre de maille de l'austénite est noté  $a_0$ . Les paramètres de maille de la martensite sont notés  $a$ ,  $b$ ,  $c$  et  $\vartheta$ .

Type d'alliage (%at.)	$a_0$ (nm)	$a$ (nm)	$b$ (nm)	$c$ (nm)	$\vartheta$ degré	Références biblio- graphiques
$Ti_{49,3}Ni_{50,7}$		0,2895	0,4112	0,4643	97,68	[72]
$Ti_{50,8}Ni_{49,1}Dy_{0,1}$		0,2903	0,4122	0,4654	98,02	"
$Ti_{51,1}Ni_{48,5}Dy_{0,4}$		0,2903	0,4125	0,4656	98,09	"
$Ti_{49,75}Ni$	0,3015	0,2889	0,4120	0,4622	96,80	[58]
$Ti_{49,2}Ni$	0,3015	0,2898	0,4108	0,4646	97,78	"
$Ti_{50}NiFe_5$		0,2898	0,4108	0,4646	97,78	[24]
$Ti_{0,64}Zr_{0,34}Ni_{1,02}^*$ (%pds $\times 2$ )	0,30780	0,30639	0,40737	0,49078	103,8	[36]
$Ti_{0,656}Zr_{0,35}Ni_{0,994}^*$ (%pds $\times 2$ )	0,30826					"
$Ti_{36,5}Ni_{48,5}Hf_{15}$	0,309	0,293	0,411	0,473	100,4	[54]
$Ti_{36,5}Ni_{48,5}Hf_{10}$		0,289	0,408	0,468	98,9	[127]
$Ni_{50}Ti_{45}Ta_5$	0,3025	0,290	0,412	0,473	98,2	[28]
$Ni_{50}Ti_{47}Ta_3$		0,2907	0,4115	0,4665	98,49	"
$Ni_{50}Ti_{45}Ta_5$		0,2926	0,4105	0,4666	98,51	"
$Ni_{49}Ti_{46}Ta_5$		0,2922	0,4099	0,4676	98,67	"
$Ni_{50}Ti_{47}Ta_3$		0,2910	0,4111	0,4669	98,36	"
$Ni_{50}Ti_{45}Ta_5$		0,2922	0,4110	0,4684	98,58	"
$Ni_{49}Ti_{46}Ta_5$		0,2920	0,4108	0,4690	98,75	"
$Ti_{50}Ni_{50}$	0,30164	0,2904	0,4121	0,4649	97,9	[98]
$Ti_{50}Ni_{50}$	0,30164	0,2909	0,41135	0,46570	97,9	"
$Ti_{50,2}Ni_{49,8}$		0,2893	0,4120	0,4657	97,6	"
$Ti_{49,5}Ni_{50,5}$		0,2886	0,4138	0,4629	96,7	"
$Ti_{49,3}Ni_{50,7}$	0,30121	0,2882	0,41430	0,4614	96,35	"

TABLE A.5 – Paramètres de maille d'un certain nombre d'alliages à transformation cubique-monoclinique de type *face-diagonal*. Pour les alliages notés \*, la mémoire de forme n'a pas été observée.

# Bibliographie

- [1] R. Abeyaratne and J.K. Knowles. Dynamics of propagating phase boundaries : adiabatic theory for thermoelastic solids. *Physica D*, vol 79 :269–288, 1994.
- [2] K. Adachi, J. Perkins, and C.M. Wayman. Type II twins in self accommodating martensite plate variants in a CuZnAl shape memory alloy. *Acta Met.*, vol 34 :2471–2485, 1986.
- [3] K. Adachi and C.M. Wayman. Transformation behavior of nearly stoichiometric NiMn alloys. *Metallurgical Transactions A*, vol 16A :1567–1579, 1985.
- [4] C. Badulescu. *Calcul précis des déformations planes par la méthode de la grille. Application à l'étude d'un multicristal d'aluminium*. PhD thesis, Université Blaise Pascal et Institut Français de Mécanique Avancée, 2010.
- [5] C. Badulescu, M. Grédiac, J.D. Mathias, and D. Roux. A procedure for accurate one-dimensional strain measurement using the grid method. *Experimental Mechanics*, vol 49 :841–854, 2009.
- [6] C. Badulescu, M. Grédiac, H. Haddadi, J.-D. Mathias, X. Balandraud, and H.-S. Tran. Applying the grid method and infrared thermography to investigate plastic deformation in aluminium multicrystal. *Mech. Mater.*, 43(11) :36–53, 2011.
- [7] C. Badulescu, M. Grédiac, and J.-D. Mathias. Investigation of the grid method for accurate in-plane strain measurement. *Measurement Science and Technology*, 20(9), 2009.
- [8] X. Balandraud, A. Chrysochoos, S. Leclercq, and R. Peyroux. Effet du couplage thermomécanique sur la propagation d'un front de changement de phase. *C. R. Acad. Sci. Paris*, t.329, série II :621–626, 2001.
- [9] X. Balandraud, E. Ernst, E. Soos, and Z. Angew. *Math. Phys.*, 51 :419–448, 2000.
- [10] X. Balandraud and G. Zanzotto. Stressed microstructures in thermally induced M9R–M18R martensites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol 55 :194–224, 2007.
- [11] J.M. Ball and C. Carstensen. Non-classical austenite-martensite interfaces. *Journal de Physique IV France*, 7 :C5 :35–40, 1997.
- [12] J.M. Ball and R.D. James. Fine phase mixtures as minimizers of energy. *Arch. Rat. Mech. Anal.*, vol 100 :13–52, 1987.
- [13] M.P. Baron. *Etude du comportement des interfaces austénite/martensite et martensite/martensite de deux alliages à effet mémoire de forme : le CuZnAl et le CuAlBe*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 1998.
- [14] Z.S. Basinsky and J.W. Christian. Crystallography of deformation by twin boundary movements in Indium-Thallium. *Acta Metall.*, vol 2 :101–116, 1954.
- [15] K. Bhattacharya. Wedge-like microstructures in martensite. *Acta Mat.*, vol 39 :2431–2444, 1991.

- [16] K. Bhattacharya. Self-accommodation in martensite. *Archive for Rational Mechanics and Analysis*, vol 120 :201–244, 1992.
- [17] K. Bhattacharya. Kinematics of crossing twins. In *Contemporary Research in the Mechanics and Mathematics of Materials*, pages 251–262. R.C. Batra and M.F Beatty (eds.), CIMNE, Barcelona, 1996.
- [18] K. Bhattacharya. *Microstructure of Martensite : why it forms and how it gives rise to the shape-memory effect*. Oxford University Press, 2003.
- [19] K. Bhattacharya and T.W. Shield. Microstructure in a copper-aluminium-nickel shape-memory alloy. *Proc. R. Soc. Lond. A*, pages 3901–3915, 1999.
- [20] R. Bouc and B. Nayroles. Méthodes et résultats en thermographie infrarouge des solides. *J. de Méca. Théor. Appl.*, vol 4 :27–58, 1985.
- [21] Ph. Boullay, D. Schryvers, and J.M. Ball. Nano-structures at martensite macro-twin interfaces in  $ni_{65}al_{35}$ . *Acta Materialia*, vol 51. Issue 5 :1421–1436, 2003.
- [22] J.S. Bowles. Metallographic study of the martensite transformation in lithium. *Trans. Met. Soc. AIME*, vol 191 :44–50, 1951.
- [23] J.S. Bowles. The crystallography of martensitic transformation I and II. *Acta Met.*, vol 2 :129–147, 1954.
- [24] G. Cacciamani, J. De Keyser, R. Ferro, U.E. Klotz, J. Lacaze, and P. Wollants. Critical evaluation of the  $FeNi$ ,  $FeTi$  and  $FeNiTi$  alloy systems. *Intermetallics*, vol 14 :1312–1325, 2006.
- [25] A. Capitana and E. Strave. Algorithms and convergence results for an inverse problem. *Institut de Matematica al Academiei Romane*, Preprint n°25/1996 :ISSN 0253638, 1996.
- [26] S. Chakravorty. Thesis, univ. of illinois. *Urbana-Champaign*, 1975.
- [27] S. Chakravorty and C.M. Wayman. *Metall. Trans.*, vol 7A :555–569, 1976.
- [28] G. Changwei, G. Fenfang, and Y. Dazhi. A study on lattice parameters of martensite in NiTiTa shape memory alloys. *Journal of alloys and compounds*, vol 246 :144–147, 2006.
- [29] A. Chrysochoos. *Dissipation et blocage d'énergie lors d'un écrouissage en traction simple*. PhD thesis, Université de Montpellier II, 1987.
- [30] A. Chrysochoos. La thermographie infrarouge, un outil en puissance pour étudier le comportement des matériaux. *Mécanique & industries*, 3 :3–14, 2002.
- [31] A. Chrysochoos, C. Licht, and R. Peyroux. Une modélisation thermomécanique unidimensionnelle de la propagation d'un front de changement de phase dans un monocristal d'amf. *C. R. Mécanique*, vol. 331 :25–32, 2003.
- [32] A. Chrysochoos and H. Louche. Analyse thermographique des mécanismes de localisation dans les aciers doux. *C. R. Acad. Sci. Paris*, t. 326 :345–352, 1998.
- [33] A. Chrysochoos and H. Louche. An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying stain localisation. *International Journal of Engineering Science*, 38 :1759–1788, 2000.
- [34] A. Chrysochoos and R. Peyroux. Analyse expérimentale et modélisation numérique des couplages thermomécaniques dans les matériaux solides. *Rev. Gén. Therm.*, vol. 37 :582–606, 1998.
- [35] A. Chrysochoos, H. Pham, and O. Maisonneuve. Energy balance of thermoelastic martensite transformation under stress. *Nuclear Engineering and Design*, 162 :1–12, 1996.

- [36] F. Cuevas and A. Percheron-Guégan. Relationship between polymorphism and hydrogenation properties in  $Ti_{0,64}Zr_{0,36}Ni$  alloy. *Journal of alloys and compounds*, vol 404-406 :545–549, 2005.
- [37] J. Cui, Y.S. Chu, O.O. Famadu, Y. Furaya, J. Hattrick-Simpers, R. James, A. Ludwig, S. Thienhaus, M. Wuttig, Z. Zhang, and I. Takeuchi. Combinatorial search of thermoelastic shape-memory alloys with extremely small hysteresis width. *Nature Materials*, vol 5 :286–290, 2006.
- [38] S. Daly, G. Ravichandran, and K. Bhattacharya. Stress-induced martensitic phase transformation in thin sheets of nitinol. *Acta Mater.*, vol 55 :3593–3600, 2007.
- [39] S. Daly, D. Rittel, K. Bhattacharya, and G. Ravichandran. Large deformation of nitinol under shear dominant loading. *Experimental Mechanics*, vol 49 :225–233, 2009.
- [40] R. Delville. Private communication. 2009.
- [41] R. Delville, D. Schryvers, Zhang. Z., and R.D. James. Transmission electron microscopy investigation of microstructures in low-hysteresis alloys with special lattice parameters. *Scripta Materialia*, vol 60 :293–296, 2009.
- [42] J. Eaton-Evans, J.M. Dulieu-Barton, E. Little, and I. Brown. Advances in experimental mechanics iv. *Book Series : Applied Mechanics and Material*, 3-4 :47–52, 2005.
- [43] J. Eaton-Evans, J.M. Dulieu-Barton, E. Little, and I. Brown. *Strain Analysis Eng. Design*, 41 :481–495, 2006.
- [44] C. Efstathiou and H. Sehitoglu. Local transformation strain measurement in precipitated NiTi single crystal. *Scripta Materialia*, 59 :1263–1266, 2008.
- [45] C. Efstathiou, H. Sehitoglu, J. Carroll, J. Lambros, and H.J. Maier. Full-field strain evolution during intermartensitic transformations in single-crystal NiFeGa. *Acta Materialia*, 56 :3791–3799, 2008.
- [46] K. Enami and S. Nemmo. *Metall. Trans.*, vol 2 :1487, 1971.
- [47] J.L. Ericksen. Some phase transitions in crystals. *Arch. Rat. Mech. Anal.*, vol 73 :99–124, 1980.
- [48] J.L. Ericksen. Some surface defects in unstressed thermoelastic solids. *Arch. Rat. Mech. Anal.*, vol 88 :337–345, 1985.
- [49] D. Favier, H. Louche, P. Schlosser, L. Orgéas, P. Vacher, and L. Debove. Homogeneous and heterogeneous deformation mechanisms in an austenitic polycrystalline Ti-50,8 at.%Ni thin tube under tension. Investigation via temperature and strain fields measurements. *Acta Materialia*, vol 55 :5310–5322, 2007.
- [50] M. Foos, C. Frantz, and M. Gantios. *Shape memory effect in alloys*. Plenum Press New York, 1975.
- [51] K. Gall and H.J. Maier. Cyclic deformation mechanisms in precipitated NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, vol 50 :4643–4657, 2002.
- [52] T. Guttman. *Trans. Am. Inst. Min. Engrs*, vol 188 :1472, 1950.
- [53] R.F. Hamilton, H. Sehitoglu, K. Aslantas, C. Efstathiou, and H.J. Maier. Inter-martensite strain evolution in nimga single crystals. *Acta Materialia*, 56 :2231–2236, 2008.
- [54] X.D. Han, W.H. Zou, R. Wang, Z. Zhang, and D.Z. Yang. Structure and substructure of martensite in a  $Ti_{36,5}Ni_{48,5}Hf_{15}$  high temperature shape memory alloy. *Acta Mater.*, vol 44 :3710–3721, 1996.

- [55] K.F. Hane. Bulk and thin microstructures in untwinned martensites. *J. Mech. Phys. Solids*, vol 47 :1917–1939, 1999.
- [56] K.F. Hane and T.W. Shield. Symmetry and microstructure in martensites. *Phil. Mag. A*, vol 78 :1215–1252, 1998.
- [57] K.F. Hane and T.W. Shield. Microstructure in a copper-aluminium-nickel shape-memory alloy. *Proc. Roy. Soc. London A*, vol 455 :3901–3915, 1999.
- [58] K.F. Hane and T.W. Shield. Microstructure in the cubic to monoclinic transition in titanium-nickel shape memory alloys. *Acta Mat.*, vol 47 :2603–2617, 1999.
- [59] K.F. Hane and T.W. Shield. Microstructure in a cubic to orthorhombic transition. *Journal of Elasticity*, vol 59 :267–318, 2000.
- [60] K.F. Hane and T.W. Shield. Microstructure in the cubic to trigonal transition. *Mat. Sci. Eng. A*, vol 291 :147–159, 2000.
- [61] S. Ichinose, Y. Funatsu, and K. Otsuka. Type ii deformation twinning in  $\gamma'$ 1 martensite in a CuAlNi alloy. *Acta materialia*, vol 33 :1613–1620, 1985.
- [62] J.D. James and K.F. Hane. Martensitic transformations and shape memory materials. *Acta Mat.*, vol 48 :197–222, 2000.
- [63] R. D. James and Z. Zhang. A way to search for multiferroic materials with "unlikely" combination of physical properties. In *Magnetism and Structure in Functional Materials, Ch. 9*, pages 159–176. Planes, A., Manzo, L. and Saxena, A. (eds.), Springer, 2005.
- [64] H. Kato, T. Ozu, S. Hashimoto, and S. Miura. Cyclic stress-strain response of superelastic Cu-Al-Mn alloy single crystals. *Materials Science and Engineering A*, vol 264 :245–253, 2002.
- [65] A.G. Khachaturyan. *Theory of Structural Transformations in Solids*. John Wiley and Sons, New York, 1983.
- [66] T. Koyoma and O. Nittono. *J. Japan Inst. Metals*, vol 43 :262, 1979.
- [67] Y. Koyoma, T. Ukena, and O. Nittono. *J. Japan Inst. Metals*, vol 44 :1431, 1980.
- [68] V. Krasevec. *Physica status solidi*, vol (a) :241, 1975.
- [69] S. Kustov, M. Morin, and E. Cesari. On the instantaneous stabilisation in Cu-Al-Be  $\beta'$ 1 martensite. *Scripta Materialia*, vol 50 :219–234, 2004.
- [70] C. Le Nilliot and P. Gallet. Infrared thermography applied to the resolution of inverse heat conduction problems : recovery of heat line sources and boundary conditions. *Rev. Gén. Therm.*, vol 37 :629–643, 1998.
- [71] C. Lexcelent, P. Blanc, and N. Creton. Two ways for predicting the hysteresis minimisation for shape memory alloys. *Materials science and engineering*, vol A 481-482 :334–338, 2008.
- [72] D.Z. Liu and D. Dunne. Atomic force microscope study of the interface of twinned martensite in copper aluminium nickel. *Scripta Materialia*, vol 48 :1611–1616, 2003.
- [73] H. Louche. *Analyse par thermographie infrarouge des effets dissipatifs de la localisation dans les aciers*. PhD thesis, Université de Montpellier II, 1999.
- [74] F.C. Lovey, G. Van Tendeloo, and J. Van Landuyt. High resolution microscopy imaging of the habit plane in CuZnAl shape memory alloys. *Scripta Materialia*, vol 21 :1627–1631, 1987.
- [75] P. Lukas, P. Sittner, D. Lugovoy, D. Neov, and M. Ceretti. In situ neutron diffraction studies of the r-phase transformation in the NiTi shape memory alloy. *Appl. Phys.*, vol A 74 :1121–1123, 2002.

- [76] G. Maciejewski, S. Stupkiewicz, and H. Petryk. Elastic micro-strain energy at the austenite-twinned martensite interface. *Arch. Mech. 57 Warszawa*, vol 4 :277–297, 2005.
- [77] Ll. Manosa, J. Zarestky, M. Bullock, and C. Stassis. *Phys. Rev.*, B 59 :9239–9242, 1999.
- [78] MEMOMETAL. [www.memometal.com/productsfoot-ankle/memoclip.html](http://www.memometal.com/productsfoot-ankle/memoclip.html).
- [79] MEMRY CORPORATION. [www.memry.com](http://www.memry.com).
- [80] A.E. Morabito, A. Chrysochoos, V. Dattoma, and U. Galietti. Analysis of thermoelastic and dissipative effects related to the fatigue of 2024-T3 aluminium alloy. *Quantitative Infra Red Thermography*, vol 1 :99–116, 2004.
- [81] A.J. Morton and C.M. Wayman. *Acta Metall.*, vol 14 :1567, 1966.
- [82] Z. Moumni, A. Van Herpen, and P. Riberty. Fatigue analysis of shape memory alloys : energy approach. *Smart Materials and Structures*, vol 14 :287–292, 2005.
- [83] Y. Murakami, S. Kanchi, and S. Shimizu. *Trans. Japan Inst. Metals*, vol 17 :147, 1976.
- [84] Y. Murakami, S. Kanchi, and S. Shimizu. *Trans. Japan Inst. Metals*, vol 18 :423, 1977.
- [85] O. Nittono and Y. Koyoma. *Sci. Rep. R. I. Tohoku Univ.*, vol A29 Suppl. 1 :53, 1981.
- [86] S. Offermann, J.L. Beaudouin, C. Bissieux, and H. Frick. Thermoelastic stress analysis under nonadiabatic conditions. *Exp. Mech.*, vol 37 :409, 1997.
- [87] K. Okamoto, S. Ichinose, K. Morii, K. Otsuka, and Shimisu. Crystallography of  $\beta_1 \rightarrow \gamma'1$  stress induced martensitic transformation in a CuAlNi alloy. *Trans. Japan Inst. Metals*, vol 34 :2065–2073, 1986.
- [88] H. Okamoto, M. Oka, and I. Tamura. *Trans. Japan Inst. Metals*, vol 19 :674, 1978.
- [89] K. Otsuka. Origin of the memory effect in CuAlNi alloys. *Japanese Journal of Applied Physics*, vol 10 :571–579, 1971.
- [90] K. Otsuka and C.M. Wayman. Mechanism of shape memory effect and superelasticity. In *Shape Memory Materials*, pages 159–176. K. Otsuka and C.M. Wayman (eds.), Cambridge Press University, 1998.
- [91] M.L. Pastor. *Contribution à l'étude en fatigue de structures en aluminium renforcées par patches composites*. PhD thesis, Université BLAISE PASCAL - CLERMONT II, 2007.
- [92] H. Petryk, S. Stupkiewicz, and G. Maciejewski. Modeling of austenite/martensite laminates with interfacial energy effect. IUTAM Symposium, Hong Kong, 2004.
- [93] R. Peyroux, A. Chrysochoos, C. Litch, and M. Löbel. Thermomechanical coupling and pseudoelasticity of shape memory alloys. *Int. J. Eng. Sci.*, vol 36 :489–509, 1998.
- [94] J.L. Piro and M. Grédiac. Producing and transferring low-spatial-frequency grids for measuring displacement fields with moiré and grid methods. *Society for Experimental Mechanics*, 28 (4), 2004.
- [95] M. Pitteri. Reconciliation of local and global symmetries of crystals. *Journal of Elasticity*, 14 :175–190, 1984.
- [96] M. Pitteri and G. Zanzotto. Generic and non-generic cubic-to-monoclinic transitions and their twins. *Acta Metall.*, vol 46 :225–237, 1998.
- [97] M. Pitteri and G. Zanzotto. *Continuum Models for Phase Transitions and Twinning in Crystals*. Chapman and Hall / CRC, Boca Raton, 2002.
- [98] S.D. Prokoshkin, A.V. Korotitskiy, V. Brailovski, S. Turenne, Yu I., Khmelevskaya, and I.B. Trubitsyna. On the lattice parameters of phase in binary Ni-Ti shape memory alloys. *Acta Materialia*, vol 52 :4479–4492, 2004.

- [99] V. Recarte, R.B. Pérez-Sàez, E.H. Bocanegra, M.L. No, and San Juan. Dependence of the martensitic transformation characteristics on concentration in cu-al-ni shape memory alloys. *Materials Science and Engineering*, A273–275 :380–384, 1999.
- [100] A.L. Roitburd. Martensitic transformation as a typical phase transformation in solids. *Solid State Physics*, 33 :317–390, 1978.
- [101] G.M. Rotaru, W. Tirry, P. Sittner, J. Van-Humbeeck, and D. Schryvers. Microstructural-study of equiatomic pt-ti martensite and the discovery of a new long-period structure. *Acta materialia*, vol 55 :4447–4454, 2007.
- [102] G. Ruddock. A microstructure of martensite which is not a minimizer of energy : the X-Interface. *Arch. Rational Mech. Anal.*, vol 127 :1–39, 1994.
- [103] T. Saburi and C.M. Wayman. Crystallographic similarities in shape memory martensite. *Acta Met.*, vol 27 :979–995, 1979.
- [104] P. Schlosser, D. Favier, H. Louche, and L. Orgéas. *State-of-art research and application of SMAs technology*. P. Vincenzini, S. Besseghini (Eds.), 2009.
- [105] P. Schlosser, H. Louche, D. Favier, and L. Orgéas. Image processing to estimate the heat sources related to phase transformations during tensile test of NiTi tubes. *Strain*, vol 43 :260–271, 2007.
- [106] D. Schryvers. Multiply twinned phases and microstructures in Ni-Al : a transmission electron microscopy study. *Microstructure and phase transition*, The IMA volumes in Mathematics and its applications 54, 1990.
- [107] P. Sedlak, H. Seiner, M. Landa, V. Novak, P. Sittner, and Ll. Manosa. Elastic constants of bcc austenite and 2H orthorhombic martensite in CuAlNi shape memory alloy. *Acta Materialia*, vol 53 :3643–3661, 2005.
- [108] W. Seiler. Ensam. 151, boulevard de l’hopital. 75013 paris. 2010.
- [109] H. Seiner, J.M. Ball, and K. Koumatos. Non-classical austenite-martensite interfaces observed in single crystals of Cu-Al-Ni. *Phase Transitions*, to appear, 2009.
- [110] H. Seiner, M. Landa, and P. Sedlak. Euromech colloquium 478 on non-equilibrium dynamical phenomena in inhomogeneous solids, june 13-16, 2006, tallinn univ. technol., tallinn, estonia. *In : Proc. of the Estonian Acad. of Sc. Physics Mathematics*, vol 56 :218–225, 2007.
- [111] H. Seiner, P. Sedlak, and M. Landa. Shape recovery mechanism observed in single crystals of Cu-Al-Ni shape memory alloy. *Phase Transitions*, vol 81 :537–551, 2008.
- [112] J.A. Shaw and S. Kyriakides. Thermomechanical aspect of NiTi. *J. Mech. Phys. Solids*, vol 43 :1243–1281, 1995.
- [113] J.A. Shaw and S. Kyriakides. On the nucleation and propagation of phase transformation front in a NiTi alloy. *Acta mater.*, vol 45 :683–700, 1996.
- [114] T.W. Shield. <http://www.aem.umn.edu/people/faculty/shield/orient/wedge.gif>. Website, 1995.
- [115] T.W. Shield. Orientation dependence of the pseudoelastic behavior of single crystals of Cu-Al-Ni in tension. *J. Mech. Phys. Solids*, vol 43 :869–895, 1995.
- [116] Shusong Tan and Huibin Xu. Observations on a Cu-Al-Ni single crystal. *Continuum Mech. Thermodyn.*, vol 2 :241–244, 1990.
- [117] P. Stanley. *Strain*, vol 44 :285–297, 2008.

- [118] Strukturbericht, Band II. Supplement to *Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik, Krystalchemie*. Edited by P. Niggli *et al.*, Akademische Verlagsgesellschaft M.B.H. Leipzig, 1928-1932. Reproduced by Edwards Brothers, Ann Arbor, Mi, 1943. See also <http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/struk/>.
- [119] Y. Surrel. Moiré and grid methods : a signal-processing approach. Interferometry '94 : Photomechanics, édité par Ryszard J. Pryputniewicz et Jacek Stupnicki, volume 2342 of *Proc. Soc. Photo-Opt. Instrum. Eng.*, pages 213-220, 1994.
- [120] T. Tadaki, K. Katsuki, and K. Shimizu. *Suppl. Trans. Japan Inst. Metals*, vol 17 :187, 1976.
- [121] S. Tan and H. Xu. Observations on a CuAlNi single crystal. *Continuum Mech. Thermodyn.*, vol 2 :241-244, 1990.
- [122] N. Tea-Hyun, K. Jea-Hoon, and C. Mi-Seon. R-phase transformation in equiatomic TiNi alloy ribbons fabricated by rapid solidification. *Journal of materials science letters*, vol 21 :685-688, 2002.
- [123] M. Umemoto and C.M. Wayman. *Acta Metall.*, vol 26 :1529, 1978.
- [124] J. Van Humbeeck. *Alloys Comp.*, vol 355 :58-64, 2003.
- [125] M. Watanabe and C.M. Wayman. *Metall. Trans.*, vol 2 :2221-2229, 1971.
- [126] M.S. Wechsler, D.S. Lieberman, and T.A. Read. On the theory of the formation of martensite. *Trans. Met. Soc. AIME*, vol 197 :1503-1515, 1953.
- [127] Q. Wei, X.D. Han, and Z. Zhang. The substructures of martensite in a TiNiHf<sub>10</sub> shape memory alloys. *Materials letters*, vol 60 :3054-3058, 2006.
- [128] J. Ye, M. Tokonami, and K. Otsuka. Cristal structure analysis of  $\gamma'$ 1 Cu Al Ni martensite using conventional x-ray and synchrotron radiations. *Metallurgical transactions*, page 2669, 1990.
- [129] M. Yunqing, J. Chengbao, L. Yan, X. Huibin, W. Cuiping, and L. Xingjun. Study of  $Ni_{50+x}Mn_{25}Ga_{25-x}$  ( $x = 2 - 11$ ) as high-temperature shape memory alloys. *Acta materialia*, vol 55 :1533-1541, 2006.
- [130] X.Y. Zhang, L.C. Brinson, and Q.P. Sun. The variant selection criteria in single cristal Cu Al Ni shape memory alloy. *Smart Mater. Struct.*, 9 :571-581, 2000.
- [131] Z. Zhang. *Special lattice parameters and the design of low hysteresis materials*. PhD thesis, University of Minnesota, 2007.
- [132] Z. Zhang, R.D. James, and S. Muller. Energy barriers and hysteresis in martensitic phase transformations. *Acta Materialia*, to appear, 2009.