



HAL
open science

Mesure et modélisation multiéchelle du comportement thermo-magnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme

Mame-Daro Fall

► **To cite this version:**

Mame-Daro Fall. Mesure et modélisation multiéchelle du comportement thermo-magnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme. Génie mécanique [physics.class-ph]. Université Paris Saclay (COMUE), 2017. Français. NNT : 2017SACLN013 . tel-01598225

HAL Id: tel-01598225

<https://theses.hal.science/tel-01598225>

Submitted on 29 Sep 2017

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.

NNT : 2017SACLN013

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PARIS-SACLAY
PRÉPARÉE À L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE DE
CACHAN (ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE
PARIS-SACLAY)

Ecole doctorale n°579

Sciences mécaniques et énergétiques, matériaux et géosciences -
SMEMAG

Spécialité de doctorat : solides, structures, matériaux

par

MME MAME DARO FALL

Mesure et modélisation multiéchelle du comportement
thermo-magnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme

Thèse présentée et soutenue à l'École Normale Supérieure Paris-Saclay, le 19 juin 2017.

Composition du Jury :

M.	OLIVIER DOARE	Professeur ENSTA-Paristech	Président
Mme	SHABNAM ARBAB CHIRANI	Professeur ENIB	Rapporteur
M.	ETIENNE PATOOR	Professeur Georgia Inst. of Technology	Rapporteur
M.	LAURENT HIRSINGER	Chargé de recherche FEMTO-ST Besançon	Examineur
M.	OLIVIER HUBERT	Professeur ENS Paris-Saclay	Directeur de thèse
Mme.	KARINE LAVERNHE - TAILLARD	Maître de conférences ENS Paris-Saclay	Co-encadrant
M.	FREDERIC MAZALEYRAT	Professeur ENS Paris-Saclay	Invité
M.	OLEKSANDR PASKO	Chercheur CNRS ENS Paris-Saclay	Invité

Remerciements

J'aimerais commencer par remercier les membres du Jury.

Merci aux rapporteurs Mme. Shabnam Arbab - Chirani et Mr. Etienne Patoor, qui ont accepté de lire mes 200 pages de prose. Merci à vous pour cet investissement, et l'intérêt témoigné pour mon travail.

Merci à Mr. Olivier Doaré et Mr. Laurent Hirsinger qui ont accepté d'examiner ce travail. Merci à vous de me faire l'honneur d'évaluer mon travail.

Un grand merci à Frederic Mazaleyrat. Cela été un plaisir pour moi de te côtoyer et un enrichissement. Et je suis très contente de t'avoir comme invité pour ma soutenance. Merci à Sacha, merci pour son aide pour mieux appréhender les rayons X en général et le logiciel MAUD en particulier.

La décision de faire une thèse a été motivée par l'intérêt pour mon sujet, mais aussi par le choix de l'encadrement. Karine et Olivier ont d'abord été mes professeurs puis mes encadrants de stage. Et ils se sont toujours montrés pédagogues, respectueux, et bienveillants à mon égard.

Olivier m'a marqué par son enthousiasme. Les réunions avec lui sont toujours très productives et il a su diriger cette thèse avec beaucoup de rigueur et beaucoup d'humanité. Il s'est montré impliqué de bout en bout et j'ai énormément apprécié de travailler avec lui.

Karine était ni plus ni moins ma prof. préférée du cycle de master. De la pédagogie, de la fermeté, un grand sourire. J'ai adoré suivre ses enseignements. Et elle a été une encadrante de thèse concernée, disponible, avec qui j'ai adoré travailler.

Je les remercie tous les deux du fond du cœur d'avoir été là pour moi tout du long. Ils m'ont aidé à grandir scientifiquement. Merci d'avoir su me rebooster quand ma motivation retombait, merci de m'avoir fait confiance en me laissant une grande autonomie.

Je remercie tous mes collègues du LMT Cachan, tous ceux avec qui j'ai partagé un regard, un sourire. Je remercie plus particulièrement les membres de l'UTR multiphysique au LMT cachan : Marc, Mingyong, Maxime, Nicolas, Olivia, Benoit. Merci pour les échanges, la bonne humeur, la bienveillance. Merci Xuyang, qui a effectué son stage de master avec moi. Merci d'avoir contribué à enrichir cette thèse en résultats et d'offrir une continuité à ce travail.

Merci à Rémi, à Xavier, à Marc pour leur aide précieuse lors de mes essais. Merci à Do, Mehdi, Claude, d'avoir toujours pris le temps de discuter autour d'un café. Merci pour les encouragements et les sourires. Merci à "Mr. Rasta", Francis, du DGM, pour les coups de main, très nombreux, et pour le sourire perpétuel et l'énergie positive.

Merci à mes collègues de SATIE pour leur bonne humeur et merci à Andras, grâce à qui

j'ai pu effectuer les mesures en température à Thiais, et surtout battre mon record de pâtisseries libanaises englouties en une journée (tout le plaisir était pour moi ;).

Merci à mes collègues de l'ENSMA. Merci à ma co-bureau Wissal, à Diouwel, à Mandana pour les fous rires, les encouragements, la bienveillance. Merci à Selim et Sami : je ne suis pas sûre que les weekends au boulot vont me manquer pour autant ! ;) Merci à Catherine de m'avoir accueilli avec beaucoup de gentillesse.

Merci à Cristina Bormio Nunes qui m'a accueilli au Brésil avec l'attention d'une maman. Obrigada !

Merci à Ndèye wellé Samb, qui peut être ne lira jamais ces lignes. Merci de m'avoir accueillie à mon arrivée en France, d'avoir supporté mes gamineries d'alors. J'ai rarement rencontré une personne avec un si grand cœur et je m'efforce, peut être bien tard, de mériter ta bonté d'alors, par mes gestes et mes paroles d'aujourd'hui.

Je remercie mes parents Alioune Fall et Rougui Keita.

Merci Papa de m'avoir poussé hors du nid. Tu m'as dit "voyager te fera grandir ma fille" alors que je m'accrochais à mon cocon dakarois. Merci de nous avoir toujours poussé à croire en nous, merci d'avoir toujours cru en moi.

Merci à ma mère qui n'a jamais pleuré de n'avoir que "des filles", qui nous disait toujours "vous avez une chance que celles de ma génération n'ont pas eu, à vous d'en profiter". Diereudieuf Yaye Booye.

Je remercie mes sœurs Katy, Yacine, Oulèye, Rougui et Fatou. Je me suis longtemps vu comme le vilain petit canard du lot et ai souvent jaloué votre beauté et votre joie de vivre. L'adolescence est bien loin maintenant et je suis heureuse de partager vos rires et votre exubérance.

Merci à Fatou pour les tartes aux pommes (avec juste ce qu'il faut de cannelle) qui m'attendaient quand je rentrais tard. Merci pour les conseils, les explorations culinaires à deux, et aussi pour les séances de "Leumbeul naar" dans notre minuscule salon. Merci à Katy, la grande sœur, si protectrice : "koulo beugue rek mo la meneu sonal !"

Je laisse une place spéciale pour mes neveux et nièces : les jumelles Amina et Absa, la petite Fatima si joyeuse, Mohamed, notre petit prophète, Mame diarra bousso, qui m'a attendu pour naître ;)

Merci à Pauline, de m'avoir fait découvrir sa culture, d'avoir éloigné les limites de mes préjugés, de m'avoir entouré de sa bienveillance bourrue. Merci pour tout, pour ce tour à vélo, dans le noir, à la recherche du rocamadour ;) Un fromage valait-il un tel détour ? Je suis super contente de t'avoir rencontrée.

Pendant ces trois longues années, j'ai appris beaucoup de choses. Faire du vélo (merci popo), jouer de la musique. Merci aux "koranoutes" de korafoll'art et surtout merci à Adèle, pour la pensée, et pour la musique ;)

Merci à Clément. Tu m'as fait redécouvrir le plaisir de cuisiner et j'ai participé avec application à ta passion pour la pâtisserie (en tant que gouteuse attirée de tes réalisations ;) Tu as su me découvrir sans me juger. Te rencontrer était un cadeau de la vie.

Merci à mon moi intérieur, ma source d'énergie, celle qui voit le verre à moitié plein, celle qui s'ancre dans le présent, loin des regrets, loin des doutes, celle qui apprivoise mes peurs.

*A mes grands parents
Mame Oulèye Dem, Mame Ismaila Keita,
Mame Daro Soumaré, Mame Doudou Fall,
Que la terre leur soit légère.*

Table des matières

Remerciements	1
Table des matières	i
Table des figures	v
Liste des tableaux	xv
Introduction	1
1 Les alliages à mémoire de forme : état de l'art	7
1 Comportement des alliages à mémoire de forme (non magnétiques)	8
1.1 Transition martensitique dans les alliages à mémoire de forme . .	8
1.2 Spécificités des AMF de type nickel - titane	10
1.3 Comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme	13
2 Comportement des matériaux magnétiques	20
2.1 Comportement magnétique	22
2.2 Comportement magnéto-mécanique	24
3 Comportement des alliages à mémoire de forme magnétiques	28
3.1 Transformation de phase / Réarrangement martensitique	28
3.2 Spécificités des alliages nickel - manganèse - gallium	28
3.3 Mécanismes d'aimantation sous champ magnétique	29
4 Stratégies de modélisation de la littérature	37
4.1 Modèles de comportement des AMF (non magnétiques)	37
4.2 Modèles de comportement des matériaux magnétiques	40
4.3 Modèles de comportement des AMFM	43
5 Techniques expérimentales de suivi in - situ de la transformation de phase des AMF	44
5.1 Méthodes calorimétriques	44
5.2 Méthodes optiques	45
5.3 Méthodes électriques : mesures de résistivité	49
5.4 Méthodes magnétiques : suivi de l'aimantation	50
5.5 Diffraction des rayons X et des neutrons	50
6 Motivation de l'étude	55

2	Modélisation multiéchelle du comportement d'un volume élémentaire représentatif	57
1	Discussion autour du modèle multiéchelle de Maynadier [Maynadier, 2012] : Hypothèses, Limites, enjeux	59
1.1	Principes du modèle micro - macro multiéchelle de Maynadier	59
1.2	Avantages du modèle	61
1.3	Limites du modèle	61
2	Modèle multiéchelle unifié	62
2.1	Énergie libre des variantes	62
2.2	Loi de comportement local	64
2.3	Transitions d'échelle	66
2.4	Modélisation de l'hystérésis	68
3	Identification des paramètres du modèle multiéchelle	77
3.1	Configuration multi - phasée : déclaration d'une nouvelle phase	77
3.2	Identification des paramètres	79
3.3	Prise en compte du nombre de variantes et passage à plusieurs constantes dans l'équation de Boltzmann	84
3.4	Autres paramètres	86
4	Stratégie de validation du modèle	87
3	Caractérisation in situ de la transition martensitique : Etude d'alliages polycristallins de NiTi	89
1	Matériaux et identification des paramètres du modèle	91
1.1	Alliages utilisés	91
1.2	Calendrier d'essais	98
2	Campagne expérimentale sur les échantillons du <i>lotA</i>	99
2.1	Cycles de chauffage - refroidissement	99
2.2	Comportement pseudoélastique en contrainte uniaxiale	103
3	Campagne expérimentale sur les échantillons du <i>lotB</i>	110
3.1	Cycles de chauffage - refroidissement	110
3.2	Comportement pseudoélastique en contrainte uniaxiale	114
3.3	Surfaces seuils de transition en traction-compression biaxiale	125
4	Bilan du chapitre	145
4	Caractérisation in situ des alliages à mémoire de forme magnétiques : Etude sur monocristaux de Ni-Mn-Ga	147
1	Matériau et mise en place des essais	149
1.1	Matériau	149
1.2	Calendrier d'essais et matériels utilisés	152
1.3	Diffraction des rayons X sur monocristal de Ni-Mn-Ga	153
2	Identification des paramètres du modèle	156
2.1	Analyse calorimétrique	156
2.2	Mesures magnétiques préliminaires	158

2.3	Résumé des paramètres	160
3	Suivi de la transformation martensitique pendant un cycle thermique . . .	160
3.1	Suivi de la transformation martensitique pendant un cycle chauffage - refroidissement	160
3.2	Comparaison essai - modèle	161
4	Suivi de la réorientation martensitique pendant un cycle magnétique . . .	162
4.1	Comportement du matériau sous champ magnétique	162
4.2	Influence de l'état initial de contraintes mécaniques sur le comportement du matériau	166
5	Comparaison essai de la littérature / modèle	171
6	Conclusion	172
Conclusion		175
A Diffraction des rayons X		181
1	Diffraction des rayons X à la température austénitique : Problématique de la texture	181
1.1	Simulation du diffractogramme théorique de l'austénite	181
1.2	Mesure DRX à l'état austénitique (T=50°C)	186
1.3	Texture de la phase R et de la martensite	189
2	Analyse quantitative de phase	192
B Dimensionnement des éprouvettes du lot B		195
1	Démarche de dimensionnement	195
2	Estimation des contraintes : calcul élastique sur ABAQUS	198
C Problème d'inclusion		201
D Calcul des courbes limites de transitions entre phases dans le diagramme de Clapeyron		203
E Pré - test : Influence de la température		205
1	Dispositif expérimental	206
2	Résultats	206
Bibliographie		211

Table des figures

1	Applications utilisant l'effet mémoire de forme [Lebreton, 2004]	2
2	Applications de la pseudoélasticité a) fils pour appareils dentaires ; b) instrument d'orthodontie permettant de percer en courbe	2
3	a) Schéma d'un actionneur utilisant un AMFM ; b) dessin CAO d'un actionneur de type "push - pull" utilisant deux AMFM différents [Hubert <i>et al.</i> , 2012]	3
1.1	Passage d'une phase mère d'austénite cubique à des variantes de martensite tétragonale [Bhattacharya, 2003]	8
1.2	Diagramme de Clausius-Clapeyron : seuils de transformation schématiques [Maynadier, 2012]	9
1.3	a) Micrographie optique : méso-domaines de variantes de martensite dans un grain de CuAlBe lors d'un essai de traction [Patoor <i>et al.</i> , 2006] ; b) polycristal de NiTi : variantes de martensite dans une bande de transformation résiduelle (après un essai de traction) [Maynadier, 2012]	10
1.4	Diagramme de phase binaire nickel - titane [Otsuka et Ren, 2005]	11
1.5	NiTi : I) passage d'une phase mère d'austénite (cubique) à une maille de martensite (monoclinique) ; II) passage d'une phase mère d'austénite (cubique) à une maille de phase R (trigonale) [Otsuka et Ren, 2005]	12
1.6	NiTi : a) courbes de traction à T=80°C (phase de départ : austénite), à T=23°C (phase R) et à T=-60°C (martensite) ; b) niveaux de déformation mesurés et estimés pour un cycle de refroidissement-chauffage à contrainte constante non nulle [Chemisky, 2009]	12
1.7	a) Effet mémoire simple sens ; b) superélasticité [Lagoudas, 2008]	14
1.8	Ronds creux : évolution des seuils de réorientation de martensite $M \rightarrow M'$ ($T < M_s$) et de transformation directe $A \rightarrow M$. Ronds pleins : évolution des seuils de transformation inverse $M \rightarrow A$ [Otsuka et Ren, 2005]	14
1.9	Seuils en traction, en compression et en cisaillement à différentes températures pour un échantillon polycristallin de NiTi : les points expérimentaux sont comparés à des surfaces seuils obtenues avec un critère faisant intervenir le troisième invariant du tenseur des contraintes [Orgéas et Favier, 1998]	15
1.10	a) Courbes de traction ; b) courbes de compression pour un échantillon monocristallin et un échantillon polycristallin de NiTi [Gall <i>et al.</i> , 2001]	16

1.11	a) Observation des bandes de transformation (en noir, la phase austénitique) ; b) courbe de chargement associée (traction sur échantillons plats de NiTi) [Shaw et Kyriakides, 1997]	17
1.12	CuAlBe : seuils de traction - torsion : a) à différents offsets ; b) normales à l'écoulement et comparaison avec une surface seuil de von Mises [Bouvet, 2001]	19
1.13	NiTi : seuils de réorientation de la phase R en traction - torsion [Taillard, 2006]	20
1.14	I) Essai de traction de type Meuwissen dans le sens 2 : a) champs de déformation ϵ_{11} ; b) ϵ_{22} ; c) ϵ_{12} ; II) évolution de la déformation de von Mises pour une éprouvette en croix durant un essai de traction - compression [Echchorfi, 2013]	21
1.15	Configurations magnétiques [Nozières, 1998]	22
1.16	Mise en évidence des domaines magnétiques ; effet Kerr [Hubert et Schäfer, 2008]	23
1.17	Évolution des domaines magnétiques dans un monocristal 2D	24
1.18	Corrélation entre structure en domaines magnétiques et aimantation macroscopique.	24
1.19	Magnétostrictions longitudinales anhystérétiques de trois matériaux ferromagnétiques. Mesures réalisées au LMT-Cachan	25
1.20	Effet des contraintes sur l'aimantation d'un acier bas-carbone (0,18wt%) [Lollioz <i>et al.</i> , 2006]	26
1.21	Principe du processus de magnétostriction dans un monocristal - matériau à magnétostriction "négative".	27
1.22	Structures cristallographique du Ni-Mn-Ga - de gauche à droite : austénite (L_{21}) ; martensite tétragonale modulée (5M) ; martensite monoclinique modulée (7M) ; martensite tétragonale non modulée (NTM) [L'excellent, 2013]	29
1.23	Ni-Mn-Ga : a) phase mère d'austénite (cubique) ; b) maille de martensite (tétragonale) d'après [L'excellent, 2013]	29
1.24	a) Passage d'une variante austénitique cubique aux 3 variantes de martensite tétragonale ; b) mécanismes en jeu lors de l'aimantation sous champ magnétique [Chen <i>et al.</i> , 2014]	30
1.25	Apparition d'une hystérésis après saturation à partir d'un état désaimanté [Nozières, 1998]	31
1.26	a) Courbes d'aimantation pour un monocristal monovariant de $Ni_{49,7}Mn_{29,1}Ga_{21,2}$ (martensite 5M) suivant l'axe de facile aimantation (<i>free sample</i>) et l'axe de difficile aimantation (compression de 3 MPa) [Heczko, 2005] ; b) courbes d'aimantation et mesure de la déformation associée sur un monocristal monovariant de $Ni_{48,6}Mn_{26,3}Ga_{25,1}$ (martensite 5M) présentant une réorientation dans le premier quadrant des figures [Straka, 2007]	32

1.27	a) Mécanismes en jeu lors du chargement ; b) mesures de la déformation lors de cycles d'aimantation à contrainte constante pour un monocristal monovariant de Ni ₂ MnGa [Kiefer <i>et al.</i> , 2007]	33
1.28	a) Schéma du dispositif expérimental de bicompression ; b) image de l'échantillon et des mors (les lignes rouges représentent des zones de friction) [Xue, 2013]	34
1.29	Courbes contrainte - déformation (σ_{yy} - ϵ_{yy}) pour différentes valeurs de la contrainte σ_{xx} [Xue, 2013]	35
1.30	Déformation sous champ magnétique pour des valeurs constantes des contraintes de compression biaxiale (σ_{xx} et σ_{yy}) [Xue, 2013]	36
1.31	Illustration des différentes échelles dans l'approche multiéchelle	41
1.32	Calorimétrie différentielle : a) montage d'un appareil de DSC [Grenet et Legendre, 2010] ; b) schéma d'une courbe DSC pour un AMF avec les températures seuils (A_s, A_f, M_s, M_f) et les chaleurs latentes de transformation (ΔH) [Lagoudas, 2008]	45
1.33	I) Principe de corrélation d'images [Brémand <i>et al.</i> , 2011] ; II) observation des bandes de martensite sur une feuille mince de Ni - Mn - Ga monocristallin lors d'un essai de traction [Pinneker <i>et al.</i> , 2013]	46
1.34	Courbes de Planck [Pajani, 2001]	47
1.35	Montage de mesure de la diffusivité thermique avec un chauffage par impulsion laser [Delobelle, 2012]	48
1.36	Dispositif expérimental : mesures IRIC [Maynadier, 2012]	48
1.37	Évolution de la résistivité pour un échantillon de CuAlBe lors d'un cycle chauffage - refroidissement [Taillard, 2006]	49
1.38	Schéma d'un magnétomètre à échantillon vibrant ayant un électroaimant comme source [Fiorillo et Mazaleyrat, 2009]	51
1.39	Condition de diffraction de Bragg [Broll, 1996]	52
1.40	Diffraction du NiTi illustrant les plans appartenant à l'austénite (A), à la phase R (R) et à la martensite (M) [Urbina <i>et al.</i> , 2010]	54
2.1	Illustration des différentes échelles.	62
2.2	Illustration des différentes échelles - situation monovariant (ferrite ou austénitique ferromagnétique).	64
2.3	Illustration des différentes échelles - situation multivariant paramagnétique.	65
2.4	Illustration des courbes d'énergie libre des phases 1 et 2 et de leur domaine de stabilité respectif.	69
2.5	Illustration des courbes d'énergie libre des phases 1 et 2 avec prise en compte de l'énergie de germination L_g	70
2.6	Illustration du passage des phases 1 vers 2 puis 2 vers 1 avec les températures caractéristiques ; évolution de la fraction de phase 2 associée	71
2.7	Exemple de modèle de comportement cyclique magnétique obtenu avec l'approche de Hauser. Pointillés : courbe anhystérétique / traits pleins : hystérésis magnétique	72

2.8	Points caractéristiques sur une boucle d'hystérésis [Hauser, 2004]	86
3.1	DSC des échantillons du <i>lotA</i>	92
3.2	Figures de pôles des échantillons du <i>lotA</i> : Direction <100>, Direction <110>, Direction <111>	92
3.3	Figure de pôles inverse (ND - direction normale) d'un échantillon issu du <i>lotA</i>	93
3.4	<i>lotA</i> : figure de pôle du VER isotrope transverse de 169 grains utilisé pour le modèle	94
3.5	Comparaison essai - modèle <i>lotA</i> : DSC	94
3.6	DSC des échantillons du <i>lotB</i>	95
3.7	Figures de pôles des échantillons du <i>lotB</i> représentant les directions <100>, <110> et <111>	96
3.8	Figure de pôles inverse (ND - direction normale) d'un échantillon issu du <i>lotB</i>	96
3.9	<i>LotB</i> : figure de pôle du VER isotrope transverse de 81 grains utilisé par le modèle	97
3.10	<i>LotB</i> : comparaison des DSC	98
3.11	Montage DRX pour les mesures en température	99
3.12	<i>LotA</i> : évolution des diffractogrammes lors du refroidissement [Source cobalt : 30kV 30mA $\emptyset_{faisceau} = 1mm$]	100
3.13	<i>LotA</i> : évolution des diffractogrammes lors du chauffage [Source cobalt : 30kV 30mA $\emptyset_{faisceau} = 1mm$]	101
3.14	Comparaison essai - modèle <i>lotA</i> : évolution des fractions de phase en fonction de la température : a) au refroidissement ; b) au chauffage [Conditions du calcul : contrainte nulle ; pas= $5 \cdot 10^{-2}$ K]	102
3.15	<i>LotA</i> : évolution des fractions de variantes en fonction de la température	103
3.16	Éprouvette 1D	104
3.17	Montage DRX pour les mesures de traction sur Astree	104
3.18	<i>LotA</i> : a) courbe contrainte - déformation conventionnelle ; b) échantillon	105
3.19	<i>LotA</i> : cartographies des déformations ϵ_{xx} dans la zone d'intérêt (ROI) suivant la direction de la traction obtenues par CIN [$1pixel = 45\mu m$]	105
3.20	<i>LotA</i> : évolution des diffractogrammes lors du chargement de traction [Source cobalt : 30kV 30mA]	106
3.21	Zones utilisées pour la corrélation d'images dans la bande (zone 1 en bleu) et en dehors de la bande (zone 2 en vert). Image donnée pour une contrainte appliquée $\sigma = 338$ MPa	107
3.22	Courbes contrainte - déformation estimées par le modèle en contraintes homogènes (CH) et en schéma auto-cohérent (AC) et comparaison avec les points expérimentaux des zones 1 et 2 [conditions de calcul : pas=1MPa, T=30°C]	108

3.23	<i>LotA</i> : fractions de phase d'austénite (A), de phase R (R) et de martensite (M) estimées par le modèle unifié en traction a) contraintes homogènes ; b) schéma auto - cohérent	109
3.24	Diffractionmètre avec contrôle de température : Thiais a) équipement RX <i>ICMPE Thiais</i> ; b) chambre avec azote liquide	110
3.25	<i>LotB</i> : évolution des diffractogrammes lors du refroidissement [Source cuivre : 40kV 40mA]	111
3.26	<i>LotB</i> : évolution des diffractogrammes lors du chauffage [Source cuivre : 40kV 40mA]	111
3.27	Comparaison essai - modèle <i>lotB</i> : évolution des fractions de phase en fonction de la température au refroidissement	112
3.28	Comparaison essai - modèle <i>lotB</i> : évolution des fractions de phase en fonction de la température au chauffage	113
3.29	<i>LotB</i> : évolution des fractions de variantes en fonction de la température	114
3.30	Échantillons 1D du <i>lotB</i> (dimensions en mm) : $\vec{x} // RD$	115
3.31	a) Montage mini Astree avec camera de mesure CIN ; b) échantillon 1D	115
3.32	Courbe Force - déplacement $F_x - U_x$	116
3.33	Zone de corrélation	116
3.34	Champs de déformation ϵ_{xx}	117
3.35	a) Montage de mesure RX in situ lors d'un essai de traction ; b) positionnement de l'ensemble machine + échantillon	118
3.36	Echantillon 1D avec une zone sans mouchetis pour la mesure DRX et une zone de mesure de corrélation	118
3.37	Courbe contrainte conventionnelle - déformation mesurée par corrélation d'images suivant l'axe de traction sur la zone de corrélation représentée en figure 3.36 (masque non pris en compte)	119
3.38	<i>LotB</i> : évolution des diffractogrammes lors de la charge [Source cobalt : 30kV 30mA $\emptyset_{faisceau}=0,5mm$]	120
3.39	Champs de déformation ϵ_{11} sur la zone de corrélation représentée en figure 3.36 pendant la charge	120
3.40	<i>LotB</i> : évolution des diffractogrammes lors de la décharge [Source cobalt : 30kV 30mA $\emptyset_{faisceau} = 0,5mm$]	121
3.41	Champs de déformation ϵ_{11} sur la zone de corrélation représentée en figure 3.36 pendant la décharge	122
3.42	<i>LotB</i> : zone de mesure de la déformation par CIN	123
3.43	<i>LotB</i> : comparaison des courbes contrainte - déformation estimée par le modèle et mesurée expérimentalement	123
3.44	<i>LotB</i> : fractions de phase estimées par le modèle unifié en traction a) contraintes homogènes ; b) schéma auto - cohérent	124
3.45	Échantillons 2D du <i>lotB</i> (dimensions en mm) : $\vec{y} // RD$	126
3.46	a) Montage mini - Astree + Caméra ; b) échantillon 2D	127

3.47	a) Échantillon 2D avec zone de corrélation (rectangle rouge) [$1\text{pixel} = 6,78\mu\text{m}$]; b) détermination du seuil par un offset de la déformation équivalente de Levy - Mises	128
3.48	Chargements 2D en efforts	129
3.49	Chargements 2D en contraintes	129
3.50	Efforts appliqués en fonction de la déformation équivalente de von Mises	130
3.51	a) Courbes Effort - Déformation équivalente de Levy - Mises : traction sur une éprouvette 2D ; b) courbe Contrainte - déformation longitudinale de traction : Estimation du modèle	131
3.52	Comparaison de 2 tests d'affilée avec le chargement 14	132
3.53	Déformations résiduelles au cours de la campagne	132
3.54	Seuils de bitraction - bicompression définis pour 3 offsets de la déformation équivalente de von Mises [<i>en vert : tests de répétabilité</i>]	133
3.55	Seuils de bitraction - bicompression : résultats de simulation en contrainte homogène pour le <i>lotB</i> à $T = 27^\circ\text{C}$	134
3.56	Comparaison des isovaleurs de déformation équivalente de Levy - Mises à 1% en contrainte homogène (CH) et en schéma auto - cohérent (AC) [$T = 27^\circ\text{C}$; pas de contrainte = 20 MPa]	135
3.57	Comparaison seuils expérimentaux / isovaleurs de simulations sans prise en compte de contraintes résiduelles ; b) avec des contraintes résiduelles de traction [Centre (0 MPa ; 0 MPa)] [$T = 27^\circ\text{C}$]	135
3.58	a) Plaque après amincissement ; b) échantillon 2D après découpe finale	136
3.59	a) Plaque après amincissement ; b) échantillon 1D après découpe finale	137
3.60	Comparaison du pic d'austénite {110} pour les échantillons 1D et 2D	138
3.61	Comparaison seuils expérimentaux / isovaleurs de simulations avec des contraintes résiduelles de traction [Centre (+80 MPa ; +40 MPa)] [$T = 27^\circ\text{C}$]	138
3.62	Seuils de bitraction - bicompression : résultats de simulation pour un VER isotrope de 546 grains	139
3.63	a) Montage pour la mesure in situ : utilisation d'un cube pour l'obtention de l'image de corrélation ; b) positionnement de la machine sur le bâti de la DRX	140
3.64	Trajets de chargements 2D précédents (en noir) et trajets de chargements avec mesures RX in situ (en rouge)	141
3.65	Évolutions du pic A110 lors des mesures DRX in situ	143
3.66	Évolutions du pic A110 lors des mesures DRX in situ	144
4.1	Passage d'une variante austénitique cubique aux 3 variantes de martensite tétragonale	150
4.2	Image MEB du cube de $2 \times 2 \times 2\text{ mm}^3$	150
4.3	Analyse EBSD de la face 1 de l'échantillon	151

4.4	Analyse EBSD de l'échantillon : la mesure fait état d'une situation monovariante V1 imparfaite avec présence des variantes V2 et V3 en faible quantité	152
4.5	Diffractogrammes calculés avec la théorie des poudres pour l'austénite (maille cubique) et la martensite (maille tétragonale)	154
4.6	a) Schéma de l'échantillon utilisé ; b) montage DRX pour les mesures en température	154
4.7	a) Positionnement de l'échantillon sur le bâti de la DRX : recherche de l'angle d'inclinaison β idéal ; b) pics DRX en fonction de l'inclinaison β par rapport au plan du bâti [Source cuivre : 20kV 10mA $\theta_{faisceau} = 1mm$]	155
4.8	DSC du matériau au chauffage et au refroidissement. Mesure réalisée à l'ENSTA ParisTech	157
4.9	Comparaison essai - modèle : DSC	157
4.10	a) Schéma du système de mesure VSM <i>Origine image : http://utrecht.ewi.utwente.nl/smi/</i> ; b) schématisation de l'échantillon utilisé avec repérage des faces	158
4.11	Courbes d'aimantation obtenues par VSM et comparaison avec le modèle [Configuration pour la simulation : $\sigma_{xx} = -5 MPa$]	159
4.12	a) Mesure DRX au refroidissement ; b) mesure DRX au chauffage [Source cuivre : 20kV 10mA $\theta_{faisceau} = 0,5mm$ inclinaison : $\beta = 9^\circ$]	161
4.13	Estimations du modèle : évolution des fractions de phases en température <i>traits pleins : refroidissement / pointillés : chauffage</i>	162
4.14	a) Aimantation initiale mesurée suivant l'axe de facile aimantation \vec{x} : monocristal multivariant ; b) aimantations mesurées suivant l'axe de facile aimantation \vec{x} et l'axe de difficile aimantation \vec{y} après saturation du matériau : monocristal "quasi" monovariant. Mesures effectuées par VSM au laboratoire SATIE - ENS Paris Saclay	163
4.15	Analyse EBSD de l'échantillon : la mesure fait état d'une situation monovariante V1 imparfaite avec présence des variantes V2 et V3 en faible quantité	163
4.16	a) Courbes d'aimantation mesurées par VSM et comparaison avec le modèle <i>Traits pleins=Expérience / Pointillés=Modèle</i> ; b) résultats de simulation associés : Déformations de transformation suivant l'axe \vec{x} pour différentes configurations en contrainte	165
4.17	a) Schéma du magnétomètre vibrant ; b) schéma de l'échantillon pris entre les deux plateaux du dilatomètre	166
4.18	Déformations mesurées par micro - dilatométrie au cours de cycles d'aimantation suivant un des axes de difficile aimantation de la variante V1 (\vec{H}/\vec{y}). Mesures effectuées à l'EEL - Lorena	167
4.19	Déformations mesurées par micro - dilatométrie au cours de cycles d'aimantation suivant l'axe de facile aimantation de la variante V1 (\vec{H}/\vec{x}). Mesures effectuées à l'EEL - Lorena	168
4.20	Résultats théoriques de diffraction pour un monovariant V1 parfait	169

4.21	Évolutions du spectre DRX mesuré au début et à la fin des cycles d'aimantation : mesures au point (A) à gauche et mesures au point (G) à droite. Mesures effectuées à l' <i>EEL - Lorena</i> [Source cuivre]	170
4.22	a) Chargement uniaxial $\sigma_{xx} = 0$ MPa ; σ_{yy} variable ; b) chargement biaxial $\sigma_{xx} = -5$ MPa ; σ_{yy} variable ; c) chargement biaxial $\sigma_{xx} = -9$ MPa ; σ_{yy} variable . Mesures effectuées sur un monocristal de NiMnGa d'après [Xue, 2013]	171
4.23	Estimations du modèle (contrainte de configuration pour le modèle $\sigma_{xx} = -1,5$ MPa) paramètres de simulation : $A = 0,37 \cdot 10^{-4} m^3 \cdot J^{-1}$ $B = 0,56 \cdot 10^{-4} m^3 \cdot J^{-1}$	172
4.24	Figures de pôles du VER isotrope de 546 grains	173
4.25	a) Courbes d'aimantation calculées à l'aide du modèle pour un VER isotrope de 546 grains ; b) résultats de simulation associés : déformations de transformation suivant l'axe \vec{x} (pas de contrainte de configuration) . . .	174
4.26	Dispositif de mesures DRX in - situ sous champ magnétique	178
A.1	Diffraction théorique de la phase austénitique du NiTi [Source cobalt ($\lambda_{K\alpha}=0,1789$ nm)]	183
A.2	Figures de pôles mesurées par EBSD de l'austénite du <i>lotA</i>	184
A.3	Montage de diffraction	185
A.4	Intensité théorique normalisée pour le <i>LotA</i> : correction de texture pour l'austénite avec une fonction gaussienne	186
A.5	Montage DRX pour les mesures en température	187
A.6	RX sur NiTi à T=50°C pour les échantillons du <i>lotA</i> [Source Cobalt : 30kV 30mA t=10min]	187
A.7	NiTi <i>lotA</i> T=50°C : comparaison des diffractogrammes expérimentaux et théoriques	188
A.8	Diffractogrammes théoriques de la martensite et de la phase R du NiTi [source Cobalt ($\lambda_{K\alpha}=0,1789$ nm)] : a) Phase R ; b) Martensite	190
A.9	Figures de pôles estimées de la martensite du <i>lotA</i>	191
A.10	Figures de pôles estimées de la phase R du <i>lotA</i>	192
A.11	Diffractogramme expérimental à T=50°C (en bleu) et diffractogramme calculé sur Maud avec la texture associée (en noir)	193
B.1	La machine "mini - Astree"	196
B.2	Échantillons du <i>lotB</i> (dimensions en mm)	197
B.3	Calcul élastique sur l'échantillon 2D [$F_1^{FaceA} = 1633$ N ; $F_2^{FaceB} = 438$ N]	199
C.1	Problème d'inclusion d'Eshelby	201
E.1	Évolution de la température : traction sur <i>lotA</i>	205
E.2	Dispositif expérimental : échantillon avec de part et d'autre une caméra visible et une caméra infrarouge	206
E.3	Mesures IR : températures initiales sur l'échantillon avant le début de l'essai 207	

E.4	Évolution de la température sur la zone1, la zone2 et la zone3 pendant la charge. La figure représente la température en fonction du numéro d'image [vitesse $0,001mm.s^{-1}$]	208
E.5	a) Photo de l'échantillon avec mouchetis. Le rectangle rouge définit la zone de corrélation [$1pixel = 6\mu m$]; b) courbe effort - déformation de Mises (les termes de déformation sont mesurés par CIN dans la zone de corrélation) \vec{F}/\vec{x}	208
E.6	Mesures CIN et Mesures IR correspondant aux points (a), (b), (c) et (d) de la courbe de comportement en figure E.5.b	209

Liste des tableaux

2.1	Paramètres physiques du modèle multiéchelle selon le type d'alliage étudié. Paramètres à identifier pour chaque phase (austénite, phase R, martensite)	80
2.2	Paramètres d'ajustement du modèle multiéchelle selon le type d'alliage étudié.	84
2.3	Paramètres d'hystérésis thermique du modèle multiéchelle	87
3.1	Propriétés du <i>lotA</i> : Ni _{51at%} Ti et moyens expérimentaux utilisés pour les obtenir	93
3.2	Paramètres de calcul du modèle multiéchelle pour le <i>lotA</i>	94
3.3	Propriétés du <i>lotB</i> : Ni _{51at%} Ti et moyens expérimentaux utilisés pour les obtenir	97
3.4	Paramètres de calcul du modèle multiéchelle pour le <i>lotB</i>	98
3.5	Résumé des caractéristiques des lots d'échantillons	98
3.6	Bilan des mesures utilisant la diffraction des rayons X	99
4.1	Calendrier des essais	152
4.2	Paramètres du calcul	157
4.3	Paramètres numériques du modèle multiéchelle	159
4.4	Résumé de l'ensemble des paramètres matériau du modèle multiéchelle	160
A.1	Structures cristallographiques des phases du NiTi d'après [Urbina <i>et al.</i> , 2010]	182
A.2	Plans diffractant et intensités relatives : <i>lotA</i>	188
A.3	Valeurs du facteur R_{wp} lors des mesures DRX en température sur les échantillons du <i>lotA</i>	194

Introduction

Le comportement des alliages à mémoire de forme (AMF) est régi par les mécanismes de transformation martensitique à l'échelle de la microstructure, à l'origine de leurs propriétés remarquables (mémoire de forme, superélasticité) [Bhattacharya, 2003]. Cette transformation peut être induite thermiquement ou mécaniquement. Les alliages à mémoire de forme magnétiques (AMFM) sont une catégorie d'AMF sensible non seulement à la contrainte et aux niveaux de température, mais également au champ magnétique. L'application d'un tel champ peut par exemple conduire à une déformation macroscopique très intense [Lagoudas, 2008], résultat du phénomène de réorientation de variantes martensitiques. Notons par ailleurs que les modifications de microstructure inhérentes au comportement de ces matériaux font qu'un chargement est toujours un chargement couplé soit thermo - mécanique soit thermo- magnéto - mécanique. La mise en évidence expérimentale et la modélisation de ce couplage multiphysique font au cœur de ce mémoire.

Les applications utilisant l'effet mémoire de forme sont nombreuses. Nous pouvons citer les agrafes de chirurgie qui sont installées à une température martensitique (basse) et qui se referment à la température du corps. Par ailleurs, il existe des systèmes automatiques d'ouverture et de fermeture (de serres, de capots automobiles, de valves d'admission d'eau chaude, de trappes d'évacuation de fumée) en AMF, activés pour une température critique (souvent sous la forme de ressorts qui se détendent et se rétractent en fonction de la température). L'une des applications très médiatisée a été le déploiement de panneaux solaires dans l'espace (application aéronautique). L'effet mémoire peut être exploité pour le raccordement de tubes sans soudure (figure 1.a) ou encore de systèmes de désaccouplement (figure 1.b).

La pseudoélasticité des alliages à mémoire de forme correspond à la capacité de se déformer de manière importante et réversible. Les instruments d'odontologie (endoscopes, fils dentaires) sont ainsi souvent en NiTi, un des AMF les plus connus, pour cette raison. L'utilisation de fils en NiTi pour les arches dentaires (figure 2.a) permet de garantir un effort constant entre les points d'ancrage. L'outil d'endodontie présenté en figure 2.b permet de suivre le canal de la dent en flexion de manière réversible. La biocompatibilité du NiTi permet de l'utiliser pour fabriquer des stents qui se déforment de manière pseudoélastique pour s'adapter aux mouvements du corps. Le NiTi est également utilisé pour la fabrication de renforts de soutien gorges, les rendant ainsi plus confortables. Une autre application concerne la fabrication de montures de lunettes plus souples.

Les alliages à mémoire de forme magnétiques sont naturellement utilisables pour les

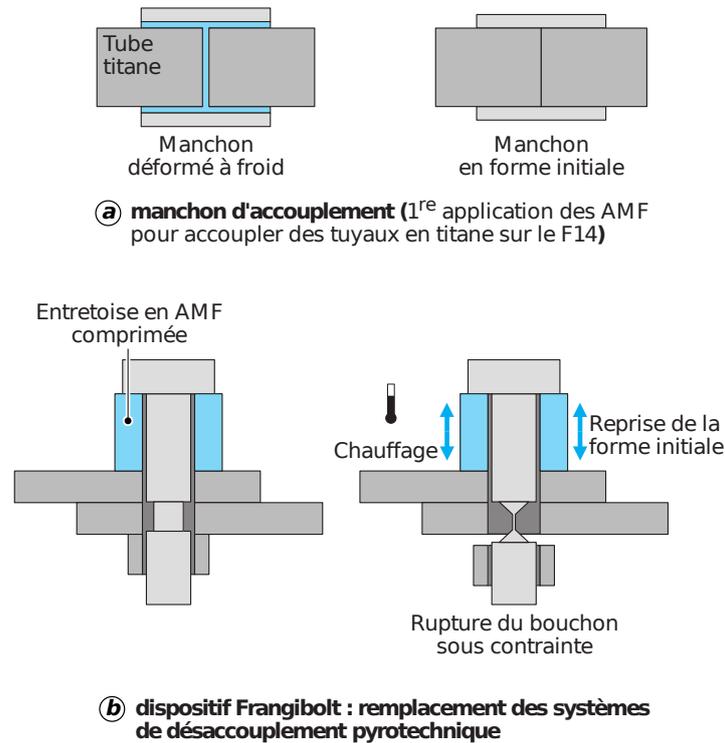


FIGURE 1: Applications utilisant l'effet mémoire de forme [Lebreton, 2004]

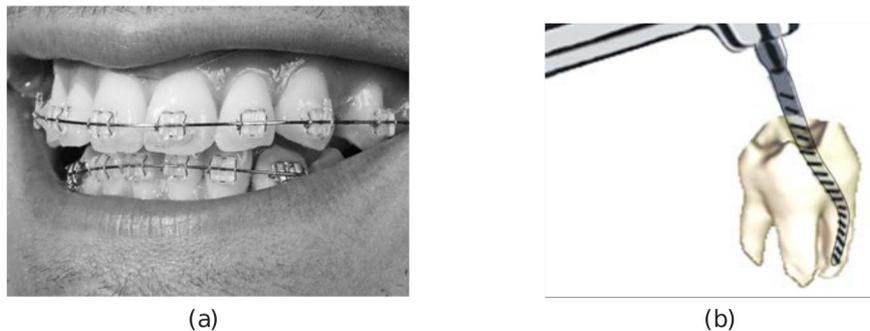


FIGURE 2: Applications de la pseudoélasticité a) fils pour appareils dentaires ; b) instrument d'orthodontie permettant de percer en courbe

mêmes applications que les alliages à mémoire de forme non magnétiques ou les matériaux magnétiques. Ils ne sont cependant pas compétitifs à l'heure actuelle en termes de mise en œuvre, de coût et de précision [Hubert *et al.*, 2012]. Ils sont surtout intéressants pour la fabrication de systèmes d'activation rapide. Les AMFM peuvent ainsi être utilisés à des fréquences plus élevées que les AMF (au delà de 1Hz [Lagoudas, 2008]). La grande déformation associée à la réorientation des variantes de martensite sous champ en fait de

très bons candidats pour la fabrication d'actionneurs ou de capteurs (figure 3).

Le lecteur souhaitant en connaître plus à ce sujet peut consulter les références [Jani *et al.*, 2014] [Lagoudas, 2008] [LExcellent, 2013]. Ces ouvrages offrent une revue récente et très fournie sur les applications des alliages à mémoire de forme (magnétiques et non magnétiques).

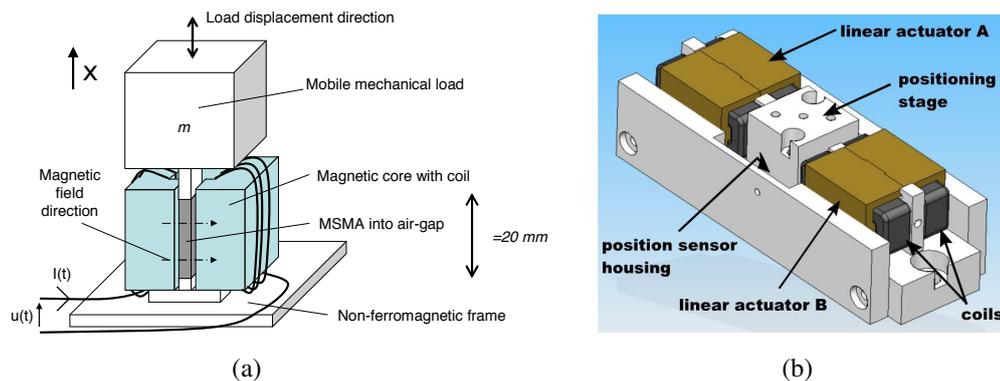


FIGURE 3: a) Schéma d'un actionneur utilisant un AMFM ; b) dessin CAO d'un actionneur de type "push - pull" utilisant deux AMFM différents [Hubert *et al.*, 2012]

Le comportement des alliages à mémoire de forme (magnétiques et non magnétiques) est régi par les mécanismes de transformation martensitique à l'échelle de la microstructure. Leur comportement se caractérise par un couplage thermo - (magnéto) - mécanique. La mise au point d'outils de conception fiables nécessite une meilleure prédictibilité de leur comportement sous des sollicitations thermo - (magnéto) - mécaniques complexes. Le choix d'une modélisation multiaxiale et multiéchelle nous est apparu pertinent. Le modèle de Maynadier [Maynadier, 2012] présente ces deux caractéristiques. Ce modèle a comme variable interne les fractions de phase. Il permet également de prendre en compte l'anisotropie du matériau. Il se limite cependant à la description du comportement réversible d'un AMF biphasé non magnétique.

L'objectif de cette étude est de définir une modélisation unique du comportement des alliages à mémoire de forme (magnétiques ou non magnétiques) sous des sollicitations multi - physiques (thermiques / magnétiques / mécaniques) et multiaxiales.

Une campagne de mesures expérimentales ambitieuses a été menée parallèlement dans l'objectif de valider les estimations de la modélisation. Des mesures de fractions volumiques de phase par diffraction des rayons X (DRX) in - situ ont ainsi été entreprises lors de sollicitations thermiques (cycles de chauffage-refroidissement), mécaniques (traction uniaxiale, traction - compression biaxiales) et magnétiques. L'exploitation des résultats de diffractométrie permet une analyse quantitative des fractions volumiques des phases en présence. Elles sont comparées aux estimations du modèle à des fins de validation.

Le manuscrit est divisé en quatre chapitres :

Le chapitre 1 tient lieu d'introduction bibliographique à cette étude. Dans un premier temps, nous faisons l'inventaire des phénomènes spécifiques au comportement des alliages à mémoire de forme dits "classiques". Leurs propriétés, les mécanismes propres à la transformation martensitique en fonction du type de sollicitation, le couplage thermo-mécanique inhérent, l'influence de la microstructure et des conditions d'étude sont explorés. Par la suite, une extension est faite aux alliages à mémoire de forme magnétiques qui présentent un couplage thermique - magnétique - mécanique. En plus de la transformation martensitique, nous introduisons les mécanismes de réorientation de variantes martensitiques sous champ magnétique et sous champ mécanique. Nous nous sommes particulièrement intéressés à la cristallographie des alliages de type nickel - titane (AMF) et nickel - manganèse - gallium (AMFM). Ces deux matériaux servent de support aux travaux qui seront présentés dans les autres chapitres du manuscrit. Dans un second temps, nous nous sommes intéressés aux méthodes expérimentales utilisées dans la littérature pour caractériser le comportement des AMF et des AMFM.

Cette revue est complétée par un état de l'art des stratégies de modélisation de leur comportement. Cette étude bibliographique est conclue par l'énoncé de la problématique de la thèse et son placement dans le contexte scientifique défini dans les paragraphes précédents.

La mise au point d'outils de conception fiables nécessite une meilleure prédictibilité du comportement réel des alliages à mémoire de forme sous sollicitations thermo - (magnéto) - mécaniques complexes. Le choix d'une modélisation multiaxiale et multi échelle est pertinent. L'objectif du chapitre 2 est de présenter la modélisation multiéchelle développée au cours de cette thèse. Le modèle implémenté s'inspire largement du travail de thèse de Anne Maynadier [Maynadier, 2012]. Dans un premier temps, une présentation est faite du modèle de [Maynadier, 2012]. Ce dernier permet d'évaluer le comportement des AMF, notamment sous des chargements multiaxiaux complexes. Nous commençons par une analyse des points forts et des points faibles de ce modèle. Par la suite, nous introduisons les principes du modèle multiéchelle développé lors de ce travail. Ce dernier permet de prédire la réponse des AMF (magnétiques et non magnétiques) sous des sollicitations multiaxiales thermo - magnéto - mécaniques.

Dans la suite du manuscrit, une base expérimentale d'essais est développée à des fins de comparaison et donc de validation des estimations du modèle multiéchelle. Le chapitre 3 regroupe les campagnes expérimentales de caractérisation d'AMF de type nickel - titane. Nous avons travaillé sur deux lots de NiTi ayant des températures de transformation différentes. Ces deux lots sont nommés *lotA* et *lotB*. Des mesures de fractions de phase in-situ en température (chauffage - refroidissement) et sous traction 1D ont pu être réalisées grâce à l'utilisation de la diffraction des rayons X (DRX). Par la suite, nous avons mesuré les seuils sous chargement biaxial sur les échantillons du *lotB*. Le chapitre se conclut par la comparaison des estimations du modèle avec la base expérimentale décrite ci dessus.

Dans le chapitre 4, nous présentons les expériences effectuées sur un monocristal de nickel - manganèse - gallium (Ni_2MnGa). Son comportement est évalué en température et sous chargement magnétique unidirectionnel. Les résultats expérimentaux sont également comparés aux résultats du modèle. Une comparaison entre des mesures de réorientation martensitique sous contraintes mécaniques issues de la littérature et le modèle complète ce chapitre.

Chapitre 1

Les alliages à mémoire de forme : état de l'art

Ce chapitre fait lieu d'introduction bibliographique. Dans un premier temps, nous faisons l'inventaire des phénomènes caractéristiques du comportement des alliages à mémoire de forme.

Dans un second temps, nous avons fait un état de l'art des stratégies de modélisation de ce comportement, puis nous nous sommes intéressés aux méthodes expérimentales utilisées dans la littérature pour le caractériser.

Cette étude bibliographique est conclue par l'énoncé de la problématique de la thèse et son placement dans le contexte scientifique défini dans les paragraphes précédents.

1 Comportement des alliages à mémoire de forme (non magnétiques)

1.1 Transition martensitique dans les alliages à mémoire de forme

Les alliages à mémoire de forme sont cibles d'applications diverses dans des domaines tels que l'aérospatial, l'automobile, le biomédical, et même l'industrie vestimentaire. En effet, ils allient deux propriétés intéressantes, rendues possible par la coexistence dans leur microstructure de deux phases stables : l'austénite (phase stable à haute température) et la martensite (phase stable à basse température). Les propriétés associées sont l'effet mémoire de forme (*i.e.* capacité après déformation de recouvrer leur forme initiale par simple chauffage) et la superélasticité (*i.e.* capacité à revenir à un état de déformation quasi nul après de larges déformations - jusqu'à 10%).

La transformation martensitique des alliages à mémoire de forme correspond à une transition cristallographique entre ces deux phases. La martensite créée possède une symétrie cristalline plus faible que l'austénite ; ceci conduit à l'existence de variantes de martensite qui correspondent aux différentes orientations de la maille martensitique. Nous pouvons voir dans la figure 1.1 une illustration des 3 variantes de martensite tétragonale issues d'une maille cubique d'austénite.

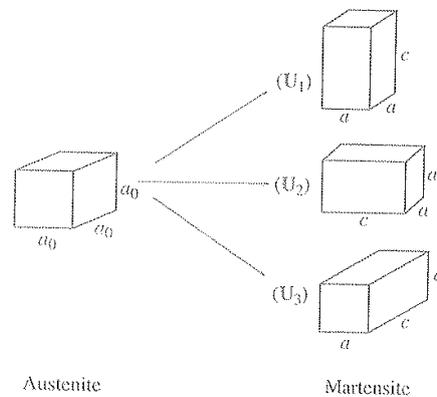


FIGURE 1.1: Passage d'une phase mère d'austénite cubique à des variantes de martensite tétragonale [Bhattacharya, 2003]

La transformation de phase entre l'austénite et la martensite peut être induite par des sollicitations thermiques et/ou mécaniques. Il s'agit d'une transition solide-solide displacive, isochore et du premier ordre (changement d'état avec variation d'enthalpie et d'entropie). En effet, des transferts thermiques sont associés aux transitions. Ainsi la transformation de l'austénite en martensite s'accompagne d'absorption de chaleur alors que la transformation inverse est exothermique. Nous sommes donc en présence d'un couplage thermomécanique fort. L'hystérésis thermique est l'une des sources de dissipation

dans ces matériaux. L'autre source de dissipation connue est associée à la germination des phases [Guénil, 1996]. En effet, les seuils de transformation de phase sont différents entre la transformation directe (austénite vers martensite) et la transformation inverse. L'énergie nécessaire à la germination des phases dépend du sens de chargement. Les seuils de transformation 1D peuvent être schématisés par des diagrammes de type Clausius-Clapeyron avec la température en abscisse et la contrainte en ordonnée (figure 1.2). Les températures seuils de début ($s = start$) et de fin ($f = finish$) sont notées respectivement A_s et A_f pour la transformation de la martensite en austénite ($M \rightarrow A$); M_s et M_f pour la transformation de l'austénite en martensite ($A \rightarrow M$). Les seuils en contrainte sont notés σ_s^M et σ_f^M pour la transformation directe ($A \rightarrow M$); σ_s^A et σ_f^A pour la transformation inverse.

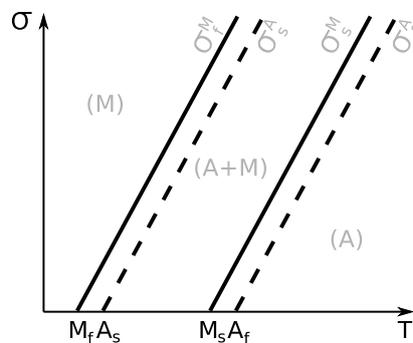


FIGURE 1.2: Diagramme de Clausius-Clapeyron : seuils de transformation schématisés [Maynadier, 2012]

Un refroidissement à contrainte nulle sur un matériau à l'état austénitique induit un développement uniforme de toutes les variantes de martensite possibles. La transformation de l'austénite en martensite donne alors lieu à une structure auto-accommodée. En effet, les variantes martensitiques se développent en paires ("twinned martensite") de sorte à maintenir une déformation (quasi) nulle à l'échelle supérieure.

Dans le cas d'un chargement mécanique, la contrainte appliquée sur un matériau à l'état austénitique va favoriser le développement préférentiel de certaines variantes de martensite bien orientées par rapport à la direction de la sollicitation. La martensite ainsi créée n'est plus accommodée (figure 1.3). Des plans invariants dits plans d'habitat séparent l'austénite de la martensite. Les domaines de variantes martensitiques sont également séparés par des interfaces (figure 1.3.a).

L'application d'une contrainte sur un matériau à l'état martensitique peut induire une réorientation des variantes de martensite. Cette réorientation entre variantes de martensite ne s'accompagne pas d'échanges thermiques.

Trois familles principales d'alliages à mémoire de forme sont répertoriées [Guénil, 1996] :

- les alliages à base de cuivre (Cu)
- les alliages à base de fer (Fe)

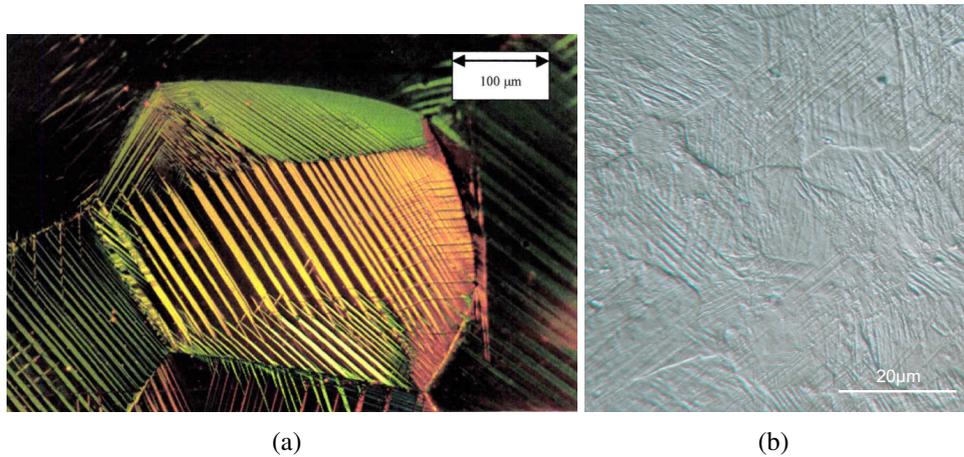


FIGURE 1.3: a) Micrographie optique : méso-domaines de variantes de martensite dans un grain de CuAlBe lors d'un essai de traction [Patoor *et al.*, 2006] ; b) polycristal de NiTi : variantes de martensite dans une bande de transformation résiduelle (après un essai de traction) [Maynadier, 2012]

— les alliages à base nickel - titane (NiTi)

Les alliages les plus utilisés et les plus étudiés sont les alliages de type NiTi. Ces derniers présentent l'avantage d'être biocompatibles. Dans le cadre de ce projet, des expériences sont menées sur des échantillons de NiTi.

1.2 Spécificités des AMF de type nickel - titane

Le NiTi présente une transition martensitique qui correspond à une fenêtre étroite autour de la composition équiatomique dans le diagramme d'équilibre du nickel et du titane (figure 1.4). Des compositions non stœchiométriques entraînent la formation de précipités de type Ti_2Ni en cas de surplus de titane ou de type $TiNi_3$, Ti_2Ni_3 et Ti_3Ni_4 dans le cas inverse.

La phase mère austénitique est cubique ordonnée B2 [Otsuka et Ren, 2005] et la phase martensitique a une maille élémentaire monoclinique (figure 1.5.I). Cette dernière donne lieu à 24 variantes possibles de martensite. Il existe également une phase intermédiaire dite phase R de maille élémentaire rhomboédrique (figure 1.5.II).

Des essais de traction isotherme [Chemisky, 2009] permettent d'observer le comportement caractéristique de l'alliage suivant la phase en présence en début d'essai : austénite ($+80^\circ C$), martensite ($-60^\circ C$), phase R ($+23^\circ C$). Ils sont comparés dans la figure 1.6.a à un modèle macroscopique développé par Chemisky ayant comme variables internes la déformation moyenne de transformation et la fraction volumique de martensite. A $80^\circ C$, l'allure du comportement est pseudoélastique ($T > A_s$). A $23^\circ C$, nous remarquons deux plateaux correspondant respectivement à la réorientation de la phase R puis à la formation de la martensite orientée. A $-60^\circ C$, la martensite déjà présente au départ se réoriente

durant l'essai de traction. La figure 1.6.b représente la déformation mesurée à contrainte constante en fonction de la température. Nous pouvons observer que l'apparition de la phase R s'accompagne d'un niveau de déformation faible (entre 0,2% et 1,5% dans la littérature) alors que la déformation associée à la création de la martensite est beaucoup plus importante (autour de 6% pour un polycristal et 10% pour un monocristal). La transition entre l'austénite et la phase R s'accompagne également d'une hystérésis très faible ([Otsuka et Ren, 2005]).

L'apparition de la phase R est influencée par la composition de l'alliage, les traitements thermiques (vieillessement, recuit, cycles thermiques) ou l'ajout d'un élément de substitution [Miyazaki et Otsuka, 1986]. En effet, la diminution du pourcentage de nickel a pour effet d'augmenter le seuil de transition martensitique M_s . Les traitements thermiques ont tendance à favoriser l'apparition de précipités et / ou de dislocations. Les zones de surcontraintes locales associées sont favorables à l'apparition de la phase R. Les éléments de substitution (substitution du nickel par du fer ou de l'aluminium) augmentent la plage de stabilité en température de la phase R.

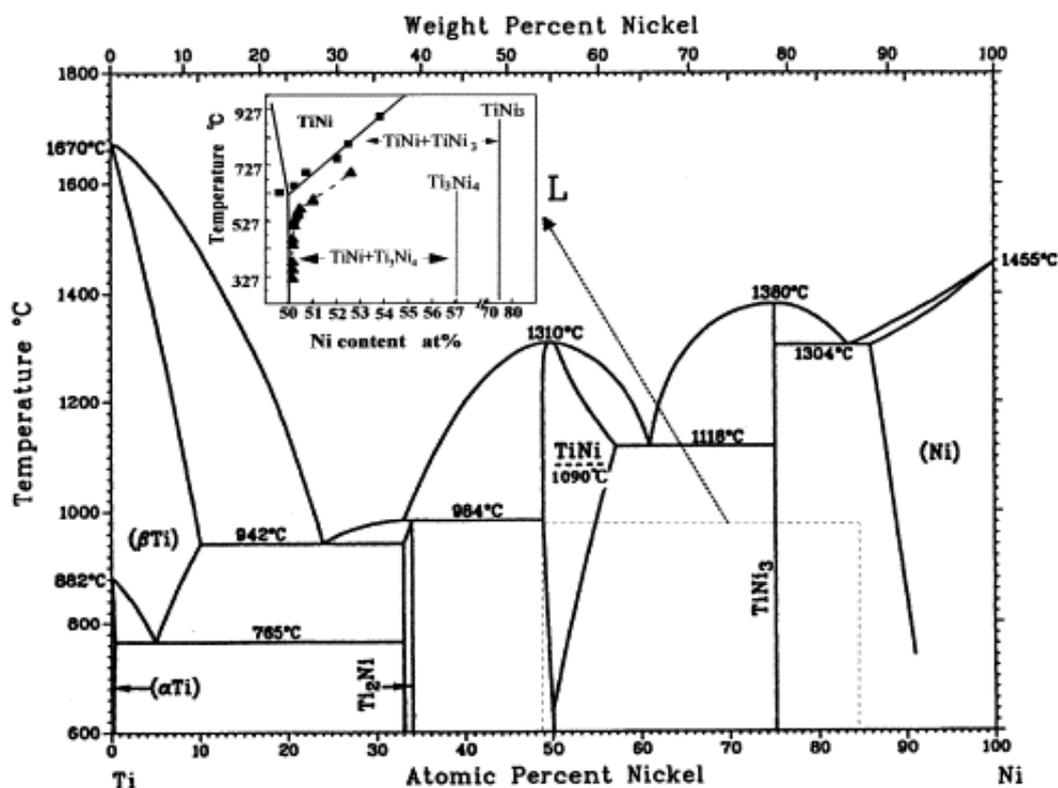


FIGURE 1.4: Diagramme de phase binaire nickel - titane [Otsuka et Ren, 2005]

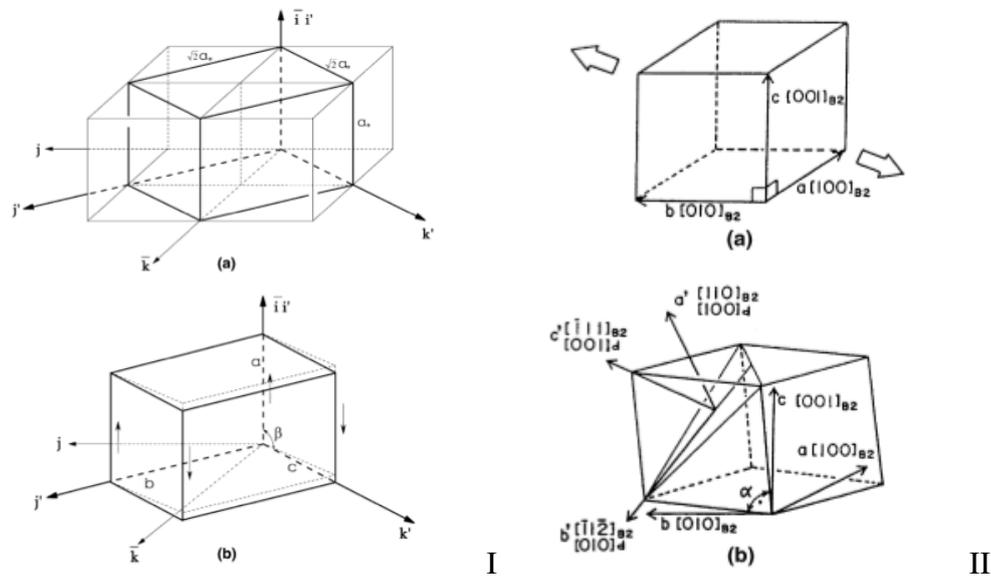


FIGURE 1.5: NiTi : I) passage d'une phase mère d'austénite (cubique) à une maille de martensite (monoclinique); II) passage d'une phase mère d'austénite (cubique) à une maille de phase R (trigonale) [Otsuka et Ren, 2005]

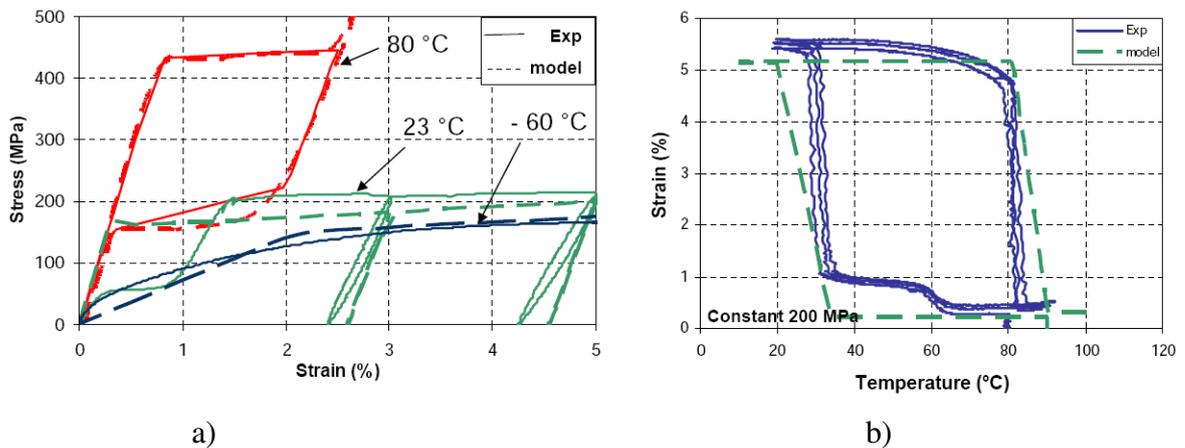


FIGURE 1.6: NiTi : a) courbes de traction à $T=80^{\circ}\text{C}$ (phase de départ : austénite), à $T=23^{\circ}\text{C}$ (phase R) et à $T=-60^{\circ}\text{C}$ (martensite); b) niveaux de déformation mesurés et estimés pour un cycle de refroidissement-chauffage à contrainte constante non nulle [Chemisky, 2009]

1.3 Comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme

Nous parlerons principalement du comportement des alliages à mémoire de forme non magnétiques soumis à des chargements dans un cadre statique. Cependant, des travaux intéressants sont menés sur le comportement dynamique (exemples : [Saletti *et al.*, 2013] [Huang, 2016]) des alliages à mémoire de forme. Cet aspect sort en effet du cadre de notre étude. De même, nous ne nous intéresserons pas aux études sur des composites à base d'alliages à mémoire de forme (le lecteur intéressé par ce thème pourra consulter la thèse de Yves Chemisky [Chemisky, 2009]).

1.3.1 Effet mémoire de forme

A une température $T < M_f$ et à contrainte nulle, le matériau se compose de martensite auto-accommodée. L'application d'une sollicitation mécanique crée une sélection de variantes. La déformation induite par cette réorientation de variantes martensitiques est maintenue dans la structure après décharge. Elle peut être totalement recouverte par simple chauffage : c'est l'effet mémoire simple sens (figure 1.7.a).

L'application d'une contrainte constante au matériau à $T > M_s$ se traduit par une déformation importante du matériau au refroidissement qui est naturellement recouverte au chauffage. En effet, l'austénite se transforme directement en martensite orientée. Ce phénomène correspond à l'effet mémoire double sens assisté qui nécessite l'application d'une contrainte mécanique.

L'effet mémoire double sens sans assistance est quant à lui obtenu par éducation du matériau. La succession de cycles thermomécaniques (cycles de refroidissement-chauffage à contrainte constante par exemple) crée des défauts dans la microstructure. Les variantes de martensite ainsi créées sont favorisées par ces défauts. Ainsi, après cette "éducation", le matériau se déforme au refroidissement même en l'absence de toute contrainte mécanique extérieure.

1.3.2 Comportement pseudoélastique sous chargement mécanique uniaxial

1.3.2.1 Pseudoélasticité Lors d'un chargement mécanique (contrainte croissante) à une température supérieure au seuil d'austénisation ($T > A_f$), l'état de départ est austénitique. La contrainte génère une transformation martensitique et un développement préférentiel des variantes mieux orientées suivant le sens de sollicitation. La déformation macroscopique induite par cette transformation est totalement recouverte à la décharge : il s'agit du phénomène de pseudoélasticité (figure 1.7.b).

1.3.2.2 Influence de la température Le comportement pseudoélastique est influencé par la température de sollicitation. La martensite est une phase stable à basse température. Les seuils mécaniques de transformation martensitique sont d'autant plus faibles que la température est basse. Cette influence définit l'évolution des seuils de transformation mécanique dans le diagramme expérimental en figure 1.8. Sur cette figure, à $T < M_s$, sont

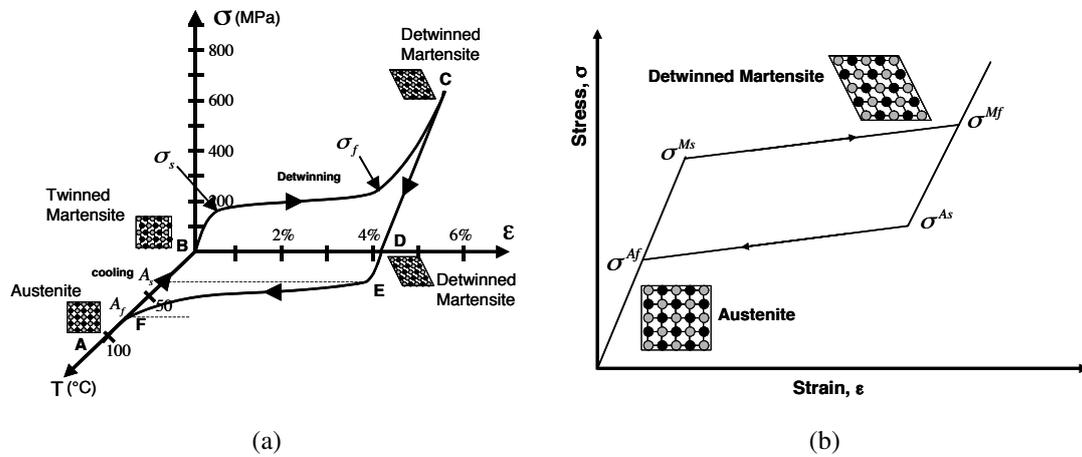


FIGURE 1.7: a) Effet mémoire simple sens ; b) superélasticité [Lagoudas, 2008]

également représentés les seuils de réorientation de la martensite (passage d'une martensite accommodée à une martensite orientée). Nous pouvons remarquer que les pentes expérimentales ne sont pas tout à fait linéaires, contrairement au schéma en figure 1.2. La figure 1.9 permet d'observer l'évolution des seuils de transformation en traction, en compression et en cisaillement à différentes températures pour un échantillon polycristallin de NiTi [Orgéas et Favier, 1998].

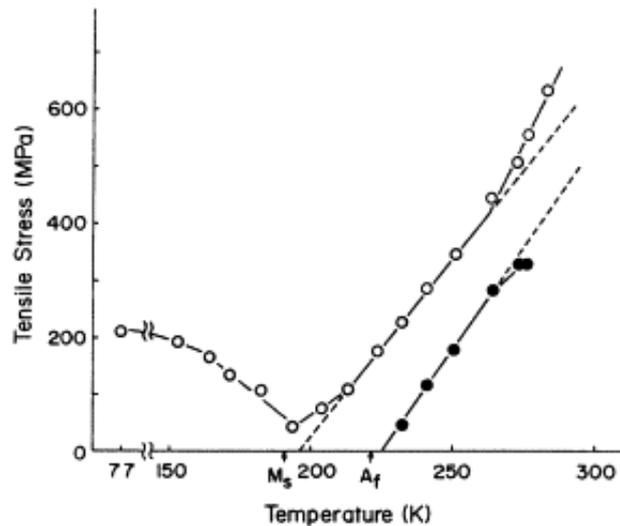


FIGURE 1.8: Ronds creux : évolution des seuils de réorientation de martensite $M \rightarrow M'$ ($T < M_s$) et de transformation directe $A \rightarrow M$. Ronds pleins : évolution des seuils de transformation inverse $M \rightarrow A$ [Otsuka et Ren, 2005]

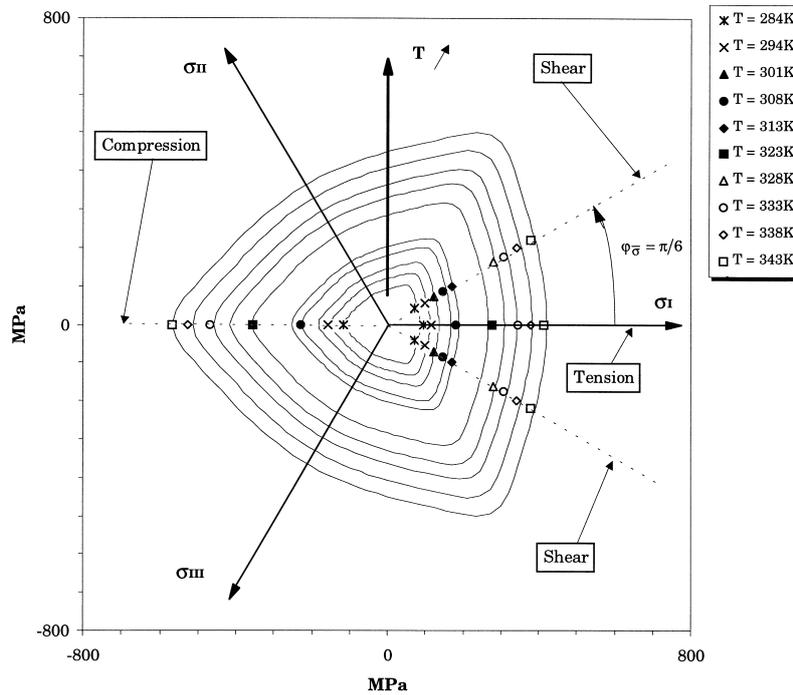


FIGURE 1.9: Seuils en traction, en compression et en cisaillement à différentes températures pour un échantillon polycristallin de NiTi : les points expérimentaux sont comparés à des surfaces seuils obtenues avec un critère faisant intervenir le troisième invariant du tenseur des contraintes [Orgéas et Favier, 1998]

1.3.2.3 Dissymétrie traction - compression Les essais menés sur les alliages à mémoire de forme montrent par ailleurs une dissymétrie entre les comportements en traction et en compression (figures 1.9 et 1.10). Les seuils de transformation martensitique σ_s^M en compression sont plus élevés qu'en traction. Les variantes qui se développent étant dépendantes de la nature du chargement, les niveaux de déformation correspondant sont également différents en traction et en compression. Les expériences de Gall [Gall *et al.*, 2001] ont déjà montré cette dissymétrie. Nous pouvons également citer l'étude expérimentale de Favier et Orgéas [Orgéas et Favier, 1998] sur le comportement d'un échantillon de NiTi soumis à de la traction, de la compression et du cisaillement. La comparaison des différents trajets permet l'observation de la dissymétrie entre la traction et la compression (figure 1.9).

1.3.2.4 Phénomène de localisation Sur les échantillons élancés soumis à une contrainte mécanique, la transformation martensitique donne lieu à une localisation en une bande de transformation qui va se propager avec la sollicitation (figure 1.11).

La transformation martensitique étant exothermique, elle a tendance à ralentir voire stopper la transformation si cet échauffement local n'est pas évacué (dans le cas où la vitesse

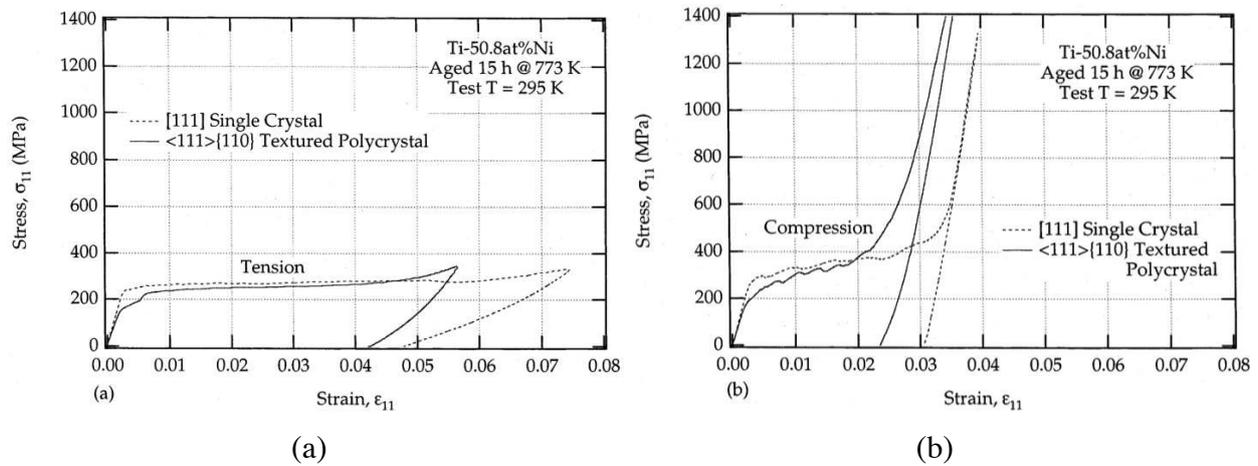


FIGURE 1.10: a) Courbes de traction ; b) courbes de compression pour un échantillon monocristallin et un échantillon polycristallin de NiTi [Gall *et al.*, 2001]

de sollicitation est importante). D'autres bandes peuvent dès lors se former sur des zones plus « favorables » à la transformation de phase. Ainsi le comportement est fortement dépendant de la vitesse de sollicitation du fait du couplage entre la transformation de phase et les phénomènes thermiques qui lui sont associés. Ces bandes ont largement été observées lors d'essais de traction [Shaw et Kyriakides, 1997], [Maynadier, 2012], [Saletti *et al.*, 2013], [Depriester *et al.*, 2014], ... He Huang [Huang, 2016] les a également observées lors d'essais de cisaillement sur des échantillons de NiTi sous des chargements statiques, mais aussi sous des chargements dynamiques grâce à des caméras rapides. Cette étude avait pour objectif d'explorer le comportement en cisaillement dynamique et de faire le lien entre le nombre de bandes et la vitesse de sollicitation pour ce type de chargement. Auparavant, [Saletti *et al.*, 2013] avait mené des mesures de champs de déformation en statique et en dynamique (utilisation des barres de Hopkinson), également sur des échantillons de NiTi. Les mesures de champs obtenues par corrélation d'images avaient pu être corrélées à des mesures de champs de température par caméra infrarouge. Nous pouvons également citer l'étude plus récente de Lin Zheng [Zheng *et al.*, 2016]. Cette dernière a suivi par des méthodes optiques l'évolution des fronts de transformation pour des cycles de traction sur des bandes de NiTi. Un lien a été fait entre les phénomènes de localisation et la durée de vie en fatigue du matériau.

1.3.2.5 Polycristaux / Monocristaux Les déformations de transformation martensitique sont plus importantes pour un monocristal (jusqu'à 10% pour du NiTi) que pour un polycristal (jusqu'à 6% pour du NiTi) du fait de l'absence de joints de grains (figure 1.10). En effet ces derniers génèrent des champs de contraintes locaux favorisant la nucléation de plusieurs variantes par grain (contre la nucléation d'une variante unique dans un monocristal).

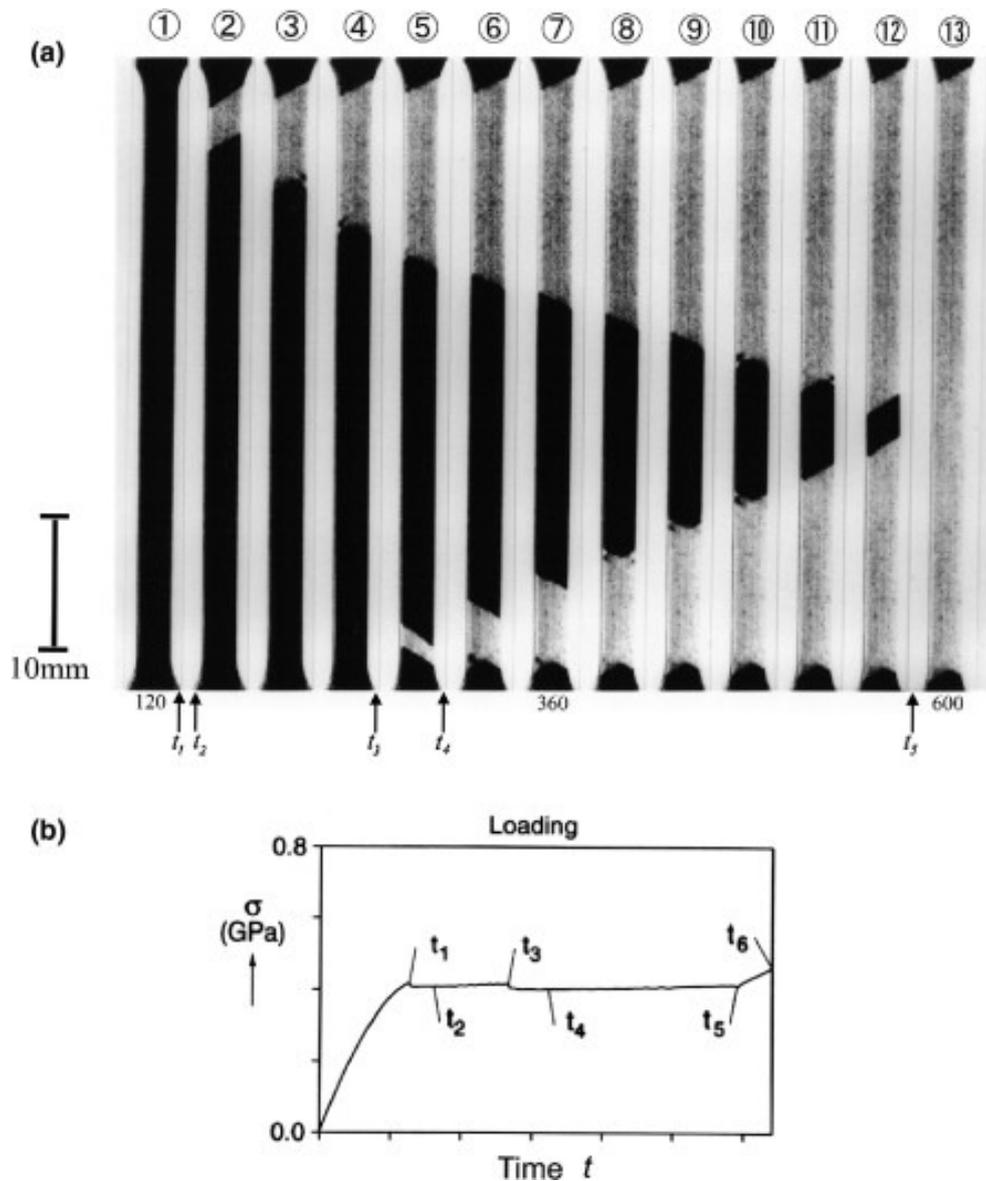


FIGURE 1.11: a) Observation des bandes de transformation (en noir, la phase austénitique) ; b) courbe de chargement associée (traction sur échantillons plats de NiTi) [Shaw et Kyriakides, 1997]

L'état de la microstructure (présence de précipités, d'inclusions, de densités de dislocations) joue également un rôle sur le niveau de déformation atteint.

En plus de la sensibilité à la nature et à la direction du chargement, le comportement est très fortement influencé par la présence d'une texture dans le matériau. Un polycristal texturé présentera des propriétés mécaniques différentes d'une direction de sollicitation à l'autre. L'anisotropie du polycristal est à l'image de celle des monocristaux dont il est

constitué.

1.3.3 Particularités du comportement sous chargement multiaxial

Les essais multiaxiaux sur des AMF ont permis de mettre à jour d'autres mécanismes associés à la transition martensitique. En effet, la sélection des variantes de martensite dépend d'une part de la nature du chargement appliqué (traction, torsion, compression,...) et d'autre part du trajet de chargement. Les essais multiaxiaux répertoriés dans la littérature sont des essais de traction - compression, traction - torsion, traction - torsion - pression interne, traction (compression) - pression hydrostatique, et tricompression.

1.3.3.1 Trajets de chargements proportionnels / non - proportionnels Les trajets de chargement associés sont soit proportionnels soit non - proportionnels. Un trajet proportionnel comme son nom l'indique suppose une proportionnalité des termes du tenseur des contraintes. La transformation associée est un phénomène continu. Dans un cas de chargement non - proportionnel, la sollicitation concerne d'abord un premier terme du tenseur des contraintes, puis un second, ainsi de suite. Ainsi une première sélection de variantes est initiée par le premier chargement. Quand la direction de sollicitation change, nous assistons à la réorientation de la variante pré-sélectionnée suivant la nouvelle direction du chargement. Ce phénomène de réorientation est caractéristique du comportement multiaxial non - proportionnel.

Les expériences menées dans la littérature dans un cadre statique ont souvent pour but la détermination des surfaces de transformation de phase, ou encore des surfaces seuils de réorientation de variantes. L'un des critères les plus communs est un critère de perte de linéarité : le seuil est défini par rapport à un offset de déformation choisi.

Nous allons présenter par la suite trois études expérimentales où sont illustrés les différents aspects du comportement des alliages à mémoire de forme soumis à des sollicitations multiaxiales.

1.3.3.2 Expériences de [Bouvet, 2001] Dans sa thèse [Bouvet, 2001], Bouvet a mené des essais pseudoélastiques de traction-torsion et de traction-pression interne sur des éprouvettes tubulaires de CuAlBe. Une rosette de trois jauges à 45° est collée sur la surface extérieure des éprouvettes afin de mesurer la déformation. Les seuils de transformation sous chargement proportionnel (figure 1.12.a) sont définis par rapport à un offset de la déformation équivalente de Levy - Mises. Les surfaces seuils obtenues sont loin de satisfaire un critère de von Mises (figure 1.12.b). L'auteur a pu observer une dissymétrie entre la traction et la torsion qui pourrait aussi bien être imputable à la forme du tenseur des contraintes qu'à l'anisotropie du matériau.

Des essais non - proportionnels de traction-pression interne (2 essais avec des trajets en carré) et de traction-torsion (un essai avec un trajet elliptique) ont également été effectués. Des chargements plus complexes de bicompression et de tricompression proportionnelles et non - proportionnelles sont présentés dans la thèse de Bouvet sur des cubes de CuAlBe. Ces essais sont menés sur Astree, une machine triaxiale possédant 6 vérins indépendants

et disponible au LMT. Ces essais s'accompagnent d'observations des plaquettes de martensite par microscopie optique. L'objectif de cette étude était d'enrichir la base expérimentale existante sur le comportement multiaxial des AMF et de proposer des formulations adaptées de contrainte équivalente.

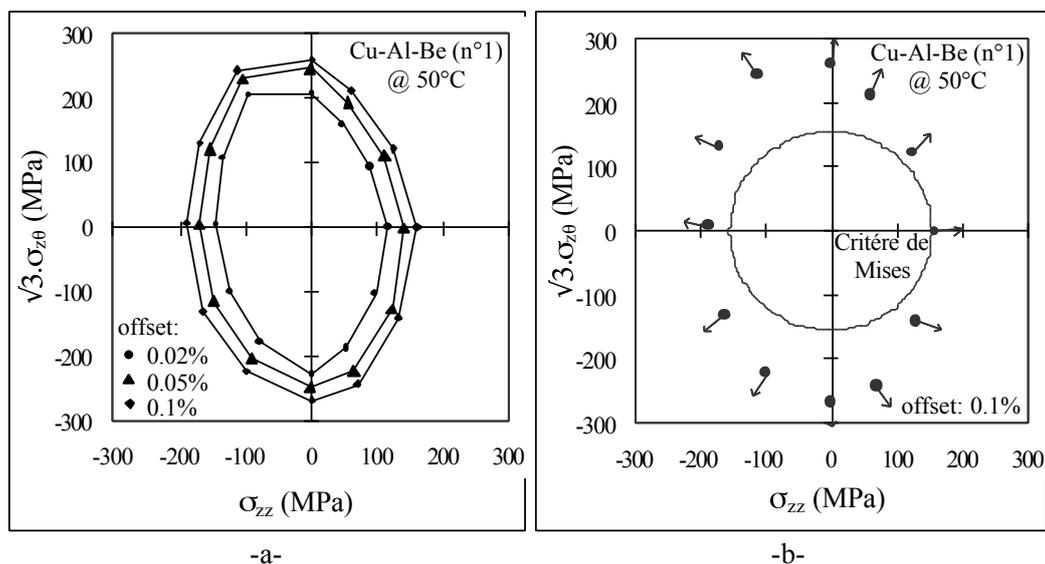


FIGURE 1.12: CuAlBe : seuils de traction - torsion : a) à différents offsets ; b) normales à l'écoulement et comparaison avec une surface seuil de von Mises [Bouvet, 2001]

1.3.3.3 Expériences de [Taillard, 2006] Les expériences de [Taillard, 2006] ont permis de déterminer les surfaces seuils de transformation en traction (compression) - torsion. 9 trajets proportionnels sont menés sur des éprouvettes de CuAlBe tubulaires. Les déformations sont mesurées grâce à une rosette de trois jauges à 45° collée sur le diamètre extérieur des éprouvettes. La fraction de martensite est mesurée via une mesure de résistance électrique. En effet, les résistivités de l'austénite et de la martensite diffèrent. Cette étude questionnait la proportionnalité entre les fractions de martensite et les déformations équivalentes. Cette proportionnalité postulée dans le modèle proposé par Bouvet [Bouvet, 2001] a été validée dans l'étude de Taillard pour des AMF isotropes et anisotropes.

Des essais de traction - (compression) - torsion ont également été menés sur des tubes minces de NiTi. Les déformations sont toujours mesurées grâce à une rosette de trois jauges à 45° . Les mesures sont réalisées dans une enceinte thermique régulée. L'échantillon est refroidi à une température telle que le matériau soit au départ constitué de martensite et de phase R. L'échantillon est soumis aux sollicitations mécaniques puis réchauffé à la température de l'austénite pour observer l'effet mémoire simple sens. Les mesures ont permis la détection de seuils de réorientation de la phase R (figure 1.13) aussi bien en chargement proportionnel (points blancs dans la figure) que non - proportionnel.

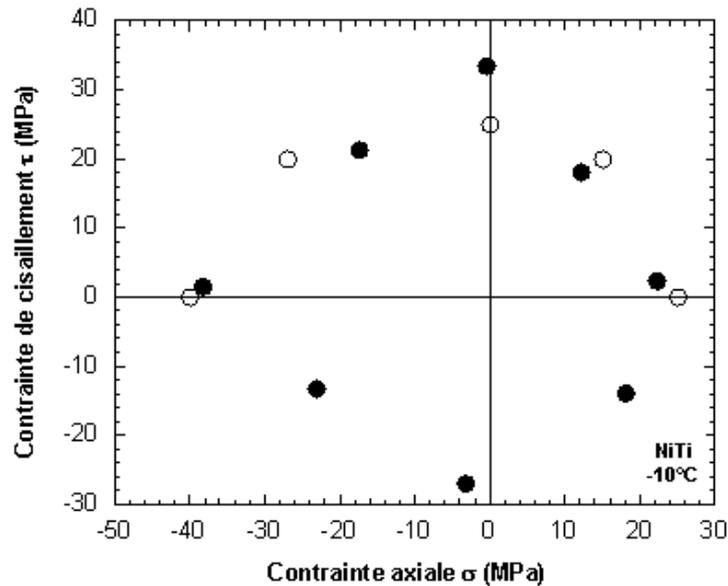


FIGURE 1.13: NiTi : seuils de réorientation de la phase R en traction - torsion [Taillard, 2006]

1.3.3.4 Expériences de [Echchorfi, 2013] Des études expérimentales plus récentes ont été menées par Ech - Chorfi [Echchorfi, 2013] sur des échantillons de NiTi. Les essais étaient pseudoélastiques ($T > A_s$). Ce dernier a exploré des essais de type Meuwissen [Meuwissen *et al.*, 1998]. Il s'agit à partir d'une géométrie particulière d'éprouvette d'obtenir un état de contraintes multiaxiales sous une sollicitation uniaxiale.

Ech - chorfi a également effectué des essais de bitraction et de traction - compression sur des éprouvettes en croix. L'utilisation de la corrélation d'images numériques a permis d'observer l'évolution de chaque composante du champ de déplacement de l'éprouvette. Les essais ont montré l'hétérogénéité du champ de déformation associé. Les géométries d'échantillons utilisées étaient assez complexes.

Cette étude avait pour objectif de servir de base de comparaison / validation pour le modèle phénoménologique de Chemisky [Chemisky, 2009].

2 Comportement des matériaux magnétiques

Le magnétisme à l'échelle atomique résulte du mouvement des électrons autour de leur noyau (moment magnétique orbital) et ainsi que de la rotation des électrons sur eux mêmes (moment magnétique de spin). L'ordre magnétique dépend des interactions possibles entre atomes voisins. On peut distinguer quatre familles de matériaux magnétiques (figure 1.15) :

- paramagnétisme : les moments magnétiques des atomes sont désordonnés par l'agitation thermique. Il n'existe pas d'interaction entre atomes voisins. Le ma-

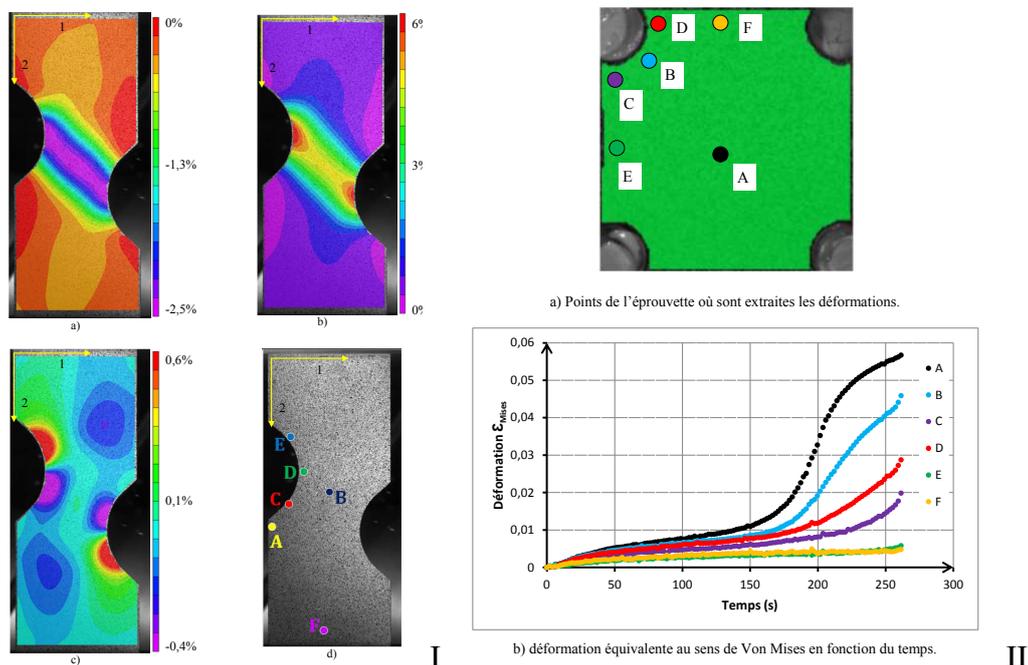


FIGURE 1.14: I) Essai de traction de type Meuwissen dans le sens 2 : a) champs de déformation ϵ_{11} ; b) ϵ_{22} ; c) ϵ_{12} ; II) évolution de la déformation de von Mises pour une éprouvette en croix durant un essai de traction - compression [Echchorfi, 2013]

tériau développe un moment macroscopique non nul sous l'action d'un champ magnétique extérieur. En l'absence d'une sollicitation, le moment est nul.

- ferromagnétisme : il existe dans ces matériaux une aimantation spontanée. En effet, les spins des électrons appartenant à des atomes voisins sont couplés. Cette interaction tend à aligner les moments entre eux.
- anti - ferromagnétisme : les moments voisins s'alignent antiparallèlement et se compensent. Le moment macroscopique résultant est nul.
- ferrimagnétisme : les moments voisins s'alignent antiparallèlement mais la compensation est partielle. Il en résulte un moment macroscopique non nul.

Les différentes configurations magnétiques diffèrent également par leur susceptibilité. Cette grandeur peut être simplement définie dans un premier temps comme la capacité du matériau à s'aimanter sous l'action d'un champ extérieur.

Nous pouvons noter qu'au delà d'une température caractéristique dite température de Curie (T_C), l'agitation thermique prend le pas sur l'échange inter - atomique dans les matériaux ferromagnétiques. Dans ce cas, l'ordre magnétique disparaît et le matériau devient paramagnétique.

Nous utilisons par abus de langage le terme générique "matériau magnétique" pour désigner un matériau qui a la propriété de s'aimanter en présence d'un champ magnétique. Dans la pratique, les matériaux concernés sont souvent les matériaux de type ferro

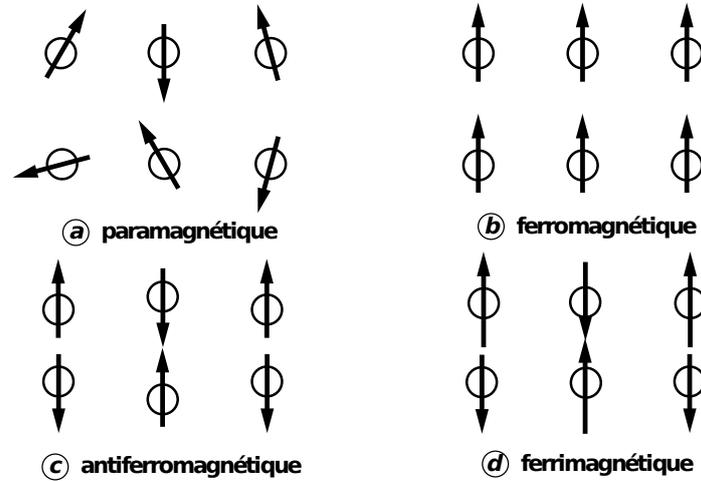


FIGURE 1.15: Configurations magnétiques [Nozières, 1998]

et / ou ferri - magnétiques. Comme pour les alliages à mémoire de forme, nous nous limitons également aux matériaux cristallins et nous listons les principales propriétés des matériaux ferromagnétiques et le lien qui existe entre ces propriétés et leur microstructure.

2.1 Comportement magnétique

2.1.1 Magnétisme macroscopique

Quand on soumet un matériau magnétique à un champ magnétique, il s'aimante. Les grandeurs utilisées pour décrire l'état magnétique sont le champ magnétique \vec{H} , l'induction magnétique \vec{B} et l'aimantation \vec{M} . Ces trois grandeurs sont reliées par la relation de comportement (1.1) :

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) \quad (1.1)$$

où μ_0 désigne la perméabilité du vide : $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ H/m.

La relation de comportement peut également s'exprimer en ne tenant compte que de la contribution du milieu matériel à l'induction.

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \quad (1.2)$$

χ est le tenseur de susceptibilité du milieu. Il se réduit à un scalaire en situation isotrope. \vec{M} est en général une fonction non-linéaire du champ. Il existe en effet une valeur maximale pour l'aimantation, notée aimantation à saturation M_{sat} . Son intensité dépend uniquement de la composition du matériau et de la nature des phases qui le composent. D'autre part, l'évolution de l'aimantation avec le champ est fondamentalement irréversible : ceci se traduit par la présence d'une hystérésis quelque soit l'amplitude du champ considérée.

2.1.2 Magnétisme microscopique

L'observation microscopique d'un matériau magnétique permet de mettre en évidence l'existence de "domaines magnétiques" (ou domaines de Weiss) au sein desquels l'aimantation est uniforme et dirigée (en règle générale) selon un des axes de facile aimantation du cristal considéré. La figure 1.16 montre la structure en domaines typique qu'il est possible d'observer à la surface d'un alliage fer-silicium.

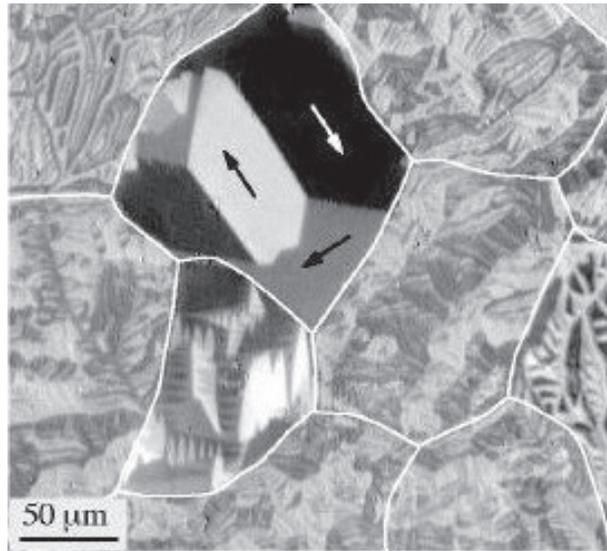


FIGURE 1.16: Mise en évidence des domaines magnétiques ; effet Kerr [Hubert et Schäfer, 2008]

Chacun des domaines est aimanté à saturation (vecteur indiqué par des flèches dans le grain central). D'un domaine à l'autre, la norme de l'aimantation ne varie pas, seule sa direction change. Les zones de transition entre deux domaines où la direction de l'aimantation varie progressivement sont appelées parois magnétiques. Dans les matériaux "usuels" du génie électrique à base de fer, l'épaisseur d'une paroi est généralement comprise entre 10 et 100nm. L'existence de plusieurs domaines dans chaque grain conduit à une séparation assez nette des échelles.

En l'absence de champ magnétique, l'aimantation s'aligne spontanément suivant les directions de facile aimantation. Lorsqu'on applique un champ magnétique, deux mécanismes d'aimantation distincts apparaissent : l'équilibre magnétique est modifié par mouvement des parois, c'est à dire par changement de taille des domaines, et par rotation de l'aimantation à l'intérieur des domaines (voir figure 1.17). Dans le cas des matériaux à anisotropie magnétocristalline élevée, le mouvement des parois est prédominant pour les champs faibles et la rotation de l'aimantation apparaît pour des champs magnétiques plus intenses.

Il est possible de mettre schématiquement en parallèle les mécanismes locaux de mouvement de parois et de rotation avec le processus d'aimantation vu à l'échelle macroscopique. C'est ce qu'illustre la figure 1.18 dans le cas des matériaux à forte anisotropie ma-

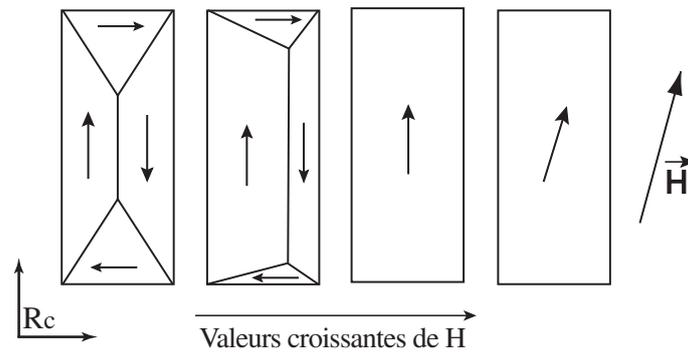


FIGURE 1.17: Évolution des domaines magnétiques dans un monocristal 2D

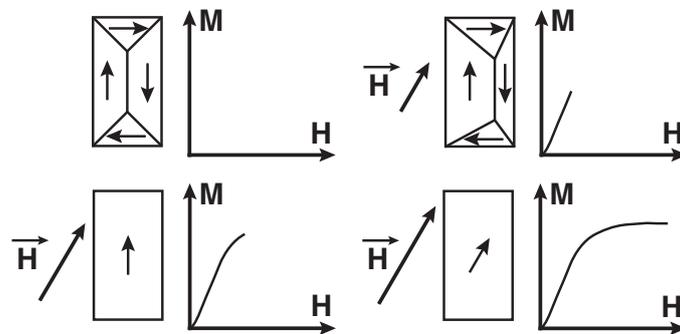


FIGURE 1.18: Corrélation entre structure en domaines magnétiques et aimantation macroscopique.

gnéocristalline. Pour ce type de matériau, le début de la courbe d'aimantation, approximativement linéaire, est principalement dominé par des mécanismes de mouvement de parois. Le "coude" de la courbe d'aimantation annonce le début de la rotation de l'aimantation dans les domaines. A champ encore plus élevé, l'aimantation tourne en direction du champ appliqué. Sa valeur tend vers la limite théorique représentée par l'aimantation à saturation M_{sat} .

2.2 Comportement magnéto-mécanique

Les phénomènes de couplage magnéto-mécanique dans les matériaux magnétiques (non AMF) ont deux manifestations principales : la déformation de magnétostriction et l'effet des contraintes sur l'aimantation.

2.2.1 Couplage magnéto-mécanique

2.2.1.1 Magnétostriction Quand un matériau ferromagnétique est soumis à un champ magnétique, il se déforme. Cette déformation est associée à deux phénomènes distincts :

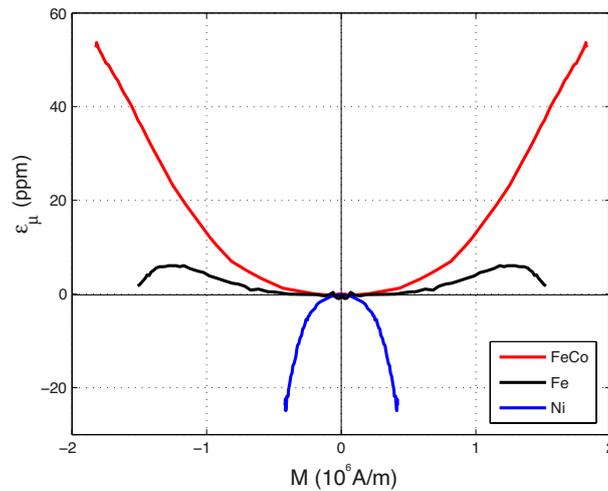


FIGURE 1.19: Magnétostrictions longitudinales anhistériques de trois matériaux ferro-magnétiques. Mesures réalisées au LMT-Cachan

- Les forces d'origine magnétique, associées aux gradients d'aimantation, provoquent une déformation purement élastique. Il s'agit d'un effet de structure non considéré dans une problématique de loi de comportement.
- Une déformation "spontanée", intrinsèque au matériau apparaît également (déformation de Joule). Cette déformation liée au réarrangement des domaines et/ou à des modifications des paramètres de maille fonction de l'aimantation locale, relève du comportement local.

Ce deuxième phénomène est appelé magnétostriction. On notera cette déformation sous la forme tensorielle $\boldsymbol{\epsilon}^\mu$. Le comportement magnétostrictif $\boldsymbol{\epsilon}^\mu(\vec{H})$, comme le comportement magnétique est fortement non-linéaire, voire non monotone (on se reportera aux mesures réalisées au laboratoire pour trois matériaux différents - figure 1.19). Cette non-linéarité est associée à l'existence d'une déformation maximale, appelée déformation à saturation (valeur scalaire notée usuellement λ_s). Les principales caractéristiques de la magnétostriction sont son signe (λ_s peut être positif ou négatif), son amplitude (λ_s varie typiquement en fonction des nuances de 0 à environ 10^{-3} et que cette déformation s'effectue à volume constant ($tr(\boldsymbol{\epsilon}^\mu) = 0$) [Du Trémolet de Lacheisserie, 1993, Du Trémolet de Lacheisserie, 2002]. On peut naturellement à ce stade faire un parallèle avec la déformation de transformation des alliages à mémoire de forme dont la magnétostriction possède tous les traits. L'amplitude de la magnétostriction est cependant inférieure d'un à deux ordres de grandeurs aux déformations observées dans les AMF.

2.2.1.2 Effet d'une contrainte sur le comportement magnétique L'application d'une contrainte modifie considérablement le comportement magnétique. Cet effet est documenté dès le 19ème siècle. Dans le cas du nickel, une contrainte de compression uniaxiale de -70 MPa multiplie par deux la perméabilité initiale ; une traction uniaxiale de même

amplitude la divise par 10.

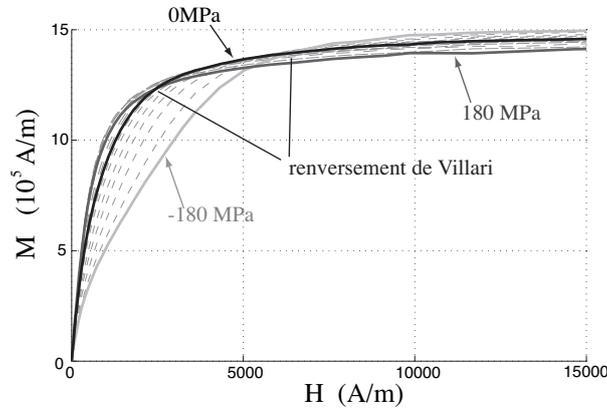


FIGURE 1.20: Effet des contraintes sur l'aimantation d'un acier bas-carbone (0,18wt%) [Lolloz *et al.*, 2006]

Le comportement du fer est plus complexe (figure 1.20) : une contrainte de traction entraîne une augmentation de la perméabilité pour des champs magnétiques faibles, mais une chute pour des niveaux de champ magnétique plus élevés. Ce phénomène est appelé "effet Villari" ou "renversement de Villari". Une contrainte de compression conduit en revanche généralement à une chute de la perméabilité. Dans tous les cas, l'influence sur le comportement magnétique de l'application d'une contrainte n'est pas symétrique en traction et compression. Ce mécanisme, mis en évidence dans de nombreux matériaux, s'explique de la manière suivante : localement, la déformation $\boldsymbol{\varepsilon}$ est la somme de deux déformations : la déformation élastique $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ d'origine mécanique et la déformation de magnétostriction $\boldsymbol{\varepsilon}^m$ (équation (1.3)). La contrainte est associée linéairement à la déformation élastique via la loi de Hooke locale. $\boldsymbol{\varepsilon}^m$ désigne la déformation de magnétostriction "libre", c'est à dire la déformation de magnétostriction qu'on observerait si le matériau pouvait se déformer librement. En réalité, des incompatibilités de déformation apparaissent en raison de l'hétérogénéité du matériau et du caractère non compatible de $\boldsymbol{\varepsilon}^m$. L'énergie élastique peut ainsi augmenter ou a contrario diminuer en fonction de la manière dont la magnétostriction va s'exprimer (arrangement de la microstructure). On comprend également que le comportement magnétique devienne fonction des contraintes appliquées puisqu'elles provoquent également un réarrangement. La déformation de magnétostriction qui apparaît sous contrainte possède ainsi toutes les caractéristiques d'une déformation de transformation d'un AMF lors d'un chargement pseudo-élastique.

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^m \quad (1.3)$$

2.2.2 Magnétostriction microscopique

Dans le cas d'un cristal de symétrie cubique, trois paramètres suffisent à décrire la déformation de magnétostriction. Le caractère isochore de cette déformation permet de

réduire à deux le nombre de ces paramètres. La déformation de magnétostriction s'écrit (dans le repère cristallographique RC ($[100],[010],[001]$)) à l'échelle d'un domaine magnétique α :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{\alpha}^u = \frac{3}{2} \begin{pmatrix} \lambda_{100}(\gamma_1^2 - \frac{1}{3}) & \lambda_{111}\gamma_1\gamma_2 & \lambda_{111}\gamma_1\gamma_3 \\ \lambda_{111}\gamma_1\gamma_2 & \lambda_{100}(\gamma_2^2 - \frac{1}{3}) & \lambda_{111}\gamma_2\gamma_3 \\ \lambda_{111}\gamma_1\gamma_3 & \lambda_{111}\gamma_2\gamma_3 & \lambda_{100}(\gamma_3^2 - \frac{1}{3}) \end{pmatrix}_{RC} \quad (1.4)$$

λ_{100} et λ_{111} désignent les deux constantes magnétostrictives, λ_{100} (resp. λ_{111}) étant égal à la déformation de magnétostriction mesurée dans la direction $\langle 100 \rangle$ (resp. $\langle 111 \rangle$) d'un monocristal lorsqu'il est aimanté à saturation suivant cette direction. Les paramètres γ_i sont les cosinus directeurs de l'aimantation locale \vec{M}_{α} .

Considérons un matériau présentant une structure en domaines. La déformation libre d'un domaine dans le repère de son aimantation est donnée par le tenseur (1.5) (cas particulier du tenseur Eq.(1.4)). A supposer que la structure en domaines est initialement répartie de manière isotrope, la déformation moyenne est nulle en absence de tout chargement. Sous l'effet d'un champ, le volume du domaine le mieux orienté augmente entraînant une déformation macroscopique qui tend de manière asymptotique vers la déformation libre du domaine considéré. La figure 1.21 illustre cette situation pour un matériau à magnétostriction négative : l'effet macroscopique est une contraction dans la direction d'application du champ. Ce mécanisme se poursuit jusqu'à ce que la rotation intervienne entraînant une modification du tenseur des déformations (Cf. forme générale (1.4)). On atteint la déformation de magnétostriction à saturation.

$$\boldsymbol{\varepsilon}^l = \begin{pmatrix} \lambda_0 & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{\lambda_0}{2} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\lambda_0}{2} \end{pmatrix} \quad (1.5)$$

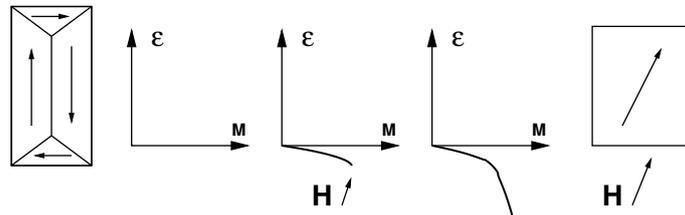


FIGURE 1.21: Principe du processus de magnétostriction dans un monocristal - matériau à magnétostriction "négative".

Le mécanisme, tel qu'il est décrit ci-dessus, est très proche du mécanisme déjà évoqué de réorientation de variante dans les AMF par mouvement de macles. Le mécanisme de rotation n'existe en revanche pas dans ces matériaux.

3 Comportement des alliages à mémoire de forme magnétiques

3.1 Transformation de phase / Réarrangement martensitique

Les alliages à mémoire de forme classiques (AMF) ne sont pas ferromagnétiques. Ils ne sont donc pas sensibles à l'application d'un champ magnétique. Ce n'est pas le cas des alliages à mémoire de forme (ferro) magnétiques (AMFM) qui ont par conséquent la possibilité d'être aimantés sous champ.

Au même titre que les AMF, ces alliages présentent une transformation de phase austénite - martensite sous chargement thermique et/ou mécanique avec le couplage thermomécanique associé. Cette transition peut également être activée par un chargement magnétique. Mais cette dernière nécessite des champs magnétiques très importants. Les niveaux de déformations associés à la transition austénite - martensite sont du même ordre que ceux observés dans les AMF classiques (6 à 10 %) [Lexcelent, 2013]. Les AMFM présentent également une localisation de la transformation en bandes sous contraintes mécaniques pour des échantillons élancés [Pinneker *et al.*, 2013].

La principale particularité tient à la réorientation sous champ magnétique de variantes martensitiques. En effet, les variantes de martensite sont ferromagnétiques et ont chacune une direction privilégiée d'aimantation correspondant à leur axe de facile aimantation. De ce fait, l'application d'un champ magnétique permet de sélectionner la variante la mieux orientée au détriment des autres. Cette réorientation martensitique est associée à de grandes déformations (au delà de 12% pour certains monocristaux [Sozinov *et al.*, 2013]). La sélection des variantes de martensite entre elles peut également être activée par un champ mécanique.

La réorientation entre variantes de martensite ne s'accompagne pas d'échanges thermiques.

3.2 Spécificités des alliages nickel - manganèse - gallium

Les alliages de composition $\text{Ni}_x\text{Mn}_y\text{Ga}_{(z=1-x-y)\%at.}$ font partie des alliages de type Heusler. L'austénite présente une maille cubique ($L2_1$) [Kokorin *et al.*, 1992]. La martensite peut se présenter sous forme orthorhombique, tétragonale modulée (5M), monoclinique modulée (7M), tétragonale non modulée (NTM) [Kokorin *et al.*, 1992] [Pons *et al.*, 2000] (figure 1.22). Les structures martensitiques peuvent être assez complexes. En effet, elles peuvent présenter une modulation (pour la 5M et la 7M : variation des positions atomiques sur une certaine période) qui se traduit par des pics satellites lors d'analyses par diffraction des rayons X. La figure 1.23 représente la maille cristalline de l'austénite et d'une martensite tétragonale qui en est issue.

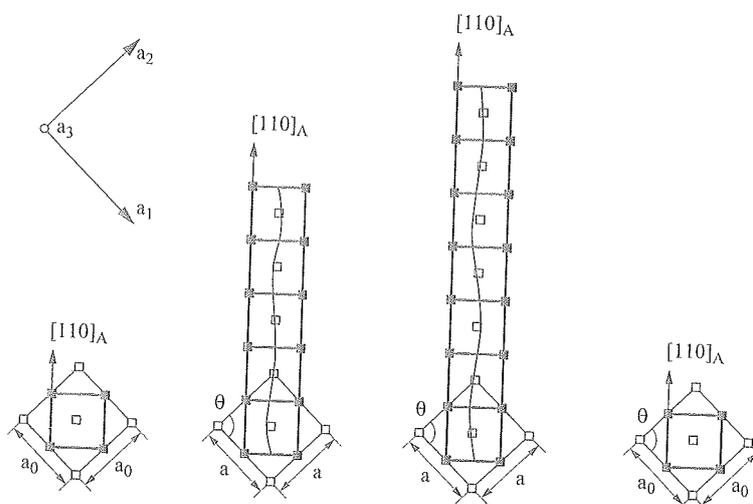


FIGURE 1.22: Structures cristalllographique du Ni-Mn-Ga - de gauche à droite : austénite (L_{21}) ; martensite tétragonale modulée (5M) ; martensite monoclinique modulée (7M) ; martensite tétragonale non modulée (NTM) [L'Excellent, 2013]

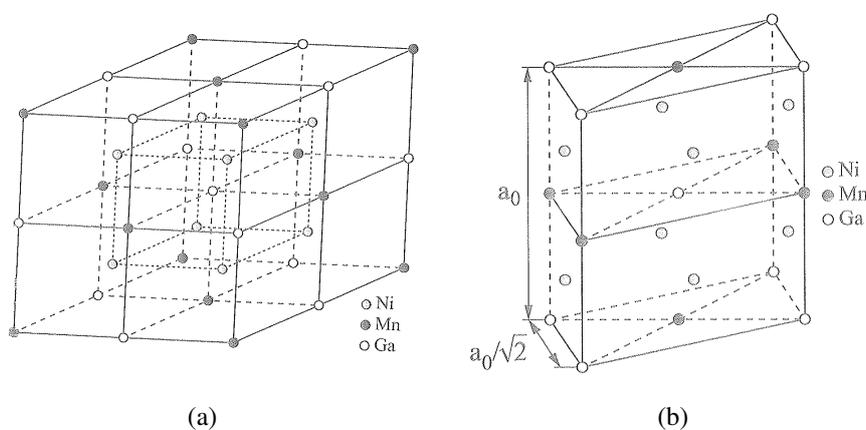


FIGURE 1.23: Ni-Mn-Ga : a) phase mère d'austénite (cubique) ; b) maille de martensite (tétragonale) d'après [L'Excellent, 2013]

3.3 Mécanismes d'aimantation sous champ magnétique

3.3.1 Mécanismes d'aimantation

Lors de l'application d'un champ magnétique, l'aimantation du matériau évolue. Les deux mécanismes présentés plus haut (le mouvement de parois de domaines à 180° et la

rotation de l'aimantation) sont communs à tous les matériaux ferromagnétiques. Le troisième mécanisme qui correspond au processus de réorientation de variantes est spécifique aux AMFM. Lors d'un processus d'aimantation, les différents mécanismes sont rarement isolés et peuvent apparaître de manière concomitante.

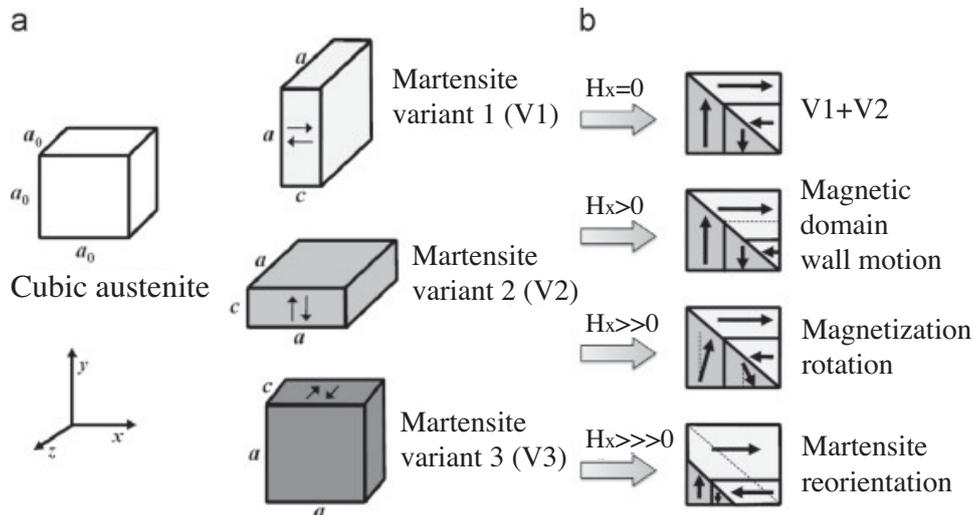


FIGURE 1.24: a) Passage d'une variante austénitique cubique aux 3 variantes de martensite tétragonale; b) mécanismes en jeu lors de l'aimantation sous champ magnétique [Chen *et al.*, 2014]

3.3.1.1 Mouvements de parois de domaines à 180° . En l'absence de champ magnétique extérieur, l'aimantation est alignée sur les directions de facile aimantation. Du fait des relations de symétrie, deux directions opposées apparaissent de manière équivalente. L'application d'un champ magnétique suivant la direction de facile aimantation va provoquer une sélection entre domaines d'aimantation opposée. Il s'agit d'un mouvement de parois à 180° (figure 1.24.b). Aucune déformation n'est associée à ce mécanisme.

3.3.1.2 Rotation de l'aimantation . Considérons le cas où le champ n'est pas appliqué suivant une direction de facile aimantation. Les vecteurs aimantations vont alors subir une rotation afin de s'aligner sur le champ (figure 1.24.b). La déformation associée résulte du couplage spin-orbite et correspond à la magnétostriction. Il s'agit de déformations faibles (ordre de grandeur 10^{-5} à 10^{-6}).

3.3.1.3 Mouvements de parois de domaines à 90° : réorientation de variantes sous champ . Rappelons qu'en l'absence de sollicitation extérieure, plusieurs variantes de martensite peuvent coexister. Chaque variante se compose de domaines dont l'aimantation est dirigée suivant son axe de facile aimantation. L'application du champ magnétique

privilégie les variantes dont les directions de facile aimantation sont alignées en direction du champ appliqué. Cela se traduit par un mouvement des interfaces entre variantes (figure 1.24.b). Les déformations associées sont de l'ordre de 10%.

3.3.2 Hystérésis du comportement

3.3.2.1 Hystérésis magnétique statique Cette dernière est le fruit des interactions entre les parois et les défauts de la microstructure. Elle est commune aux matériaux magnétiques et par conséquent aux AMFM. Les parois sont piégées par les défauts (figure 1.25) et leurs positions dépendent de l'équilibre entre l'énergie magnéto-statique (énergie fournie par le champ extérieur appliqué) et l'énergie de perte (liée au changement de longueur de la paroi). A partir d'un seuil H_{dp} , la paroi passe de manière irréversible les défauts. Après saturation, à la décharge, il est nécessaire de fournir un champ coercitif H_c au moins égal au champ de dépiégeage H_{dp} pour revenir à un état désaimanté. L'hystérésis magnétique qui en résulte dépend de la distribution statistique des défauts dans la microstructure et des interactions entre défauts.

Le comportement est ainsi dépendant de l'histoire du chargement du matériau.

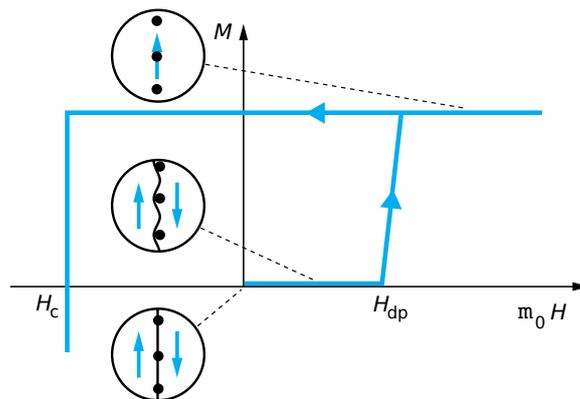


FIGURE 1.25: Apparition d'une hystérésis après saturation à partir d'un état désaimanté [Nozières, 1998]

Dans la figure 1.26.a, nous pouvons observer l'hystérésis magnétique. Les mesures sont faites sur un échantillon de martensite 5M monovariant (maille tétragonale, axe de facile aimantation suivant l'axe court de la maille). Pour la mesure suivant l'axe de difficile aimantation, une compression de -3 MPa dans une direction perpendiculaire à celle du champ magnétique est appliquée pour empêcher la réorientation de variantes. Les seuls phénomènes illustrés dans cette figure (figure 1.26.a) sont le mouvement de parois à 180° (suivant l'axe de facile aimantation) et la rotation de l'aimantation (suivant l'axe difficile). L'hystérésis est très faible. La déformation maximale suivant l'axe de difficile aimantation correspond à la magnétostriction et atteint 0,06%.

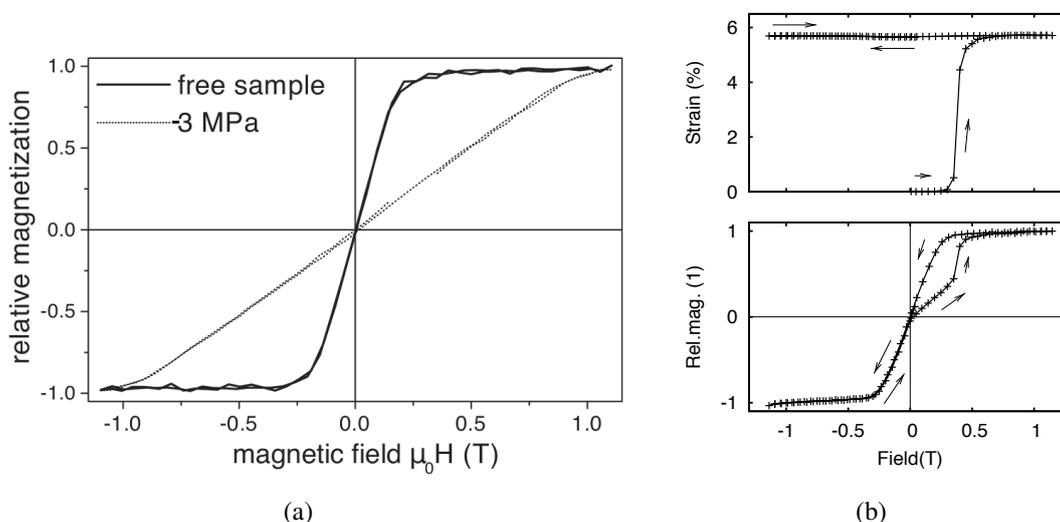


FIGURE 1.26: a) Courbes d'aimantation pour un monocristal monovariant de $\text{Ni}_{49,7}\text{Mn}_{29,1}\text{Ga}_{21,2}$ (martensite 5M) suivant l'axe de facile aimantation (*free sample*) et l'axe de difficile aimantation (compression de 3 MPa) [Heczko, 2005]; b) courbes d'aimantation et mesure de la déformation associée sur un monocristal monovariant de $\text{Ni}_{48,6}\text{Mn}_{26,3}\text{Ga}_{25,1}$ (martensite 5M) présentant une réorientation dans le premier quadrant des figures [Straka, 2007]

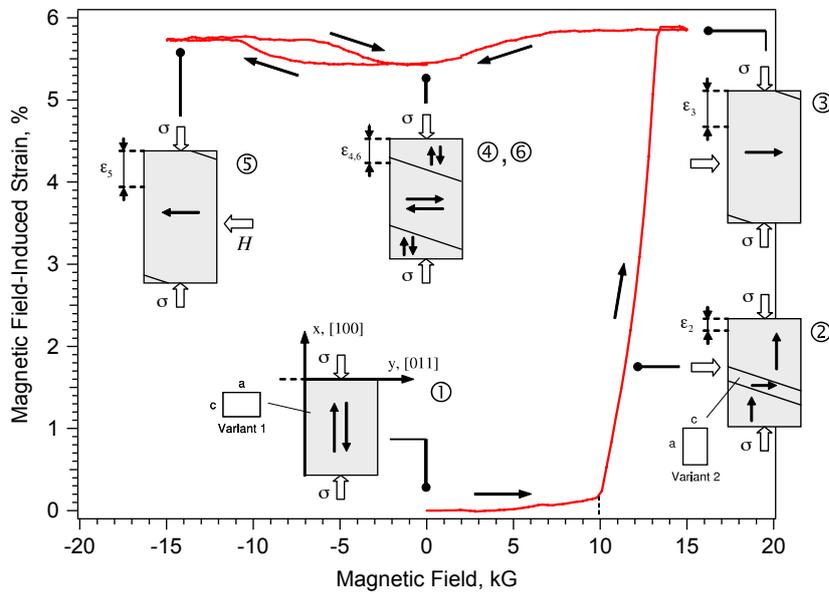
3.3.2.2 Hystérésis du phénomène de réorientation L'hystérésis de réorientation de variantes est beaucoup plus large que l'hystérésis due aux mouvements de parois à 180° . En l'absence de champ mécanique extérieur, une variante sélectionnée grâce à un champ magnétique reste présente même quand le champ est supprimé (figure 1.26.b).

Dans la figure 1.26.b, dans un premier temps, nous observons une partie linéaire correspondant à la rotation suivie par un basculement qui correspond au début de la réorientation. Par la suite, l'échantillon atteint la saturation magnétique grâce au développement de la variante la mieux orientée par rapport à la direction du champ. A la décharge et lors de l'application du champ dans la direction opposée, la variante précédemment créée reste présente car bien orientée par rapport à la direction du champ. Il n'y a ni rotation ni réorientation dans la dernière partie du cycle.

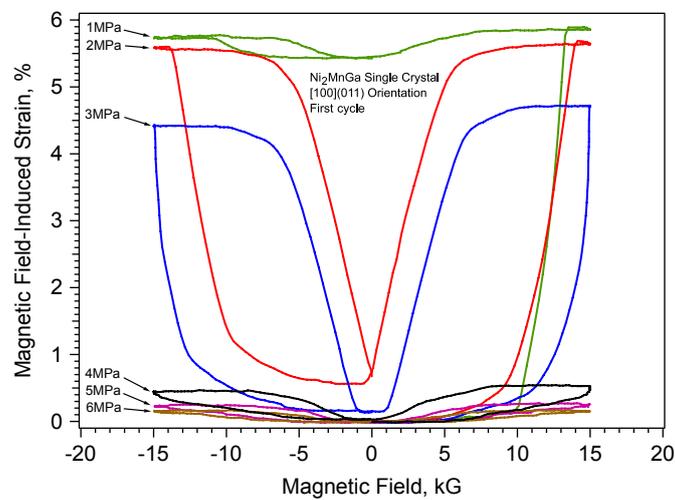
On peut voir, en comparant les graphes de la figure 1.26 que l'hystérésis associée à la réorientation de variantes est prédominante. Le niveau de déformation maximale associé à la réorientation est de 6% (contre 0,06% pour la magnétostriction).

3.3.3 Couplage thermo-magnéto-mécanique

Nous nous intéressons à l'influence de la température et de la contrainte sur la réorientation de variantes induite par un champ magnétique.



(a)



(b)

FIGURE 1.27: a) Mécanismes en jeu lors du chargement ; b) mesures de la déformation lors de cycles d'aimantation à contrainte constante pour un monocristal monovariant de Ni_2MnGa [Kiefer *et al.*, 2007]

3.3.3.1 Influence de la température La contrainte nécessaire pour réorienter la martensite diminue avec la température [Straka *et al.*, 2006]. De plus, le niveau de déformation maximale diminue légèrement avec la température.

Au delà de la température de Curie, le matériau subit une transition ferromagnétique - paramagnétique.

3.3.3.2 Influence de la contrainte Les interfaces entre variantes sont très mobiles. Dans le cas du $\text{Ni}_2 - \text{Mn} - \text{Ga}$, une contrainte de 1 à 12 MPa est souvent suffisante pour provoquer la réorientation.

La figure 1.27 permet d'illustrer l'effet de l'application d'un champ magnétique et d'une contrainte mécanique (compression) qui lui est perpendiculaire. Le champ magnétique nécessaire pour amorcer la réorientation augmente avec la contrainte mécanique. Cette contrainte influence également la largeur du cycle d'hystérésis et la déformation maximale atteinte. Pour le $\text{Ni}_2 - \text{Mn} - \text{Ga}$, une contrainte de -3 MPa peut suffire à rendre la déformation complètement réversible.

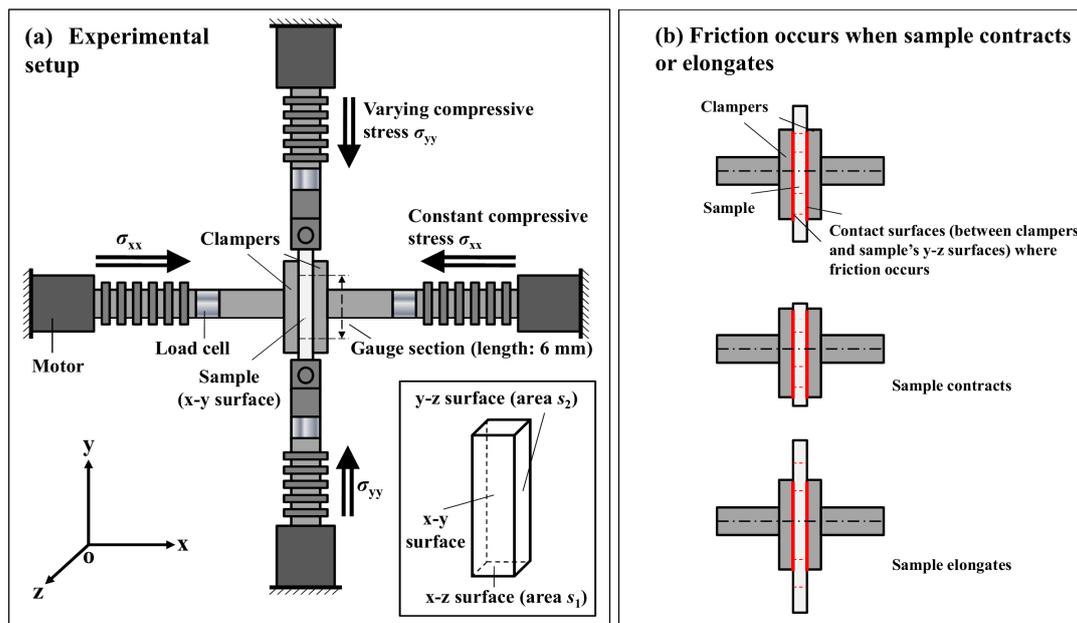


FIGURE 1.28: a) Schéma du dispositif expérimental de bicompression; b) image de l'échantillon et des mors (les lignes rouges représentent des zones de friction) [Xue, 2013]

Il existe finalement très peu d'études expérimentales sur le comportement multiaxial des AMFM. L'une des rares références est celle de [Xue, 2013]. Cette dernière a effectué des mesures biaxiales quasi statiques sur un monocristal de $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{28,5}\text{Ga}_{21,5}$ présentant une martensite tétragonale de type 5M à la température ambiante. L'échantillon est un rectangle de $1 \times 2,5 \times 20\text{mm}^3$ ayant les faces parallèles aux plans $\{100\}$ de l'austénite. Au début de chaque essai, une compression uniaxiale $\sigma_{xx} = -9$ MPa est appliquée afin

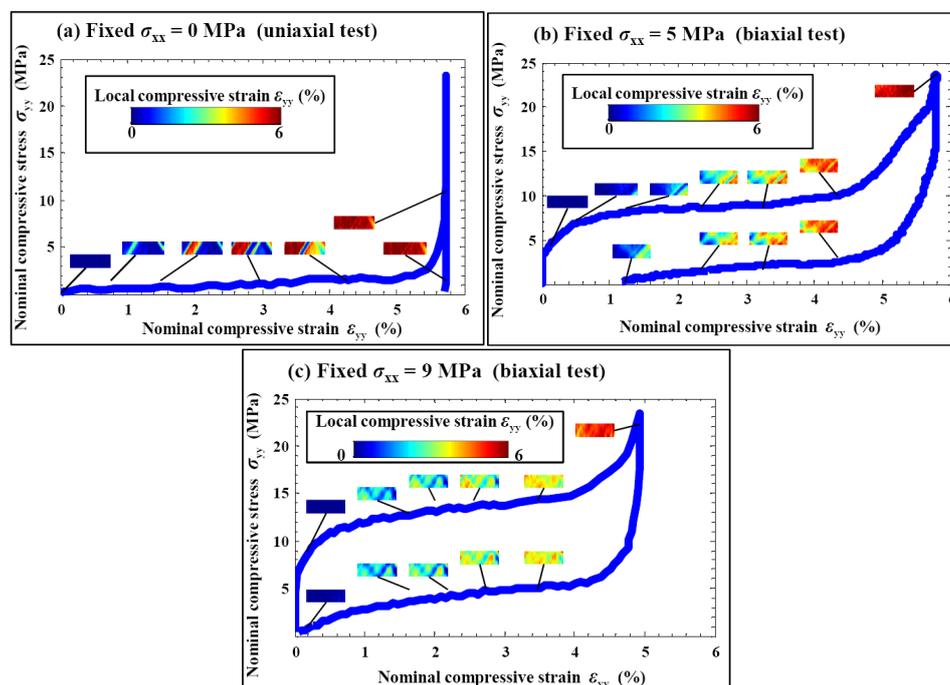


FIGURE 1.29: Courbes contrainte - déformation ($\sigma_{yy} - \epsilon_{yy}$) pour différentes valeurs de la contrainte σ_{xx} [Xue, 2013]

de sélectionner la variante dont l'axe court est parallèle à l'axe \vec{x} (\vec{c}/\vec{x}). Les contraintes mécaniques sont appliquées grâce à une machine dédiée (figure 1.28). Les champs de déformation sont mesurés par corrélation d'images in - situ. Plusieurs mesures sont effectuées en bicompression dans un premier temps. Pendant les mesures, σ_{xx} est maintenue constante et on fait varier σ_{yy} .

Les résultats (figure 1.29) montrent d'une part que les niveaux de déformation de transformation restent similaires en compression et en bicompression (5,7% en 1D (figure 1.29.a) contre 5 à 5,7% en bicompression). Par ailleurs, plus la contrainte σ_{xx} est importante, plus les déformations de réorientation deviennent réversibles. Aux niveaux de contraintes biaxiales les plus élevées (figure 1.29.c), le comportement devient "superélastique" (aucune déformation résiduelle).

Les champs de déformation obtenus par corrélation montrent une transition nette entre variantes en 1D (figure 1.29.a). Par contre, plus les contraintes biaxiales augmentent (figure 1.29.b), (figure 1.29.c), plus la transformation apparaît hétérogène. Les mesures montrent également que la pente de réorientation augmente avec la valeur de σ_{xx} .

Par contre, même si les pentes diffèrent, la contrainte maximale nécessaire à la réorientation totale des variantes reste sensiblement la même pour tous les essais 2D. Les contraintes permettant d'initier la réorientation (plateaux sur la figure 1.29) sont bien plus importantes en 2D qu'en 1D.

L'auteur a également effectué des mesures de bicompression sous champ magnétique (fi-

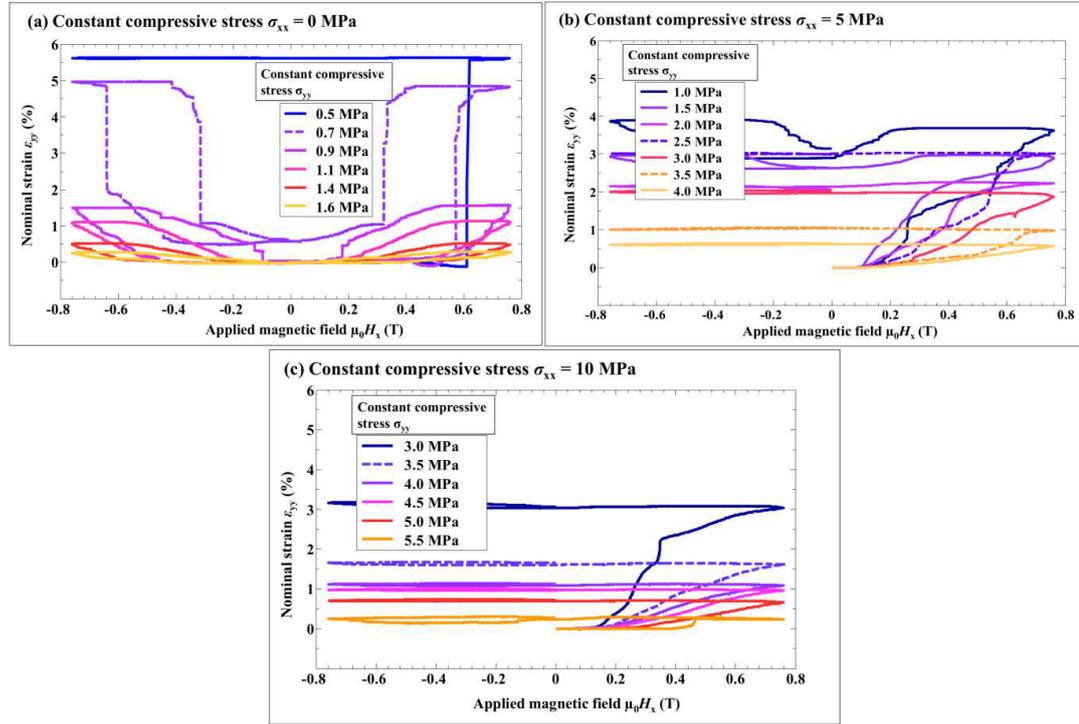


FIGURE 1.30: Déformation sous champ magnétique pour des valeurs constantes des contraintes de compression biaxiale (σ_{xx} et σ_{yy}) [Xue, 2013]

gure 1.30) à l'aide d'un montage dédié.

Tous les éléments servant à appliquer la contrainte mécanique (système de poulies avec un poids mort) sont fabriqués avec des matériaux non magnétiques. Des contraintes constantes sont appliquées au matériau (σ_{xx} et σ_{yy}). Puis le matériau est soumis à un champ magnétique uniforme $\vec{H} // \vec{x}$ fourni par un électroaimant tel que $\mu_0 H_x = \pm 0.75 T$ (fréquence = 0,002 Hz). Avant chaque essai, un poids mort équivalent à une compression $\sigma_{yy} = -4$ MPa permet de sélectionner la variante dont l'axe court est parallèle à l'axe \vec{y} ($\vec{c} // \vec{y}$). Les déplacements sont mesurés grâce à un interféromètre laser.

Les résultats préliminaires montrent que la contrainte σ_{yy}^{max} nécessaire pour avoir une réorientation complète est plus importante quand la contrainte auxiliaire σ_{xx} augmente.

4 Stratégies de modélisation de la littérature

4.1 Modèles de comportement des AMF (non magnétiques)

Il existe principalement deux approches de modélisation du comportement des alliages à mémoire de forme. Il s'agit d'une part de l'approche macroscopique dite phénoménologique et de l'approche multiéchelle basée sur une démarche de transition de l'échelle de la variante à celle du polycristal. Ces deux approches ont en commun une formulation thermodynamique basée sur l'expression et la minimisation de l'énergie libre. Elles (ces approches) restent complémentaires. En effet, l'approche multi-échelle permet de rendre compte des mécanismes locaux liés à la transition martensitique. Parallèlement, les modèles phénoménologiques (plus simples à mettre en œuvre) considèrent directement le comportement moyen.

De nombreuses études portent sur la modélisation du comportement des AMF dans la littérature. Nous n'avons pas pour objectif de faire une revue exhaustive de ces travaux. Nous allons plutôt à travers des exemples choisis souligner deux réalités. D'une part, les approches de modélisation diffèrent souvent en fonction du choix des variables internes. D'autre part, chaque modèle propose une prise en compte partielle des nombreux phénomènes associés aux AMF (dissipation thermique, localisation, réorientation, dissymétrie, anisotropie, tridimensionnalité).

4.1.1 Modèles phénoménologiques

La simplicité de mise en œuvre des modèles macroscopiques ainsi que le nombre de variables internes plus faible (temps de calcul plus raisonnable) permettent leur implémentation dans des logiciels pour calcul de structures. Nous pouvons citer à titre d'exemple les modèles de [Chemisky, 2009] [Bouvet, 2001] [Morin *et al.*, 2011].

Le modèle proposé par [Morin *et al.*, 2011] est basé sur l'écriture d'un potentiel thermodynamique sous la forme d'une énergie libre de Helmholtz. Les variables du modèle sont la fraction moyenne de martensite et le tenseur gradient de transformation représentatif de l'orientation. L'expression de l'énergie libre est enrichie par l'introduction d'une chaleur spécifique (constante et identique pour l'austénite et la martensite). L'écriture de l'équation de la chaleur permet d'estimer la dissipation thermique fonction de l'incrément de fraction de martensite créée. Le modèle est donc à même de prendre en compte le fort couplage thermomécanique présent dans les AMF. Implémenté dans le code de calcul éléments finis Cast3m, le modèle de [Morin *et al.*, 2011] donne de bons résultats dans la retranscription des courbes pseudoélastiques et l'évolution des hystérésis en fonction de la nature et de la vitesse du chargement. Mais le modèle est quantitativement moins représentatif aux grandes vitesses de déformation du fait, selon les auteurs, de la non prise en compte des phénomènes de localisation dans les AMF.

Le modèle de Bouvet [Bouvet, 2001] est un modèle permettant de simuler des sollicitations tridimensionnelles pseudoélastiques aussi bien proportionnelles que non proportionnelles. Les variables internes correspondent à la déformation de transformation et à

des variables d'histoire qui permettent de modéliser les effets mémoire du matériau. Deux surfaces de charge sont définies respectivement pour la transformation directe et la transformation inverse. La température est considérée homogène. Bouvet postule une proportionnalité entre la déformation de transformation et la fraction volumique de martensite. Cette hypothèse sera validée dans la thèse de [Taillard, 2006].

Des auteurs comme Dimitri Lagoudas [Lagoudas, 2008] ont établi une liste très fournie des modèles phénoménologiques proposés entre 1986 et 2006.

4.1.2 Modèles micro - macro

4.1.2.1 Modèles à l'échelle du grain La stratégie de modélisation locale dans la démarche micro - macro peut se faire en considérant un volume homogénéisé ; cela suppose de négliger les phénomènes aux interfaces.

Une autre stratégie consiste à construire un modèle topologique micromécanique avec prise en compte des interfaces entre variantes. Seulement, l'expression des énergies d'échange aux interfaces utilise des hypothèses sur la distribution et l'orientation de ces interfaces mobiles.

Une autre méthode de modélisation très locale utilise la dynamique moléculaire. L'objectif est de modéliser l'évolution d'un système d'atomes dont les interactions sont régies par le principe fondamental de la dynamique. Ces modèles permettent notamment de simuler l'influence d'un défaut (inclusion, précipité, dislocation) sur le comportement.

La base des modèles micromécaniques reste la thermodynamique. Les variables internes correspondent aux fractions volumiques pour l'austénite et les variantes de martensite. Les modèles peuvent être définis pour un grain ou une variante.

Dans les modèles micromécaniques, la transformation de l'austénite en martensite à l'échelle du réseau cristallin est définie par la matrice gradient de transformation \mathbf{F} telle que $\vec{r}' = \mathbf{F}\vec{r}$. \vec{r} et \vec{r}' sont les vecteurs positions du réseau avant et après transformation. Cette relation rend compte du caractère géométrique de la transition cristallographique. $\boldsymbol{\varepsilon}^{tr}$, la déformation de transformation lagrangienne (Green - Lagrange) pour chaque variante s'obtient selon $\boldsymbol{\varepsilon}^{tr} = \frac{1}{2}({}^t\mathbf{F}\mathbf{F} - \mathbf{I})$. La déformation de transformation peut être définie à partir des matrices de Bain qui sont calculées à partir des variations de paramètres de maille entre deux systèmes cristallographiques. Une revue assez complète de ces matrices pour les principaux AMF est donnée par [Bhattacharya, 2003]. Une autre approche, communément utilisée en micromécanique, consiste à définir l'orientation de la déformation de transformation de chaque variante en fonction de la normale à son plan d'habitat et de sa direction de transformation.

La déformation totale $\boldsymbol{\varepsilon}$ peut être découplée sous la forme d'une déformation élastique $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ (directement dépendante du tenseur de rigidité de la phase considérée) et de la déformation de transformation $\boldsymbol{\varepsilon}^{tr}$. D'autres termes telles que la dilatation thermique ou la plasticité interviennent également mais sont souvent négligés. L'additivité des déformation (Eq. (1.6)) peut être appliquée en supposant un comportement élastique similaire pour l'austénite et la martensite et en se plaçant dans un cadre de petites perturbations.

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{tr} \quad (1.6)$$

L'énergie libre du grain comprend généralement une composante chimique, une composante élastique qui comprend une énergie d'interaction. L'amorce de transformation apparaît sous la forme d'un effort critique dont le signe change selon la direction de sollicitation. Des interfaces appelées plans d'habitat séparent l'austénite et la martensite. Chaque variante est ainsi définie par la normale à son plan d'habitat. Les variantes de martensite qui se développent de manière conjointe forment également des interfaces. L'énergie d'interaction est représentative de l'inhomogénéité des champs de déformations associés. Elle dépend de la forme et de l'orientation des variantes considérées. L'observation des variantes de martensite montre une morphologie particulière sous la forme de lamelles, d'aiguilles ou encore de plaquettes.

Les modèles de monocristaux diffèrent principalement les uns des autres en fonction de l'expression de l'énergie d'interaction. Certains prennent en compte une variante unique. Ils s'appuient sur le fait que sous contrainte uniaxiale, il est fréquent qu'une variante unique nucléée dans un monocristal. Par exemple [Lu et Weng, 1997] prend en compte une variante unique de forme oblongue sélectionnée en fonction de l'orientation du cristal (par rapport à la direction de sollicitation). Ce modèle, bien que peu réaliste pour des cas de chargement complexe faisant intervenir plusieurs variantes, permet néanmoins de reproduire de manière satisfaisante les courbes 1D de contrainte - déformation pseudoélastiques. D'autres modèles considèrent un ensemble de variantes (état multivariant). Les variantes peuvent être considérées séparément ou sous la forme de domaines (paquets) de variantes compatibles. La valeur de l'énergie d'interaction varie considérablement entre ces deux configurations. Dans [Gao et Brinson, 2002] tout en en considérant un état multivariant, l'énergie d'interaction est considérée comme une constante. D'autres comme [Patoor *et al.*, 1996] [Siredey *et al.*, 1999] considèrent des opérateurs d'interface entre variantes estimés par minimisation de l'énergie d'interaction. Le modèle de [Siredey *et al.*, 1999] considère des domaines de variantes compatibles et permet de représenter le comportement pseudoélastique. La température est supposée constante. Mais ce dernier surestime l'énergie d'interaction pour des cycles thermiques à faible contrainte où le nombre de variantes qui nucléent est assez important. [Nielaeys *et al.*, 2002] a contourné ce problème en définissant des domaines uniquement constitués de paires de variantes. De cette manière, les combinaisons de domaines potentiellement compatibles sont beaucoup plus importantes. [Blanc et LExcellent, 2004] a développé un modèle monocristallin qui prend en compte les matrices de Bain pour la description cristallographique de la martensite. Son modèle permet de simuler des courbes de traction et de compression pseudoélastiques (et la dissymétrie associée) ainsi que des courbes de réorientation dans un cadre biaxial. Une revue intéressante des expressions adoptées pour définir l'énergie d'interaction dans les modèles micromécaniques de comportement des alliages à mémoire de forme a été faite en 2006 par les équipes de Lagoudas et Patoor à l'échelle du monocristal ([Patoor *et al.*, 2006]).

4.1.2.2 Modèles à l'échelle du polycristal A l'échelle du polycristal, l'existence des joints de grains constitue une source supplémentaire d'incompatibilités. Il existe deux cas extrêmes. Pour des grains élastiques linéaires en parallèle, une hypothèse de déforma-

tion homogène peut être appliquée. Quand les grains sont disposés en série, un état de contrainte homogène peut être considéré. Le schéma auto-cohérent, inspiré des modèles de plasticité, permet une estimation intermédiaire. Dans cette approche, chaque grain est considéré comme noyé dans une matrice homogène dont le comportement correspond au comportement du polycristal. [Lexcelent *et al.*, 2002] définit le polycristal comme un ensemble de grains désorientés avec une texture aléatoire et sans interaction. Dans son travail, l'objectif était de simuler les seuils de transformation dans un cadre biaxial. La comparaison avec des points expérimentaux donne de bons résultats. Le modèle gagnerait en précision en prenant en compte la texture des matériaux étudiés.

Le modèle de [Patoor *et al.*, 1996] est un modèle très complet qui utilise un schéma auto-cohérent. Ce modèle est à même de décrire les principales spécificités du comportement des AMF : pseudoélasticité, influence de la température, boucles internes, dissymétrie traction - compression et comportement multiaxial. La plasticité et la présence de défauts ne sont néanmoins pas prises en compte.

Dans sa thèse, Anne Maynadier ([Maynadier, 2012]) a utilisé une stratégie de modélisation probabiliste. Le VER est constitué d'un nombre suffisant de grains. Chaque grain est considéré comme un volume où coexistent les variantes (figure 1.31). Aucune interface n'est définie et le VER correspond à un volume homogénéisé sans description topologique. Le modèle proposé se base sur une formulation thermodynamique des énergies des variantes à l'échelle de la microstructure [Maynadier, 2012]. Une démarche de changement d'échelle est adoptée pour relier les grandeurs locales aux grandeurs macroscopiques.

Certains autres modèles micromécaniques existant, très complets, sont utilisés comme des machines d'essais virtuels pour questionner la réponse de modèles phénoménologiques ou servir de base de comparaison à une campagne expérimentale.

Une revue intéressante des modèles micromécaniques (et phénoménologiques) de comportement des alliages à mémoire de forme à l'échelle du polycristal a été faite en 2006 par les équipes de Lagoudas et Patoor ([Lagoudas *et al.*, 2006]).

4.2 Modèles de comportement des matériaux magnétiques

Il existe de nombreux modèles pour les matériaux magnétiques. Ils se distinguent par leurs échelles caractéristiques, la prise en compte ou non de certains phénomènes (hystérésis, courants de Foucault, couplage à la mécanique ...) et les méthodes de résolution.

4.2.1 Approche micromagnétique

Le micromagnétisme est une approche théorique permettant de décrire le processus d'aimantation à l'échelle du μm^3 . Cette échelle est suffisamment large pour qu'on puisse remplacer le caractère discret des moments magnétiques atomiques par des fonctions continues, et suffisamment fine pour rendre compte des zones de transition entre domaines. La résolution numérique consiste à réaliser une minimisation d'une fonctionnelle énergétique contenant des termes non convexes (énergie d'anisotropie magnétocristalline)

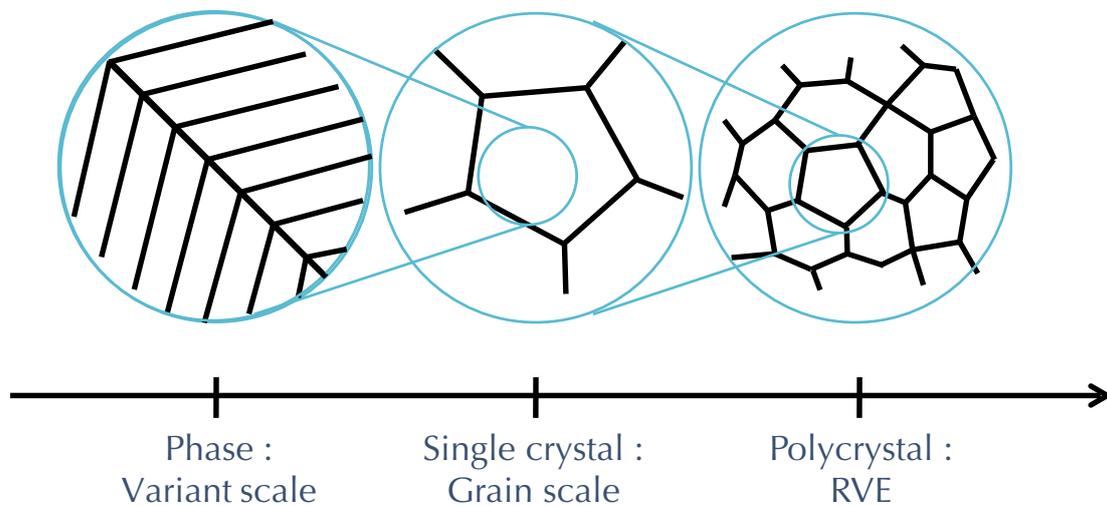


FIGURE 1.31: Illustration des différentes échelles dans l'approche multiéchelle

et des termes d'interface (énergie d'échange). La solution du problème n'est pas unique et conduit à des configurations en domaines caractéristiques de l'histoire magnétique et des pas de calcul employés. Le couplage avec la mécanique s'effectue grâce à l'introduction de l'énergie élastique et de la déformation libre de magnétostriction [Mballa-Mballa *et al.*, 2014]. La résolution impose de trouver un champ de moment magnétique et de déplacement minimisant la fonctionnelle ainsi formée. Cette méthode est surtout employée afin de modéliser des structures fines en domaines. Elle n'est pas adaptée à la résolution d'un problème de VER polycristallin ou conduirait à des temps de calcul prohibitifs. Cette méthode est très voisine de la méthode des champs de phase parfois employée pour le calcul de microstructure en AMF.

4.2.2 Approche macroscopique

Parmi les modèles macroscopiques disponibles, il convient de distinguer les modèles thermodynamiques anhystériques et/ou d'hystérésis, ou encore les modèles de pertes qui ne prédisent pas à proprement parler le comportement. Les modèles thermodynamiques utilisent habituellement une séparation formelle entre mécanismes réversibles non dissipatifs (souvent associées à des fonctions de Langevin) et mécanismes dissipatifs associés à des équations différentielles du premier ou deuxième ordre. Le plus connu de ces modèles est probablement celui de Jiles-Atherton-Sablik [Jiles et Atherton, 1984]. Il est utilisé par de nombreux auteurs, est implanté dans certains codes de calcul et a été étendu à des situations aussi diverses que le comportement dynamique ou le couplage magnéto-élastique [Sablik et Jiles, 1993] et à la plasticité. Une variante de cette catégorie de modèle a été développée au LMT par Gourdin [Gourdin *et al.*, 1998]. L'écriture du potentiel thermodynamique permet d'accéder à un modèle d'aimantation (et de magnétostriction) macroscopique élémentaire capable de décrire les microcycles en particulier. Le modèle

historique de Preisach [Preisach, 1935] rentre dans la catégorie des modèles d'hystérésis. Il fait intervenir des fonctions en série dont le sens physique des paramètres est parfois difficile à identifier. Le modèle simplifié multiéchelle [Daniel *et al.*, 2015] issu des travaux menés au GeePs dans la continuité de ceux du LMT ou le modèle multidomaine [Lazreg et Hubert, 2011] rentrent dans la catégorie des modèles macroscopiques. Leur principale caractéristique est la notion de monocristal équivalent : un VER polycristallin peut être modélisé à moindre coût à partir de la description du comportement d'un monocristal dont l'équilibre en domaines est assuré par l'emploi d'une fonction de Boltzmann. Un couplage de ces codes au modèle de Hauser permet de rendre compte de l'hystérésis statique. Notons que le modèle de Gourdin utilise la thermodynamique des processus irréversibles, à l'image des modèles de Lagoudas ou Moumni pour les AMF [Lagoudas *et al.*, 2006, Morin *et al.*, 2011]. Le modèle de Preisach a également été employé pour ces matériaux.

4.2.3 Approche multiéchelle

Les principaux éléments de ce modèle seront repris dans la partie modélisation multi-échelle du mémoire. Nous ne nous étendons donc pas sur ce point dans ce paragraphe. Notons simplement que la modélisation multi-échelle développée depuis une quinzaine d'années au LMT [Buiron *et al.*, 1999, Daniel *et al.*, 2008] s'appuie sur trois échelles différentes et leurs relations de passage associées. Compte tenu de l'énergie magnéto-cristalline, il est possible de diviser le cristal en un nombre fini de familles de domaines magnétiques (domaines et familles de domaines se trouvent confondus). Ce nombre correspond au nombre de minima de l'énergie magnéto-cristalline. A chaque famille, on peut faire correspondre une fraction volumique qui est fonction de l'énergie potentielle de la famille considérée. Le raisonnement adopté est de considérer qu'à l'échelle du grain, l'équilibre anhystérétique correspond à un minimum énergétique déterminé en combinant une formulation explicite inspirée d'une fonction de Boltzmann pour calculer les fractions volumiques des familles de domaines et la minimisation de l'énergie totale pour calculer l'orientation de l'aimantation des domaines. Un changement d'échelle (localisation et homogénéisation sous certaines hypothèses) permet de définir le comportement magnétique, élastique et magnéto-élastique à l'échelle du monocristal (ou du grain). Un deuxième changement d'échelle (localisation et homogénéisation sous certaines hypothèses) permet de définir le comportement d'un VER. La notion de facteurs d'anisotropie macroscopique (effet de surface, configuration) a été introduite afin de mieux rendre compte de la distribution initiale anisotrope des domaines. Les modèles développés par l'école de Metz [Patoor *et al.*, 1996, Patoor *et al.*, 2006] et de Besançon [Lexcelent *et al.*, 2006] pour les AMF utilisent des techniques de changement d'échelle proches. La loi de comportement diffère cependant puisqu'elle reste issue de la thermodynamique des processus irréversibles.

4.3 Modèles de comportement des AMFM

Les modèles de comportement des AMFM sont soit inspirés des modèles de comportement des AMF classiques soit inspirés de modèles du comportement de matériaux magnétostrictifs. Certains modèles prédisent la transition de phase entre l'austénite et la martensite. Ces modèles constituent une minorité. En effet, le grand intérêt des AMFM repose sur la réorientation de variantes martensitiques sous champ magnétique et / ou contrainte mécanique. Les deux mécanismes principaux associés à cette réorientation sont la rotation de l'aimantation et le mouvement de parois de domaines magnétiques. La plupart des modèles existant se focalisent sur la représentation de la réorientation. Tout comme pour les AMF, il existe aussi bien des modèles phénoménologiques que des modèles micro-macro.

4.3.1 Modélisation phénoménologique du comportement des AMFM

Nous citerons brièvement quelques modèles phénoménologiques du comportement des AMFM.

Le modèle proposé par Hirsinger et Lexcellent [Hirsinger et Lexcellent, 2003] a la particularité de prendre en compte le couplage thermo - magnéto - mécanique. Les variables internes sont la fraction volumique de martensite et la taille des domaines magnétiques. Néanmoins, dans cette référence, le modèle a uniquement été utilisé pour prédire la réorientation entre deux variantes de martensite. De plus, l'anisotropie magnétocristalline est supposée suffisamment importante pour empêcher la rotation des moments magnétiques. De ce fait, la direction de l'aimantation pour chaque variante est fixée.

Le modèle de [Xue, 2013] propose une écriture tridimensionnelle permettant de simuler des chargements multiaxiaux en considérant toutes les variantes possibles de martensite. Il s'agit d'un modèle basé sur la thermodynamique des processus irréversibles. Le couplage thermo -magnéto- mécanique, ainsi que la rotation de l'aimantation sont pris en compte. Ce modèle a été implémenté dans le logiciel éléments finis Cast3m pour des calculs de structure.

Le lecteur intéressé par les modèles phénoménologiques des AMFM peut se référer à deux revues intéressantes [Lagoudas, 2008] [Lexcellent, 2013].

4.3.2 Modélisation micro - macro du comportement des AMFM

Certains de ces modèles sont issus du micromagnétisme dont les principes sont rappelés en section 4.2.1. Les valeurs de déformation et d'aimantation sont obtenues par minimisation de l'énergie totale. Celle - ci correspond à la somme de 3 contributions :

- l'énergie élastique .
- l'énergie chimique : les variations d'enthalpie et d'entropie doivent être prises en compte lors du changement de phase.
- l'énergie magnétique

A ces termes s'ajoutent des contributions des interfaces et certains termes non locaux. Les variations spatiales de l'aimantation sont ainsi à l'origine d'un champ dit "démagnétisant"

car souvent opposé au champ appliqué.

Il existe également des modèles statistiques qui prennent en compte une probabilité de transition. Par exemple, dans [Govindjee et Hall, 2000], chaque variante (austénite et variantes de martensite) est définie par son énergie libre. Le seuil de transformation d'une phase α à une phase β correspond au minimum d'énergie entre les deux pour un chargement donné. La fonction de probabilité est une exponentielle de type Boltzmann. Un champ coercitif est défini pour l'austénite et la martensite. Quand le champ extérieur est supérieur ou égal au champ coercitif, l'aimantation de la phase va correspondre à la valeur d'aimantation à saturation. Ce modèle prend aussi bien en compte la transformation de phase que la réorientation de variantes martensitiques. Il a été appliqué par [Buchelnikov et Bosko, 2003] à un alliage de Ni-Mn-Ga. La comparaison entre les courbes d'aimantation et les cycles de chargement mécanique expérimentaux et numériques donne des résultats satisfaisants.

Sur les modèles thermodynamiques, nous pouvons noter l'approche intéressante de [Creton et Hirsinger, 2005] qui a proposé un modèle multiéchelle appliqué à un monocristal de Ni-Mn-Ga définissant 2 variantes possibles. Le monocristal est considéré comme une combinaison de domaines magnétiques ayant chacun une énergie libre composée d'un terme mécanique et d'un terme magnétique. Les variables internes sont la direction d'aimantation, la fraction de variante et la taille des domaines magnétiques. Le modèle prend uniquement en compte la réorientation des variantes martensitiques.

Plus récemment, [Zhu *et al.*, 2015] a développé un modèle multiéchelle dont l'objectif est de prédire le comportement d'un alliage polycristallin de Ni - Mn - Ga obtenu par solidification directionnelle. L'énergie libre est composée uniquement de l'énergie élastique et de l'énergie chimique. Le modèle cherche en effet à reproduire le phénomène de réorientation sous champ mécanique suite à la solidification. Un schéma auto-cohérent est adopté. Le modèle permet de retranscrire les courbes de contrainte - déformation lors de la réorientation en prenant en compte l'anisotropie héritée du procédé de mise en forme.

5 Techniques expérimentales de suivi in - situ de la transformation de phase des AMF

5.1 Méthodes calorimétriques

L'utilisation des méthodes calorimétriques pour caractériser la transformation de phase est liée aux phénomènes d'émission /absorption de chaleur intrinsèques à la transformation.

Des essais de calorimétrie différentielle DSC (Differential Scanning Calorimetry) [Grenet et Legendre, 2010] permettent de retrouver les températures seuils de transformation (figure 1.32). Les données de sortie de la calorimétrie différentielle sont le flux de chaleur en fonction de la température. L'échantillon de mesure est placé dans un réceptacle équipé d'un thermocouple, le tout étant disposé dans un four ou un cryostat. Un deuxième réceptacle vide, également équipé d'un thermocouple et placé à côté du premier

réceptacle, permet de faire une mesure différentielle des flux de chaleur en fonction de la température du four. La transformation de l'austénite en martensite s'accompagne d'un dégagement de chaleur et la transformation inverse d'une absorption de chaleur. La DSC est largement utilisée pour la caractérisation des seuils de transformation des AMF et des AMFM ainsi que pour étudier l'influence de traitements thermiques ou de déformations résiduelles sur ces seuils. On peut notamment pour des alliages de type NiTi suivre l'effet de la composition et des traitements thermiques sur l'apparition de la phase R.

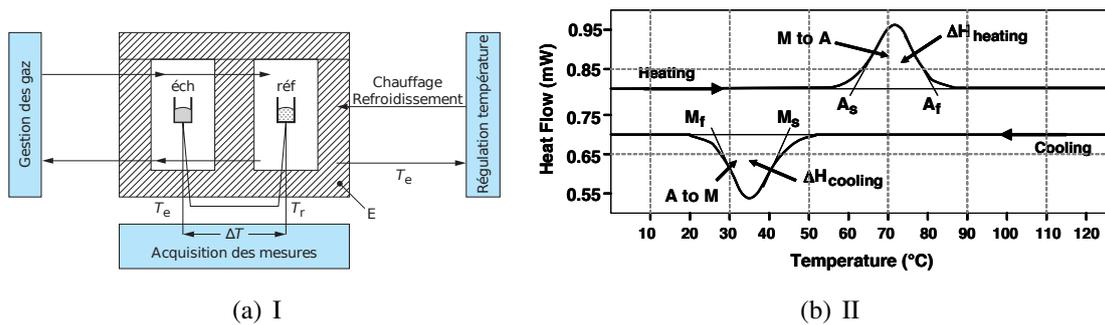


FIGURE 1.32: Calorimétrie différentielle : a) montage d'un appareil de DSC [Grenet et Legendre, 2010] ; b) schéma d'une courbe DSC pour un AMF avec les températures seuils (A_s, A_f, M_s, M_f) et les chaleurs latentes de transformation (ΔH) [Lagoudas, 2008]

5.2 Méthodes optiques

Les expériences montrent que sur des échantillons élancés (haltères ou tubes), la transformation de phase est un phénomène hétérogène. La martensite se forme dans des bandes localisées dont le nombre dépend des conditions expérimentales. L'observation des bandes de transformation peut être faite à l'aide d'une caméra visible ainsi qu'en lumière rasante. Les plaquettes de martensite peuvent être observées au microscope optique ou électronique. L'observation de domaines magnétiques peut se faire en micrographie optique, par exemple en utilisant l'effet Kerr [Hubert et Schäfer, 2008].

Les déformations associées à la transformation martensitique peuvent être mesurées avec des moyens classiques tels que les jauges de déformation. L'utilisation de la corrélation d'images numériques offre le grand avantage de pouvoir observer les champs de déplacement (et donc d'estimer les champs de déformations) sur toute la surface utile.

5.2.0.1 La corrélation d'images numériques La technique de corrélation (figure 1.33) d'images 2D consiste à réaliser une comparaison entre une image de référence et une image "déformée". Chaque image est définie par une fonction de niveaux de gris. La qualité de ce dernier est assurée par un bon contraste de l'image. Ce contraste peut être obtenu en utilisant la texture naturelle du matériau ou encore en appliquant un mouchetis

sur la surface de l'échantillon. Un bon éclairage est également nécessaire. Les images sont prises à l'aide d'une caméra opérant dans le visible. Une grille virtuelle sépare l'image en imassettes. On définit les positions de départ $\vec{X}(X, Y)$ et finales $\vec{x}(x, y) = \vec{X} + \vec{U}(\vec{X})$ de chaque imassette. \vec{U} représentant le déplacement entre les deux images. La correspondance entre les images repose sur la conservation du niveau de gris de l'image de référence $f(\vec{X})$ et de l'image déformée $g(\vec{x})$ de sorte que $f(\vec{X}) = g(\vec{x}) = g(\vec{X} + \vec{U}(\vec{X}))$.

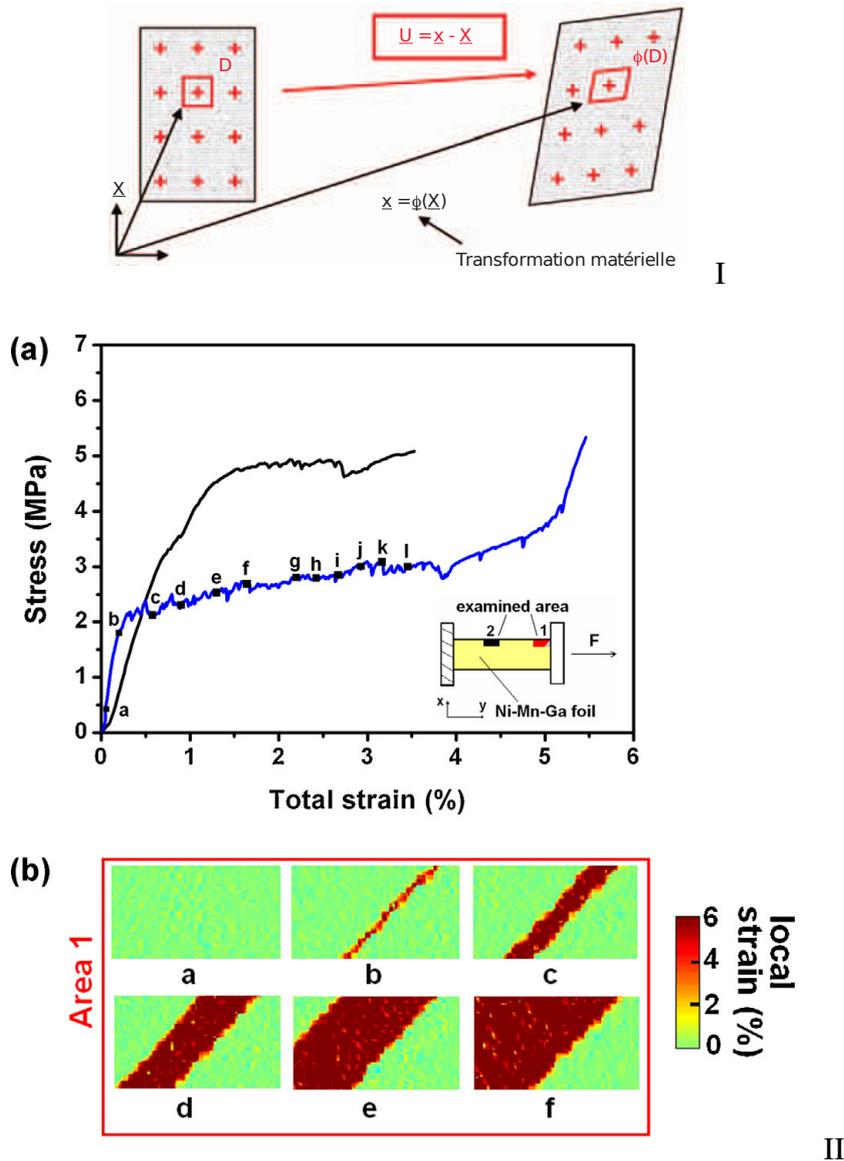


FIGURE 1.33: I) Principe de corrélation d'images [Brémand *et al.*, 2011] ; II) observation des bandes de martensite sur une feuille mince de Ni - Mn - Ga monocristallin lors d'un essai de traction [Pinneker *et al.*, 2013]

5.2.0.2 Thermographie InfraRouge La thermographie infrarouge quantitative permet de réaliser une cartographie des sources de rayonnement lumineux. La corrélation d'images et la thermographie sont des techniques complémentaires dans l'analyse expérimentale des AMF. La première donne accès aux cartographies des déformations et la seconde aux évolutions de température dues aux transferts thermiques caractéristiques de la transition martensitique. La thermographie peut également servir à la mesure des propriétés de conductivité et de diffusivité thermiques (figure 1.35) de l'austénite et de la martensite [Delobelle, 2012].

Les photons infrarouges correspondent à un rayonnement électromagnétique dont la longueur d'onde λ est comprise entre $1\mu m$ et $12\mu m$. Ces photons sont émis par les corps soumis à l'agitation thermique en fonction de leur température et leur émissivité $0 < \varepsilon(\lambda, T) < 1$. La référence est un corps noir sur lequel aucun rayonnement ne se réfléchit ($\varepsilon = 1$). Les courbes de Planck (figure 1.34) montrent l'évolution de la luminance en fonction de la longueur d'onde pour un corps noir. L'émissivité des zones de mesure peut être améliorée par l'application d'une peinture noire (opaque) d'émissivité plus importante. La mesure se fait à l'aide d'une caméra infrarouge munie d'un détecteur à grille spatiale. La mesure fournit une valeur numérique. Celle ci permet de remonter à la température du corps grâce à une courbe étalon construite à l'aide d'un corps noir soumis à des températures imposées.

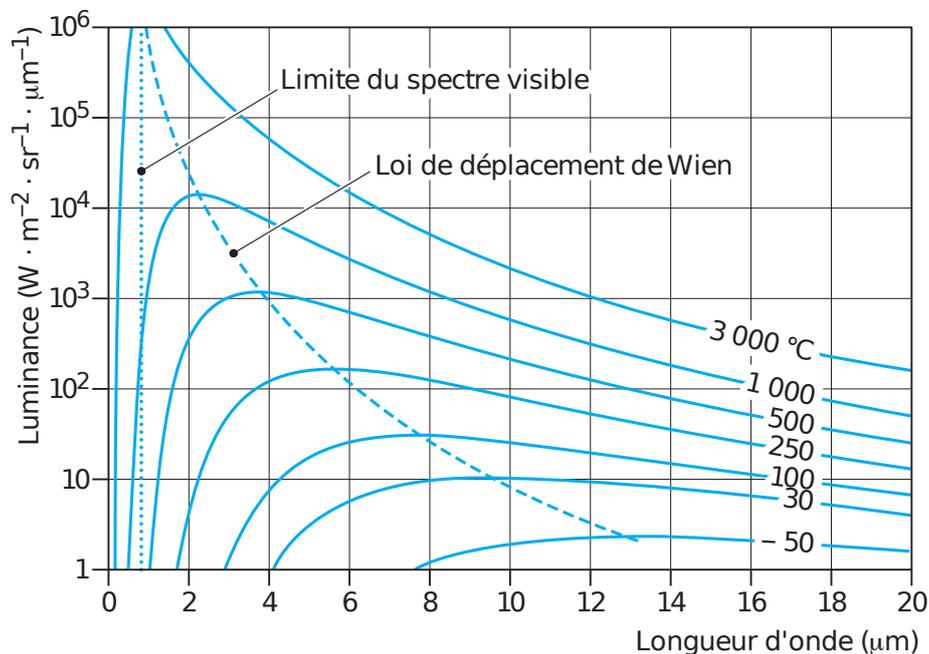


FIGURE 1.34: Courbes de Planck [Pajani, 2001]

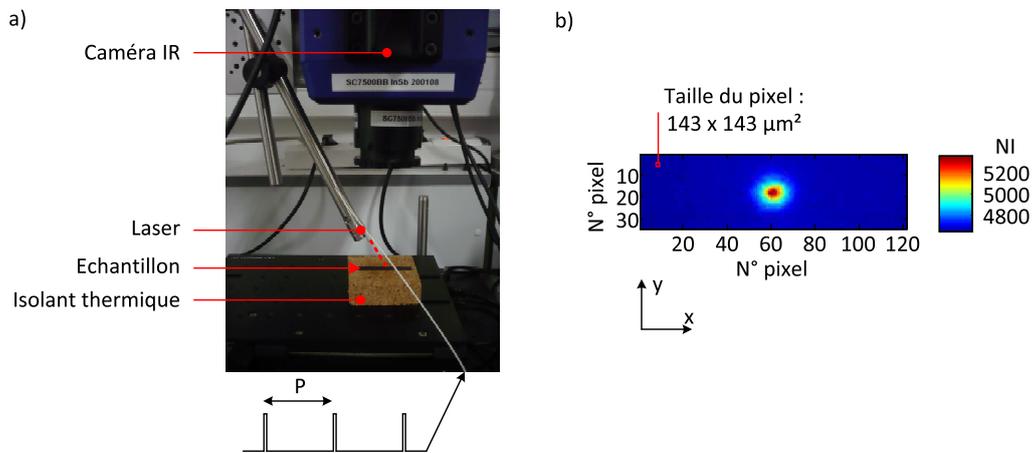


FIGURE 1.35: Montage de mesure de la diffusivité thermique avec un chauffage par impulsion laser [Delobelle, 2012]

5.2.0.3 IRIC Du fait du couplage thermomécanique qui accompagne la transformation de phase lors de ses essais, il est intéressant de pouvoir déterminer les champs cinématiques et thermiques de manière simultanée. Sur des échantillons minces, les mesures de corrélation et de thermographie peuvent être effectuées en utilisant deux caméras (une visible et une thermique) placées en vis-à-vis sur chacune des faces de l'échantillon. La simultanéité de l'information n'est pas assurée et les champs ne correspondent pas aux mêmes points matériels. Pour cela, une nouvelle méthode a été développée [Maynadier, 2012] au LMT. Nommée IRIC (*Infra Red Image Correlation* : figure 1.36), cette méthode permet de déduire les champs cinématique et thermique à partir d'une même image grâce à l'utilisation d'un revêtement spécifique contrasté d'émissivité variable. Les mesures de déformation et de température sont alors synchronisées et définies aux mêmes points.

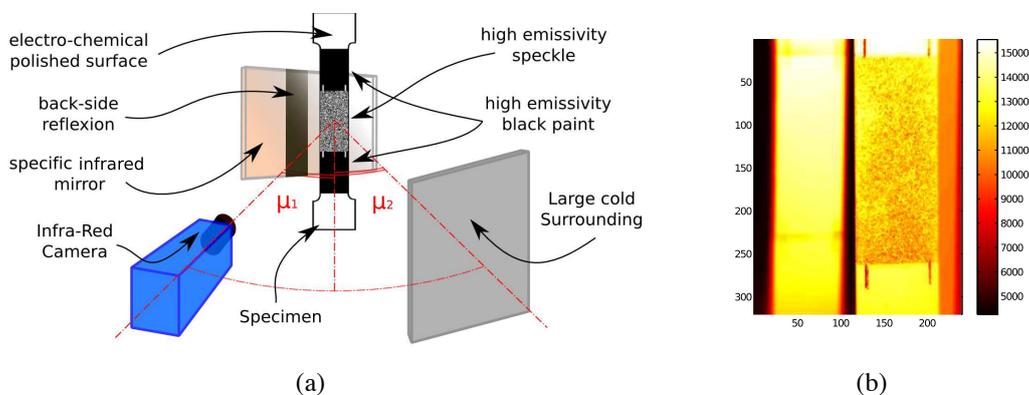


FIGURE 1.36: Dispositif expérimental : mesures IRIC [Maynadier, 2012]

Les images sont prises par une unique caméra infrarouge. L'échantillon porte un revêtement noir de haute émissivité aux bords et un mouchetis contrasté au centre. Ce contraste permet la détermination des champs cinématiques, l'évolution des niveaux de gris en fonction de la température étant retrouvée grâce à un étalonnage in situ. La peinture noire sert de surface de référence pour retrouver l'évolution de l'émissivité dans la partie utile. Le montage est isolé à l'aide de paravents pour limiter l'influence de l'environnement sur l'essai. Un corps noir étendu permet de garder la température extérieure constante et uniforme. Ainsi la contribution de l'environnement aux réflexions est quantifiée et peut être déduite des images infrarouge, donnant accès à la contribution de l'échantillon et donc à sa température propre.

5.3 Méthodes électriques : mesures de résistivité

Saint - Sulpice [Saint-Sulpice *et al.*, 2014] a réalisé récemment une étude expérimentale intéressante sur des aciers 301L (aciers qui présentent une transformation de phase). L'auteur a défini l'influence de la transformation de phase sur les variations de la résistivité électrique. Les évolutions de fraction de phase ont ainsi pu être déduites de mesures de résistivité. Les résultats obtenus ont été validés par comparaison avec d'autres méthodes de mesures de la fraction volumique (méthode magnétique, diffraction des neutrons).

Comme le montre la figure 1.37 tirée des travaux de thèse de Taillard [Taillard, 2006], la résistivité de l'austénite est différente de celle de la martensite. Une mesure de résistance électrique permet d'estimer les phases en présence et de quantifier la fraction de chacune en postulant une loi des mélanges.

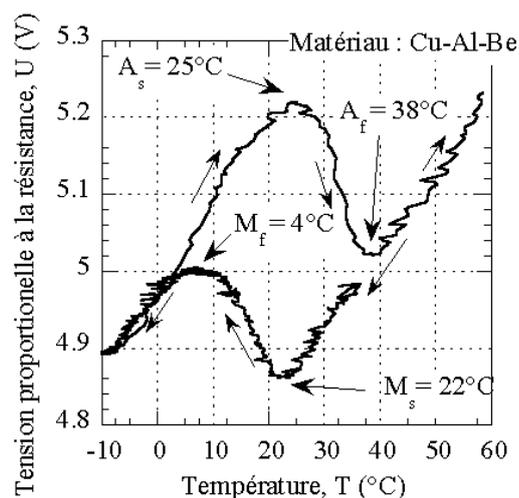


FIGURE 1.37: Évolution de la résistivité pour un échantillon de CuAlBe lors d'un cycle chauffage - refroidissement [Taillard, 2006]

5.4 Méthodes magnétiques : suivi de l'aimantation

Toutes les méthodes présentées dans les paragraphes précédents s'appliquent aussi bien aux AMF qu'aux AMFM (exception faite de l'effet Kerr qui s'applique à l'observation de domaines magnétiques). L'un des effets de la transformation de phase dans les AMFM est l'évolution de l'aimantation du matériau. En effet, bien que la martensite soit toujours ferromagnétique, l'austénite peut être aussi bien ferromagnétique que paramagnétique. Dans le cas où l'austénite est ferromagnétique, son aimantation à saturation diffère en général de celle de la martensite [Heczko *et al.*, 2002]. La réorientation de variantes martensitiques sous champ magnétique s'accompagne également d'une augmentation des valeurs d'aimantation jusqu'à la saturation (mécanisme proche de la réorganisation de domaines).

Les méthodes sont nombreuses pour mesurer l'aimantation d'un matériau [Fiorillo et Mazaleyrat, 2009]. Une technique simple consiste à entourer l'éprouvette d'une bobine et d'appliquer un champ alternatif. Le flux magnétique est estimé en intégrant la tension induite aux bornes de la bobine. Ceci permet de déterminer l'induction puis l'aimantation de l'échantillon.

Nous nous intéressons par la suite au magnétomètre à échantillon vibrant, technique qui sera employée dans la partie expérimentale du chapitre 4. Dans un magnétomètre à échantillon vibrant (VSM), la source de champ peut être un électroaimant, un solénoïde supraconducteur ou un aimant permanent. Dans un électroaimant, le champ magnétique généré par une paire de bobines est canalisé et amplifié par un noyau de fer placé au centre des bobines. Dans le VSM (figure 1.38), l'échantillon est placé au centre d'un système de bobines pour la mesure de l'aimantation. Un mouvement alternatif de vibration est imprimé à l'échantillon afin de générer une variation de flux au sein des bobines à champ constant. Le flux puis l'induction sont calculés par intégration de la tension induite aux bornes de la bobine.

5.5 Diffraction des rayons X et des neutrons

5.5.1 Diffraction des neutrons

Les neutrons sont des nucléons de charge neutre. Comme tout corpuscule possédant une énergie cinétique, on peut leur associer une longueur d'onde. En fonction des vitesses atteintes, cette longueur d'onde peut être réglée pour être du même ordre de grandeur que les distances inter-atomiques. Les neutrons interagissent avec le noyau atomique. Les neutrons possèdent un pouvoir de pénétration plus important que les rayons X. Ils sont ainsi souvent utilisés en transmission. Un détecteur (compteur) permet la mesure des neutrons diffusés par le réseau cristallin. Cette technique a été utilisée dans la thèse de Dubois [Dubois, 2013] pour déterminer la texture à l'état austénitique d'un alliage de Cu - Al - Be. Dans cette étude, des mesures in situ de suivi des micro-déformations ont également été effectuées lors de cycles pseudoélastiques.

Les mesures in situ répertoriées dans la littérature sur des alliages à mémoire de forme concernent principalement des chargements thermiques ou des chargements mécaniques

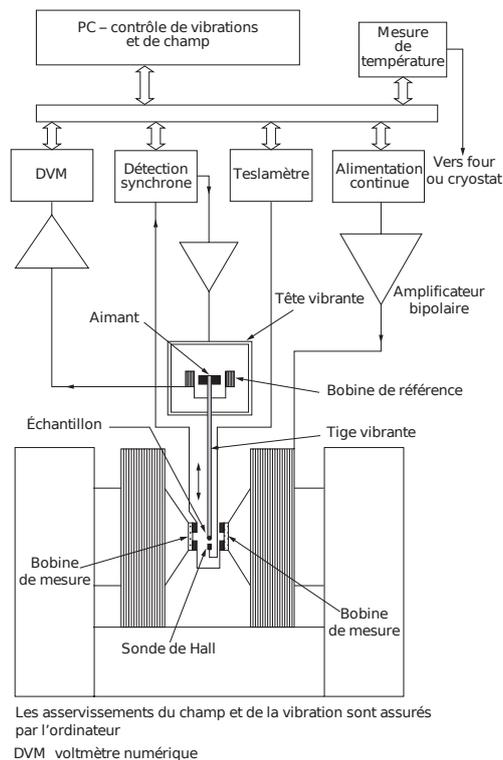


FIGURE 1.38: Schéma d'un magnétomètre à échantillon vibrant ayant un électroaimant comme source [Fiorillo et Mazaleyrat, 2009]

uniaxiaux (traction, compression ou torsion).

Les neutrons permettent de travailler avec des matériaux constitués d'atomes légers et d'obtenir de bonnes résolutions sur les pourcentages faibles de phases dans un alliage. Ils permettent également de sonder des volumes importants (jusqu'à 1cm^3). L'accès à une source neutron est cependant moins aisé que l'accès à une source rayons X : la production des neutrons nécessite des réacteurs nucléaires ou des sources à spallation.

5.5.2 Diffraction des rayons X

5.5.2.1 Principe de la diffraction des rayons X Les rayons X ont été découverts par Röntgen en 1895. Il s'agit d'un rayonnement électromagnétique. Ils sont obtenus par décélération sous l'effet d'une haute tension électrique d'un faisceau d'électrons dans un tube sous vide (ou tube rayons X). Dans ce cas, les électrons produits par chauffage d'un filament métallique à la cathode viennent impacter un métal cible à l'anode, induisant le rayonnement. Une autre source de rayons X est le synchrotron. Ils sont alors obtenus par accélération d'électrons dans un anneau circulaire.

Le phénomène de diffraction des rayons X a été découvert par Laue en 1914. Il repose sur un montage simple : un faisceau rayons X polychromatique est dirigé sur un monocristal fixe posé sur un plateau. Un film photosensible permet d'enregistrer les faisceaux

diffractions. Le phénomène de diffraction est le fait d'interférences constructives entre les rayons X et le nuage électronique des atomes. La diffraction des rayons X par les cristaux est possible car la longueur d'onde des rayons X est du même ordre de grandeur que la distance inter-réticulaire (de l'ordre de l'Angström Å).

Les conditions préalables à la diffraction sont établies par W.L. Bragg en 1915 sur une base empirique. Considérons une famille de plans d'indices de Miller $\{h, k, l\}$ de distance inter-réticulaire d impactée par un rayonnement incident d'angle θ .

La loi de Bragg est une loi géométrique exprimant qu'une condition nécessaire de diffraction est une proportionnalité entre la longueur d'onde incidente et la différence d'un nombre entier n de pas entre deux plans parallèles :

$$2d\sin(\theta) = n\lambda$$

Cette loi suppose que la longueur d'onde du rayonnement soit au plus égale à $2d$.

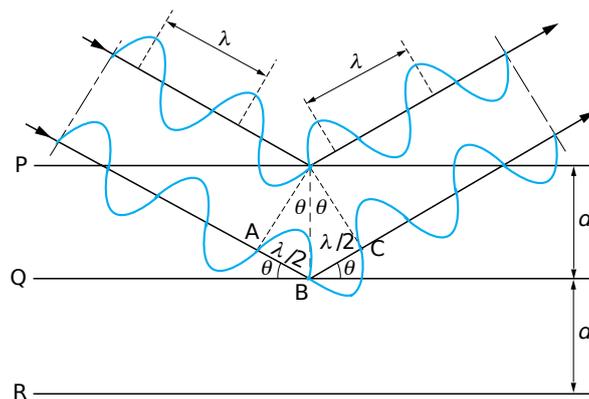


FIGURE 1.39: Condition de diffraction de Bragg [Broll, 1996]

Une autre condition nécessaire de diffraction est que le faisceau diffracté ait une intensité non nulle. L'intensité diffractée par une famille de plans est proportionnelle au carré du module du facteur de structure F [Cullity et Stock, 2001]. Les plans diffractant suivant la deuxième condition doivent donc avoir un facteur de structure non nul.

Les diffractomètres actuels sont équipés de capteurs/détecteurs. Le rayonnement diffracté est converti en signaux électriques dont le détecteur fait le compte.

5.5.2.2 Diffraction des rayons X sur des monocristaux Un monocristal est un solide constitué d'un agencement continu d'un même motif géométrique. L'orientation cristallographique est unique. Pour rappel, la diffraction a lieu lorsqu'un plan cristallographique est en position favorable. Ainsi sur un monocristal à position fixée, un rayon incident monochromatique ne pourra faire diffracter qu'une famille de plans à la fois en fonction de l'angle d'incidence. Cette information est par conséquent partielle. Deux techniques permettent d'avoir une information plus complète à partir d'un monocristal. L'utilisation

d'une source polychromatique permet, pour une position fixée de l'échantillon, d'obtenir plusieurs cônes de diffraction en fonction des longueurs d'onde incidentes. C'est l'une des premières méthodes de diffraction appelée méthode de Laue. A l'époque, les lignes de diffraction s'imprimaient sur un film photographique. L'autre méthode, dite du cristal tournant, consiste à utiliser une source monochromatique et un cristal positionné sur un goniomètre. La rotation du cristal permet à différentes familles de plans d'être successivement en position de diffraction. La diffraction sur monocristaux est une technique largement utilisée pour la détermination de structures cristallines.

5.5.2.3 Diffraction des rayons X sur des poudres Un polycristal peut être décrit comme un assemblage de cristaux d'orientations variées. Une poudre est un polycristal libre de contraintes et non texturé. Les grains ont une orientation aléatoire et sont indépendants les uns des autres. La taille des grains doit être suffisamment petite par rapport à la taille du faisceau diffractant afin d'avoir une statistique représentative. Pour chaque position du faisceau, un volume équivalent de cristallites sera en position de diffraction. Le montage $\theta - 2\theta$ est commun en diffraction des poudres. Pour chaque position θ du faisceau incident, des plans parallèles à la surface de l'échantillon diffractent à un angle 2θ . Un détecteur est donc placé à 2θ à cet effet.

Nous reprenons l'expression de l'intensité intégrale diffractée par une poudre monophasée fournie par Cullity [Cullity et Stock, 2001] Eq. (1.7).

$$I_{hor} = \left(\frac{I_0 A \lambda^3}{32 \pi r} \right) \left[\left(\frac{\epsilon_0}{4 \pi} \right)^2 \frac{e^4}{m^2} \right] \left[|F|^2 p \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] \left(e^{B^{Deb} (\sin \theta / \lambda)^2} \right) \quad (1.7)$$

I_0 , A , λ et θ sont respectivement l'intensité, la section, la longueur d'onde et l'angle d'incidence du faisceau incident ; e et m la charge et la masse d'un électron ; r le rayon du diffractomètre, F le facteur de structure ; p le facteur de multiplicité ; v le volume de la maille ; $\epsilon_0 = 4\pi \cdot 10^{-17} m.kg.C^{-2}$. Le terme B^{Deb} correspond au facteur de Debye permettant de prendre en compte l'agitation thermique. Le terme $\left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right)$ correspond au facteur de polarisation de Lorentz. μ représente le coefficient d'absorption linéaire.

Il est ainsi possible en utilisant la loi de Bragg et l'expression théorique de l'intensité de simuler le diffractogramme théorique d'une phase en connaissant ses paramètres de maille, sa symétrie cristalline, le positionnement des atomes et leur nature. Cette démarche permet d'identifier un matériau par les angles de diffraction et les intensités des plans qui diffractent.

5.5.2.4 Diffraction des rayons X sur des polycristaux texturés La présence de texture dans un polycristal est souvent une conséquence du procédé de mise en forme (laminage, forgeage, étirage ...). Une poudre peut également présenter une texture, par exemple quand la poudre est tassée dans le porte-échantillon, provoquant une orientation massive des facettes de grains suivant la direction de tassement. En présence de texture, les distributions d'orientations ne sont plus aléatoires. Il existe des directions cristallographiques préférentielles et un volume de cristallites plus important pour certaines familles de plans.

L'effet de la texture sur l'intensité de diffraction est prise en compte via une fonction de distribution des orientations. Celle-ci peut être construite à partir de mesures de texture par diffraction des rayons X ou par diffraction des électrons dans un microscope à balayage (EBSD : Electron Back - Scattered Diffraction). Elle peut également être ajustée pour être représentative d'un diffractogramme expérimental.

5.5.2.5 Analyse quantitative de phase par rayons X Dans le cas d'un matériau cristallin multiphasé, chaque phase en présence présentera des pics caractéristiques dans le diffractogramme. En l'absence de texture, la fraction des phases est directement proportionnelle au ratio des intensités intégrales de leurs pics. En présence de texture, la valeur de l'intensité est biaisée. Il faut alors d'abord quantifier et corriger l'effet de la texture avant de procéder à l'analyse quantitative.

L'analyse quantitative par diffraction des rayons X présente certaines limites. Elle ne fonctionne guère pour des matériaux contenant des atomes légers. De même, une phase en faible proportion peut ne pas être détectée quand les pics correspondant sont du même niveau que le bruit de mesure. Par ailleurs, des pics appartenant à deux phases distinctes peuvent diffracter à la même position et se superposer, rendant l'identification délicate.

5.5.2.6 État de l'art des mesures de diffraction aux rayons X sur les alliages à mémoire de forme Les mesures ex-situ de caractérisation d'alliages à mémoire de forme sont assez nombreuses, souvent pour estimer l'effet d'un traitement thermique.

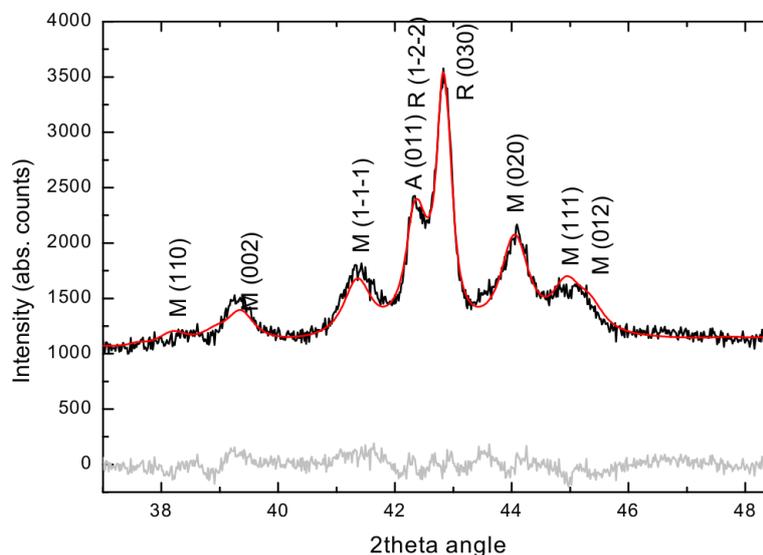


FIGURE 1.40: Diffraction du NiTi illustrant les plans appartenant à l'austénite (A), à la phase R (R) et à la martensite (M) [Urbina *et al.*, 2010]

Les mesures in situ répertoriées dans la littérature concernent principalement des chargements thermiques [Kulkov et Mironov, 1995] [Urbina *et al.*, 2010] [Bolender, 2008] ou

des chargements mécaniques uniaxiaux. Les mesures in situ en chargement mécanique concernent souvent la détermination de texture [Hasan *et al.*, 2008] [Raghunathan *et al.*, 2008] ou la mesure de microdéformations [Robertson *et al.*, 2007] au cours d'un essai de traction.

Un suivi de fractions volumiques de phase par rayons X dans un alliage de NiTi a été présenté par Urbina [Urbina *et al.*, 2010] afin de déterminer l'effet des cycles thermiques sur l'apparition de la phase R (figure 1.40). Une démarche similaire a été présentée dans la thèse de Bolender [Bolender, 2008], toujours lors d'un suivi en température de la composition en phases d'alliages de NiTi. Des essais de charge - décharge de traction uniaxiale sur des fils de NiTi ont été effectués par Young [Young *et al.*, 2010] avec des mesures in situ de diffraction des rayons X au synchrotron.

6 Motivation de l'étude

Un des objectifs de cette étude est d'étendre le modèle de [Maynadier, 2012] à un cadre unique de modélisation du comportement des alliages à mémoire de forme qui couvre aussi bien la transformation de phase sous des sollicitations thermo - (magnéto) - mécaniques que le réarrangement martensitique sous champ magnétique et / ou mécanique. Le choix de ce modèle n'est pas fortuit. Le modèle de [Maynadier, 2012] se base sur une approche simple à l'échelle de la variante. Sa formulation rend l'ajout d'un phénomène physique ou d'une autre phase très aisé. Nous essayerons par ailleurs de pallier à des limitations actuelles du modèle telles que le fait de négliger les phénomènes de dissipation thermique.

Parallèlement aux développements apportés à ce modèle, une étude expérimentale est menée. D'une part, une connaissance fine de la microstructure et des propriétés intrinsèques du matériau est nécessaire. Des mesures seront effectuées afin d'identifier les paramètres du matériau étudié. D'autre part, il est nécessaire de valider les estimations de la modélisation. A cette fin, des mesures de fractions volumiques de phase par diffraction des rayons X (DRX) in situ ont été entreprises lors de sollicitations thermiques (cycles de chauffage-refroidissement), mécaniques (traction uniaxiale, traction - compression biaxiales) et magnétiques. L'exploitation des résultats de diffractométrie permet une analyse quantitative des fractions volumiques des phases en présence. Celles-ci sont comparées aux estimations du modèle à des fins de validation.

Ce travail permet ainsi d'offrir un cadre de modélisation unique pour les alliages à mémoire de forme (magnétiques ou non). Il présente également une base expérimentale d'essais innovants tels que la mesure de fractions volumiques de phases in situ sous chargements biaxiaux.

Chapitre 2

Modélisation multiéchelle du comportement d'un volume élémentaire représentatif

Dans ce deuxième chapitre, nous nous intéressons à la modélisation du comportement des alliages à mémoire de forme polycristallins texturés.

Nous revenons d'abord sur le modèle multiaxial, multiéchelle et thermomécanique de Maynadier [Maynadier, 2012]. Après un rappel du principe de modélisation, nous faisons une analyse des apports de cette approche ainsi que des hypothèses limitantes dans sa formulation. Par la suite, un modèle unifié du comportement thermo - magnéto - mécanique des alliages à mémoire de forme (magnétiques et non magnétiques) est proposé sur la base des travaux de Maynadier [Maynadier, 2012] et ceux, antérieurs, de Daniel [Daniel, 2003] et Buiron [Buiron et al., 1999]

Sommaire

1	Comportement des alliages à mémoire de forme (non magnétiques)	8
1.1	Transition martensitique dans les alliages à mémoire de forme	8
1.2	Spécificités des AMF de type nickel - titane	10

1.3	Comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme .	13
2	Comportement des matériaux magnétiques	20
2.1	Comportement magnétique	22
2.2	Comportement magnéto-mécanique	24
3	Comportement des alliages à mémoire de forme magnétiques	28
3.1	Transformation de phase / Réarrangement martensitique	28
3.2	Spécificités des alliages nickel - manganèse - gallium	28
3.3	Mécanismes d'aimantation sous champ magnétique	29
4	Stratégies de modélisation de la littérature	37
4.1	Modèles de comportement des AMF (non magnétiques)	37
4.2	Modèles de comportement des matériaux magnétiques	40
4.3	Modèles de comportement des AMFM	43
5	Techniques expérimentales de suivi in - situ de la transformation de phase des AMF	44
5.1	Méthodes calorimétriques	44
5.2	Méthodes optiques	45
5.3	Méthodes électriques : mesures de résistivité	49
5.4	Méthodes magnétiques : suivi de l'aimantation	50
5.5	Diffraction des rayons X et des neutrons	50
6	Motivation de l'étude	55

1 Discussion autour du modèle multiéchelle de Maynadier [Maynadier, 2012] : Hypothèses, Limites, enjeux

1.1 Principes du modèle micro - macro multiéchelle de Maynadier

La stratégie de modélisation est probabiliste. Le VER est constitué de grains dont la distribution est définie par une fonction de distribution d'orientations (FDO). Chaque grain est considéré comme un volume où coexistent les variantes. Aucune interface n'est définie et le VER est considéré comme un volume homogénéisé sans description spatiale. L'approche est à l'origine issue des travaux de Nicolas Buiron [Buiron *et al.*, 1999], puis de Laurent Daniel [Daniel, 2003].

Le modèle proposé se base sur une formulation thermodynamique des énergies des variantes à l'échelle de la microstructure [Maynadier, 2012]. Une démarche de changement d'échelle est adoptée pour relier les grandeurs locales aux grandeurs macroscopiques.

1.1.1 Comportement du monocristal

Chaque variante (ϕ) de phase est caractérisée par une énergie libre (2.1) procédant d'une composante chimique (2.2) et d'une composante mécanique élastique (2.3).

$$W_\phi = W_\phi^T + W_\phi^\sigma \quad (2.1)$$

$$W_\phi^T = h_\phi - T s_\phi \quad (2.2)$$

$$W_\phi^\sigma = \frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}_\phi : \mathbb{C}_\phi^{-1} : \boldsymbol{\sigma}_\phi \quad (2.3)$$

s_ϕ et h_ϕ désignent l'entropie et l'enthalpie de la variante ϕ ; T est la température absolue (K); $\boldsymbol{\sigma}_\phi$ et \mathbb{C}_ϕ désignent respectivement le tenseur des contraintes et le tenseur d'élasticité locaux. La fraction volumique f_ϕ d'une variante ϕ est estimée à l'aide d'une formulation statistique de Boltzmann (Eq. (2.4)) impliquant une estimation "à l'équilibre" des variantes (modélisation réversible). Cette formulation conduit à ce que la variante la plus probable parmi les n variantes possibles soit celle qui minimise l'énergie libre [Daniel *et al.*, 2008] [Daniel, 2003] [Buiron *et al.*, 1999]. Le paramètre A conditionne la rapidité des transformations et rend compte en partie de leur caractère stochastique.

$$f_\phi = \frac{\exp(-AW_\phi)}{\sum_{\phi=1}^n \exp(-AW_\phi)} \quad (2.4)$$

L'échelle intermédiaire est celle du grain. La variante est considérée comme une inclusion dans le grain supposé infini, ce qui permet de traiter ce problème comme un problème d'inclusion d'Eshelby (voir *annexe C*). Le tenseur d'Eshelby (\mathbb{S}^E) relie la déformation totale de la variante ($\boldsymbol{\epsilon}_\phi$) à sa déformation "libre" de transformation ($\boldsymbol{\epsilon}_\phi^{tr}$) Eq. (2.5). La déformation de transformation est alors définie comme le tenseur de Green-Lagrange associé à la transformation [Bhattacharya, 2003]. Nous utilisons par la suite une hypothèse

des petites perturbations pour l'expression de l'énergie élastique. La formulation de Hill permet de prendre en compte une contrainte macroscopique appliquée au grain. Le grain étant une entité où l'élasticité est considérée comme homogène, l'équation (2.6) donne l'expression de la contrainte locale par variante (voir *annexe C*).

$$\boldsymbol{\varepsilon}_\phi = \mathbb{S}^E : \boldsymbol{\varepsilon}_\phi^{tr} \quad (2.5)$$

$$\boldsymbol{\sigma}_\phi = \boldsymbol{\sigma}_g + \mathbb{C}_\phi : (\mathbb{I} - \mathbb{S}^E) : (\boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} - \boldsymbol{\varepsilon}_\phi^{tr}) \quad (2.6)$$

$\boldsymbol{\sigma}_g$ et $\boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr}$ définissent la contrainte et la déformation de transformation du grain. La détermination du tenseur d'Eshelby est rendue complexe car les variantes ne cessent d'évoluer lors de la transformation. L'hypothèse adoptée de déformation homogène à l'échelle du grain permet de contourner ce problème mais conduit à une surestimation du niveau des contraintes (2.7).

$$\boldsymbol{\sigma}_\phi = \boldsymbol{\sigma}_g + \mathbb{C}_\phi : (\boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} - \boldsymbol{\varepsilon}_\phi^{tr}) \quad (2.7)$$

Cette hypothèse de déformation homogène renvoie à une distribution en parallèle des variantes de martensite. Cette distribution minimise en effet la déformation totale du milieu. L'hypothèse est faite de l'unicité des tenseurs de rigidité pour chaque grain ainsi qu'entre l'austénite et la martensite ($\mathbb{C}_{aust} = \mathbb{C}_{mart} = \mathbb{C}_{grain} = \mathbb{C}_g$). Dans ces conditions, la déformation de transformation du grain ($\boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr}$) correspond à une moyenne pondérée des déformations de transformation des variantes (Eq. (2.8)).

$$\boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} = \langle \boldsymbol{\varepsilon}_\phi^{tr} \rangle = \sum_{\phi=1}^n f_\phi \boldsymbol{\varepsilon}_\phi^{tr} \quad (2.8)$$

1.1.2 Comportement du polycristal

Une démarche classique d'homogénéisation et de localisation permet de relier l'échelle du grain à celle du polycristal (voir *annexe C*). La formulation de Hill permet de définir la contrainte au sein d'un grain $\boldsymbol{\sigma}_g$ en fonction de la contrainte macroscopique $\boldsymbol{\sigma}$ appliquée au VER (Eq. (2.9)). Dans cette expression, \mathbb{B} correspond au tenseur de concentration des contraintes. Un échantillonnage de distribution d'orientations de grains est obtenu par EBSD. Le calcul du tenseur d'Eshelby se fait en utilisant cette distribution et en considérant chaque grain comme une inclusion sphérique dans un domaine infini et orthotrope. La démarche de localisation est auto-cohérente. Le tenseur effectif \mathbb{C}_{eff} a comme expression : $\mathbb{C}_{eff} = \langle \mathbb{C}_g : [(\mathbb{C}_g + \mathbb{C}^*)^{-1} : (\mathbb{C}_{eff} + \mathbb{C}^*)] \rangle$ avec \mathbb{C}^* le tenseur de Hill. L'expression du tenseur effectif est implicite ; son calcul est résolu numériquement.

$$\boldsymbol{\sigma}_g = \mathbb{B} : \boldsymbol{\Sigma} + \mathbb{C}_{eff} : (\mathbb{I} - \mathbb{S}_E) : (\boldsymbol{E}^{tr} - \boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr}) \quad (2.9)$$

Le modèle monocristallin permet de retrouver les moyennes de fractions et de déformations pour chaque grain. Le volume étant discrétisé en N grains, les moyennes macroscopiques correspondent à des sommes discrètes.

$$\boldsymbol{E}^{tr} = \langle {}^t\mathbb{B} : \boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} \rangle = \frac{1}{N} \sum_N {}^t\mathbb{B} : \boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} \quad (2.10)$$

1.2 Avantages du modèle

Nous pouvons citer des points forts du modèle :

- Le modèle permet des chargements thermomécaniques
- Le modèle permet des chargements multiaxiaux complexes
- Le modèle utilise une variable unique d'ajustement A : tous les autres paramètres sont identifiables à partir d'observations expérimentales
- Qualitativement, le modèle est à même de représenter les principales spécificités du comportement des AMF : couplage thermomécanique, dissymétrie traction - compression, prise en compte de la texture du polycristal, effet d'une contrainte résiduelle, dépendance de la réponse en fonction de la direction de sollicitation pour un monocristal, longueurs des plateaux de transformation
- Dans sa version monocristalline, il a pu être implanté dans un code de calcul par différences finies afin de représenter la structure en bandes sur une éprouvette élancée.

1.3 Limites du modèle

Dans la thèse de Maynadier, le modèle [Maynadier, 2012] a été appliqué à un polycristal texturé de NiTi en utilisant les hypothèses suivantes :

- La phase R n'est pas prise en compte dans la modélisation
- Les interfaces sont négligées : les interactions entre phases ou entre variantes au sein d'un grain ne sont pas prises en compte. Ainsi à l'échelle du grain, les contraintes internes résultant des incompatibilités de déformation n'interviennent pas dans l'expression de l'énergie élastique. Celle-ci est par conséquent surestimée. Cela n'a que peu d'effet sur la détermination des seuils de transformation. Mais ce phénomène devient prépondérant lors du plateau de transformation, quand les contrastes entre variantes s'accroissent.
- L'hystérésis de germination : elle peut être représentée grâce à l'emploi d'un décalage des énergies libres dépendante du sens de transformation. La formulation n'est cependant valable que pour des transformations complètes.
- Les échanges thermiques (endothermie et exothermie des transformations directe et inverse) ne sont pas représentés. La température est considérée homogène et uniforme à toutes les échelles (l'échange thermique a été pris en compte à l'échelle de la structure lors des calculs en différences finies)
- La plasticité n'est pas prise en compte
- La déformation associée à la dilatation thermique est négligée
- Les temps de calculs sont relativement imposants : pour un VER de 546 grains, il faut environ 17 min pour un cycle chauffage - refroidissement et 8h pour un cycle traction - compression en schéma auto - cohérent
- Les paramètres élastiques sont considérés isotropes et identiques par phase
- Le modèle n'a pas été validé quantitativement
- Il n'a à ce jour pas été utilisé pour reproduire des courbes de réorientation sous

chargements biaxiaux

— La variation de l'entropie en fonction de la température n'est pas prise en compte.

2 Modèle multiéchelle unifié

A l'origine, le modèle de Daniel [Daniel, 2003] est un modèle multiéchelle du comportement magnétoélastique des matériaux ferromagnétiques. Il a par la suite été étendu par Maynadier [Maynadier, 2012] aux couplages thermomécaniques des alliages à mémoire de forme. Les alliages à mémoire de forme magnétiques étant à la fois des alliages à mémoire de forme et des matériaux magnétiques, l'idée est venue naturellement d'étendre le modèle existant aux AMFM. Nous proposons donc dans le cadre de cette étude une formulation unifiée, capable de simuler le comportement des matériaux précités (alliages magnétiques, AMF, AMFM) ainsi que les couplages multiphysiques associés.

Dans notre formulation, l'échelle locale correspond à celle du domaine magnétique. Un domaine correspond à un milieu défini par une aimantation, une température et une déformation homogène. Les domaines coexistent au sein d'une variante (phase austénitique ou variantes de la phase martensitique). L'échelle supérieure est celle du grain, considéré comme un assemblage de variantes. La dernière échelle est celle du volume élémentaire représentatif (VER). Ce dernier est défini comme un polycristal composé de grains d'orientations différentes. Par la suite, ϕ désignera une *variante*, c'est à dire une variante martensitique ou la phase austénitique elle-même. ϕ^α désignera un domaine α au sein d'une variante ϕ (figure 2.1).

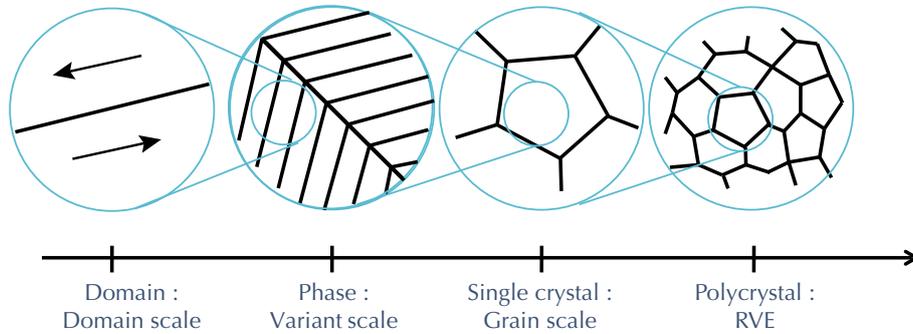


FIGURE 2.1: Illustration des différentes échelles.

2.1 Énergie libre des variantes

Le modèle proposé prend en compte le couplage chémo-magnéto-mécanique mais néglige les effets de bord. Ainsi, au niveau de la définition de l'énergie totale d'une variante (2.33), nous gardons une partie chimique $W_{\phi^\alpha}^T$ (2.12) et une partie élastique $W_{\phi^\alpha}^\sigma$ (2.13).

$$W_{\phi^\alpha} = W_{\phi^\alpha}^T + W_{\phi^\alpha}^\sigma + W_{\phi^\alpha}^{mag} \quad (2.11)$$

$$W_{\phi\alpha}^T = h_{\phi} - T_{\phi\alpha} s_{\phi} \quad (2.12)$$

$$W_{\phi\alpha}^{\sigma} = \frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}_{\phi\alpha} : \mathbb{C}_{\phi}^{-1} : \boldsymbol{\sigma}_{\phi\alpha} \quad (2.13)$$

$$W_{\phi\alpha}^{mag} = W_{\phi\alpha}^H + W_{\phi\alpha}^K \quad (2.14)$$

h_{ϕ} et s_{ϕ} correspondent à l'enthalpie (J.m^{-3}) et l'entropie volumique ($\text{J.m}^{-3}/\text{K}$) : elles ne diffèrent pas entre des domaines d'une même variante de phase mais sont différentes pour un domaine austénitique et un domaine martensitique. $T_{\phi\alpha}$ est la température locale en Kelvin (K). L'entropie peut être considérée comme constante sur une gamme réduite de température. Son évolution avec la température doit cependant être considérée si on s'intéresse à des variations plus importantes. s_{ϕ} peut alors en toute rigueur dépendre du domaine α si sa température est différente. L'expression générale de $s_{\phi\alpha}$ est alors donnée par :

$$s_{\phi\alpha} = s_0 - \rho c_p \left(1 - \frac{T_0}{T_{\phi\alpha}} + \ln\left(\frac{T_0}{T_{\phi\alpha}}\right)\right) \quad (2.15)$$

où ρ , c_p et T_0 désignent respectivement la masse volumique, la chaleur spécifique et la température de référence (à laquelle l'entropie de référence s_0 est donnée).

Dans l'équation (2.13), $\boldsymbol{\sigma}_{\phi\alpha}$ et \mathbb{C}_{ϕ} sont les tenseurs de contrainte et de rigidité locaux. \mathbb{C}_{ϕ} varie d'une variante à une autre (du fait d'orientations différentes) et varie également entre l'austénite et la martensite.

Pour prendre en compte le comportement ferromagnétique du matériau, une énergie d'origine magnétique $W_{\phi\alpha}^{mag}$ (2.14) est également prise en compte. Cette énergie magnétique se compose de l'énergie magnétostatique de Zeeman ($W_{\phi\alpha}^H$) (2.16) et de l'énergie d'anisotropie magnétocristalline ($W_{\phi\alpha}^K$) ((2.17) ; (2.18)). Le domaine se définit comme un milieu d'aimantation uniforme. Ainsi l'énergie d'échange n'est pas considérée. La contribution des parois de domaines est également négligée. L'énergie magnétostatique de Zeeman est directement associée au champ magnétique local $\vec{H}_{\phi\alpha}$ (2.16) (avec μ_0 , la perméabilité du vide). Cette énergie tend à aligner le moment magnétique du domaine ($\vec{M}_{\phi\alpha}$) avec le champ magnétique appliqué. L'énergie d'anisotropie magnétocristalline ($W_{\phi\alpha}^K$) tend à aligner l'aimantation sur les axes de facile aimantation du cristal. Ces directions faciles dépendent de la symétrie du cristal. L'équation (2.17) donne l'expression de $W_{\phi\alpha}^K$ pour une symétrie cubique (cas de l'austénite). L'équation (2.18) définit $W_{\phi\alpha}^K$ pour une symétrie uniaxiale d'axe \vec{e}_u (cas d'une martensite quadratique (tétraogonale) avec direction facile correspondant à l'axe "court" du cristal).

$$W_{\phi\alpha}^H = -\mu_0 \vec{H}_{\phi\alpha} \cdot \vec{M}_{\phi\alpha} \quad (2.16)$$

$$W_{\phi\alpha}^K = K_1 (\gamma_1^2 \gamma_2^2 + \gamma_2^2 \gamma_3^2 + \gamma_3^2 \gamma_1^2) + K_2 (\gamma_1^2 \gamma_2^2 \gamma_3^2) \quad (2.17)$$

$$W_{\phi\alpha}^K = K_0 (1 - \gamma_u^2) \quad (2.18)$$

K_0 , K_1 et K_2 correspondent aux constantes d'anisotropie magnéto cristalline. γ_i définit les cosinus directeurs de l'aimantation locale de sorte que : $\vec{M}_{\phi\alpha} = M_{sat\phi} \cdot \gamma_i \vec{e}_i$. L'aimantation à saturation $M_{sat\phi}$ est différente selon qu'on considère de l'austénite ou une variante de martensite.

2.2 Loi de comportement local

Les variables internes du modèle sont les fractions volumiques de domaines $f_{\phi\alpha}$ et la direction d'aimantation locale au sein d'un domaine (deux angles sphériques par domaine : $\theta_{\phi\alpha}$ and $\psi_{\phi\alpha}$). Le nombre total de variables internes dépend du nombre de variantes (n) et du nombre de domaines (m) dans chaque variante. Dans la référence [Daniel *et al.*, 2008], une fonction probabiliste de type Boltzmann est utilisée pour calculer les fractions volumiques des domaines. Une minimisation de l'énergie est mise en place afin de déterminer les directions d'aimantation. La fraction volumique de domaine $f_{\phi\alpha}$ est donnée par l'équation (2.19). A_s est le paramètre d'ajustement qui permet d'introduire les effets d'inertie négligés dans la formulation du modèle [Daniel *et al.*, 2008]).

$$f_{\phi\alpha} = \frac{\exp(-A_s W_{\phi\alpha})}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-A_s W_{\phi\alpha})} \quad (2.19)$$

Cette formulation est adaptée à la situation monovariant ferromagnétique (ferrite ou austénitique ferromagnétique). Elle correspond à l'illustration donnée en figure 2.2.

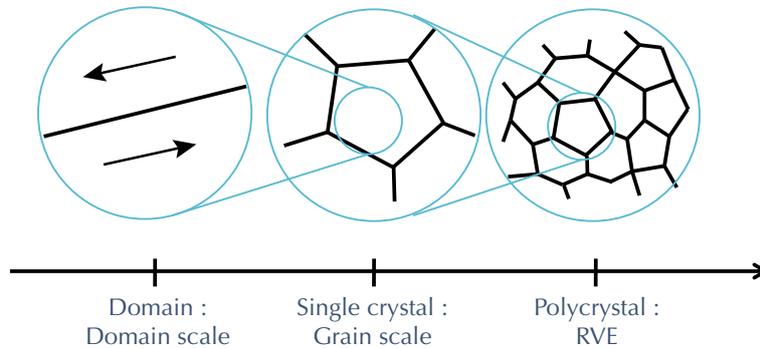


FIGURE 2.2: Illustration des différentes échelles - situation monovariant (ferrite ou austénitique ferromagnétique).

Cette formulation ne permet pas de différencier un mouvement de parois de domaines à l'intérieur d'une variante ou d'une phase et un mouvement de parois de domaines associé à une réorientation de variantes. Hors, les énergies d'interface associées sont complètement différentes [Lagoudas, 2008]. Nous devons séparer ces deux phénomènes. Ainsi, nous adoptons une nouvelle écriture de la fraction volumique de domaine $f_{\phi\alpha}$ dans l'équation (2.20). Le paramètre A_s est remplacé par deux paramètres différents A and B traduisant la différence d'inertie des deux mécanismes.

$$f_{\phi\alpha} = \frac{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-A W_{\phi\alpha})}{\sum_{\phi=1}^n \sum_{\alpha=1}^m \exp(-A W_{\phi\alpha})} \cdot \frac{\exp(-B W_{\phi\alpha})}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-B W_{\phi\alpha})} \quad (2.20)$$

Il est notable que dans le cas où $A = B$, nous retrouvons la formule de l'équation (2.19) en situation monovariante ($\phi = 1$). De plus, la fraction volumique de la variante ϕ est simplement obtenue selon :

$$f_\phi = \sum_{\alpha=1}^m f_{\phi^\alpha} = \frac{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{\phi^\alpha})}{\sum_{\phi=1}^n \sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{\phi^\alpha})} \quad (2.21)$$

L'équation (2.20) est complétée par une minimisation d'énergie (2.22) :

$$\{\theta_{\phi^\alpha}, \psi_{\phi^\alpha}\} = \min(W_{\phi^\alpha}) \quad (2.22)$$

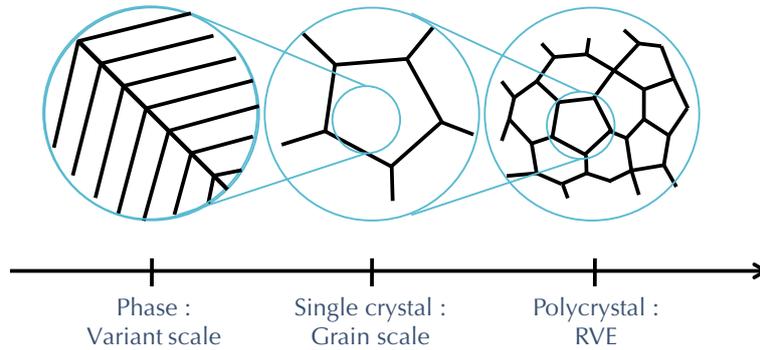


FIGURE 2.3: Illustration des différentes échelles - situation multivariant paramagnétique.

Différents matériaux peuvent être considérés : matériaux ferromagnétiques sans transformation de phase (figure 2.2), matériaux paramagnétiques (non magnétiques) avec transformation de phase (figure 2.3), matériaux ferromagnétiques avec transformation de phase, ou encore les matériaux ferromagnétiques où la température de transformation de phase concorde avec la température de Curie (cas général représenté figure 2.1).

- La situation des matériaux ferromagnétiques sans transformation de phase peut être obtenue en considérant $A = B$ (cinétique équivalente en terme de mouvement de parois et transformation) ou plus rigoureusement en considérant que le nombre de variantes vaut 1 (système monophasé). Ceci revient à considérer $n = 1$ dans l'équation (2.20). On obtient alors :

$$f_{1^\alpha} = f_\alpha = \frac{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_\alpha)}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_\alpha)} \cdot \frac{\exp(-BW_\alpha)}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-BW_\alpha)} = \frac{\exp(-BW_\alpha)}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-BW_\alpha)} \quad (2.23)$$

Ce qui rejoint l'expression originelle (2.19).

- La situation des alliages à mémoire de forme non ferromagnétiques peut être obtenue en considérant là encore $A = B$ (il suffit ensuite de ne pas considérer les termes énergétiques d'ordre magnétique), mais plus rigoureusement en considérant que le nombre de "domaines" vaut 1 (système monodomaine). Ceci revient à considérer $m = 1$ dans l'équation (2.20). On obtient alors :

$$f_{\phi^1} = f_\phi = \frac{\exp(-AW_\phi)}{\sum_{\phi=1}^n \exp(-AW_\phi)} \cdot \frac{\exp(-BW_\phi)}{\exp(-BW_\phi)} = \frac{\exp(-AW_\phi)}{\sum_{\phi=1}^n \exp(-AW_\phi)} \quad (2.24)$$

- Il est également possible de considérer une transition de phase entre deux milieux ferromagnétiques. L'expression (2.20) permet de traiter ce problème mais suppose que la cinétique de mouvement de parois des deux phases ferromagnétiques est la même. Il est possible de découpler les deux cinétiques en considérant la constante B comme un paramètre dépendant de la phase ϕ considérée. On la note alors B_ϕ . On peut alors avoir autant de valeurs B_ϕ que de variantes ϕ . On se limite généralement aux deux phases (haute température, basse température) en considérant un paramètre B_ϕ identique par variante dans une même phase. Cette décomposition conduit à un paramètre supplémentaire à identifier.

$$f_{\phi\alpha} = \frac{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{\phi\alpha})}{\sum_{\phi=1}^n \sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{\phi\alpha})} \cdot \frac{\exp(-B_\phi W_{\phi\alpha})}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-B_\phi W_{\phi\alpha})} \quad (2.25)$$

On peut considérer l'exemple de 2 phases notées 1 et 2. Les constantes sont au nombre de 3 : A , B_1 et B_2 . Les fractions de domaines dans les phases 1 et 2 valent :

$$f_{1\alpha} = \frac{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{1\alpha})}{\sum_{\phi=1}^2 \sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{\phi\alpha})} \cdot \frac{\exp(-B_1 W_{1\alpha})}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-B_1 W_{1\alpha})} \quad (2.26)$$

$$f_{2\alpha} = \frac{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{2\alpha})}{\sum_{\phi=1}^2 \sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{\phi\alpha})} \cdot \frac{\exp(-B_2 W_{2\alpha})}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-B_2 W_{2\alpha})} \quad (2.27)$$

Les fractions de phases sont données par :

$$f_1 = \sum_{\alpha=1}^m f_{1\alpha} = \frac{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{1\alpha})}{\sum_{\phi=1}^2 \sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{\phi\alpha})} \quad (2.28)$$

$$f_2 = \sum_{\alpha=1}^m f_{2\alpha} = \frac{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{2\alpha})}{\sum_{\phi=1}^2 \sum_{\alpha=1}^m \exp(-AW_{\phi\alpha})} \quad (2.29)$$

On vérifie bien :

$$f_1 + f_2 = 1 \quad (2.30)$$

- La transition de phase concomitante avec la disparition du caractère ferromagnétique est directement traitée par l'équation (2.20), les paramètres de la phase haute température se caractérisant par une aimantation à saturation nulle. Il est ainsi possible par le biais de cette approche de traiter un problème de type magnéto-calorique. Cette approche est par exemple utilisée dans [Bartok *et al.*, 2016].

2.3 Transitions d'échelle

2.3.1 Démarche de Transition d'échelles du modèle

Les sollicitations à l'échelle macroscopique (échelle du VER) sont la température T , le tenseur de contraintes $\boldsymbol{\sigma}$ et le (vecteur) champ magnétique \vec{H} . Les réponses macroscopiques associées à ces chargements sont la déformation de transformation $\boldsymbol{\epsilon}^{tr}$ et l'aimantation \vec{M} . Une procédure de localisation est nécessaire afin de déduire les chargements aux

échelles plus fines (grain, variante, domaine). Les réponses moyennes macroscopiques sont obtenues par homogénéisation.

La température est considérée uniforme au sein du domaine, de la variante, du grain et du VER ($T_{\phi\alpha} = T_{\phi} = T_g = T$). Cette hypothèse peut s'appliquer même en présence d'échanges thermiques. En effet, les AMFM sont des matériaux métalliques de suffisamment haute conductivité thermique. De plus, nous travaillons sur des tailles de VER inférieures à 1mm^3 .

La détermination de la contrainte à l'échelle du domaine nécessite une procédure de localisation via la formulation de Hill. Le domaine est considéré comme une inclusion dans le grain qui est le milieu équivalent. La déformation totale du domaine $\boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}$ est donnée par l'équation (2.31) comme une somme des déformations élastiques $\boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^e$, des déformations de transformation de phase $\boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^t$ et des déformations de magnétostriction $\boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^m$. La magnétostriction est très faible comparée à la déformation de transformation et est de fait négligée pour les variantes de martensite. Elle est néanmoins prise en compte pour l'austénite dont la déformation de transformation est nulle.

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha} = \boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^e + \boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^t + \boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^m \quad (2.31)$$

Nous définissons la déformation de transformation totale au sein d'un domaine : $\boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^{tr} = \boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^t + \boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^m$. A l'échelle d'un grain, cette quantité est ainsi définie selon : $\boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} = \sum_{\phi=1}^n \sum_{\alpha=1}^m f_{\phi\alpha} \boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^{tr}$ (les données expérimentales nécessaires au calcul de ces tenseurs se trouvent aisément dans la littérature). Une hypothèse de déformation homogène [Daniel *et al.*, 2008] est adoptée pour l'expression de la contrainte locale (2.32). Cela simplifie grandement l'écriture de l'énergie élastique [Maynadier, 2012].

$$\boldsymbol{\sigma}_{\phi\alpha} = \boldsymbol{\sigma}_g + \mathbb{C}_{\phi} : (\boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} - \boldsymbol{\varepsilon}_{\phi\alpha}^{tr}) \quad (2.32)$$

$\boldsymbol{\sigma}_g$ est la contrainte à l'échelle du grain. Elle est définie en fonction de la contrainte macroscopique $\boldsymbol{\sigma}$, de la déformation de transformation macroscopique $\boldsymbol{\varepsilon}^{tr}$, du tenseur de concentration des contraintes \mathbb{B} et du tenseur d'accommodation \mathbb{C}_{acc} (voir [Daniel *et al.*, 2008] pour plus de détails) :

$$\boldsymbol{\sigma}_g = \mathbb{B} : \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}_{acc} : (\boldsymbol{\varepsilon}^{tr} - \boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr}) \quad (2.33)$$

Les fluctuations importantes des volumes de variantes et de domaines au sein d'un grain ne permettent pas une séparation claire des échelles à ce niveau. Il devient difficile alors de définir une procédure de localisation admissible du chargement magnétique. Ce dernier est par conséquent considéré uniforme sur tout le grain : $\vec{H}_{\phi\alpha} = \vec{H}_{\phi} = \vec{H}_g$. D'après [Daniel *et al.*, 2008], un grain peut être défini comme une sphère au sein d'un VER. Le champ magnétique au sein d'un grain (monocristal) \vec{H}_g peut par conséquent être déduit à partir du champ magnétique macroscopique, de l'aimantation du grain \vec{M}_g (qui vérifie : $\vec{M}_g = \sum_{\phi=1}^n \sum_{\alpha=1}^m f_{\phi\alpha} \vec{M}_{\phi\alpha}$, de l'aimantation macroscopique et de la susceptibilité macroscopique sécante χ_m (avec $\chi_m = \|\vec{M}\|/\|\vec{H}\|$) :

$$\vec{H}_g = \vec{H} + \frac{1}{3 + 2\chi_m} (\vec{M} - \vec{M}_g) \quad (2.34)$$

Il est à noter que les opérations de localisation (2.33) et (2.34) supposent une séparation claire des échelles entre un grain et un VER [Daniel *et al.*, 2008]. Les opérations de moyennage permettent de calculer les déformations de transformation et les aimantations à l'échelle du grain (déjà défini auparavant), ainsi qu'à l'échelle d'un VER.

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{tr} = \langle {}^t\mathbb{B} : \boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} \rangle = \frac{1}{N} \sum_N {}^t\mathbb{B} : \boldsymbol{\varepsilon}_g^{tr} \quad (2.35)$$

$$\vec{M} = \langle \vec{M}_g \rangle = \frac{1}{N} \sum_N \vec{M}_g \quad (2.36)$$

A l'échelle du VER, ces quantités sont données par les équations (2.35) et (2.36) où N correspond au nombre de grains dans le VER.

Le modèle multiéchelle ainsi défini est un modèle auto-cohérent. L'implémentation s'est faite sur MATLAB. Le temps de calcul pour un point de chargement sur un VER de 100 grains est inférieur à 1 minute en utilisant un ordinateur personnel.

2.4 Modélisation de l'hystérésis

Quel que soit le comportement considéré des AMF, matériaux magnétiques ou AMFM (mis à part le comportement élastique en général), celui-ci présente une forme d'irréversibilité. Cette irréversibilité se traduit par la présence d'une hystérésis au cours d'un chargement cyclique.

Le modèle multiéchelle est un modèle réversible par essence puisqu'il prétend définir les phases, variantes et domaines "à l'équilibre" lorsque le matériau est soumis à un chargement extérieur. Ce modèle ne peut donc pas représenter le comportement hystérétique cyclique quel qu'il soit, sans ajout de termes correctifs ou de potentiels supplémentaires. La prise en compte des phénomènes thermiques (exo ou endothermique) lors des transformations de phases du premier ordre est une première avancée. Elle reste insuffisante pour reproduire les cycles expérimentaux. En effet, aux effets thermiques doivent s'ajouter deux phénomènes majeurs :

- Le phénomène de germination
- Les "frottements internes"

2.4.1 Modélisation de la germination

Le premier phénomène s'applique lors de tout changement de phase du premier ordre. La croissance d'une phase dans un autre ne peut se faire qu'à partir du moment où le germe de seconde phase a atteint une taille critique, taille correspondant à un équilibre entre énergie volumique et tension de surface. En dessous de la taille critique, le germe doit disposer d'une énergie potentielle supplémentaire (on parle de surfusion pour la croissance d'une phase solide dans une phase liquide au cours d'un refroidissement). Il en va de même lors de la transformation inverse.

Dans le cadre de la modélisation multiéchelle adoptée, il est possible de reproduire ce phénomène cyclique en introduisant dans le bilan des énergies une constante additionnelle L_g .

Ce terme est homogène à une enthalpie et peut être interprété comme le potentiel supplémentaire requis pour autoriser la germination d'une phase dans une autre. Plaçons nous par exemple dans un système à deux phases notées 1 et 2 dont on observe la transition lors d'un chargement thermique. Seule l'énergie libre de Gibbs est considérée pour l'illustration. La figure 2.4 montre la position relative des courbes d'énergie libre en fonction de la température sans prise en compte de L_g . Le croisement correspond à la température de transformation (réversible). Dans cette situation, le passage de 1 vers 2 ou de 2 vers 1 s'effectue sans hystérésis. D'un point de vue algorithmique, la prise en compte de l'hystérésis consiste à augmenter de la quantité L_g l'énergie libre **de la phase en cours de formation** lors d'un refroidissement ou d'un réchauffage. Cette situation est illustrée figure 2.5. Cette procédure conduit à une différenciation des températures de transition de 1 vers 2 et de 2 vers 1. On peut retrouver de cette façon les températures classiques appelées *Austenite start/Austenite finish* (A_s, A_f) et *Martensite start/Martensite finish* (M_s, M_f), ici notées (1s, 1f et 2s, 2f). La figure 2.6 illustre ce point et montre pour l'exemple l'évolution schématique de la fraction de la phase 2 dans le cas considéré.

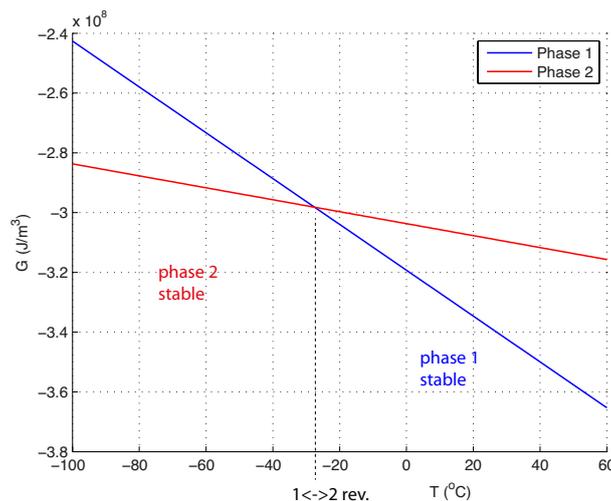


FIGURE 2.4: Illustration des courbes d'énergie libre des phases 1 et 2 et de leur domaine de stabilité respectif.

Notons que L_g peut être introduit de la même manière lors d'un chargement mécanique conduisant à une transition de phase $1 \leftrightarrow 2$. Ceci permet de représenter l'hystérésis mécanique associée au comportement pseudo-élastique ou à l'effet mémoire simple sens. La procédure reste néanmoins une procédure corrective qui ne fonctionne a priori que lorsque la transformation est complète. Le traitement des transformations partielles nécessite de pouvoir définir le passage d'une courbe d'énergie libre corrigée de L_g à la courbe d'énergie libre à l'équilibre (courbes en pointillés vers courbes en traits pleins). Ce travail non entrepris dans ces travaux de thèse pourrait par exemple s'inspirer des procédures proposées par Depriester [Depriester *et al.*, 2014].

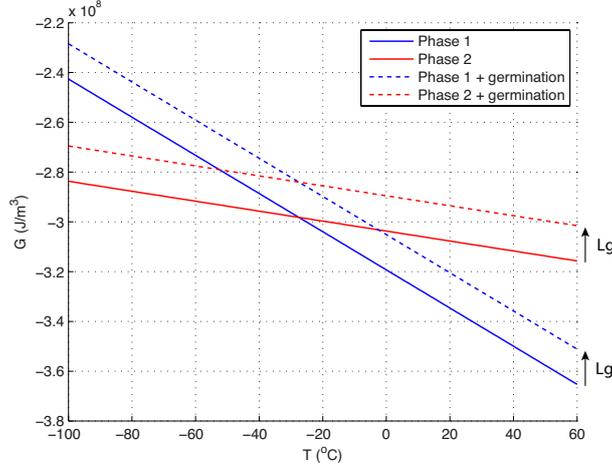


FIGURE 2.5: Illustration des courbes d'énergie libre des phases 1 et 2 avec prise en compte de l'énergie de germination L_g .

2.4.2 Modélisation des frottements internes

Le deuxième type d'hystérésis est dû aux phénomènes inertiels et de friction interne qui apparaissent lors du mouvement des interfaces entre variantes et/ou domaines et de leur accrochage (*pinning*) sur les défauts du réseau cristallin. On parlera de mouvement de parois lors d'un chargement magnétique ou de mouvements d'interfaces lors d'une réorientation de variantes. Il existe de nombreux modèles microscopiques ou macroscopiques qui permettent de rendre compte de l'hystérésis associée. Ces modèles ont des justifications physiques plus ou moins explicites mais s'expriment généralement sous la forme d'équations différentielles du premier ou du deuxième ordre.

La mise en place des phénomènes d'hystérésis dans les matériaux ferromagnétiques a fait l'objet des travaux de thèse de Rizzo [Rizzo, 2012] puis de Rekik [Rekik, 2014] au LMT. Un des objectifs était de conserver la description anhystérétique du modèle multiéchelle utilisant en particulier la fonction de Boltzmann pour la gestion des fractions de domaines, et de lui ajouter un terme irréversible. Le modèle d'hystérésis statique développé par Hauser [Hauser, 2004] à la fin des années 90 se prête bien à cette stratégie. Dans l'approche de Hauser, l'hystérésis est définie comme un décalage par rapport à un comportement de référence anhystérétique (réversible). Le champ magnétique total est ainsi vu comme la somme d'une composante réversible qui constitue le squelette anhystérétique, directement issu du modèle multiéchelle, et une composante irréversible qui définit la boucle d'hystérésis [Daniel *et al.*, 2015].

Le champ irréversible \vec{H}_{irr}^g défini à l'échelle du monocristal est calculé à l'aide de l'équation (2.37). L'expression découle d'une approche probabiliste postulant qu'une paroi a une probabilité d'autant plus faible de s'accrocher à un défaut qu'elle s'en éloigne.

$$\|\vec{H}_{irr}^g\| = \delta \left(\frac{k_r}{\mu_0 M_{sat}} + c_r \|\vec{H}^g\| \right) \left[1 - \kappa^g \exp \left(-\frac{k_a}{\kappa^g} \|\vec{M}^g - \vec{M}_{prev}^g\| \right) \right] \quad (2.37)$$

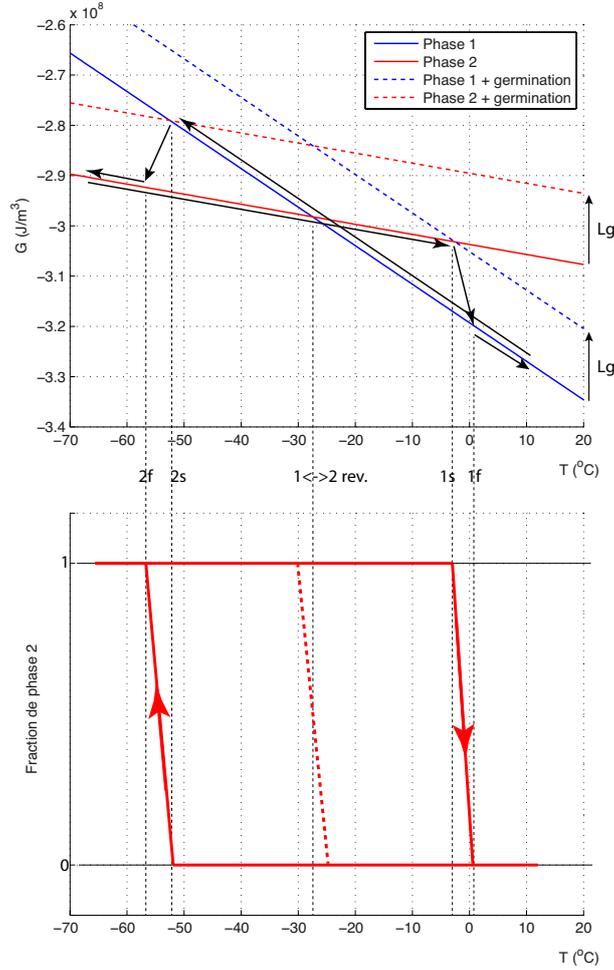


FIGURE 2.6: Illustration du passage des phases 1 vers 2 puis 2 vers 1 avec les températures caractéristiques ; évolution de la fraction de phase 2 associée

Dans l'équation 2.37, \vec{H}_{irr}^g est supposé être parallèle à \vec{H}_g le champ magnétique réversible (celui utilisé dans le modèle multiéchelle). δ est un paramètre égal à ± 1 , selon que le matériau est chargé ou déchargé (le signe de δ est modifié chaque fois qu'il y a une inversion dans la direction du chargement). k_r , c_r , k_a et κ^g sont des paramètres matériau. La valeur de κ^g change à chaque fois qu'il y a une inversion dans la direction du chargement également. Sa valeur actuelle est calculée à partir de sa valeur précédente κ_o^g selon l'équation (2.38). \vec{M}_{prev}^g correspond à la valeur de \vec{M}^g au moment de l'inversion de la direction du chargement constituant ainsi un effet mémoire.

$$\kappa^g = 2 - \kappa_o^g \exp\left(-\frac{k_a}{\kappa_o^g} \|\vec{M}^g - \vec{M}_{prev}^g\|\right) \quad (2.38)$$

Dans le cas d'un chargement purement magnétique, une inversion du sens de chargement est détectée à l'instant t quand $\Delta H(t) \cdot \Delta H(t + dt) < 0$. Plus généralement, une inversion de direction de chargement magnéto-mécanique dans un grain g peut être dé-

finie à l'instant t en utilisant la valeur moyenne de l'énergie libre locale $W^g = \int_{\alpha} W^{\alpha} d\alpha$ quand $\Delta W^g(t) \cdot \Delta W^g(t + dt) < 0$. Il faut également souligner que le paramètre k_r de la relation de Hauser est corrélé au champ coercitif maximal H_c^{max} , obtenu pour un cycle majeur ($H_c^{max} = \frac{k_r}{\mu_0 M_{sat}} = \|H_{irr}^g\|_{\vec{M}^g \rightarrow \infty; \vec{H}^g = \vec{0}}$). L'identification de ce paramètre semble donc relativement simple à réaliser. Les trois autres paramètres à identifier sont κ_o^g , k_a et c_r . κ_o^g est égal à 1 pour un état initialement désaimanté. c_r est identifié grâce à la connaissance de la perméabilité initiale du matériau et k_a est généralement optimisé par recalage de l'approche à saturation. La figure 2.7 montre un exemple de modèle de comportement cyclique magnétique obtenu avec l'approche de Hauser. La courbe en pointillés correspond au comportement anhystérétique. Le modèle ainsi défini peut être par exemple appliqué lors de la simulation du comportement magnétique cyclique d'un AMFM (sans changement de phase).

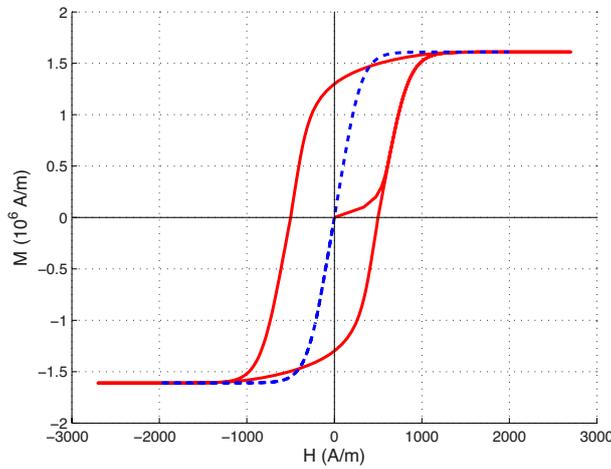


FIGURE 2.7: Exemple de modèle de comportement cyclique magnétique obtenu avec l'approche de Hauser. Pointillés : courbe anhystérétique / traits pleins : hystérésis magnétique

L'extension de l'approche de Hauser au chargement mécanique et à d'autres types d'interfaces que les parois magnétiques semble a priori possible. Pourquoi en effet ne pas par exemple définir une *contrainte irréversible* au même titre qu'un champ irréversible a pu être défini pour un chargement magnétique ? Le terme de rappel à l'intérieur de l'exponentielle devrait être alors défini par un écart en déformation de transformation (ou de magnétostriction le cas échéant). A l'issue de cette thèse, cette idée n'en est restée qu'au stade de projet.

2.4.3 Modèle anisotherme - Équation de la chaleur

L'approximation isotherme est utilisée dans les paragraphes précédents. Elle semble cependant inadaptée aux alliages à mémoire de forme qui présentent des variations d'enthalpie d'un dizaine de joules par gramme. Cette variation d'enthalpie se traduit dans le

matériau par une émission (transformation exothermique) ou une absorption (endothermique) de chaleur, comme cela a pu être souligné dans les chapitres précédents. Cette prise en compte des variations de température suppose de pouvoir résoudre l'équation de la chaleur du milieu représentatif (VER), avec prise en compte d'un éventuel échange avec le "milieu extérieur" (il peut s'agir du matériau lui-même entourant le VER) ou d'un bord libre du problème.

2.4.3.1 Conservation de l'énergie Considérons 2 phases (1, 2) de fractions : $f_1 = \psi$, $f_2 = 1 - \psi$. ψ est une variable interne d'un problème macroscopique de transformation de phase. On exprime la conservation de l'énergie du milieu moyen en absence de chargement mécanique :

$$\rho \dot{u} = q_v - \text{div}(\vec{q}_s) \quad (2.39)$$

u désigne l'énergie interne spécifique et \dot{u} sa variation temporelle (puissance spécifique), q_v les sources volumiques de chaleur et \vec{q}_s le flux de chaleur issu des contours du milieu (flux entrant).

La puissance spécifique se décompose selon :

$$\rho \dot{u} = \rho(\dot{f} + \dot{T}s + T\dot{s}) \quad (2.40)$$

où f est l'énergie libre spécifique et s l'entropie spécifique. En absence d'effet mécanique, les variables internes sont la température T et la fraction de phase ψ , soit :

$$\dot{f} = \frac{\partial f}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial f}{\partial \psi} \dot{\psi} \quad (2.41)$$

On y reconnaît la définition de l'entropie spécifique :

$$s = -\frac{\partial f}{\partial T} \quad (2.42)$$

On remplace \dot{f} dans l'équation de conservation de l'énergie :

$$\rho(-s\dot{T} + \frac{\partial f}{\partial \psi} \dot{\psi} + \dot{T}s + T\dot{s}) = q_v - \text{div}(\vec{q}_s) \quad (2.43)$$

qui se simplifie en :

$$\rho(\frac{\partial f}{\partial \psi} \dot{\psi} + T\dot{s}) = q_v - \text{div}(\vec{q}_s) \quad (2.44)$$

soit :

$$\rho T\dot{s} = q_v + X\dot{\psi} - \text{div}(\vec{q}_s) \quad (2.45)$$

où $X = -\rho \frac{\partial f}{\partial \psi}$ est la force thermodynamique associée à la transformation.

2.4.3.2 Équation de la chaleur Notons que l'entropie spécifique dépend également des variables internes : $s(T, \psi)$. Sa variation s'écrit maintenant :

$$\dot{s} = \frac{\partial s}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial s}{\partial \psi} \dot{\psi} = \frac{\partial s}{\partial T} \dot{T} - \frac{\partial^2 f}{\partial T \partial \psi} \dot{\psi} \quad (2.46)$$

On reconnaît :

$$\frac{\partial s}{\partial T} = \frac{c_p}{T} \quad (2.47)$$

où c_p est la chaleur spécifique du matériau.

On peut également réintroduire la force thermodynamique X dans l'équation. On obtient :

$$\dot{s} = \frac{1}{\rho} \frac{dX}{dT} \dot{\psi} + \frac{c_p}{T} \dot{T} \quad (2.48)$$

La relation de conservation de l'énergie conduit ainsi à l'équation de la chaleur qui prend la forme suivante avec transformation de phase :

$$\rho c_p \dot{T} = q_v - \text{div}(\vec{q}_s) + X \dot{\psi} - T \frac{dX}{dT} \dot{\psi} \quad (2.49)$$

ou encore

$$\rho c_p \dot{T} = q - \text{div}(\vec{q}_s) + (X - T \frac{dX}{dT}) \dot{\psi} \quad (2.50)$$

Nous devons à ce stade rechercher une forme explicite à la force thermodynamique X associée à la transformation de phase. L'inégalité de Clausius - Duhem impose la positivité du produit $X \dot{\psi}$ mais ne donne pas sa forme.

Si on définit l'énergie libre du système comme étant la moyenne des énergies libres des deux phases (f_1 et f_2), on peut écrire :

$$\rho f = \psi \rho_1 f_1 + (1 - \psi) \rho_2 f_2 \quad (2.51)$$

On obtient alors, (à condition que les masses volumiques des deux phases ρ_1 et ρ_2 soient constantes) :

$$X = -\rho \frac{df}{d\psi} = \rho_2 f_2 - \rho_1 f_1 \quad (2.52)$$

L'énergie de chacune peut elle-même s'écrire en fonction de l'enthalpie et l'entropie selon :

$$f_2 = h_2 - T s_2 \quad \text{et} \quad f_1 = h_1 - T s_1 \quad (2.53)$$

La dérivée de X par la température prend la forme suivante :

$$\left(T \frac{dX}{dT} \right) = T \rho_2 \frac{df_2}{dT} - T \rho_1 \frac{df_1}{dT} \quad (2.54)$$

soit, en considérant une valeur de c_p identique pour les deux 2 phases :

$$\left(T \frac{dX}{dT} \right) = T (-\rho_2 s_2 + \rho_1 s_1) \quad (2.55)$$

On obtient alors :

$$(X - T \frac{dX}{dT}) = \rho_2(f_2 + Ts_2) - \rho_1(f_1 + Ts_1) = \rho_2 h_2 - \rho_1 h_1 = \Delta h_v \quad (2.56)$$

où Δh_v est la variation d'enthalpie (par unité de volume) entre les deux phases (chaleur latente), donnant :

$$\rho c_p \dot{T} = q - \text{div}(\vec{q}_s) + \Delta h_v \dot{\psi} \quad (2.57)$$

Sans convection, en absence de source autre que la transformation et en condition homogène (pas de variation spatiale) :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \Delta h_v \dot{\psi} \quad (2.58)$$

On peut éventuellement prendre en compte un transfert du VER vers le milieu extérieur au VER :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \Delta h_v \dot{\psi} + k \frac{S}{V} (T_0 - T) \quad (2.59)$$

T_0 : température de référence (à l'infini). S et V sont la surface de contact du milieu vers l'extérieur et le volume du VER. k s'apparente à un coefficient de convection.

2.4.3.3 Applications de l'équation de la chaleur

APPLICATION 1 : Modèle de comportement magnétique ou mécanique en condition anisotherme

La mise en place numérique requiert un chargement incrémental et la ré-évaluation à chaque pas de la température du milieu, fonction de l'incrément de fraction de phase, source volumique thermique du problème. Ce type de mise en place peut conduire à des oscillations si le pas de temps est trop élevé. Cette approche rend possible d'observer l'influence de la vitesse de sollicitation sur la réponse magnétique ou mécanique. L'incrément de température ΔT et l'incrément de fraction de phase $\Delta \psi$ étant calculés au même pas de temps Δt , on utilise l'incrément de fraction de phase $\Delta \psi$ et la température de référence T du pas précédent (pas $(n-1)$) pour assurer la stabilité du calcul :

$$\Delta T^{(n)} = \frac{\Delta h_v}{\rho c_p} \Delta \psi^{(n-1)} + \frac{k \Delta t}{\rho c_p} \frac{S}{V} (T_0 - T^{(n-1)}) \quad (2.60)$$

Ce choix d'implémentation s'apparentant à un calcul explicite, le pas de temps doit être choisi avec soin. L'utilisation d'une relaxation numérique est souvent nécessaire.

APPLICATION 2 : Simulation de DSC.

Une mesure de DSC donne accès au flux de chaleur lors d'un essai en température contrôlée (chauffage ou refroidissement). On reprend l'équation de la chaleur. La "mesure" DSC correspond au flux de chaleur (Watt) rapporté au volume de matière considéré (Q/V). Elle correspond au terme de transfert de l'équation de la chaleur :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \Delta h_v \dot{\Psi} + \frac{Q}{V} \quad (2.61)$$

soit :

$$Q = V \frac{\partial T}{\partial t} (\rho c_p - \Delta h_v \frac{d\Psi}{dT}) \quad (2.62)$$

La mesure du flux thermique Q à vitesse de température imposée $\frac{\partial T}{\partial t} = \dot{T}$ connue pour un échantillon de volume V permet :

- une mesure de c_p , connaissant la masse volumique ρ et en se plaçant "loin" de la transformation de phase ($\partial\Psi/\partial T = 0$) :

$$c_p = \frac{Q}{V\rho\dot{T}} \quad (2.63)$$

- une mesure de la variation d'enthalpie de transformation volumique Δh_v , par intégration du pic de dégagement de chaleur latente entre les températures de départ T_s et de fin T_f :

$$\int_{T_s}^{T_f} Q dT = V\dot{T} \left(\rho c_p (T_f - T_s) - \Delta h_v \int_{T_s}^{T_f} \frac{d\Psi}{dT} dT \right) \quad (2.64)$$

avec

$$\int_{T_s}^{T_f} \frac{d\Psi}{dT} dT = \int_{T_s}^{T_f} d\Psi = 1 \quad (2.65)$$

soit

$$\Delta h_v = -\frac{1}{\dot{T}} \int_{T_s}^{T_f} Q dT + V\rho c_p (T_f - T_s) \quad (2.66)$$

- Dans le cas de transformations de phases multiples $i \in \{1..N\}$, les variations d'enthalpies de la phase i à la phase $i+1$ peuvent généralement être mesurées séparément :

$$\Delta h_v^{i \rightarrow i+1} = -\frac{1}{\dot{T}} \int_{T_i}^{T_{i+1}} Q dT + V\rho c_p (T_{i+1} - T_i) \quad (2.67)$$

où T_i et T_{i+1} désignent des températures où les phases i et $i+1$ sont stables et présentes à 100%. La variation de température associée à des transformations successives (ou parfois concomitantes) s'écrit :

$$\Delta T^{(n)} = \sum_{i=1}^{N-1} \left(\frac{\Delta h_v^{i \rightarrow i+1}}{\rho c_p} \Delta \Psi_{i+1}^{(n-1)} \right) + \frac{k\Delta t}{\rho c_p} \frac{S}{V} (T_0 - T^{(n-1)}) \quad (2.68)$$

Il est également possible d'utiliser le modèle multiéchelle (calcul des variations de variantes) pour "simuler" une mesure DSC à vitesse de température imposée \dot{T} . Le flux de chaleur au pas de temps (n) s'écrit :

$$Q^{(n)} = V\dot{T} \left(\rho c_p - \sum_{i=1}^{N-1} \left(\Delta h_v^{i \rightarrow i+1} \frac{\Psi_{i+1}^{(n)} - \Psi_{i+1}^{(n-1)}}{T^{(n)} - T^{(n-1)}} \right) \right) \quad (2.69)$$

Nous revenons sur cette deuxième application dans le cadre de l'identification des paramètres du modèle multiéchelle.

3 Identification des paramètres du modèle multiéchelle

3.1 Configuration multi -phasée : déclaration d'une nouvelle phase

Nous avons défini un modèle de comportement des alliages à mémoire de forme. Ces matériaux sont multiphasés. Le modèle considère à ce stade deux phases possibles (austénite ou martensite). Seulement, dans le cas du NiTi, une phase intermédiaire (la phase R) peut également apparaître. La formulation du modèle rend aisée l'implémentation d'une nouvelle phase. Pour déclarer une nouvelle phase, il faut ajouter le calcul de l'énergie libre caractéristique de cette phase. Les variables intrinsèques nécessaires à la définition d'une variante ϕ sont :

- Ses paramètres thermodynamiques : son enthalpie h_ϕ et son entropie s_ϕ . Elles peuvent être déduites d'une mesure de DSC expérimentale.
- Si la phase est ferromagnétique, nous aurons besoin de définir son aimantation à saturation ainsi que la forme des tenseurs de magnétostriction et les constantes d'anisotropie magnétocristalline.
- Ses paramètres élastiques : tenseur de rigidité \mathbb{C}_ϕ . Dans le cas du NiTi, les paramètres élastiques sont considérés identiques pour l'austénite, la phase R, et la martensite.
- La déformation (libre) de transformation $\boldsymbol{\epsilon}_\phi^{tr}$. Rappelons que celle - ci peut être déduite des matrices de bains \mathbf{U}_ϕ de sorte que $\boldsymbol{\epsilon}_\phi^{tr} = \frac{1}{2}({}^t\mathbf{U}_\phi\mathbf{U}_\phi - \mathbf{I})$. L'expression de la matrice de Bain pour la plupart des transitions cristallographiques est donnée par [Bhattacharya, 2003]. Elle nécessite la connaissance des paramètres de maille de chaque phase. La mesure de celles - ci est notamment possible par diffraction des rayons X aux températures adéquates.

Matrices de Bain pour une transformation cubique \leftrightarrow tétragonale

Cas du Ni₂MnGa : A \leftrightarrow M

$$\mathbf{U}_1 = \begin{pmatrix} \beta & 0 & 0 \\ 0 & \alpha & 0 \\ 0 & 0 & \alpha \end{pmatrix} \quad \mathbf{U}_2 = \begin{pmatrix} \alpha & 0 & 0 \\ 0 & \beta & 0 \\ 0 & 0 & \alpha \end{pmatrix} \quad \mathbf{U}_3 = \begin{pmatrix} \alpha & 0 & 0 \\ 0 & \alpha & 0 \\ 0 & 0 & \beta \end{pmatrix}$$

Les constantes α et β sont définies en considérant une maille cubique de paramètre de maille a_0 et une maille tétragonale de paramètres de maille a et c tels que ($a > c$) : $\beta = \frac{c}{a_0}$ et $\alpha = \frac{a}{a_0}$.

Matrices de Bain pour une transformation cubique \leftrightarrow monoclinique

Cas du NiTi : A \leftrightarrow M

$$\begin{aligned} \mathbf{U}_1 &= \begin{pmatrix} \gamma & \varepsilon & \varepsilon \\ \varepsilon & \alpha & \delta \\ \varepsilon & \delta & \alpha \end{pmatrix} & \mathbf{U}_2 &= \begin{pmatrix} \gamma & -\varepsilon & -\varepsilon \\ -\varepsilon & \alpha & \delta \\ -\varepsilon & \delta & \alpha \end{pmatrix} & \mathbf{U}_3 &= \begin{pmatrix} \gamma & -\varepsilon & \varepsilon \\ -\varepsilon & \alpha & -\delta \\ \varepsilon & -\delta & \alpha \end{pmatrix} \\ \mathbf{U}_4 &= \begin{pmatrix} \gamma & \varepsilon & -\varepsilon \\ \varepsilon & \alpha & -\delta \\ -\varepsilon & -\delta & \alpha \end{pmatrix} & \mathbf{U}_5 &= \begin{pmatrix} \alpha & \varepsilon & \delta \\ \varepsilon & \gamma & \varepsilon \\ \delta & \varepsilon & \alpha \end{pmatrix} & \mathbf{U}_6 &= \begin{pmatrix} \alpha & -\varepsilon & \delta \\ -\varepsilon & \gamma & -\varepsilon \\ \delta & -\varepsilon & \alpha \end{pmatrix} \\ \mathbf{U}_7 &= \begin{pmatrix} \alpha & -\varepsilon & -\delta \\ -\varepsilon & \gamma & \varepsilon \\ -\delta & \varepsilon & \alpha \end{pmatrix} & \mathbf{U}_8 &= \begin{pmatrix} \alpha & \varepsilon & -\delta \\ \varepsilon & \gamma & -\varepsilon \\ -\delta & -\varepsilon & \alpha \end{pmatrix} & \mathbf{U}_9 &= \begin{pmatrix} \alpha & \delta & \varepsilon \\ \delta & \alpha & \varepsilon \\ \varepsilon & \varepsilon & \gamma \end{pmatrix} \\ \mathbf{U}_{10} &= \begin{pmatrix} \alpha & \delta & -\varepsilon \\ \delta & \alpha & -\varepsilon \\ -\varepsilon & -\varepsilon & \gamma \end{pmatrix} & \mathbf{U}_{11} &= \begin{pmatrix} \alpha & -\delta & \varepsilon \\ -\delta & \alpha & -\varepsilon \\ \varepsilon & -\varepsilon & \gamma \end{pmatrix} & \mathbf{U}_{12} &= \begin{pmatrix} \alpha & -\delta & -\varepsilon \\ -\delta & \alpha & \varepsilon \\ -\varepsilon & \varepsilon & \gamma \end{pmatrix} \end{aligned}$$

Les paramètres de maille sont a_0 pour la maille cubique et (a, b, c, β) pour la maille monoclinique. Les constantes γ , δ , α , et ε sont fonction de ces paramètres :

$$\begin{aligned} \gamma &= \frac{a(\sqrt{2}a + c\sin\beta)}{a_0\sqrt{2a^2 + c^2 + 2\sqrt{2}acs\sin\beta}} & \delta &= \frac{1}{2\sqrt{2}a_0} \left(\frac{c(c + \sqrt{2}asin\beta)}{\sqrt{2a^2 + c^2 + 2\sqrt{2}acs\sin\beta}} - b \right) \\ \alpha &= \frac{1}{2\sqrt{2}a_0} \left(\frac{c(c + \sqrt{2}asin\beta)}{\sqrt{2a^2 + c^2 + 2\sqrt{2}acs\sin\beta}} + b \right) & \varepsilon &= \frac{accos\beta}{\sqrt{2}a_0\sqrt{2a^2 + c^2 + 2\sqrt{2}acs\sin\beta}} \end{aligned}$$

Matrices de Bain pour une transformation cubique \leftrightarrow rhomboédrique

 Cas du NiTi : A \leftrightarrow R

$$\begin{aligned}
 \mathbf{U}_1 &= \begin{pmatrix} \alpha & \delta & \delta \\ \delta & \alpha & \delta \\ \delta & \delta & \alpha \end{pmatrix} & \mathbf{U}_2 &= \begin{pmatrix} \alpha & -\delta & -\delta \\ -\delta & \alpha & \delta \\ -\delta & \delta & \alpha \end{pmatrix} \\
 \mathbf{U}_3 &= \begin{pmatrix} \alpha & \delta & -\delta \\ \delta & \alpha & -\delta \\ -\delta & -\delta & \alpha \end{pmatrix} & \mathbf{U}_4 &= \begin{pmatrix} \alpha & -\delta & \delta \\ -\delta & \alpha & -\delta \\ \delta & -\delta & \alpha \end{pmatrix}
 \end{aligned}$$

Les paramètres de maille sont a_0 pour la maille cubique et (a, β) pour la maille rhomboédrique. Les constantes α et δ sont fonctions de ces paramètres :

$$\begin{aligned}
 \alpha &= \frac{1}{3} \left(\sqrt{1 + 2\cos\beta} \right) \left(2\sqrt{1 - \cos\beta} \right) \\
 \delta &= \frac{1}{3} \left(\sqrt{1 + 2\cos\beta} \right) \left(-\sqrt{1 - \cos\beta} \right)
 \end{aligned}$$

La définition d'une phase supplémentaire est donc une opération simple qui nécessite uniquement l'identification de paramètres supplémentaires caractéristiques de la phase. Le choix est fait de toujours garder l'austénite comme état de référence non déformé (déformation de transformation nulle) et de définir les phases produites (phase R ou martensite) comme des transformations à partir de cet état de référence.

Nous supposons que, même dans le cas d'une transformation triphasée, l'expression de la fraction volumique de variante reste la même (équation (2.24)). Ceci suppose de considérer un paramètre d'ajustement A unique malgré la possibilité d'une double transformation (Austénite \rightarrow Phase R \rightarrow Martensite) pour le NiTi. Les cinétiques de transformation liées à l'apparition de la phase R et à celle de la martensite ne sont pourtant pas nécessairement identiques.

3.2 Identification des paramètres

Nous nous intéressons dans cette partie à l'identification des paramètres physiques caractéristiques du matériau étudié ainsi qu'à la démarche d'identification des paramètres d'ajustement.

3.2.1 Identification des paramètres matériau

L'utilisation du modèle requiert la connaissance de nombreux paramètres dont la plupart sont des paramètres physiques qui peuvent être trouvés dans la littérature ou identifiés

à partir d'essais relativement simples. Le tableau 2.1 regroupe les données physiques nécessaires selon le type de matériau étudié (AMF, matériaux magnétiques, AMFM). Les techniques utilisées pour l'identification sont la diffraction des Rayons X et l'EBSD pour les paramètres de maille, le magnétomètre à échantillon vibrant (VSM) pour les paramètres magnétiques (M_{sat} et K_i), la calorimétrie différentielle (DSC) pour les enthalpies et entropies volumiques (h_ϕ , s_ϕ) et la chaleur spécifique (c_p).

Param.	AMF non magnétiques	Matériaux magnétiques	AMF magnétiques
Paramètres de maille (nm) - DRX	✓	non	✓
M_{sat} ($\cdot 10^5 A/m$) - VSM	non	✓	✓
K_i ($kJ.m^{-3}$)	non	✓	✓
h_ϕ ($\cdot 10^6 J.m^{-3}$) - DSC	✓	✓	✓
s_ϕ ($kJ.m^{-3}/K$) - DSC	✓	✓	✓
Elasticité (C_{11}, C_{12}, C_{44}) (GPa)	✓	✓	✓
Magnétostriction ($\lambda_{100}, \lambda_{111}$) (ppm)	non	✓	✓
c_p (J/kg/K) - DSC	✓	non	✓

TABLE 2.1: Paramètres physiques du modèle multiéchelle selon le type d'alliage étudié. Paramètres à identifier pour chaque phase (austénite, phase R, martensite)

3.2.2 Identification des paramètres d'ajustement

Le modèle multiéchelle comporte en outre deux paramètres d'ajustement (éventuellement des paramètres supplémentaires si plusieurs phases ferromagnétiques de susceptibilités différentes sont considérées). Il s'agit des deux paramètres réglant la cinétique des variations de fractions (équation (2.20)) : A et B . Comme indiqué plus haut, le paramètre A règle la cinétique de transformation de phase, le paramètre B la cinétique magnétique. Ils peuvent être identifiés séparément en considérant d'une part un chargement qui ne modifie pas l'état magnétique (une DSC par exemple loin de la température de Curie), et d'autre part un chargement magnétique qui ne modifie pas l'état chimique (une mesure magnétique anhystérétique où l'intensité du champ sera insuffisante pour provoquer une transformation de phase).

3.2.2.1 Identification du paramètre A Nous considérons donc une mesure de calorimétrie différentielle en considérant une phase 1 de départ et une phase 2 d'arrivée. La transformation est considérée comme totale, partant de 100% de phase 1 et allant vers 100% de phase 2. Par ailleurs, aucun chargement mécanique global ou local n'est pris en compte.

A l'échelle du cristal l'expression des fractions est donnée par les relations :

$$f_1 = \frac{\exp(-AW_1)}{\sum_{\phi=1}^2 \exp(-AW_{\phi})} \quad f_2 = \frac{\exp(-AW_2)}{\sum_{\phi=1}^2 \exp(-AW_{\phi})} \quad (2.70)$$

Compte tenu de la simplicité du chargement, les énergies libres W_{ϕ} s'expriment uniquement en fonction des enthalpies et entropies :

$$W_{\phi} = h_{\phi} - T s_{\phi}$$

La fraction de phase 1 s'exprime alors simplement selon :

$$f_1 = \frac{\exp(-A(\Delta h_v - T \Delta s_v))}{1 + \exp(-A(\Delta h_v - T \Delta s_v))} \quad (2.71)$$

Où $\Delta h_v = h_1 - h_2$ et $\Delta s_v = s_1 - s_2$ sont les variations d'enthalpie et d'entropie volumiques.

Même si l'approche concerne au départ un cristal particulier, on remarque que les fractions sont totalement indépendantes de l'orientation de ce cristal. La relation est donc vraie pour tous les cristaux et donc pour le polycristal dans son ensemble.

Considérons maintenant la mesure DSC donnée par l'équation (2.62). Le flux de chaleur volumique uniquement associé au changement de phase (on retire le flux associé à la chaleur spécifique) s'exprime selon :

$$q_v = Q/V = -\dot{T} \Delta h_v \frac{d\psi}{dT} \quad (2.72)$$

La fraction ψ correspond à la fraction de phase 1 f_1 . On peut donc exprimer sa dérivée par rapport à la température $\frac{d\psi}{dT} = \frac{df_1}{dT}$ grâce à l'expression (2.71). On obtient :

$$\frac{df_1}{dT} = A \Delta s_v \frac{\exp(-A(\Delta h_v - T \Delta s_v))}{1 + \exp(-A(\Delta h_v - T \Delta s_v))} - A T \Delta s_v \left(\frac{\exp(-A(\Delta h_v - T \Delta s_v))}{1 + \exp(-A(\Delta h_v - T \Delta s_v))} \right)^2 \quad (2.73)$$

L'expression peut se simplifier selon :

$$\frac{df_1}{dT} = A \Delta s_v (f_1 - f_1^2) \quad (2.74)$$

A la température de transition T_t entre les deux phases, il est intéressant de remarquer que $f_1 = f_2 = \frac{1}{2}$. On a donc :

$$\left. \frac{df_1}{dT} \right|_{T_t} = \frac{1}{4} A \Delta s_v \quad (2.75)$$

A l'aide de l'hypothèse selon laquelle la température de transition T_t correspond au maximum d'émission de chaleur (maximal du flux volumique) $\max(q_v) = q_m = q_v(T_t)$, l'équation (2.72) donne alors en $T = T_t$:

$$q_m = -\dot{T} \Delta h_v \frac{1}{4} A \Delta s_v \quad (2.76)$$

Le seul paramètre inconnu de cette relation est le paramètre A . On peut inverser cette relation pour aboutir à son identification :

$$A = -\frac{4q_m}{\dot{T}\Delta s\Delta h}$$

A noter que A est nécessairement positif puisque Δs et Δh sont de même signe et que q_m et \dot{T} sont toujours de signe opposé.

3.2.2.2 Identification du paramètre B On décrit dans ce paragraphe une proposition d'identification du paramètre B . La démonstration pour un polycristal isotrope peut être retrouvée dans les travaux de thèse de Laurent Daniel [Daniel, 2003] ainsi que dans [Daniel *et al.*, 2008]). A la différence du coefficient A qui impliquait un chargement scalaire, l'identification du paramètre B nécessite de considérer un chargement magnétique, donc directionnel. On doit donc prendre en compte l'orientation du champ magnétique appliqué dans le repère cristallin.

L'expression des fractions retenue est celle utilisée pour un matériau ferromagnétique sans changement de phase (équations (2.19) et (2.24))

$$f_\alpha = \frac{\exp(-BW_\alpha)}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(-BW_\alpha)} \quad (2.77)$$

En l'absence de chargement mécanique et en considérant d'autre part que le champ est suffisamment faible pour ne pas conduire à une rotation des moments, l'énergie à l'échelle du domaine magnétique s'exprime simplement selon :

$$W_\alpha = -\mu_0 \vec{H}_\alpha \cdot \vec{M}_\alpha$$

Le champ est considéré homogène dans cette approche simplifiée dirigé suivant un vecteur directeur [001]. Les angles θ_α et ζ_α définissent la direction du vecteur aimantation \vec{M}_α . l'énergie vaut :

$$W_\alpha = -\mu_0 H M_{sat} \cos \zeta_\alpha$$

La fraction de domaine α s'exprime selon :

$$f_\alpha = \frac{\exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_\alpha)}{\sum_{\alpha=1}^m \exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_\alpha)} \quad (2.78)$$

Le polycristal peut être vu comme un assemblage isotrope et distribué de manière continue de moments magnétiques. Le caractère continu conduit à une nouvelle définition des fractions selon :

$$f_\alpha = \frac{\exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_\alpha)}{\int_{\alpha} \exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_\alpha) d\alpha} \quad (2.79)$$

Le calcul de l'intégrale donne dans le système de coordonnées sphériques :

$$\int_{\alpha} \exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_{\alpha}) d\alpha = \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} \exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_{\alpha}) \sin(\zeta_{\alpha}) d\zeta_{\alpha} d\theta_{\alpha} \quad (2.80)$$

ce qui conduit à :

$$\int_{\alpha} \exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_{\alpha}) d\alpha = \frac{4\pi \sinh(\mu_0 B H M_{sat})}{\mu_0 B H M_{sat}} \quad (2.81)$$

La fraction volumique d'un domaine α s'écrit donc selon :

$$f_{\alpha} = \mu_0 B H M_{sat} \frac{\exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_{\alpha})}{4\pi \sinh(\mu_0 B H M_{sat})} \quad (2.82)$$

L'aimantation à l'échelle du polycristal vaut l'intégrale des aimantations des domaines pondérées par leur fraction :

$$\vec{M} = \int_{\alpha} f_{\alpha} \vec{M}_{\alpha} d\alpha$$

Si on ne s'intéresse qu'à la composante M parallèle au champ (la seule non nulle compte tenu du caractère isotrope du milieu), on a :

$$M = M_{sat} \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi} \mu_0 B H M_{sat} \frac{\exp(\mu_0 B H M_{sat} \cos \zeta_{\alpha})}{4\pi \sinh(\mu_0 B H M_{sat})} \cos(\zeta_{\alpha}) \sin(\zeta_{\alpha}) d\zeta_{\alpha} d\theta_{\alpha} \quad (2.83)$$

L'intégration peut se faire de manière analytique (voir [Daniel, 2003]). On obtient après quelques calculs :

$$M = M_{sat} \frac{\mu_0 B H M_{sat} \cosh(\mu_0 B H M_{sat}) - \sinh(\mu_0 B H M_{sat})}{\mu_0 B H M_{sat} \sinh(\mu_0 B H M_{sat})} \quad (2.84)$$

La susceptibilité initiale est définie par :

$$\chi_0 = \left. \frac{dM}{dH} \right|_{H=0} \quad (2.85)$$

En dérivant l'aimantation par rapport au champ et en faisant tendre le champ vers 0, on aboutit à :

$$\chi_0 = \frac{1}{3} B \mu_0 M_{sat}^2 \quad (2.86)$$

Comme pour le paramètre A , il est possible d'identifier B à partir d'une mesure : celle de la susceptibilité initiale (anhystérique) du polycristal ferromagnétique correspondant :

$$B = \frac{3\chi_0}{\mu_0 M_{sat}^2} \quad (2.87)$$

Param.	AMF non magnétiques	Matériaux magnétiques	AMF magnétiques
$A = -\frac{4q_m}{T\Delta s\Delta h}$	✓	non	✓
$B = \frac{3\chi_0}{\mu_0 M_{sat}^2}$	non	✓	✓

TABLE 2.2: Paramètres d'ajustement du modèle multiéchelle selon le type d'alliage étudié.

3.3 Prise en compte du nombre de variantes et passage à plusieurs constantes dans l'équation de Boltzmann

Dans le cas des AMF non magnétiques, une seule constante est nécessaire a priori dans l'équation de Boltzmann. Celle-ci est identifiée à partir du flux maximal mesuré lors d'une DSC. Deux questions se posent :

1/ La relation d'identification de cette constante est-elle toujours vraie lorsqu'on passe non plus d'une phase 1 à une phase 2, mais de n_1 variantes de phase 1 à n_2 variantes de phase 2 ?

2/ La relation d'identification s'applique sur une pic d'émission de chaleur. Que se passe-t-il quand on observe 2 pics d'émission de chaleur ? Cette situation apparaît par exemple pour le NiTi au refroidissement, lorsque la phase austénitique se transforme d'abord en phase R, puis la phase R en phase martensitique.

3.3.1 Prise en compte du nombre de variantes

L'équation de base définissant les fractions de phase dans un AMF est l'équation (2.19) dont nous reprenons l'expression ci-dessous :

$$f_\phi = \frac{\exp(-AW_\phi)}{\sum_{\phi=1}^n \exp(-AW_\phi)} \quad (2.88)$$

Nous considérons deux phases 1 et 2 possédant chacune un nombre de variantes n_1 et n_2 soumises uniquement à un chargement thermique (DSC).

La fraction totale de phase 1 vaut alors :

$$f_1 = \frac{n_1 \exp(-AW_1)}{n_1 \exp(-AW_1) + n_2 \exp(-AW_2)}$$

On utilise ensuite l'expression $W_\phi = h_\phi - Ts_\phi$ pour aboutir à l'expression suivante de la fraction totale de phase 1 :

$$f_1 = \frac{\exp(-A(\Delta h_v - T\Delta s_v))}{1 + \frac{n_1}{n_2}\exp(-A(\Delta h_v - T\Delta s_v))} \quad (2.89)$$

où $\Delta h_v = h_1 - h_2$ et $\Delta s_v = s_1 - s_2$ sont les variations d'enthalpie et d'entropie volumiques.

L'expression diffère de l'équation 2.71 par la présence du rapport n_1/n_2 . Elle est applicable sur le monocristal comme sur le polycristal. Comme précédemment, On dérive cette expression en fonction de la température afin d'aboutir à une relation avec le flux maximal du pic d'émission de chaleur.

$$\frac{df_1}{dT} = A\Delta s_v \frac{\exp(-A(\Delta h_v - T\Delta s_v))}{1 + \frac{n_1}{n_2}\exp(-A(\Delta h_v - T\Delta s_v))} - A\Delta s_v \frac{\frac{n_1}{n_2}(\exp(-A(\Delta h_v - T\Delta s_v)))^2}{(1 + \frac{n_1}{n_2}\exp(-A(\Delta h_v - T\Delta s_v)))^2} \quad (2.90)$$

expression qui peut se simplifier selon :

$$\frac{df_1}{dT} = A\Delta s_v(f_1 - f_1 f_2) \quad (2.91)$$

A la température de transition T_i entre les deux phases, $f_1 = f_2 = \frac{1}{2}$. On a donc :

$$\left. \frac{df_1}{dT} \right|_{T_i} = \frac{1}{4}A\Delta s_v \quad (2.92)$$

Le résultat est donc INDEPENDANT du nombre de variantes dans chaque phase. L'identification du paramètre A peut toujours se faire en utilisant :

$$A = -\frac{4q_m}{\dot{T}\Delta s\Delta h} \quad (2.93)$$

3.3.2 Utilisation d'une constante par phase

L'idée est de tenir compte de la présence potentielle de plusieurs phases et donc de pics d'émission de chaleur associés. On remarque par exemple que pour le NiTi les pics d'émission de chaleur du passage de l'austénite à la phase R puis de la phase R à la martensite sont d'amplitudes proches. Leurs distributions (et donc les variations d'enthalpie et d'entropie associées) sont cependant assez différentes. L'application de l'expression (2.93) à \dot{T} et q_m fixés conduit alors à une estimation très différente du paramètre A . La cinétique n'est de manière évidente pas la même. Quelle stratégie adopter ? on pourrait d'une part privilégier un faible nombre de constantes d'ajustement en utilisant par exemple une sorte d'estimation moyenne. L'autre solution est d'introduire autant de cinétiques que de "couples" de phases.

On pourrait également considérer des phases imbriquées les unes dans les autres : voir par exemple la phase martensite comme une sous-structure de la phase R, au même titre que les domaines magnétiques sont une sous-structure de la martensite dans les AMFM.

On peut finalement imaginer prendre en compte les interactions mécaniques entre variantes. Une telle prise en compte pourrait permettre un étalement des pics de DSC. Une largeur de pic différente s'expliquerait ainsi par des interactions plus ou moins fortes entre phases au cours de leur formation. Le paramètre A de la formule de Boltzmann traduit en effet, entre autres, les effets mécaniques non considérés dans le modèle à l'échelle du cristal.

3.4 Autres paramètres

3.4.1 Paramètres de l'hystérésis de germination

L'énergie de germination L_g est identifiée à partir des différences de température de transformation ΔT_{RC} au chauffage et au refroidissement ($L_g = \Delta s_\phi \times \Delta T_{RC}$). Une mesure DSC suffit à son identification.

3.4.2 Paramètres d'hystérésis magnétique statique

Les quatre paramètres k_r , k_a , c_r , κ_0^g (équations (2.37) et (2.38)) contrôlent le comportement dissipatif selon l'approche de Hauser [Hauser, 2004]. Ils peuvent être identifiés de façon à ajuster la description d'un cycle majeur d'hystérésis (figure 2.8) en l'absence de contrainte ou de changement de phase, et à partir d'un état désaimanté.

k_r (2.94) contrôle l'amplitude du champ coercitif, c_r la première aimantation, k_a (2.95) et κ_0^g la largeur et l'inclinaison du cycle d'hystérésis. κ_0^g est égal à 1 pour un état initialement désaimanté. c_r est identifié grâce à la connaissance de la perméabilité initiale du matériau.

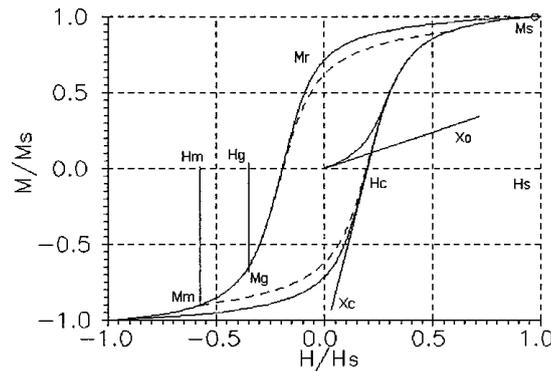


FIGURE 2.8: Points caractéristiques sur une boucle d'hystérésis [Hauser, 2004]

La pente de la courbe d'aimantation initiale correspond à la susceptibilité initiale χ_0 (figure 2.8). H_c et M_{sat} définissent respectivement le champ coercitif et l'aimantation à saturation (figure 2.8).

$$k_r = \mu_0 M_{sat} H_c \quad (2.94)$$

$$k_a = \frac{M_{sat}}{\chi_0 H_c} \quad (2.95)$$

3.4.3 Paramètres du modèle anisotherme

Pour rappel, l'équation obtenue si nous prenons en compte un transfert du VER vers le milieu extérieur au VER est la suivante :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \Delta h_v \psi + k \frac{S}{V} (T_0 - T) \quad (2.96)$$

Nous pouvons résumer les paramètres intervenant dans la prise en compte de l'hystérésis thermique dans le tableau 2.3.

Param.	Symboles	
Échange thermique	$k \frac{S}{V}$	Cas adiabatique $k = 0$ Cas isotherme $k = \infty$
Masse Volumique	ρ	NiMnGa : pesée hydrostatique NiTi : [Guénin, 1996]
Chaleur spécifique	c_p	DSC

TABLE 2.3: Paramètres d'hystérésis thermique du modèle multiéchelle

4 Stratégie de validation du modèle

Nous avons présenté un modèle multiéchelle du comportement des alliages à mémoire de forme. Tous les paramètres intervenant dans le modèle, ainsi que leur démarche d'identification ont été détaillés.

Nous allons évaluer *qualitativement* le modèle afin de voir s'il est à même de décrire les spécificités du comportement liées à la transformation de phase et / ou la réorientation de variantes de martensite. La démarche de validation portera également sur l'aspect *quantitatif*. Les variables internes du modèle sont les fractions volumiques de phase. Nous souhaitons confronter les estimations du modèle à l'échelle du grain et à l'échelle du polycristal. Nous avons pour cela mené des expériences sur des monocristaux de Ni - Mn - Ga (AMFM) et des polycristaux de NiTi (AMF). Le choix de ces matériaux nous permet également d'explorer plusieurs types de chargements multiphysiques (thermo - magnéto - mécanique).

Nous avons mis en place des dispositifs de mesure in - situ et ex - situ de fractions de phase par diffraction des rayons X sous différentes sollicitations, en ayant pour objectif de valider quantitativement et qualitativement le modèle.

Nous avons également confronté le modèle à des résultats expérimentaux de la littérature.

La suite du manuscrit (chapitre 3 et chapitre 4) sera consacrée à la campagne expérimentale qui a été menée sur les matériaux étudiés (NiTi : chapitre 3 et Ni - Mn - Ga : chapitre 4).

Le NiTi et le Ni - Mn - Ga nous servent de cas tests pour cette étude. Néanmoins, l'ensemble de la démarche de modélisation et de la démarche expérimentale présentée par la suite est applicable à tous les alliages à mémoire de forme (magnétiques et non magnétiques) ainsi qu'à des matériaux magnétiques ne présentant ni transition de phase, ni réorientation de variantes.

Chapitre 3

Caractérisation in situ de la transition martensitique : Etude d'alliages polycristallins de NiTi

Dans ce chapitre, nous présentons la démarche de caractérisation du comportement d'alliages polycristallins de Ni-Ti. Les résultats expérimentaux sont progressivement comparés aux estimations du modèle multiéchelle (présenté au chapitre 2) à des fins de validation.

Sommaire

1	Discussion autour du modèle multiéchelle de Maynadier [Maynadier, 2012] : Hypothèses, Limites, enjeux	59
1.1	Principes du modèle micro - macro multiéchelle de Maynadier	59
1.2	Avantages du modèle	61
1.3	Limites du modèle	61
2	Modèle multiéchelle unifié	62
2.1	Énergie libre des variantes	62
2.2	Loi de comportement local	64
2.3	Transitions d'échelle	66
2.4	Modélisation de l'hystérésis	68

3	Identification des paramètres du modèle multiéchelle	77
3.1	Configuration multi - phasée : déclaration d'une nouvelle phase . .	77
3.2	Identification des paramètres	79
3.3	Prise en compte du nombre de variantes et passage à plusieurs constantes dans l'équation de Boltzmann	84
3.4	Autres paramètres	86
4	Stratégie de validation du modèle	87

1 Matériaux et identification des paramètres du modèle

Les expérimentations sont menées sur des échantillons polycristallins de nickel - titane (NiTi) quasi - équiatomique.

Pour rappel, à haute température, le NiTi est austénitique et présente une maille cubique centrée monovariante [Bhattacharya, 2003]. La phase à basse température martensitique est monoclinique et de plus faible symétrie (24 variantes) [Bhattacharya, 2003]. La transformation de phase de l'austénite en martensite est exothermique et la transformation inverse endothermique. Ainsi, une analyse par DSC permet d'estimer les sauts d'enthalpie et d'entropie associés à la transition de phase. Une double transition au refroidissement est synonyme de l'existence d'une phase intermédiaire appelée phase R de maille trigonale présentant 8 variantes [Bhattacharya, 2003].

1.1 Alliages utilisés

Nous avons travaillé sur deux lots fournis par la société *NiTi France*. Nous les nommons *lotA* et *lotB*. Sur chaque lot, des éprouvettes de différentes formes (plaques, éprouvettes haltères ou éprouvettes en croix) ont été mises en forme et usinées. Nous allons présenter les spécificités de chaque lot par la suite.

1.1.1 Éprouvettes du *lotA*

1.1.1.1 Composition chimique Dans ce lot, le nickel - titane a une composition légèrement plus riche en nickel qu'en titane : Ni_{51at%}Ti. La mesure de composition a été effectuée par spectrométrie dans un microscope électronique à balayage. La composition est homogène sur la zone scannée (300 μ m x 300 μ m).

1.1.1.2 Enthalpies libres et températures de transformation La mesure DSC est reportée figure 3.1. Nous observons deux pics de transition au refroidissement, caractéristiques de la présence de phase R. Un unique pic de transition est associé au passage de la martensite vers l'austénite durant le chauffage. La DSC met en évidence l'hystérésis de transformation entre le chauffage ($T_{M \rightarrow R \rightarrow A} = 17,5^\circ\text{C}$) et le refroidissement ($T_{A \rightarrow R} = 12,5^\circ\text{C}$ et $T_{R \rightarrow M} = -44,5^\circ\text{C}$). Elle permet, lors du refroidissement, d'identifier la variation d'enthalpie associée à la transition de l'austénite à la phase R ($\Delta h_{A \rightarrow R} = 46.10^6 \text{ J.m}^{-3}$) et de la phase R à la martensite ($\Delta h_{R \rightarrow M} = 98.10^6 \text{ J.m}^{-3}$) et donc d'estimer la variation d'entropie entre l'austénite, la phase R et la martensite.

1.1.1.3 Orientation cristallographique La texture de l'austénite est obtenue directement par une mesure EBSD (figure 3.3). Cette texture discrète est représentée par une série d'harmoniques sphériques (figure 3.2) [Bunge, 2013]. La mesure a été effectuée sur une zone de 500 μ m x 500 μ m. La taille moyenne des grains est de 30 μ m (figure 3.3). L'échantillon présente une texture isotrope transverse, en accord avec la technique de mise en forme utilisée (forgeage).

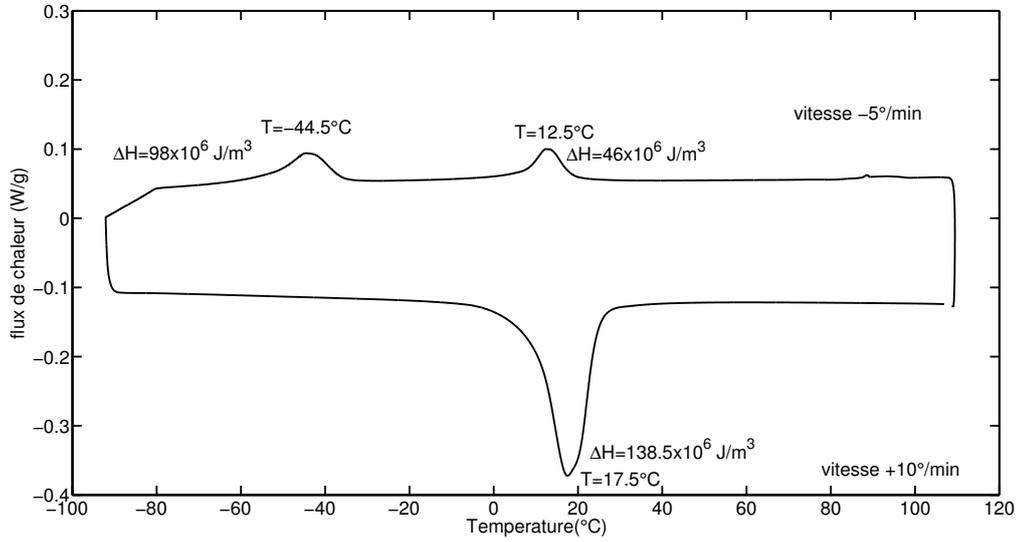


FIGURE 3.1: DSC des échantillons du lot A

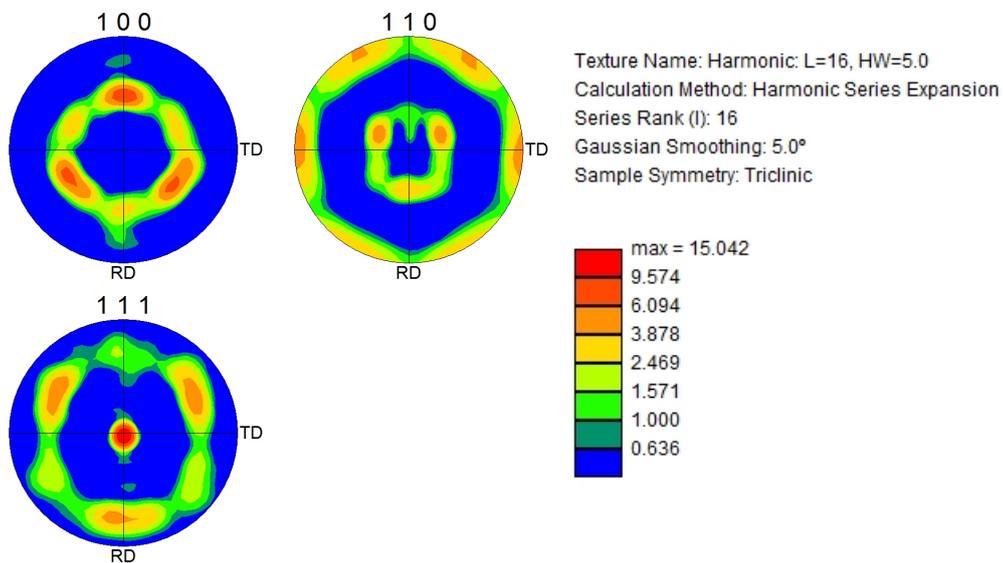


FIGURE 3.2: Figures de pôles des échantillons du lot A : Direction <100>, Direction <110>, Direction <111>

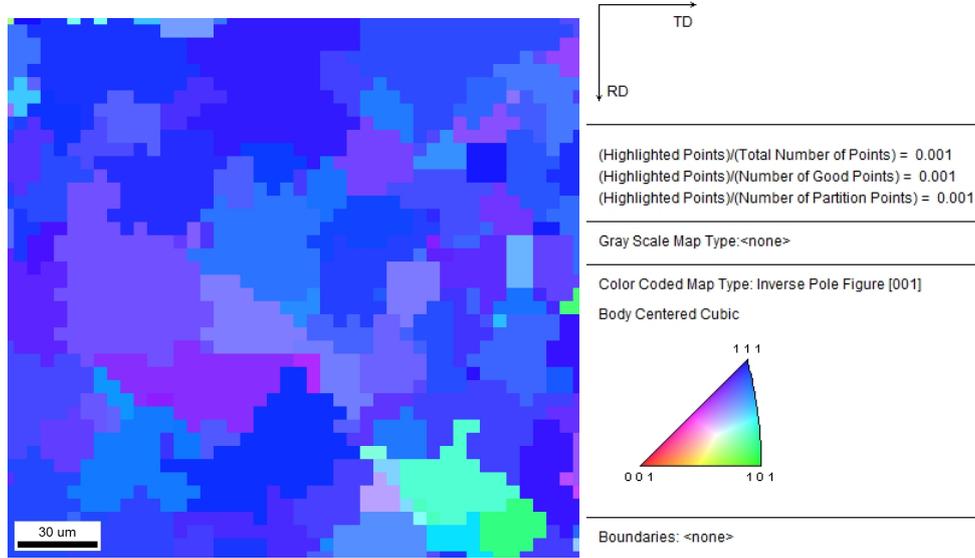


FIGURE 3.3: Figure de pôles inverse (ND - direction normale) d'un échantillon issu du *lotA*

1.1.1.4 Identification des paramètres du modèle multiéchelle Les paramètres du matériau (tableau 3.1) et les paramètres de calcul (tableau 3.2) sont pour la plupart obtenus par identification à partir de mesures effectuées durant cette étude. Les paramètres élastiques de l'austénite ont été mesurés pendant un essai de traction (\vec{F}/\vec{x}) à une température de 30°C. Le comportement élastique de la phase R et de la martensite est supposé identique à celui de l'austénite.

Enthalpies (10^6 J.m^{-3}) $\Delta h_{A \rightarrow R} = 46$ $\Delta h_{R \rightarrow M} = 98 + L_g$ $A \rightarrow R \rightarrow M : L_g = 0$ $M \rightarrow R \rightarrow A : L_g = 23,4$ Entropies $(10^6 \text{ J.m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1})$ $\Delta s_{A \rightarrow R} = 0,16$ $\Delta s_{R \rightarrow M} = 0,28$ DSC	Autres paramètres $\rho = 6500 \text{ kg.m}^{-3}$ [Guénil, 1996] $c_p = 700 \text{ J/kg/K}$ DSC $V = 1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$ $S = 6 \text{ mm}^2$	Paramètres de maille (nm) Austénite $a_0 = 0,3015$ Martensite $a = 0,2889 \text{ } b = 0,412$ $c = 0,4662 \text{ } \beta = 96,8^\circ$ Phase R $a = 0,302 \text{ } \alpha = 89,4^\circ$	Propriétés élastiques $E_x = 97 \text{ GPa}$ $\nu_{xy} = 0,47$ Approximation isotrope $C_{11} = 559 \text{ GPa}$ $C_{12} = 495 \text{ GPa}$ $C_{44} = 31.6 \text{ GPa}$ Essai de traction
DSC		DRX	

TABLE 3.1: Propriétés du *lotA* : $\text{Ni}_{51\text{at}\%}\text{Ti}$ et moyens expérimentaux utilisés pour les obtenir

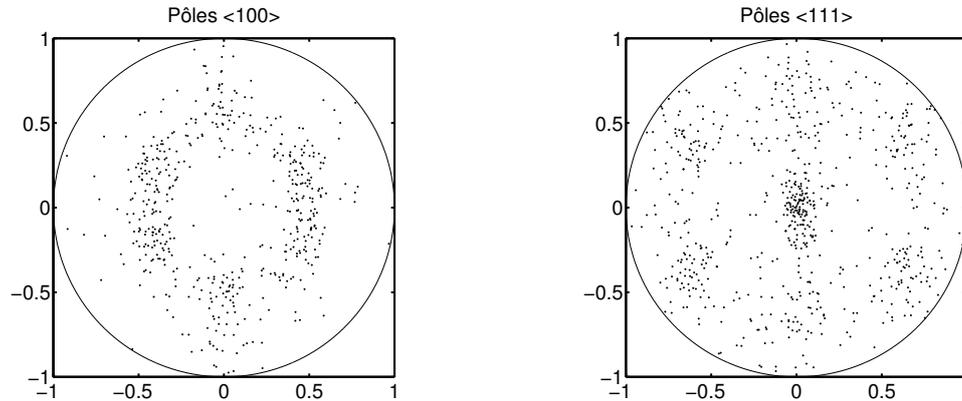
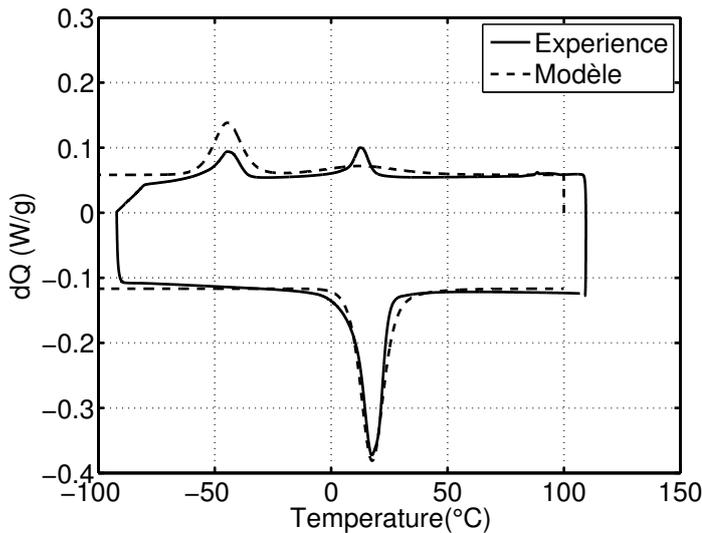


FIGURE 3.4: *lotA* : figure de pôle du VER isotrope transverse de 169 grains utilisé pour le modèle



Paramètres du modèle
A=B
$6,15 \cdot 10^{-7} m^3 \cdot J^{-1}$
Contrainte appliquée
0 MPa
pas de température
$5 \cdot 10^{-2} K$

TABLE 3.2: Paramètres de calcul du modèle multi-échelle pour le *lotA*

FIGURE 3.5: Comparaison essai - modèle *lotA* : DSC

Des mesures DRX et DSC ont permis de mesurer les paramètres de maille ainsi que les variations énergétiques associées à la transformation.

Nous avons pris en compte les variations d'enthalpie mesurées par DSC au refroidissement ($\Delta h_{A \rightarrow R}$ et $\Delta h_{R \rightarrow M}$) et au chauffage ($\Delta h_{R \rightarrow A} = \Delta h_{A \rightarrow R}$ et $\Delta h_{M \rightarrow R} = \Delta h_{R \rightarrow M} + L_g$). Le paramètre A est identifié par rapport au pic unique de la DSC au chauffage (figure 3.5). Au refroidissement, la simulation ne retranscrit pas la cinétique de la double transformation. Le pic de simulation associé à la transformation de l'austénite à la phase R est bien plus étalé que le pic expérimental.

Les calculs sont effectués sur un agrégat de 169 grains représentatif de la texture mesurée par EBSD (voir figure 3.4).

1.1.2 Éprouvettes du *lotB*

1.1.2.1 Composition chimique La composition en nickel - titane du *lotB* est quasiment identique à celle du *lotA* ($\text{Ni}_{50,8\text{at}\%}\text{Ti}$).

1.1.2.2 Enthalpies libres et températures de transformation L'analyse DSC est présentée figure 3.6. La double transition au refroidissement est synonyme de l'existence de la phase R. Un unique pic de transition est associé au passage de la martensite vers l'austénite durant le chauffage. La DSC met en évidence l'hystérésis de transformation entre le chauffage ($T_{M \rightarrow R \rightarrow A} = 17,5^\circ\text{C}$) et le refroidissement ($T_{A \rightarrow R} = 3,3^\circ\text{C}$ $T_{R \rightarrow M} = -27,5^\circ\text{C}$). La DSC permet d'identifier la variation d'enthalpie ($\Delta h_{A \rightarrow R} = 41.10^6 \text{ J.m}^{-3}$ $\Delta h_{R \rightarrow M} = 98.10^6 \text{ J.m}^{-3}$) et donc d'estimer la variation d'entropie entre l'austénite, la phase R et la martensite.

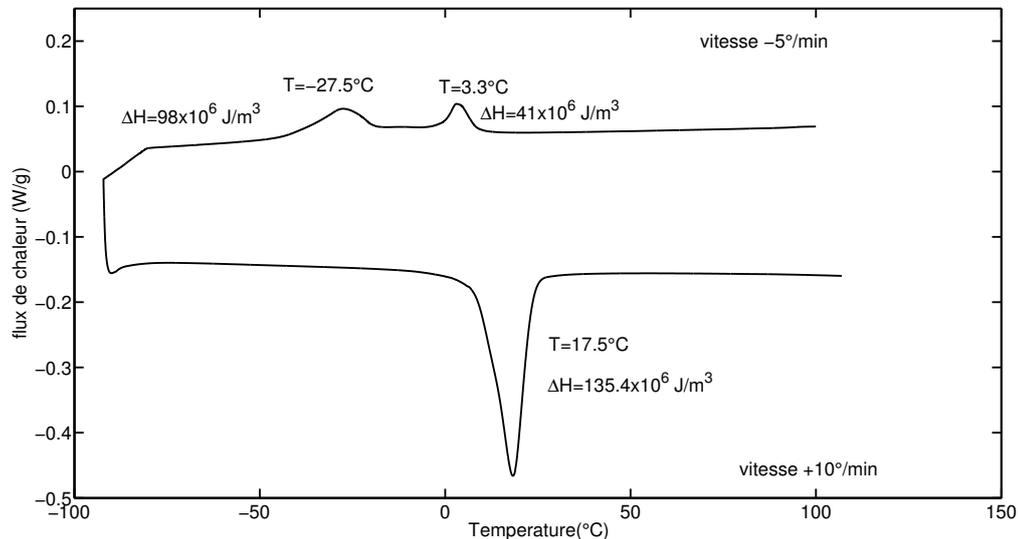


FIGURE 3.6: DSC des échantillons du *lotB*

1.1.2.3 Orientation cristallographique Une analyse EBSD a été réalisée sur une zone de $1000\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$. La figure de pôles représentée figure 3.7 montre une texture isotrope transverse, très proche de la texture observée pour le *lotA*. La taille moyenne des grains est de $30\mu\text{m}$ (figure 3.8).

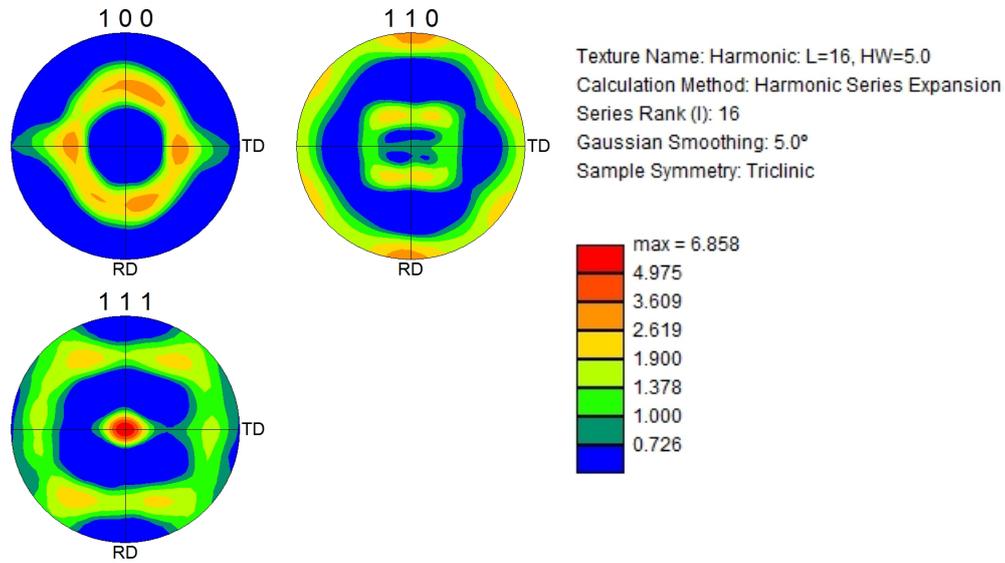


FIGURE 3.7: Figures de pôles des échantillons du *lotB* représentant les directions $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$

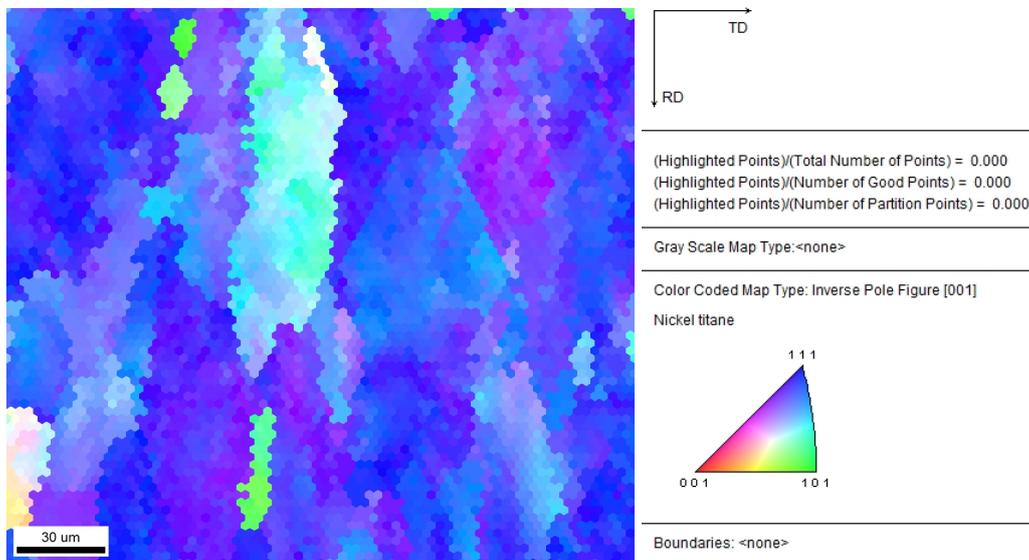


FIGURE 3.8: Figure de pôles inverse (ND - direction normale) d'un échantillon issu du *lotB*

1.1.2.4 Identification des paramètres du modèle multiéchelle Les paramètres matériau du *lotB* sont résumés dans le tableau 3.3. Les paramètres de calcul sont présentés dans le tableau 3.4. Le modèle considère un agrégat de 81 grains représentatif de la texture

mesurée par EBSD (figure 3.9). Nous avons pris en compte les variations d'enthalpie mesurées par DSC au refroidissement ($\Delta h_{A \rightarrow R}$ et $\Delta h_{R \rightarrow M}$) et au chauffage ($\Delta h_{R \rightarrow A} = \Delta h_{A \rightarrow R}$ et $\Delta h_{M \rightarrow R} = \Delta h_{R \rightarrow M} + L_g$).

On note un module d'élasticité beaucoup plus faible que celui du *lotA*.

Enthalpies (10^6 J.m^{-3}) $\Delta h_{A \rightarrow R} = 41$ $\Delta h_{R \rightarrow M} = 98 + L_g$ $A \rightarrow R \rightarrow M : L_g = 0$ $M \rightarrow R \rightarrow A : L_g = 16,5$ Entropies $(10^6 \text{ J.m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1})$ $\Delta s_{A \rightarrow R} = 0,148$ $\Delta s_{R \rightarrow M} = 0,4$	Autres paramètres $c_p = 900 \text{ J/kg/K}$ DSC $\rho = 6500 \text{ kg.m}^{-3}$ [Guéin, 1996] $V = 1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$ $S = 6 \text{ mm}^2$	Paramètres de maille (nm) Austénite $a_0 = 0,301$ Martensite $a = 0,2883 \quad b = 0,406$ $c = 0,4667 \quad \beta = 98,1^\circ$ Phase R $a = 0,313 \quad \alpha = 91,4^\circ$	Propriétés élastiques $E_x = 46,7 \text{ GPa}$ $\nu_{xy} = 0,47$ Approximation isotrope $C_{11} = 281 \text{ GPa}$ $C_{12} = 249 \text{ GPa}$ $C_{44} = 15,8 \text{ GPa}$
DSC		DRX	Essai de traction

TABLE 3.3: Propriétés du *lotB* : $\text{Ni}_{51\text{at}\%}\text{Ti}$ et moyens expérimentaux utilisés pour les obtenir

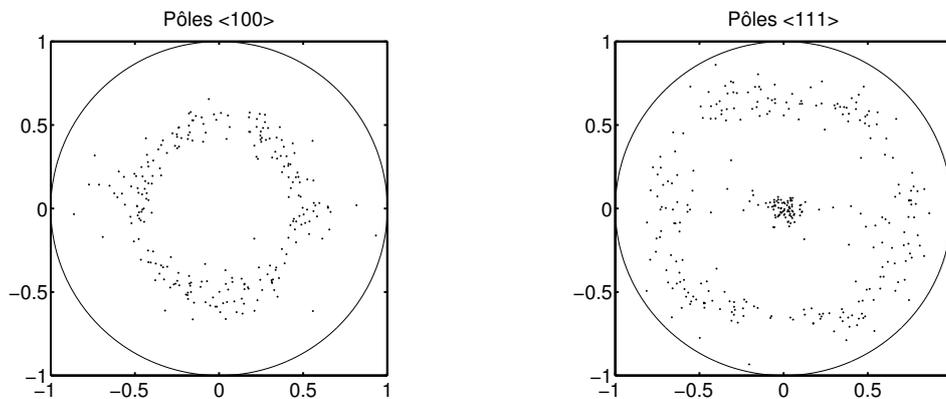
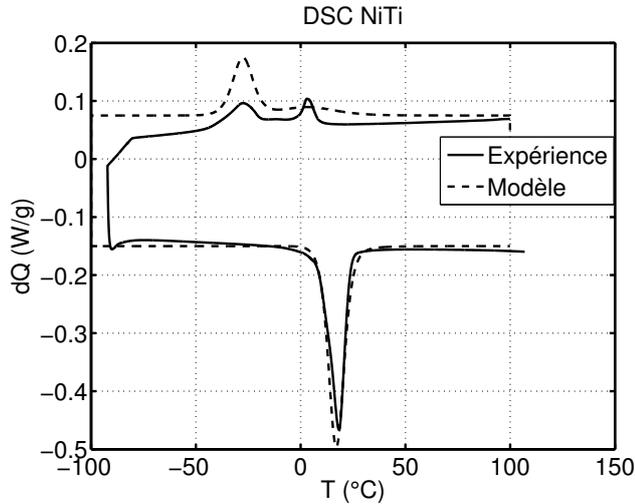


FIGURE 3.9: *LotB* : figure de pôle du VER isotrope transverse de 81 grains utilisé par le modèle

Le paramètre A est identifié à partir du pic unique de la DSC au chauffage. La comparaison avec la DSC expérimentale (figure 3.10) montre bien que la valeur unique de A ne permet pas de définir les cinétiques de transformation au refroidissement. On constate notamment un étalement important des seuils de transformation entre l'austénite et la phase R, comme pour le *lotA*.



Paramètres du modèle
A=B
$7,75 \cdot 10^{-7} \text{ m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$
Contrainte appliquée
0 MPa
pas de température
$5 \cdot 10^{-2} \text{ K}$

TABLE 3.4: Paramètres de calcul du modèle multi-échelle pour le *lotB*

FIGURE 3.10: *LotB* : comparaison des DSC

1.2 Calendrier d'essais

Certaines propriétés des deux lots d'échantillons (*lotA* et *lotB*) sont résumées dans le tableau suivant (tableau 3.5). Nous pouvons noter qu'à température ambiante (25°C), les échantillons du *lotB* sont totalement austénitiques. A cette même température, les échantillons du *lotA* sont constitués d'un mélange d'austénite et de phase R.

	Compos. at%	Texture	présence phase R	Enthalpies $10^6 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3}$	Phases à $T^{amb} = 25^\circ \text{C}$	Éprouvettes
<i>lotA</i>	Ni ₅₁ Ti	Isotrope transverse	Oui	$\Delta h_{A \rightarrow R} = 46$ $\Delta h_{R \rightarrow M} = 98$	Austénite + phase R	-haltères (1D)
<i>lotB</i>	Ni _{50,8} Ti	Isotrope transverse	Oui	$\Delta h_{A \rightarrow R} = 41$ $\Delta h_{R \rightarrow M} = 98$	Austénite	-haltères (1D) -croix (2D)

TABLE 3.5: Résumé des caractéristiques des lots d'échantillons

Il est prévu sur chaque lot des mesures in - situ de diffraction aux rayons X sous chargements thermiques et /ou mécaniques (tableau 3.6). Pour rappel, l'utilisation de la DRX nous permet de mesurer localement l'évolution des fractions de phases. Ces données expérimentales doivent servir à la validation locale d'un modèle multi-échelle.

Nous disposons de deux lots d'échantillons de NiTi présentant des caractéristiques (températures de transformation et enthalpies associées) différentes. Nous avons ainsi la possibilité d'explorer des cas de chargements différents et de questionner la robustesse du modèle.

Les mesures DRX in - situ permettent d'avoir une simultanéité et une cohérence entre le chargement et les résultats des diffractogrammes. Nous comptons par ailleurs utiliser des

techniques non intrusives telles que la corrélation d'images numériques afin de compléter l'information sur les fractions de phase par une mesure de l'évolution des niveaux de déformation.

Mesures DRX in situ	<i>lotA</i>	<i>lotB</i>
Cycles chauffage - Refroidissement	oui	oui
Essais de traction	oui	oui
Essais de traction - compression	non	oui
Essais 2D	non	oui

TABLE 3.6: Bilan des mesures utilisant la diffraction des rayons X

2 Campagne expérimentale sur les échantillons du *lotA*

2.1 Cycles de chauffage - refroidissement

2.1.1 Suivi expérimental de la transformation sous chargement thermique

Nous avons réalisé un cycle de chauffage-refroidissement sans imposer de contraintes. La commande en température a été faite à l'aide d'une platine Peltier (figure 3.11). Cette platine peut atteindre au plus une température de 80°C.

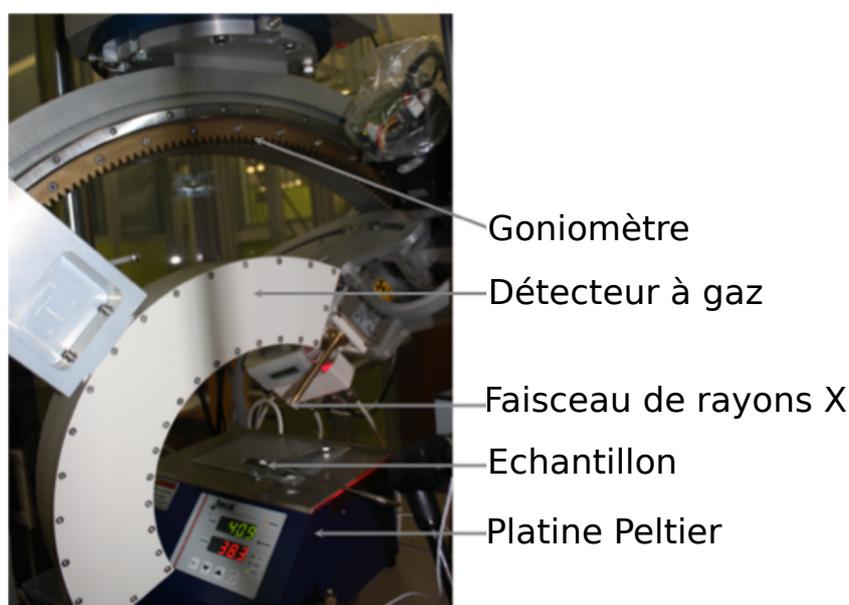


FIGURE 3.11: Montage DRX pour les mesures en température

Cette platine permet également un refroidissement de l'échantillon. Cependant, en dessous de 0°C, la formation d'une couche de givre conduit à l'apparition de pics de

diffraction caractéristiques des cristaux de glace. La DSC indique que la martensite se forme à des températures très inférieures. Afin de réaliser une transformation martensitique complète, un flux d'azote liquide est utilisé. L'azote liquide a permis d'une part d'assécher l'atmosphère autour de l'échantillon et ainsi empêcher la formation de glace. D'autre part, la température atteinte grâce à l'azote liquide, de l'ordre de -200°C , est suffisante pour obtenir un état totalement martensitique. L'absence de système de contrôle de la température ne nous permet pas d'obtenir des mesures intermédiaires entre 0°C et -200°C .

L'acquisition est assurée par un détecteur courbe à gaz. Le faisceau de rayons X est généré par un tube à rayons X utilisant une source de cobalt.

La figure 3.12 illustre les diffractogrammes obtenus lors du refroidissement. La démarche d'identification ainsi que la liste des plans concernés pour chaque phase sont détaillées dans l'annexe A.

Au début de l'essai, à 50°C , les pics détectés correspondent aux plans caractéristiques de l'austénite. Le pic le plus important (à $2\theta = 49,4^{\circ}$) est le pic principal $\{110\}$ de l'austénite. Au cours du refroidissement, nous observons tout d'abord une diminution de l'intensité des pics d'austénite dès 25°C , puis les pics de phase R sont identifiables à partir de 10°C . Les pics de martensite sont détectés à -200°C grâce à l'utilisation de l'azote liquide.

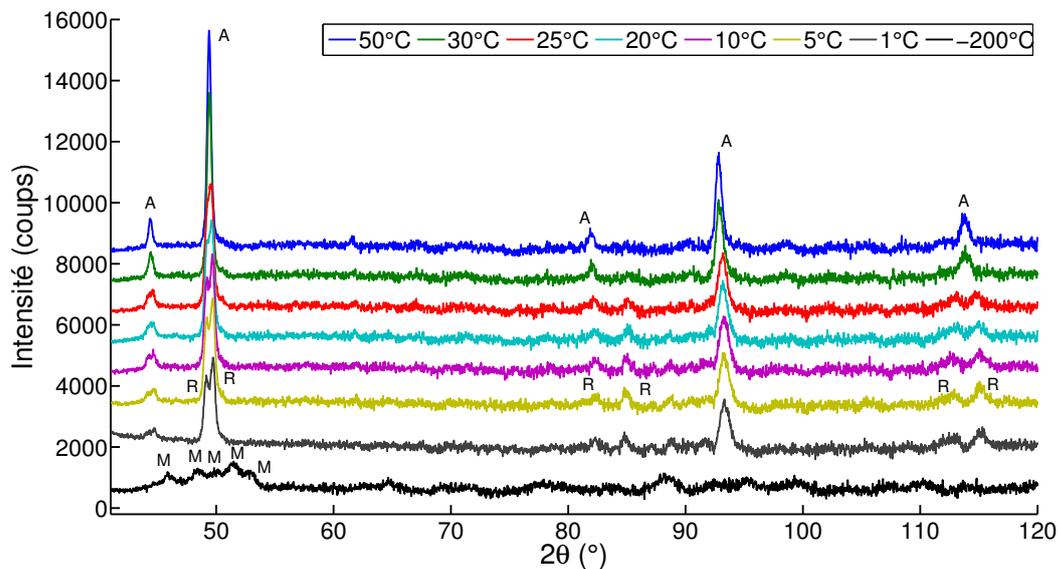


FIGURE 3.12: LotA : évolution des diffractogrammes lors du refroidissement [Source cobalt : 30kV 30mA $\theta_{\text{faisceau}} = 1\text{mm}$]

L'évolution du diffractogramme lors du chauffage (figure 3.13) illustre l'hystérésis associée au retard de transformation. Les températures de transformation sont différentes de celles obtenues au refroidissement. De plus, les pics de la phase R ne sont pas visibles. Ces résultats, qui font supposer une transformation directe de la martensite en austénite au chauffage, sont en accord avec l'analyse DSC.

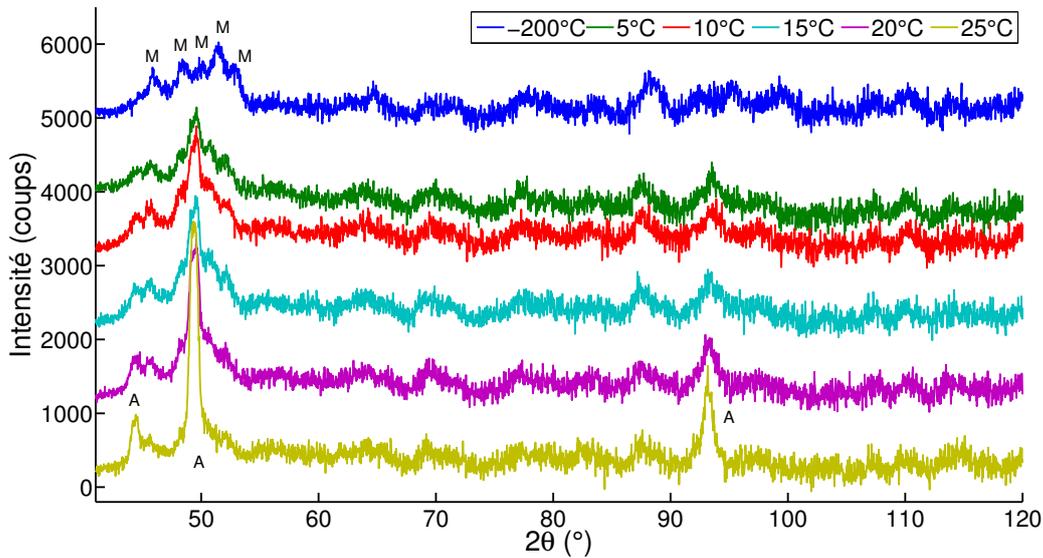


FIGURE 3.13: *LotA* : évolution des diffractogrammes lors du chauffage [Source cobalt : 30kV 30mA $\theta_{\text{faisceau}} = 1\text{mm}$]

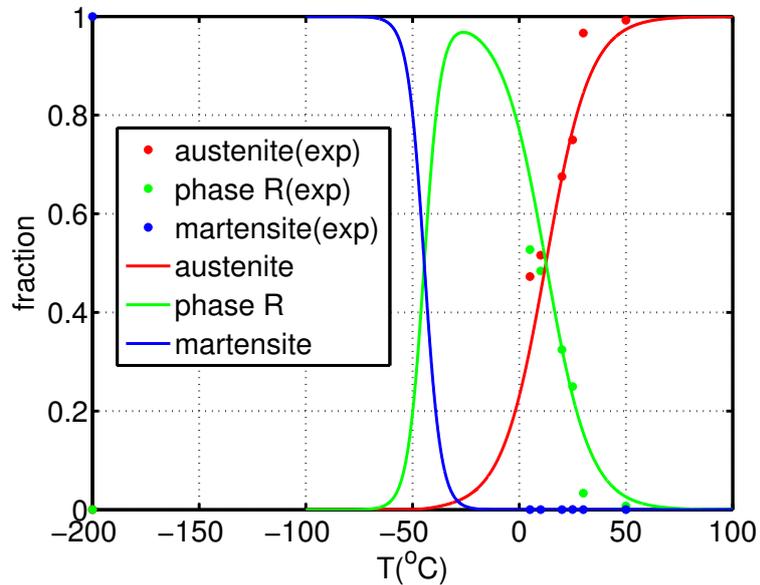
L'analyse quantitative par DRX consiste à faire le lien entre les intensités diffractées par les phases et leurs fractions volumiques. Dans la théorie des poudres, le ratio des fractions de phases correspond au ratio des intensités mesurées. A contrario, en présence d'une texture cristallographique ou d'une orientation préférentielle des grains, il est nécessaire d'effectuer une correction des effets de texture avant de procéder à l'analyse quantitative. Le détail de l'analyse quantitative des mesures DRX est présenté dans l'annexe A. Les résultats sont confrontés aux estimations du modèle multiéchelle par la suite.

2.1.2 Estimations du modèle sous chargement thermique

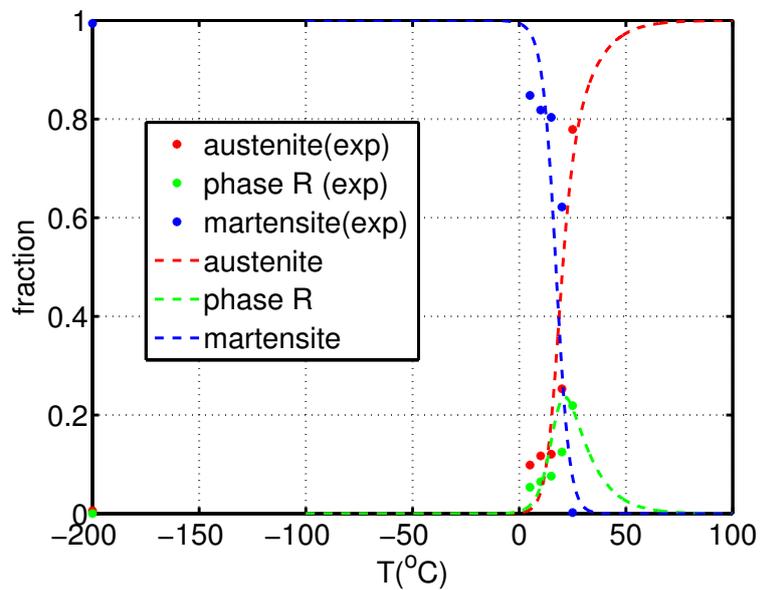
La figure 3.14 compare les estimations du modèle aux fractions de phase mesurées en fonction de la température. Le calcul est effectué pour le VER isotrope transverse de 169 grains (figure 3.4) avec les paramètres identifiés au début du chapitre pour le *lotA*. Au refroidissement, le modèle prédit l'apparition intermédiaire de la phase R. Les valeurs de fractions sont très proches de l'essai. Lors du chauffage, la transformation est quasi directe de la martensite à l'austénite. La phase R apparaît très brièvement et en petite quantité. Les tendances sont cohérentes et le modèle retranscrit l'évolution des fractions de phases de manière satisfaisante.

Lors du refroidissement, le seuil de début de transformation de l'austénite est plus bas que le seuil expérimental. La comparaison des DSC expérimentale et numérique (figure 3.5) donne un élément de réponse. En effet, l'utilisation du paramètre unique *A* suppose une cinétique de transformation identique quelles que soient les phases en jeu. Or, les cinétiques de transformation de l'austénite à la phase R et de la phase R à la martensite (double

pic de transformation au refroidissement sur la DSC expérimentale) sont très différentes.



(a) Refroidissement



(b) Chauffage

FIGURE 3.14: Comparaison essai - modèle *lotA* : évolution des fractions de phase en fonction de la température : a) au refroidissement ; b) au chauffage [Conditions du calcul : contrainte nulle ; pas= $5 \cdot 10^{-2}$ K]

La figure 3.15 reporte l'évolution prévue par le modèle de chaque variante en fonction de la température au chauffage (pointillés) et au refroidissement, pour un grain du VER. Le résultat est similaire quel que soit le grain considéré. Comme attendu, le modèle prédit des fractions équiprobables de variantes pour chaque phase ($\frac{1}{12} \times f^M$ pour les 12 variantes de martensite et $\frac{1}{4} \times f^R$ pour les 4 variantes de la phase R).

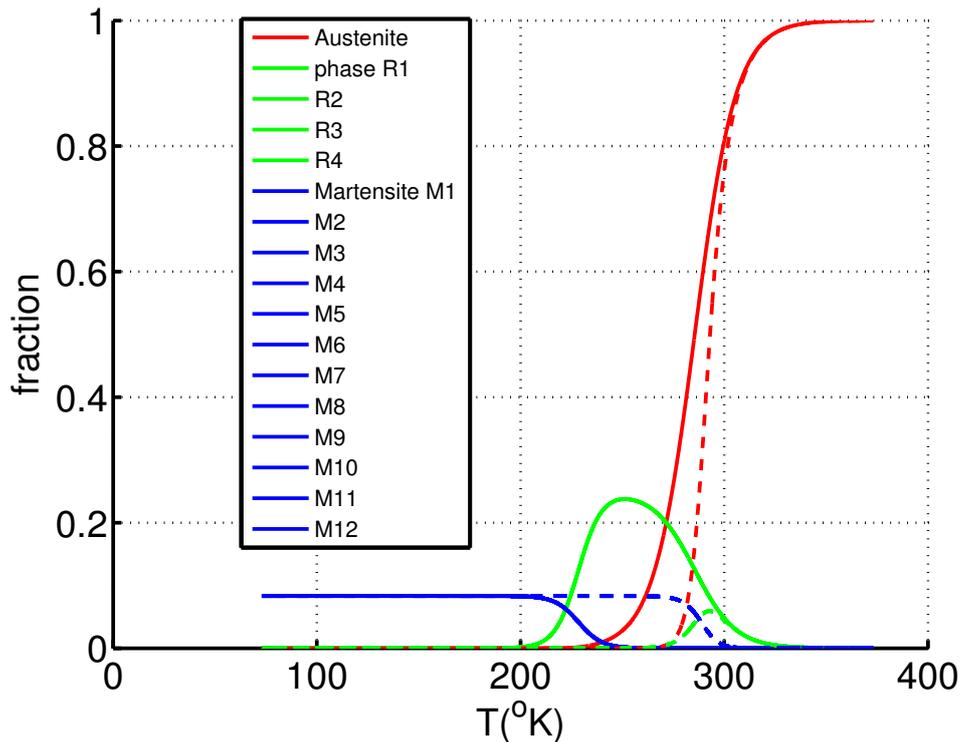


FIGURE 3.15: *LotA* : évolution des fractions de variantes en fonction de la température

2.2 Comportement pseudoélastique en contrainte uniaxiale

2.2.1 Tests de traction sur les éprouvettes du *lotA*

La deuxième série de mesure effectuée sur le *lotA* est un essai de traction uniaxiale réalisé à la température (ambiante) de 30 °C. A cette température, le matériau se trouve dans un état majoritairement austénitique. L'éprouvette utilisée est représentée figure 3.16. Les éprouvettes sont sous forme d'haltères de 2mm d'épaisseur. Les mesures sont effectuées en utilisant un des axes de la machine multiaxiale Astree du LMT (figure 3.17).

L'emploi de cette machine à deux vérins indépendants par axe permet d'une part de maintenir un point central fixe, et d'autre part de solidariser le goniomètre de diffraction sur l'axe vertical asservi de manière à maintenir la tâche focale au même point.

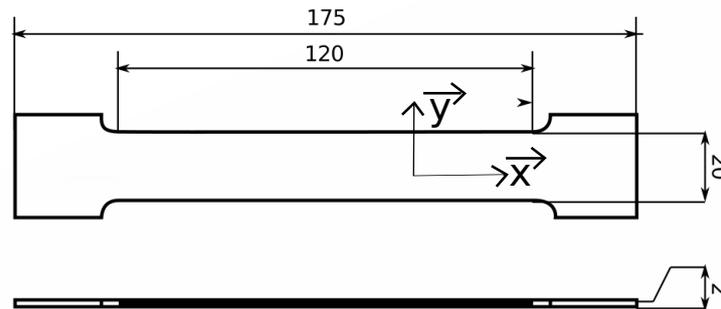


FIGURE 3.16: Éprouvette 1D

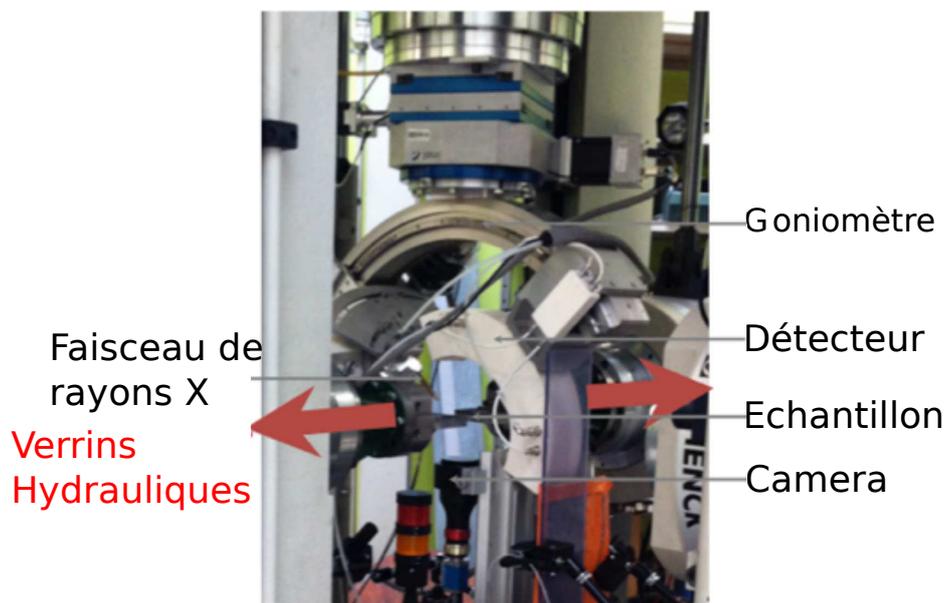


FIGURE 3.17: Montage DRX pour les mesures de traction sur Astree

La face supérieure de l'échantillon est électropolie afin d'y effectuer les mesures DRX. La face inférieure, mouchetée, permet de prendre les images de corrélation. L'essai de traction est réalisé avec un pilotage en déplacement à la vitesse $v=0,01\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

La figure 3.18.a montre l'évolution de la contrainte conventionnelle en fonction de la déformation conventionnelle estimée à partir de la longueur utile et du déplacement machine. La déformation augmente de manière homogène entre le point A et le point B. Entre ces deux points, le comportement est quasi linéaire et correspond à l'élasticité de l'austénite. La zone non linéaire qui suit marque le début de la transformation martensitique. La transformation se poursuit entre les points C, D et E. Une grande part de la déformation est recouverte à la décharge.

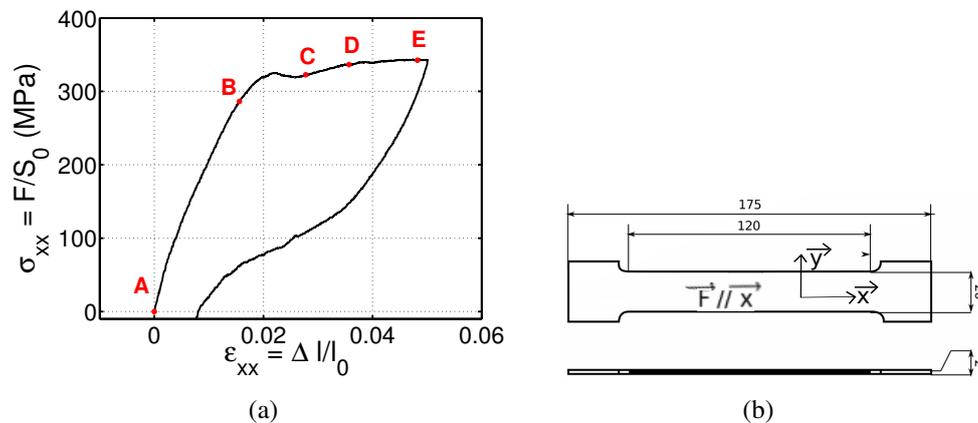


FIGURE 3.18: *LotA* : a) courbe contrainte - déformation conventionnelle ; b) échantillon

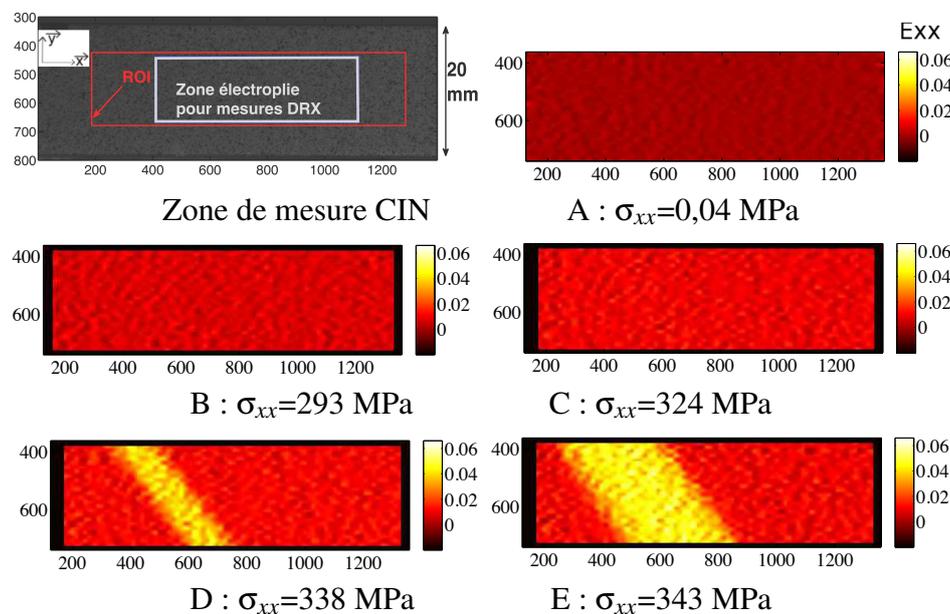


FIGURE 3.19: *LotA* : cartographies des déformations ϵ_{xx} dans la zone d'intérêt (ROI) suivant la direction de la traction obtenues par CIN [$1\text{pixel} = 45\mu\text{m}$]

L'utilisation de la corrélation d'images numériques (CIN) permet une bien meilleure estimation des déformations et un accès à leur champ sur la zone utile de l'échantillon. La zone choisie pour la corrélation est représentée dans la figure 3.19. Nous avons choisi de représenter les champs de déformation longitudinale pour certains points caractéristiques (points A, B, C, D et E indiqués sur la figure 3.18.a).

Des mesures DRX ont été effectuées dans la zone de corrélation pendant la traction uniaxiale. La zone de mesure DRX est représentée dans la figure 3.19.

Nous avons effectué un deuxième cycle de charge - décharge afin d'obtenir des résultats DRX pour des valeurs de contraintes supérieures à 340 MPa. Le pilotage a été réalisé en

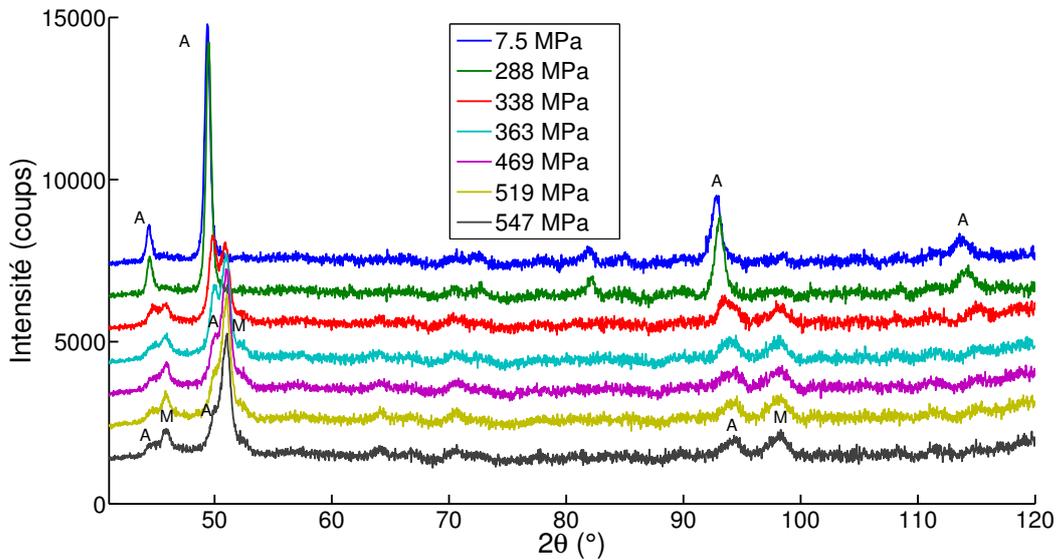


FIGURE 3.20: LotA : évolution des diffractogrammes lors du chargement de traction [Source cobalt : 30kV 30mA]

déplacement jusqu'à 340 MPa. Nous avons ensuite effectué des paliers en effort. Les résultats DRX mesurés à la température ambiante sont reportés figure 3.20. Ils montrent un passage apparemment direct de l'austénite à la martensite. En effet, la déformation de transformation de la phase R est beaucoup plus faible que celle de la martensite, ce qui se traduit par un couplage plus faible. Nous observons également une sélection privilégiée des variantes dont l'axe principal de déformation est proche de la direction de sollicitation en traction.

Les résultats DRX sont cohérents avec les observations obtenues par CIN (figure 3.19). L'apparition des pics de martensite correspond à l'apparition de la bande de déformation sur les images CIN. Lorsque la bande s'élargit pour couvrir toute la zone de mesure DRX, les pics de martensite voient leur intensité augmenter. Puis ces pics se stabilisent quand toute la zone de mesure DRX est traversée par la bande. Nous pouvons néanmoins noter la persistance de pics d'austénite en fin de chargement. Ceci est caractéristique d'une transformation incomplète.

Le diffractogramme de la martensite obtenue par traction est très différent de celui de la martensite obtenue par refroidissement.

L'évolution de la température lors d'un essai à efforts imposés avec une vitesse $v = 100 \text{ N.s}^{-1}$ est reportée dans l'annexe E. Lors de cet essai, nous avons mesuré la température grâce à un thermocouple placé dans la zone utile. Au cours de l'essai, la température de l'échantillon est d'abord stable en amont de la transformation. Quand la transformation martensitique est amorcée, la température augmente progressivement d'environ 9°C (pour une déformation longitudinale moyenne de 5%). Cela démontre la nécessité de prendre en compte le caractère anisotherme du milieu pour les simulations de ce type d'essai.

2.2.2 Comparaison Essai de traction-Modèle

Le modèle multiéchelle est un modèle de VER et non de structure. Il ne peut retranscrire ni le comportement moyen de l'échantillon pendant la traction ni la localisation en bandes. Il doit pouvoir restituer en revanche le comportement de chaque point, à supposer qu'on connaisse (ou qu'on évalue) le chargement thermomécanique en ce point.

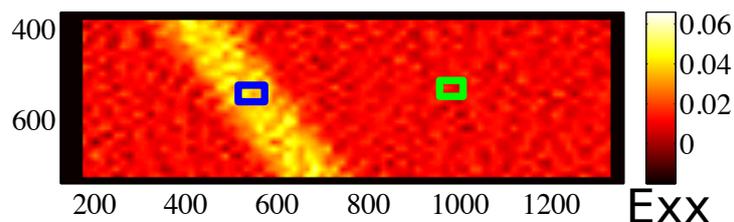


FIGURE 3.21: Zones utilisées pour la corrélation d'images dans la bande (zone 1 en bleu) et en dehors de la bande (zone 2 en vert). Image donnée pour une contrainte appliquée $\sigma = 338$ MPa

La figure 3.21 montre le champ de déformation mesuré par corrélation d'images numérique pour une contrainte appliquée de 338 MPa. Les zones 1 et 2 indiquées sur la figure correspondent respectivement à une zone à l'intérieur de la bande de transformation et en dehors de cette bande. La courbe contrainte - déformation pour chacune de ces zones est reportée figure 3.22. En dehors de la bande, la déformation stagne au voisinage du seuil. Par contre, dans la zone 1, la déformation augmente jusqu'à atteindre 4,5% environ.

Nous avons effectué une simulation en contraintes homogènes (CH) et une en schéma auto-cohérent (AC) sur le VER isotrope transverse de 169 grains (figure 3.4). Ces simulations utilisent les paramètres identifiés au début du chapitre pour le *lotA*. En dépit des observations préalables et pour des raisons de simplification de calcul, les simulations sont réalisées en conditions isothermes à $T=30^{\circ}\text{C}$. Les deux courbes sont reportées figure 3.22.

Le calcul en contraintes homogènes prédit des déformations beaucoup plus importantes que le schéma auto-cohérent. En effet, en contraintes homogènes, le couplage est éliminé. Le VER se comporte comme un agrégat de grains sans interactions. La déformation de saturation atteinte (environ 10%) est proche de celle d'un monocristal. Le calcul auto-cohérent prédit une déformation à saturation beaucoup plus raisonnable (environ 6,5%). Autant l'utilisation de l'hypothèse de contraintes homogènes conduit à une sous-estimation des contraintes, autant l'approximation auto-cohérente les surestime. Le tenseur de Hill est en effet calculé en utilisant une matrice élastique dans l'approche auto-cohérente. Les évolutions des fractions de phase obtenues par simulation sont reportées figure 3.23. Pour les deux simulations, le matériau présente un pourcentage initial de phase R de 15%. Et ce pourcentage, d'abord stable au début du chargement, diminue avec l'apparition de la martensite. Le passage à 50% de martensite s'effectue pour une contrainte de 320 MPa en contraintes homogènes contre 520 MPa en calcul auto-cohérent. Le comportement

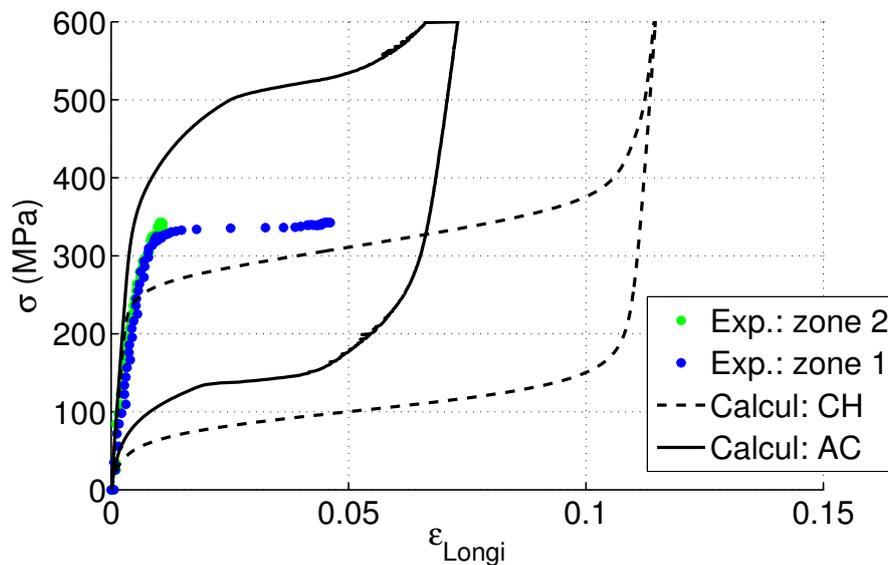


FIGURE 3.22: Courbes contrainte - déformation estimées par le modèle en contraintes homogènes (CH) et en schéma auto-cohérent (AC) et comparaison avec les points expérimentaux des zones 1 et 2 [conditions de calcul : pas=1MPa, T=30°C]

simulé lors de la décharge est superélastique.

Il est intéressant de remarquer que les solutions en contrainte homogène et en schéma auto-cohérent élastique entourent le résultat expérimental (par exemple en ce qui concerne la contrainte plateau). La prise en compte d'un module modifié (à l'image d'une adaptation élastoplastique) permettrait sans doute d'obtenir un résultat numérique plus en accord avec les résultats expérimentaux.

Les comparaisons du modèle avec les mesures expérimentales sont présentées figure 3.22. Les courbes ont en commun un comportement linéaire au début du chargement suivi d'une non linéarité associée au début de la transformation. Nous constatons que les seuils de début de transformation prévus par le modèle sont plus bas que les seuils expérimentaux. Ce résultat peut s'expliquer par une valeur sans doute inadaptée du paramètre A . La valeur du paramètre A joue un rôle important. Ce paramètre a été identifié sur le pic de DSC au chauffage (figure 3.5). L'allure de la transformation en température est bien représentée au chauffage, mais pas au refroidissement. Les pics de transformation au refroidissement apparaissent très étalés. Ainsi, l'apparition de la phase R comme de la martensite est prédite pour des valeurs de seuils plus basses que les valeurs expérimentales. Ce raisonnement permet également d'expliquer le pourcentage initial de phase R assez important prédit par les simulations. En effet, selon les estimations du modèle (figure 3.23), la phase R, présente à 15% au début de l'essai, disparaît avec l'apparition de la martensite. Ce résultat est partiellement en accord avec les observations DRX. En effet, aucun pic caractéristique de la phase R n'est identifié pendant la traction. Mais aucun pic de phase R n'est également détecté au début de la mesure. Ainsi, la fraction initiale de phase R prévue par le modèle

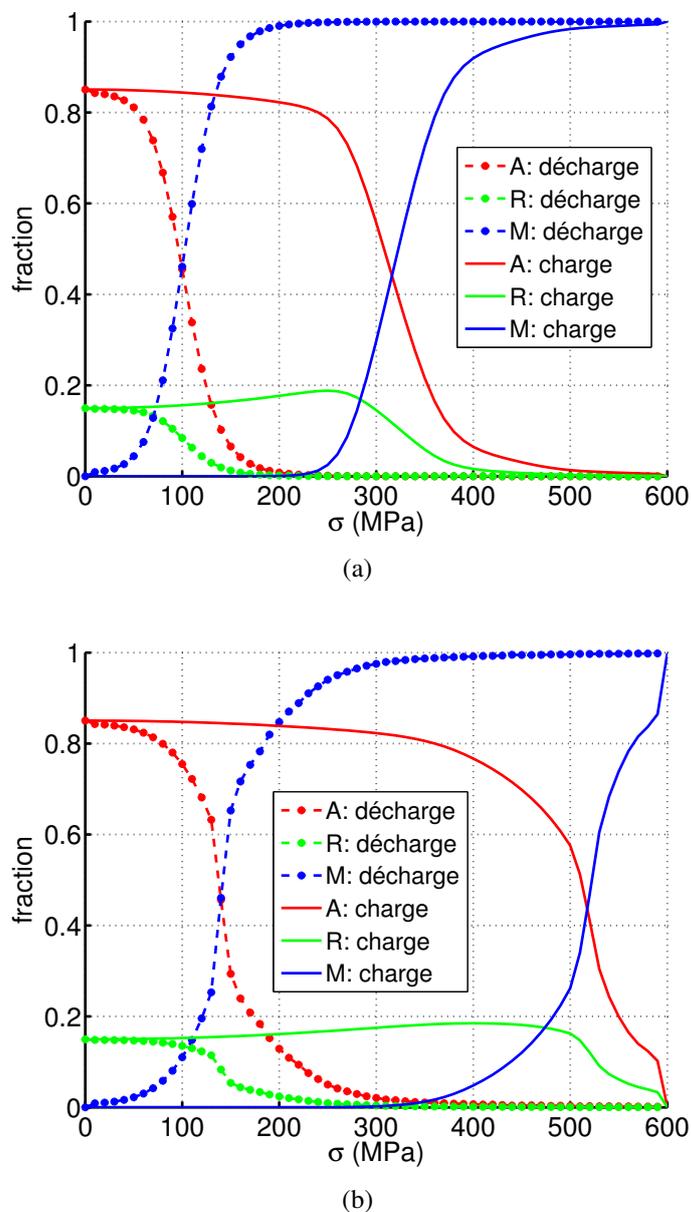


FIGURE 3.23: *lotA* : fractions de phase d'austénite (A), de phase R (R) et de martensite (M) estimées par le modèle unifié en traction a) contraintes homogènes ; b) schéma auto-cohérent

serait surestimée.

Nous remarquons néanmoins une évolution de la transformation très différente entre l'expérience et les simulations. Sur les résultats expérimentaux, le module tangent est quasiment nul, ce qui est caractéristique d'une transformation instantanée (en effort imposé). D'après le constat expérimental, dès qu'une bande traverse la zone de mesure, cette der-

nière devient majoritairement martensitique. Les résultats de DRX en sont une confirmation. Ces comparaisons doivent cependant être considérées avec prudence puisque nous rappelons qu'il s'agit d'une part d'un essai expérimental hétérogène et d'autre part d'un modèle de VER. L'état de contrainte dans la bande et à l'interface bande / matrice austénitique n'est par exemple pas connu exactement.

3 Campagne expérimentale sur les échantillons du *lot B*

3.1 Cycles de chauffage - refroidissement

3.1.1 Suivi expérimental de la transformation sous chargement thermique

Le suivi expérimental de la transformation sous chargement thermique a été réalisé au sein d'un diffractomètre muni d'une enceinte à atmosphère contrôlée dans laquelle nous faisons circuler de l'azote liquide en flux continu (infrastructure de l'*ICMPE Thiais*). L'échantillon repose sur un porte-échantillon en cuivre muni d'un thermocouple pour la mesure de température. Cette technique permet d'observer la transformation à des températures intermédiaires entre 0°C et -200°C. Les mesures DRX sont effectuées à température stabilisée. Du fait de la petite taille de l'échantillon par rapport à celle du porte-échantillon, ce dernier est également impacté par le faisceau RX. De ce fait, des plans du cuivre sont présents dans le diffractogramme. Le dispositif expérimental est représenté sur la figure 3.24. La source utilisée pour cette mesure est une source au cuivre ($\lambda_{K\alpha} = 0,154nm$).

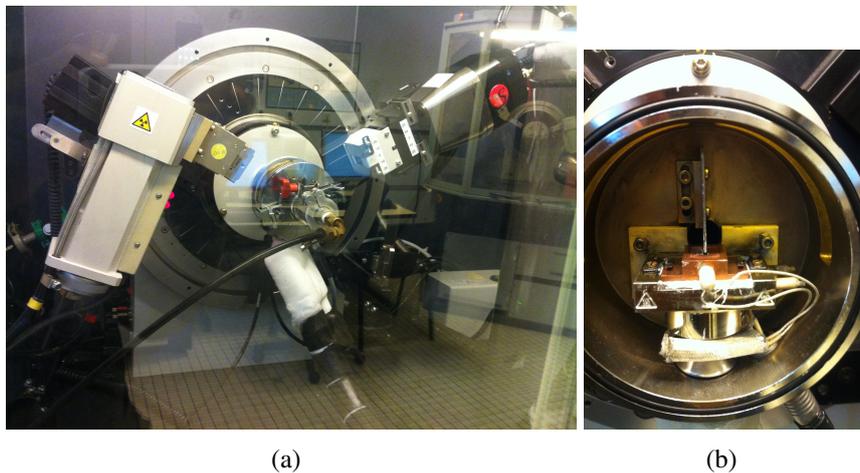


FIGURE 3.24: Diffractomètre avec contrôle de température : Thiais a) équipement RX *ICMPE Thiais* ; b) chambre avec azote liquide

La comparaison de l'évolution des diffractogrammes au chauffage (figure 3.25.b) et au refroidissement (figure 3.25.a) montre d'une part la différence des seuils entre les deux

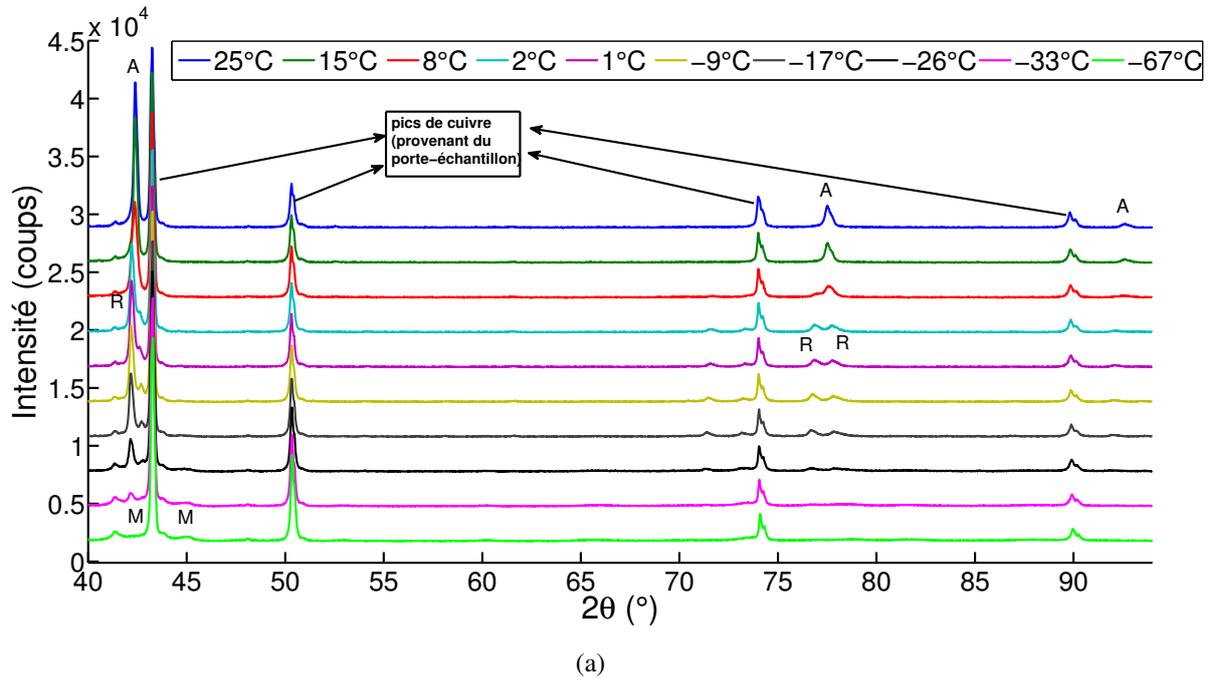


FIGURE 3.25: Lot B : évolution des diffractogrammes lors du refroidissement [Source cuivre : 40kV 40mA]

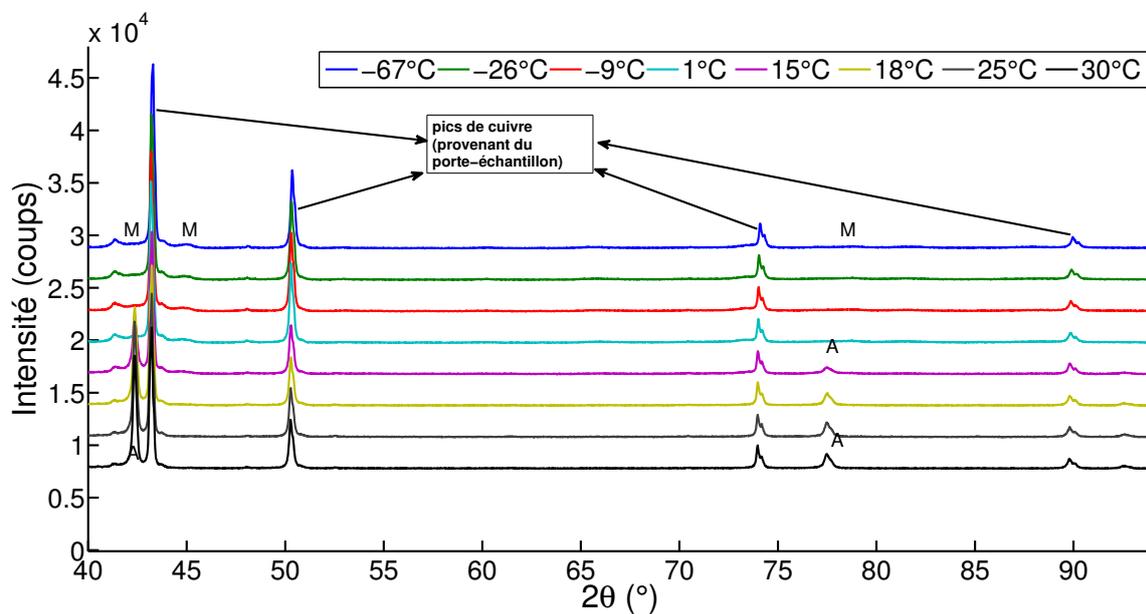


FIGURE 3.26: Lot B : évolution des diffractogrammes lors du chauffage [Source cuivre : 40kV 40mA]

trajets. Elle permet surtout de confirmer la non - apparition de la phase R au chauffage et la transformation directe de la martensite en austénite. Ainsi la phase R apparaît comme une étape intermédiaire lors du refroidissement mais elle n'est pas présente au chauffage. Les températures étudiées varient de $+30^{\circ}\text{C}$ à -67°C .

Les pics de cuivre provenant du porte - échantillon sont visibles sur les diffractogrammes. Il s'agit de pics assez intenses en comparaison des pics du NiTi. Néanmoins, ils ne coïncident pas avec les plans diffractants de l'austénite. Ces pics ne sont affectés d'aucune transformation et présentent un léger décalage de leur position au chauffage et au refroidissement du fait de l'expansion thermique que subit le porte - échantillon.

3.1.2 Estimations du modèle sous chargement thermique

Le calcul est effectué sur le VER isotrope transverse de 81 grains (figure 3.9). Les paramètres définis pour le *lotB* en début de chapitre sont utilisés. Le pas de température est de 5.10^{-2} K. Aucune contrainte mécanique n'est imposée.

La comparaison de l'évolution des fractions de phases mesurée et simulée est représentée en figure 3.27 et figure 3.28.

Au refroidissement, le modèle est cohérent avec l'expérience en prédisant une double transformation austénite \rightarrow phase R \rightarrow martensite. De même, le modèle et l'expérience sont en accord sur le fait que la nucléation de la martensite intervient avant la fin de la transformation de l'austénite en phase R.

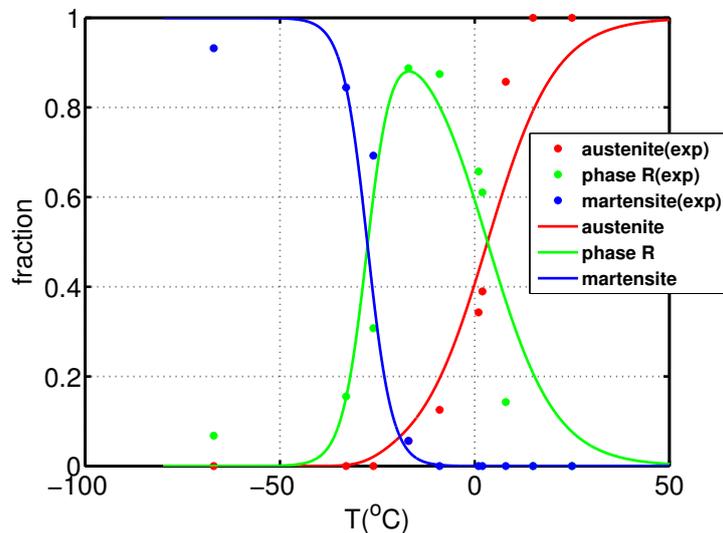


FIGURE 3.27: Comparaison essai - modèle *lotB* : évolution des fractions de phase en fonction de la température au refroidissement

Le seuil de début de transformation de l'austénite en phase R prédit par le modèle est plus bas que le seuil expérimental. Le choix du paramètre *A* est déterminant. Ce dernier

a été identifié sur le pic unique de la DSC au chauffage (figure 3.10). Ce choix a altéré la représentation des cinétiques de transformation au refroidissement, avec notamment un étalement important du premier pic de DSC simulé (correspondant à la transformation de l'austénite en phase R) en comparaison avec le pic expérimental. Nous observons cet effet sur les évolutions de fractions de phases.

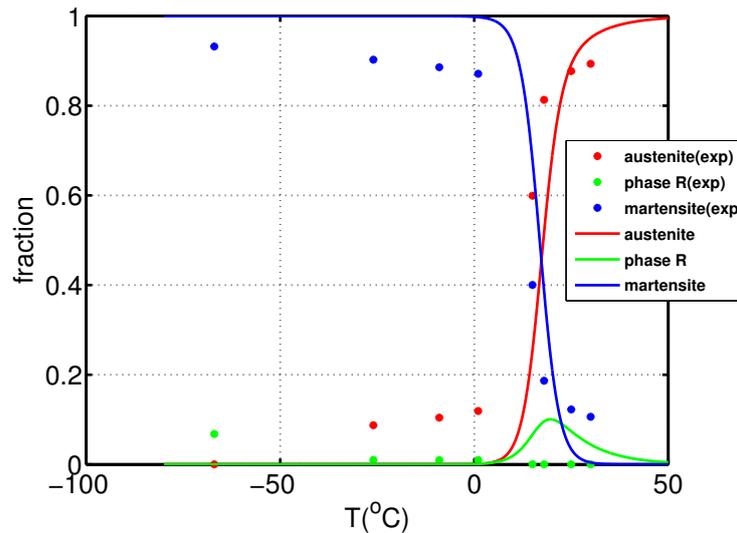


FIGURE 3.28: Comparaison essai - modèle *lotB* : évolution des fractions de phase en fonction de la température au chauffage

Lors de la transformation inverse, la mesure montre l'absence de phase R au chauffage. A contrario, le modèle prédit une apparition concomitante de l'austénite et de la phase R. Sur les résultats de simulation, la phase R apparaît dans des proportions faibles (de l'ordre de 10%) avant de disparaître en faveur de l'austénite. Nous pouvons critiquer ce résultat par rapport aux choix effectués pour la modélisation de l'hystérésis de germination. Afin de représenter cette hystérésis, nous avons pris en compte une énergie de germination L_g . Néanmoins, celle-ci affecte uniquement la transition martensitique. La transformation associée à la phase R est supposée strictement réversible. Ainsi, pour le modèle, le pic unique de transformation au chauffage est une superposition (des pics associés à la nucléation de la phase R et de l'austénite). Or, les mesures de fractions de phase par DRX montrent bien que la phase R n'apparaît pas du tout au chauffage sur ce lot. Le modèle d'hystérésis choisi, d'une formulation assez simple, est ainsi mis en défaut dans le cas d'une transformation multiphasée.

Les fractions de variantes pour chaque phase, calculées par le modèle, sont équiprobables ($\frac{1}{12} \times f^M$ pour les 12 variantes de martensite et $\frac{1}{4} \times f^R$ pour les 4 variantes de la phase R). Elles sont tracées figure 3.29.

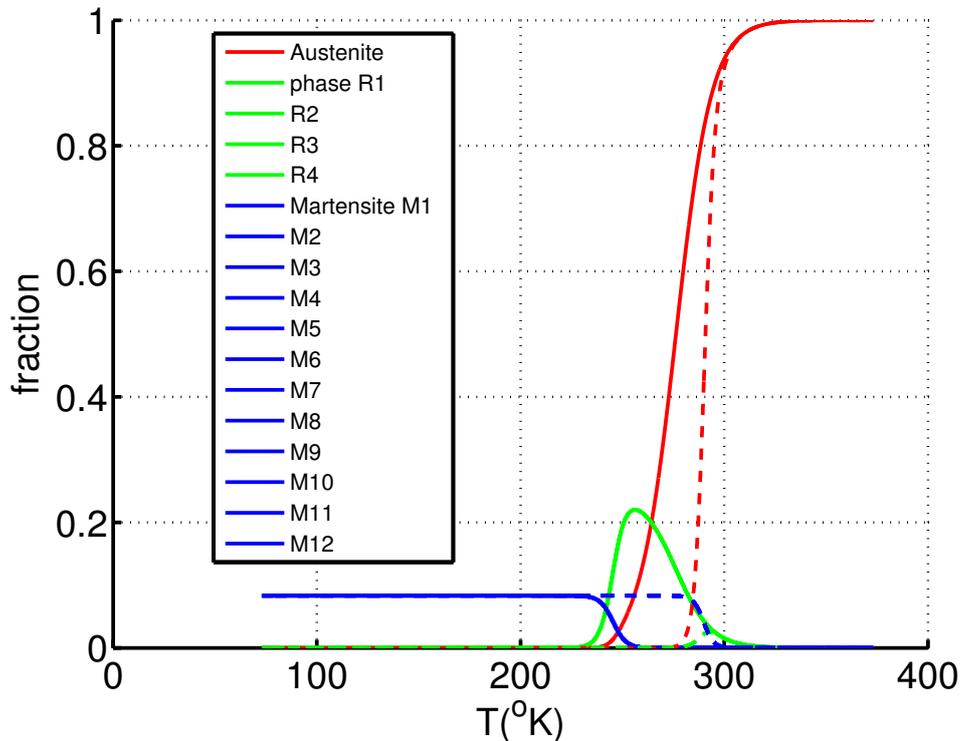


FIGURE 3.29: Lot B : évolution des fractions de variantes en fonction de la température

3.2 Comportement pseudoélastique en contrainte uniaxiale

3.2.1 Comportement mécanique sous traction uniaxiale

Les essais sont réalisés sur une machine d'essai appelée mini - Astree. Il s'agit d'une mini machine de bitraction (*fabricant : Deben*) possédant quatre vérins indépendants avec une charge maximale par axe de 2kN. Les caractéristiques de la machine sont détaillées en annexe B. Les échantillons utilisés ont une épaisseur de $300\mu\text{m}$ et une longueur utile de 10mm figure 3.30. Les têtes d'éprouvette sont creusées de deux trous pour la fixation par vis ainsi que d'un trou central permettant de régler l'alignement sur l'axe de la machine grâce à des pions (figure 3.31.b).

Le montage expérimental correspond à la figure 3.31.a. Les essais sont réalisés à température ambiante, soit à $T = 26,2^\circ\text{C}$. L'essai est effectué en déplacement imposé. La vitesse de sollicitation est de $v=0,001\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

Nous utilisons la corrélation d'images numériques (CIN) afin de mesurer les champs de déplacements dans la zone utile de l'échantillon. Une caméra PCO Edge permet la prise d'images. La zone utile de l'échantillon est mouchetée à l'aide d'une bombe de peinture. Un éclairage est utilisé pour améliorer le contraste sur la zone d'intérêt. La courbe effort - déplacement est reportée figure 3.32.

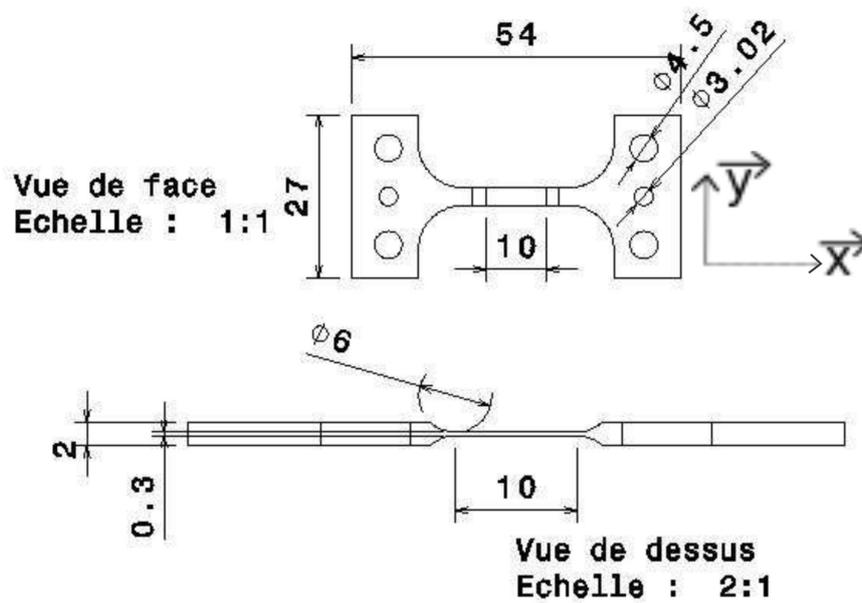


FIGURE 3.30: Échantillons 1D du lot B (dimensions en mm) : $\vec{x} // RD$

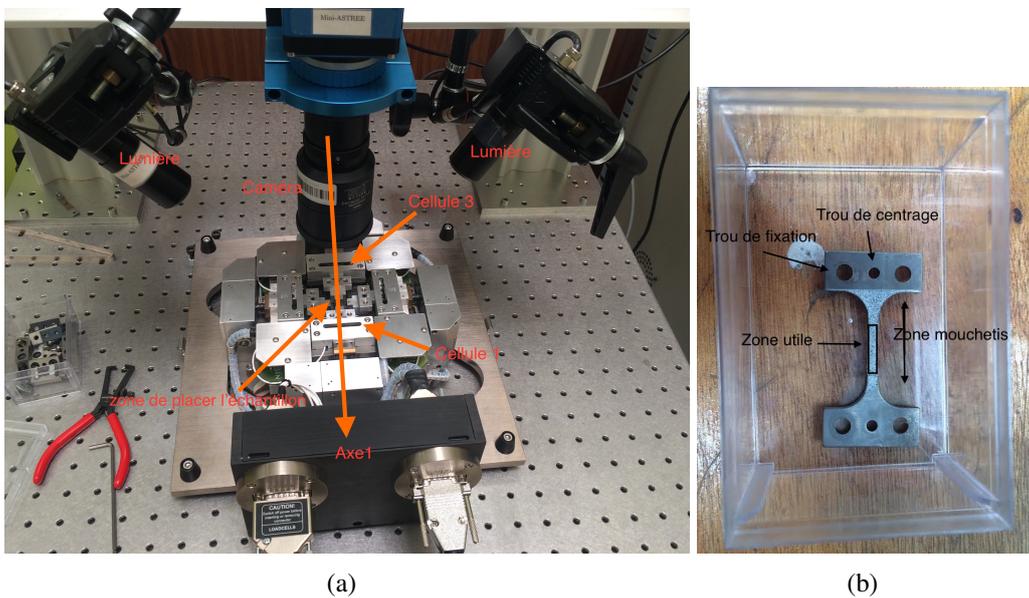


FIGURE 3.31: a) Montage mini Astree avec camera de mesure CIN ; b) échantillon 1D

Cette courbe est d'abord linéaire entre les points A, B et C. Sur cette portion de courbe, l'austénite présente en début d'essai se déforme élastiquement. Au point D, nous remarquons une chute des valeurs d'effort. Ce phénomène est souvent caractéristique d'un dé-

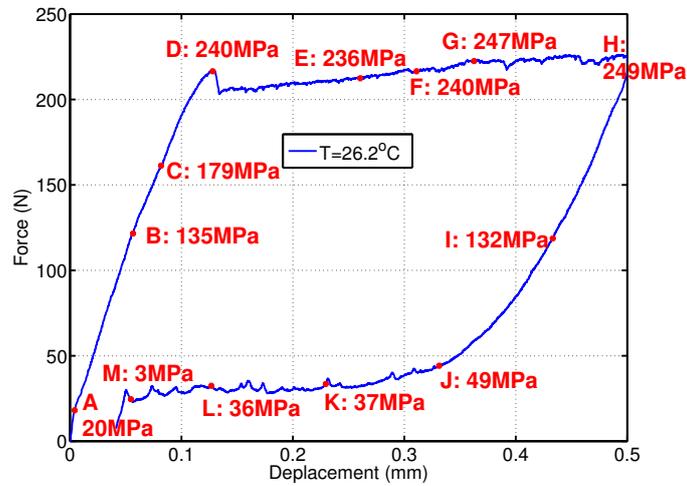


FIGURE 3.32: Courbe Force - déplacement $F_x - U_x$

but de localisation dans la zone étudiée. La transformation définit un profil quasi linéaire entre les points E, F, G et H. Au point H, l'effort appliqué est diminué jusqu'à atteindre une valeur quasi nulle en fin d'essai. Les trajets à la charge et à la décharge définissent une courbe hystérétique. Le comportement est pseudoélastique.

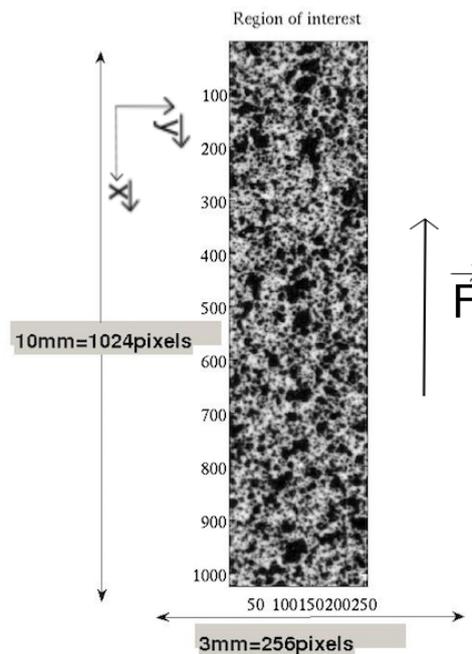


FIGURE 3.33: Zone de corrélation

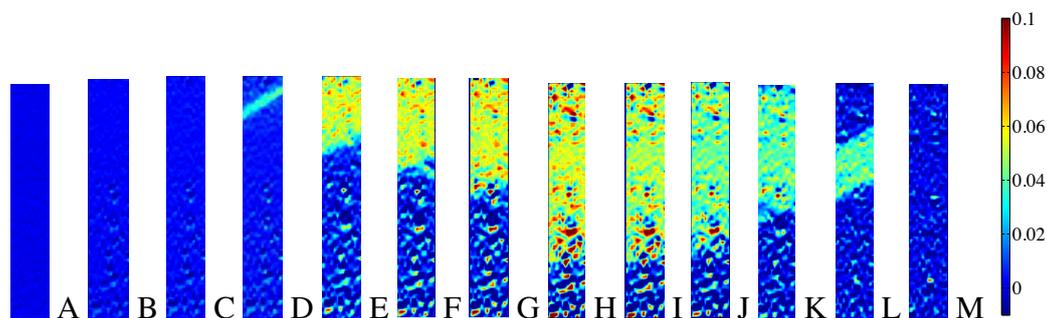


FIGURE 3.34: Champs de déformation ϵ_{xx}

Nous avons ensuite choisi de représenter les champs de déformation ϵ_{xx} obtenus par CIN (figure 3.34) pour certains points caractéristiques (points indiqués sur la figure 3.32 avec les valeurs de contrainte associées). La zone choisie pour la corrélation est représentée dans la figure 3.33.

Au point A, le champ de déformation est homogène avec des valeurs de déformations quasi nulles. Aux points B et C, quelques points en surbrillance laissent penser à une transformation diffuse. Une bande unique de transformation apparaît au point D à 240 MPa. Puis celle-ci s'élargit sur une grande partie de la zone utile entre les points E et H. En parallèle, une transformation diffuse est observée sur le reste de l'échantillon, sans nucléation d'une nouvelle bande.

Au début de la décharge, au point I, les valeurs de déformation dans la bande et en dehors de la bande diminuent. La bande se rétrécit entre les points J et K avant de disparaître au point M, en fin de décharge. Des déformations résiduelles persistent dans l'échantillon au point M.

3.2.2 Essai de traction uniaxiale avec mesures DRX in - situ

La machine mini - Astree, du fait de sa taille et de son faible encombrement peut être placée sous la DRX pour des mesures simultanées de DRX lors de la traction. Le pilotage peut être réalisé en déplacement ou en force. Ce second essai est effectué avec une température ambiante $T = 25,6^{\circ}\text{C}$ en utilisant une vitesse de déplacement $v=0,001\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Une source au cobalt est utilisée pour les mesures DRX. Un filtre de nickel placé sur le détecteur permet de filtrer le rayonnement K_{β} .

Il n'est pas possible de positionner la caméra pour la mesure de corrélation d'images au dessus de l'éprouvette. Un cube polariseur, constitué de deux prismes mis en contact à 45° par un revêtement diélectrique, est placé au dessus de l'échantillon. La caméra peut alors être placée horizontalement.

La zone de mesure DRX est dépourvue de mouchetis (figure 3.35). En effet, le mouchetis donne lieu à des pics de diffraction qui peuvent fausser la mesure.

Nous constatons de plus l'existence d'une occultation d'une partie du détecteur courbe par les mors de la machine. Les pics de plus forte intensité (dans la plage $2\theta = [40^{\circ}; 50^{\circ}]$) ne

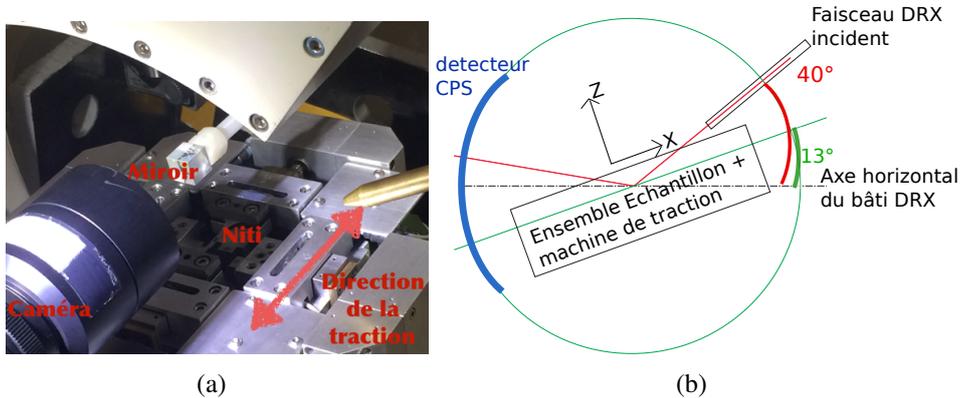


FIGURE 3.35: a) Montage de mesure RX in situ lors d'un essai de traction ; b) positionnement de l'ensemble machine + échantillon

sont pas captés. Afin de corriger ce problème, nous avons incliné l'ensemble du dispositif (machine + échantillon) d'un angle de 13° (figure 3.35.b).

Pour effectuer une mesure DRX, le déplacement est maintenu constant et la prise de photo est arrêtée. Nous attendons la fin de la relaxation et une stabilisation de la courbe effort - déplacement. Cette étape dure 30 à 40 minutes en moyenne. Puis nous faisons une mesure DRX d'une durée de 5 minutes. L'essai ainsi que la prise de vue reprennent à la fin de la mesure DRX.

La figure 3.37 représente la contrainte appliquée en fonction de la déformation mesurée par corrélation d'images. La zone de mesure de la corrélation est visible sur la figure 3.36.

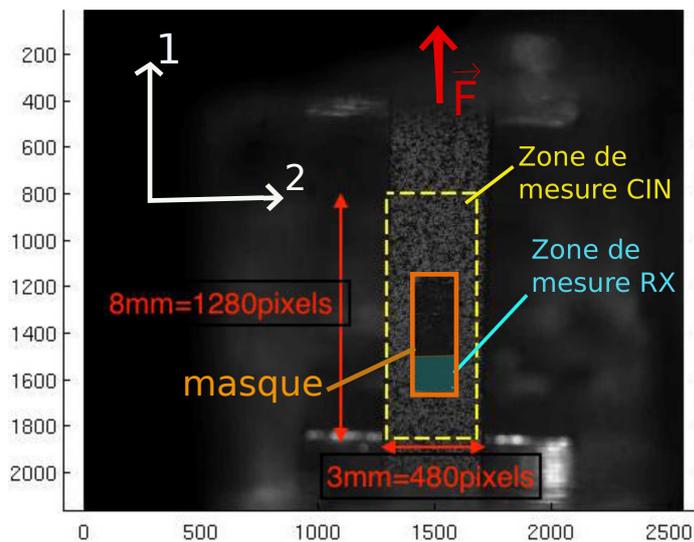


FIGURE 3.36: Echantillon 1D avec une zone sans mouchetis pour la mesure DRX et une zone de mesure de corrélation

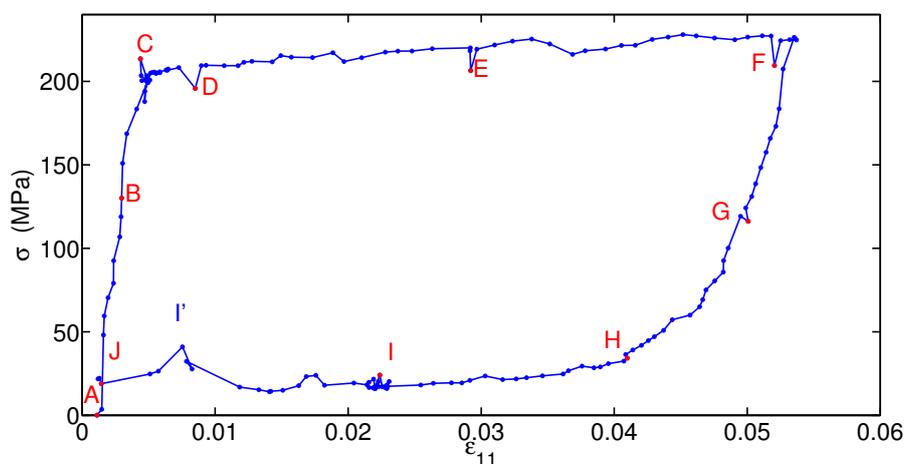


FIGURE 3.37: Courbe contrainte conventionnelle - déformation mesurée par corrélation d'images suivant l'axe de traction sur la zone de corrélation représentée en figure 3.36 (masque non pris en compte)

La courbe est d'abord linéaire entre les points A et B. Au point C, nous observons un saut de contrainte caractéristique d'un début de localisation dans la zone de corrélation. Nous effectuons des mesures DRX aux points A, B, D, E et F lors de la charge. Nous remarquons plus particulièrement une diminution de la contrainte lors des pauses associées aux mesures DRX. Néanmoins, elle semble moins marquée avant la transformation (au point B) que pendant la transformation (aux points D, E et F).

Lors de la décharge, l'allure de la courbe, d'abord linéaire jusqu'au point G, devient par la suite non linéaire. La relaxation associée aux pauses est observée aux points G et H. Néanmoins, après la mesure DRX au point I, nous remarquons plutôt une légère augmentation de la contrainte. Afin de vérifier cette tendance, nous avons effectué une pause sans mesure DRX au point I'. Lors de la pause, la contrainte a légèrement augmenté. Nous pouvons expliquer ce phénomène en considérant les transferts thermiques lors de la transformation martensitique. Lors de la charge, la transformation de l'austénite en martensite est exothermique. Lorsqu'on maintient la sollicitation (pendant les pauses), la chaleur associée à la transformation est dissipée. Le matériau retrouve un nouvel état d'équilibre caractérisé par une contrainte plus basse.

Le phénomène est inversé lors de la décharge. La martensite créée lors de la charge se transforme en austénite. Cette transformation est endothermique. Lors des pauses, la température est régulée et revient au niveau de la température ambiante. La température de l'échantillon augmente donc légèrement, traduisant un nouvel état d'équilibre.

Au point J, quasiment toute la déformation est recouvrée.

Nous pouvons compléter ces informations par l'observation des mesures DRX et des champs de déformation mesurés par CIN.

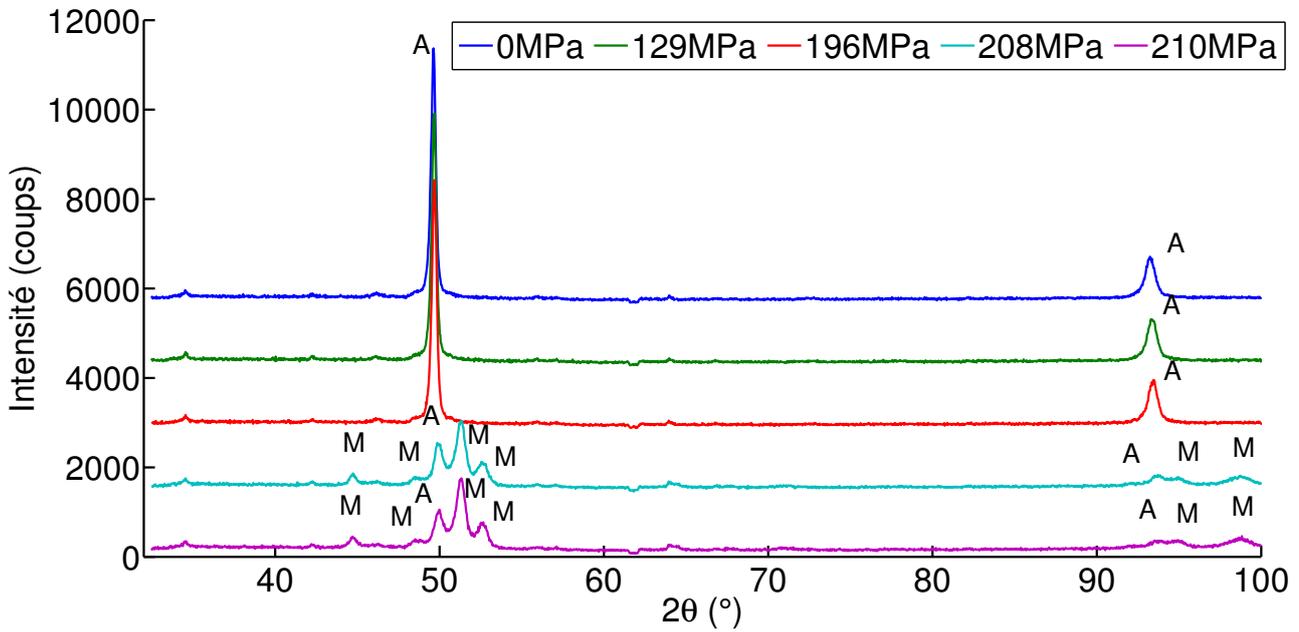


FIGURE 3.38: LotB : évolution des diffractogrammes lors de la charge [Source cobalt : 30kV 30mA $\theta_{\text{faisceau}}=0,5\text{mm}$]

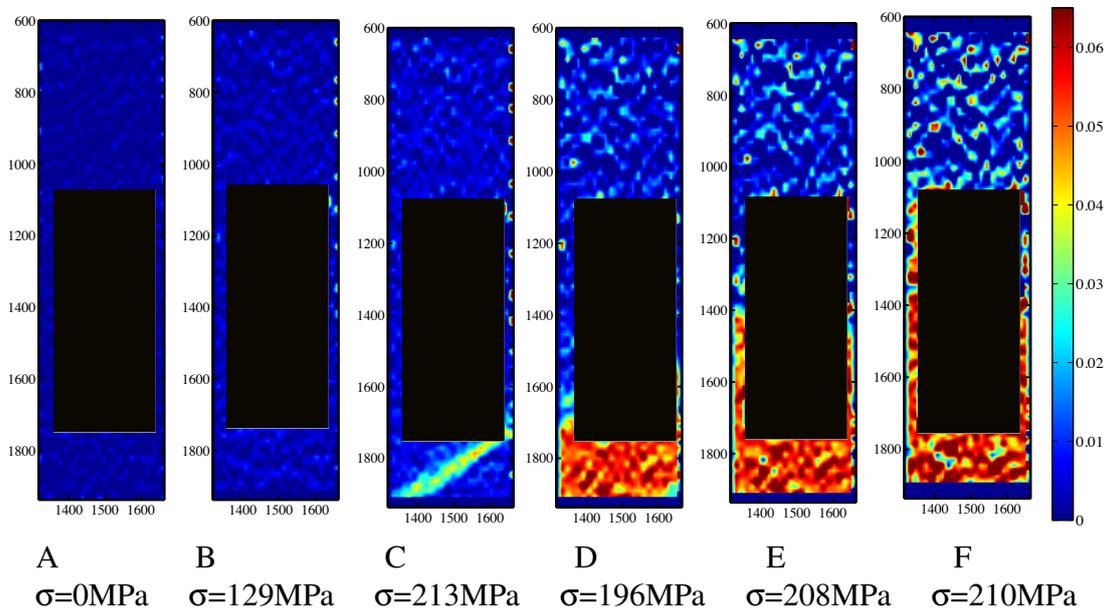


FIGURE 3.39: Champs de déformation ϵ_{11} sur la zone de corrélation représentée en figure 3.36 pendant la charge

Au début de l'essai ($T = 25,6^\circ\text{C}$ et $\sigma = 0 \text{ MPa}$), le NiTi est principalement austéni-

tique. Seuls les plans d'austénite sont détectés par DRX (figure 3.38).

Au point B, le champ de déformation est homogène (figure 3.39). Les plans d'austénite translatent légèrement vers la droite du fait de la traction qu'ils subissent.

Au point C, une bande de localisation apparaît dans la fenêtre de corrélation. Ceci est en accord avec le saut de contrainte observé sur la courbe contrainte - déformation (figure 3.36). Nous n'avons pas effectué de mesure DRX en ce point.

Au point D, la bande de localisation s'élargit. Néanmoins, elle n'a pas encore atteint la zone de mesure DRX. De ce fait, sur le diffractogramme, nous observons toujours les plans d'austénite qui continuent de translater. Nous commençons à détecter des pics de martensite au point D. En effet, la zone de mesure DRX se trouve à présent dans la bande de localisation qui a continué de s'élargir (figure 3.39).

Les pics de martensite évoluent très peu dans cette bande de transformation. Les diffractogrammes au point E et au point F sont quasiment identiques. La bande de transformation continue de s'élargir entre les deux points.

Nous ne remarquons pas l'apparition des pics de phase R dans la mesure DRX.

La transformation n'est cependant pas complète et il subsiste de l'austénite même au sein de la bande de transformation. Cela se traduit par la persistance sur le diffractogramme du pic d'austénite {110}.

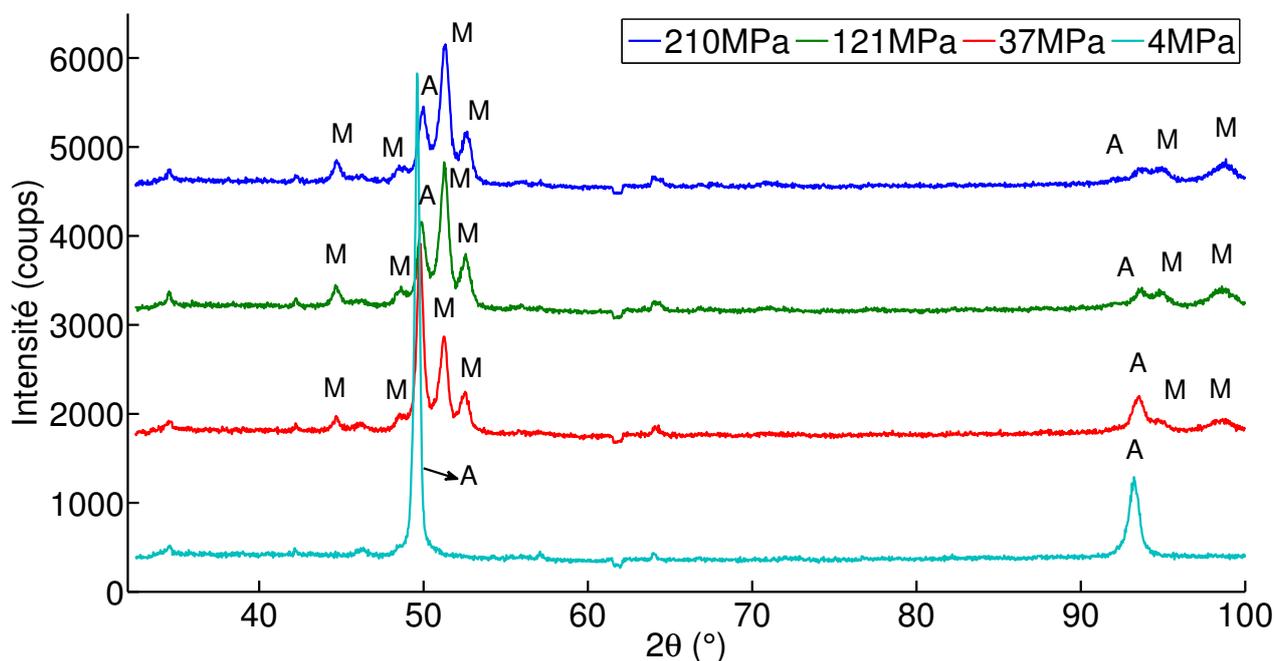


FIGURE 3.40: Lot B : évolution des diffractogrammes lors de la décharge [Source cobalt : 30kV 30mA $\theta_{\text{faisceau}} = 0,5\text{mm}$]

Au début de la décharge (figure 3.40), nous observons bien que l'échantillon est principalement martensitique dans la zone de mesure DRX. Les champs de déformation (fi-

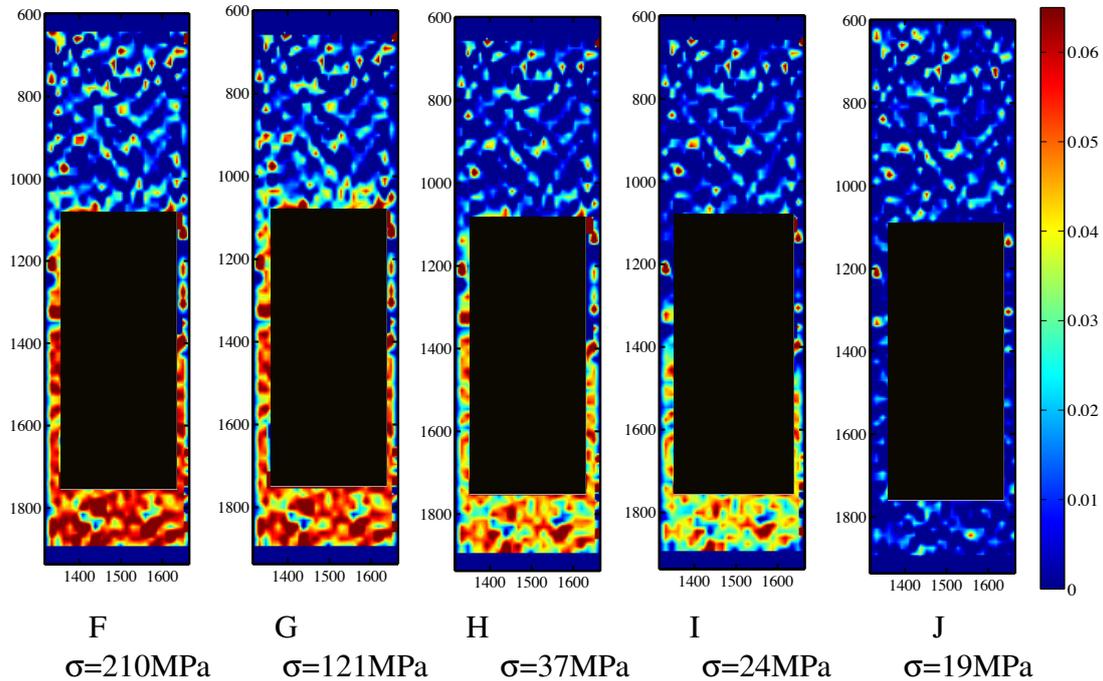


FIGURE 3.41: Champs de déformation ε_{11} sur la zone de corrélation représentée en figure 3.36 pendant la décharge

gure 3.41) et les diffractogrammes (figure 3.40) évoluent à peine entre les points F et G. Au point H, la bande commence à rétrécir et la valeur de déformation diminue dans la bande. En accord avec ce résultat, nous remarquons une diminution de l'intensité des pics de la martensite et une augmentation de l'intensité des pics de l'austénite.

Au point I, la zone de localisation continue de diminuer, ainsi que les valeurs de déformation. Nous n'effectuons pas de mesure DRX en ce point.

Au point J, la bande de transformation a disparu. Seuls les plans d'austénite sont détectés par DRX. L'échantillon redevient donc complètement austénitique dans la zone de mesure DRX. Il subsiste néanmoins des points isolés dans l'échantillon qui présentent un niveau de déformation important. Le comportement est quasi réversible.

3.2.3 Comparaison Essai - Modèle

Nous avons reporté figure 3.43.a la contrainte en fonction de la déformation moyenne au voisinage de la zone de mesure DRX (figure 3.42). En effet, l'absence de mouchetis sur la zone de mesure DRX empêche toute estimation par corrélation d'images. Le masque noir qui délimite la zone sans mouchetis n'est naturellement pas pris en compte pour l'estimation des déformations.

Le comportement en traction est simulé par le modèle unifié en utilisant un pas de contrainte de 10 MPa. Le calcul est isotherme. La température de référence est fixée à la

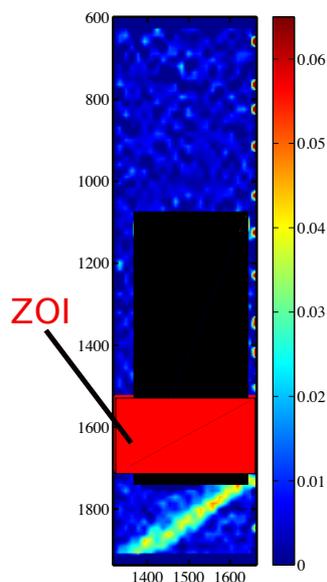


FIGURE 3.42: *LotB* : zone de mesure de la déformation par CIN

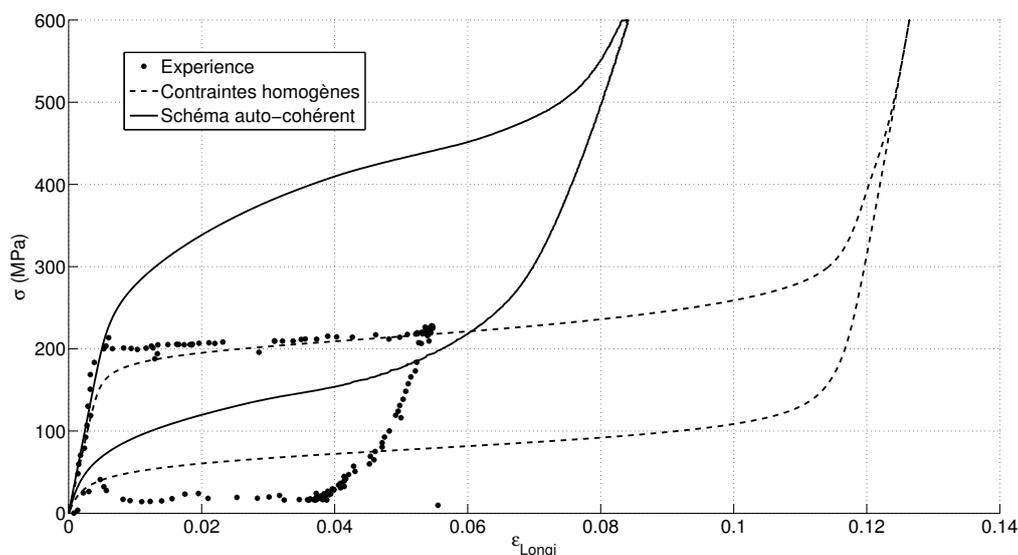
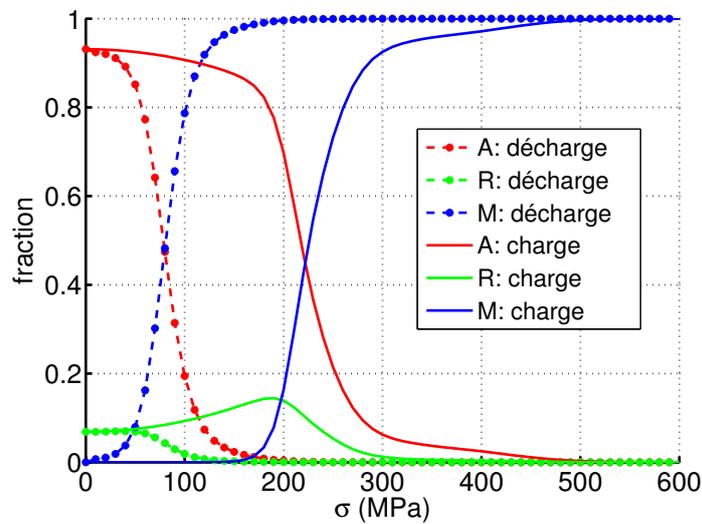


FIGURE 3.43: *LotB* : comparaison des courbes contrainte - déformation estimée par le modèle et mesurée expérimentalement

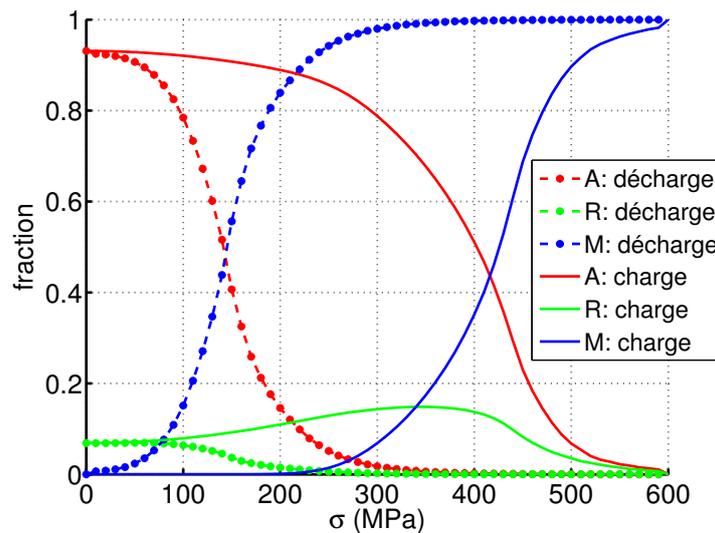
température ambiante au cours de l'essai, soit $T=26^{\circ}\text{C}$. Nous utilisons le VER isotrope transverse de 81 grains déduit des mesures EBSD sur le matériau. Nous avons retranscrit la courbe de comportement simulé en schéma auto-cohérent et en contrainte homogène. La courbe expérimentale est comparée au modèle figure 3.43.

Comme pour le *lotA*, le niveau de contrainte au plateau se situe entre les deux estimations.

Mesure et modélisation du comportement thermo-magnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme



(a)



(b)

FIGURE 3.44: LotB : fractions de phase estimées par le modèle unifié en traction a) contraintes homogènes ; b) schéma auto - cohérent

Des deux approches, la simulation utilisant l'hypothèse de contrainte homogène permet d'obtenir une contrainte plateau néanmoins beaucoup plus proche de l'expérience. La faible dimension des éprouvettes (sollicitant nettement moins de grains par unité de surface que pour le *lotA*) n'y est peut être pas étranger. Les déformations dans le cas de contrainte homogène, très importantes, se rapprochent d'un cas monocristallin (plus de 11%). La déformation à saturation pour le schéma auto - cohérent est plus raisonnable

(environ 8%). Elle reste néanmoins très importante. Sur ce matériau, la valeur maximale mesurée après saturation lors d'un essai de traction est inférieure à 6%. Le modèle néglige les sources d'incompatibilité telles que les joints de grains ou les interfaces entre variantes. La différence entre les niveaux de déformation peut provenir de cette simplification du modèle.

Les évolutions de fractions de phase prédites par le modèle sont reportées figure 3.44. Le modèle prévoit une fraction initiale de phase R de 6%. Cette fraction augmente au début du chargement et atteint 15% en schéma autocohérent et en contrainte homogène. L'évolution des fractions de phase R correspond au "coude" sur la courbe de comportement. La composition en phase R diminue avec l'apparition de la martensite. A saturation, il ne subsiste que de la martensite. Une fraction de martensite de 50% est atteinte pour une valeur de contrainte de 440 MPa en schéma auto - cohérent et 220 MPa en contrainte homogène. On peut remarquer que le comportement à la décharge est superélastique. En fin de simulation, le VER retrouve les fractions initiales d'austénite et de phase R.

Lors des mesures DRX, aucun pic appartenant à la phase R n'a été détecté dans la zone de mesure. D'ailleurs, les courbes expérimentales ne présentent pas le "coude" caractéristique de la nucléation de la phase R. Le modèle prédit un seuil de transformation de l'austénite en phase R plus bas que le seuil réel, ce qui se traduit par une surestimation de la présence de phase R.

3.3 Surfaces seuils de transition en traction-compression biaxiale

3.3.1 Objectifs de la campagne de mesure

Nous souhaitons dans cette partie explorer des cas de chargements biaxiaux proportionnels. Nous utilisons à cette fin la machine biaxiale mini - Astree, décrite dans la partie précédente. Les mesures sont effectuées sur un échantillon en croix dont le schéma est donné figure 3.45.

Nous allons utiliser la corrélation d'images numériques (CIN) afin d'accéder aux champs de déplacements dans la zone utile de l'échantillon 2D. Nous pourrions ainsi comparer les champs de déformations pour des contraintes uniaxiales et pour des contraintes biaxiales. Nous nous servirons alors d'un critère pour définir le seuil de transformation lors des différents cas de chargement. Ce seuil sera confronté à une estimation basée sur des mesures de diffraction des rayons X in situ.

3.3.2 Montage de mesure

La figure 3.46.a montre la machine biaxiale en position d'essai. La zone utile des échantillons 2D est un disque d'épaisseur $300\mu\text{m}$ et de rayon $1,5\text{mm}$ (figure 3.46.b). Nous utilisons lors des essais une commande en déplacement moyen par axe avec un asservissement du point central (dont le déplacement est maintenu nul). Une caméra PCO Edge est utilisée pour la prise d'images CIN. Un mouchetis est appliqué sur l'échantillon avec une bombe. Un éclairage est utilisé pour améliorer le contraste sur la zone de mesure.

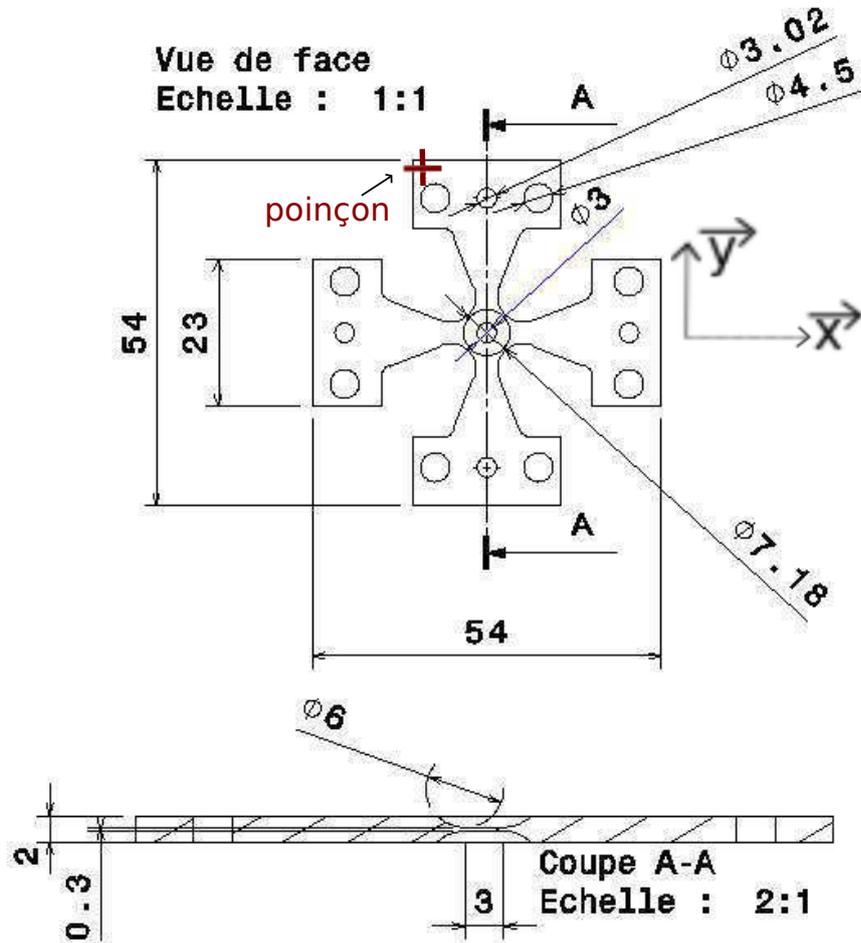


FIGURE 3.45: Échantillons 2D du *lotB* (dimensions en mm) : $\vec{y} // RD$

3.3.3 Choix de la vitesse de sollicitation

Nous avons pu voir que pour les échantillons du *lotA* la transformation induite pendant un essai de traction pouvait s'accompagner d'une élévation de température de l'ordre de 9°C (voir annexe E).

Notre objectif est de travailler avec des variations de température inférieures à 1°C lors des sollicitations mécaniques biaxiales sur les échantillons du *lotB*. Nous avons effectué dans ce but des essais de traction préalables, utilisant une machine uniaxiale asservie en déplacement, en mesurant la température à l'aide d'une caméra IR pour plusieurs choix de vitesses de sollicitation. Les mesures sont effectuées sur un échantillon 2D à la température ambiante ($T = 28,5^{\circ}\text{C}$). Durant la charge, pour une vitesse $v=0,001\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$, la température dans la zone utile évolue de moins de 1°C pendant la transformation pour une déformation longitudinale maximale $\epsilon_{xx} = 6,01\%$. Le détail de cette mesure est présenté

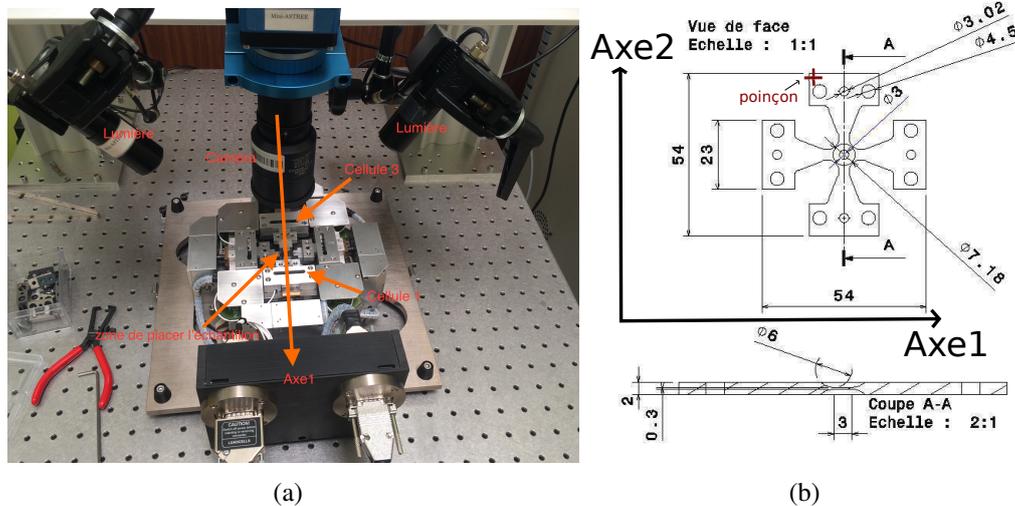


FIGURE 3.46: a) Montage mini - Astree + Caméra ; b) échantillon 2D

en annexe E.

Avec la même température ambiante ($T=28,5^{\circ}\text{C}$) et une vitesse 10 fois plus importante ($v=0,01\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$), la température de la zone utile évolue de moins de $1,5^{\circ}\text{C}$ pour une déformation longitudinale maximale $\varepsilon_{xx} = 7,1\%$.

A cette même vitesse de sollicitation, un échantillon 1D soumis à un essai de traction voit sa température augmenter d'une valeur inférieure durant la transformation martensitique. En effet, les échantillons 1D présentent une surface d'échange plus importante.

L'ensemble des mesures présentées par la suite seront effectuées à des vitesses de sollicitation de l'ordre de $v=0,001\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

3.3.4 Détermination des seuils de transformation par un offset de déformation équivalente

3.3.4.1 Estimation de la contrainte dans la zone utile Les données accessibles lors des mesures multiaxiales sont les valeurs d'effort et de déplacement des vérins, ainsi que la déformation dans la zone utile mesurée par CIN. L'échantillon présente une complexité de forme et des changements d'épaisseur. Nous ne pouvons pas déduire directement la contrainte dans la zone utile à partir des données d'efforts sur les vérins. Par contre, nous connaissons la géométrie de l'échantillon et les paramètres du comportement élastique linéaire (module d'Young, coefficient de Poisson). Nous pouvons utiliser ces informations dans le logiciel de calcul éléments finis *Abaqus* afin de prédire la valeur de contrainte dans la zone utile à partir d'un calcul élastique (annexe B). Nous avons ainsi pu définir une matrice de passage (Eq(3.1)) qui donne les contraintes moyennes (en MPa) dans la zone utile en fonction des forces moyennes appliquées (en Newton). Cette estimation a été vérifiée lors d'un chargement uniaxial.

Les contraintes estimées ne sont valables que dans un cadre d'élasticité linéaire. Elles sont

caduques quand apparaît la non linéarité induite par la transformation martensitique.

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} m_1 & m_2 \\ m_2 & m_1 \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} F_1 \\ F_2 \end{pmatrix} \quad m_1 = 0,3443\text{mm}^{-2} \quad m_2 = -0,1436\text{mm}^{-2} \quad (3.1)$$

3.3.4.2 Critères de seuil Le critère de définition du seuil se présente sous la forme d'un offset par rapport à la déformation équivalente de Levy - Mises (figure 3.47.b). La déformation équivalente de Levy - Mises est calculée à partir des champs de déformation mesurés par CIN. On s'intéresse à la valeur moyenne sur la zone d'intérêt (figure 3.47.a) qui est inscrite dans la zone utile de l'échantillon. Nous ferons les estimations de seuils en considérant des valeurs d'offset entre 1.10^{-4} et 5.10^{-4} .

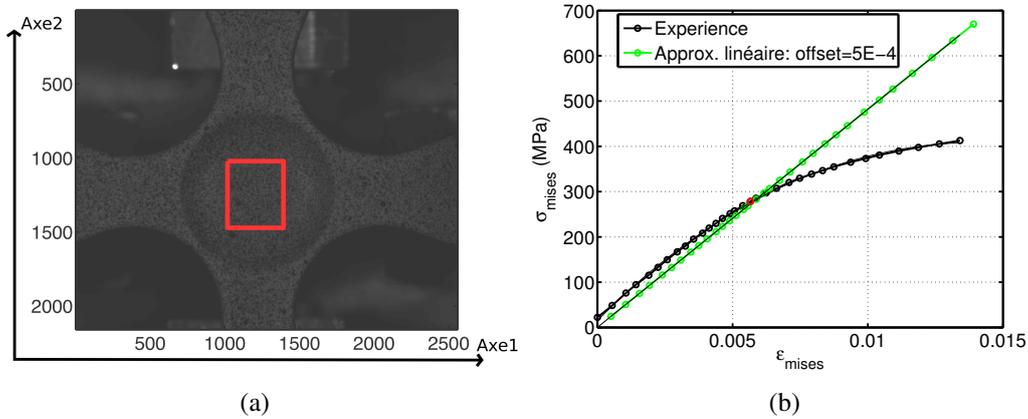


FIGURE 3.47: a) Échantillon 2D avec zone de corrélation (rectangle rouge) [$1\text{pixel} = 6,78\mu\text{m}$]; b) détermination du seuil par un offset de la déformation équivalente de Levy - Mises

3.3.4.3 Trajets de chargement L'éprouvette 2D a été dimensionnée pour faire des chargements dans tout l'espace des contraintes biaxiales jusqu'à $\pm 2\text{kN}$ sans flamber. Les trajets effectués sont visibles sur la figure 3.48. Afin d'éviter une sollicitation trop importante et l'accumulation de déformations résiduelles, nous essayons de ne pas mener les essais trop au delà du seuil de transformation. A cette fin, l'essai est arrêté manuellement quand l'opérateur détecte une non linéarité sur les courbes effort - déplacement. La température ambiante en début d'essai est de $T = 27^\circ\text{C}$. La vitesse de sollicitation est de l'ordre de $v=0,001\text{mm.s}^{-1}$.

Toutes les mesures sont effectuées sur le même échantillon à la suite, la même journée, et dans l'ordre des numéros indiqués figures 3.48 et 3.49.

Les détails du chargement (évolution de la déformation moyenne de Levy - Mises en fonction de l'effort sur chaque axe) sont représentés sur la figure 3.50 pour certains chargements. Chaque point correspond à une image CIN.

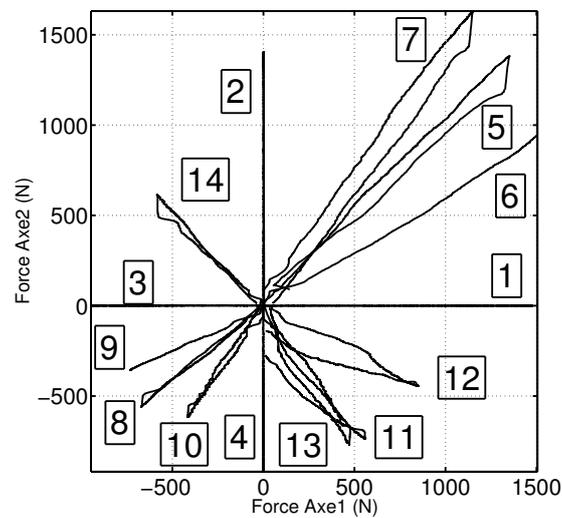


FIGURE 3.48: Chargements 2D en efforts

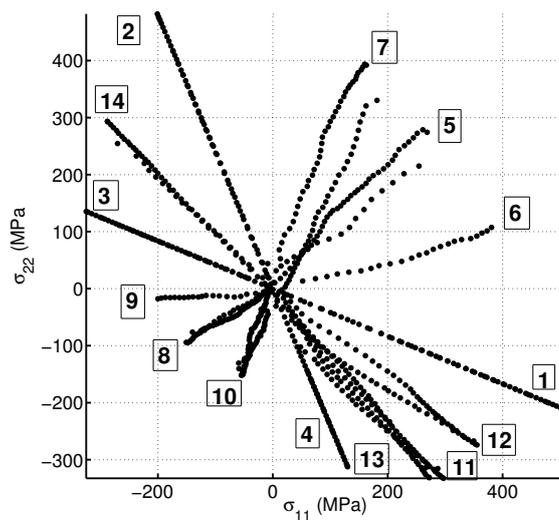


FIGURE 3.49: Chargements 2D en contraintes

3.3.4.4 Anisotropie du matériau Nous avons mesuré le comportement suivant les deux axes des éprouvettes 2D. Pour cela, nous avons effectué le même essai (chargement 2 - figure 3.50.a) sur l'échantillon 2D en le positionnant à 0° (Axe 1) et 90° (Axe 2). Le chargement a d'abord été appliqué suivant l'axe 2. Les résultats montrent un comportement élastique similaire (figure 3.51.a). Néanmoins, la pente de transformation martensitique est plus importante sur l'axe 2. Nous avons comparé ces mesures aux estimations du modèle en schéma auto-cohérent et en contrainte homogène (figure 3.51.b). Le calcul

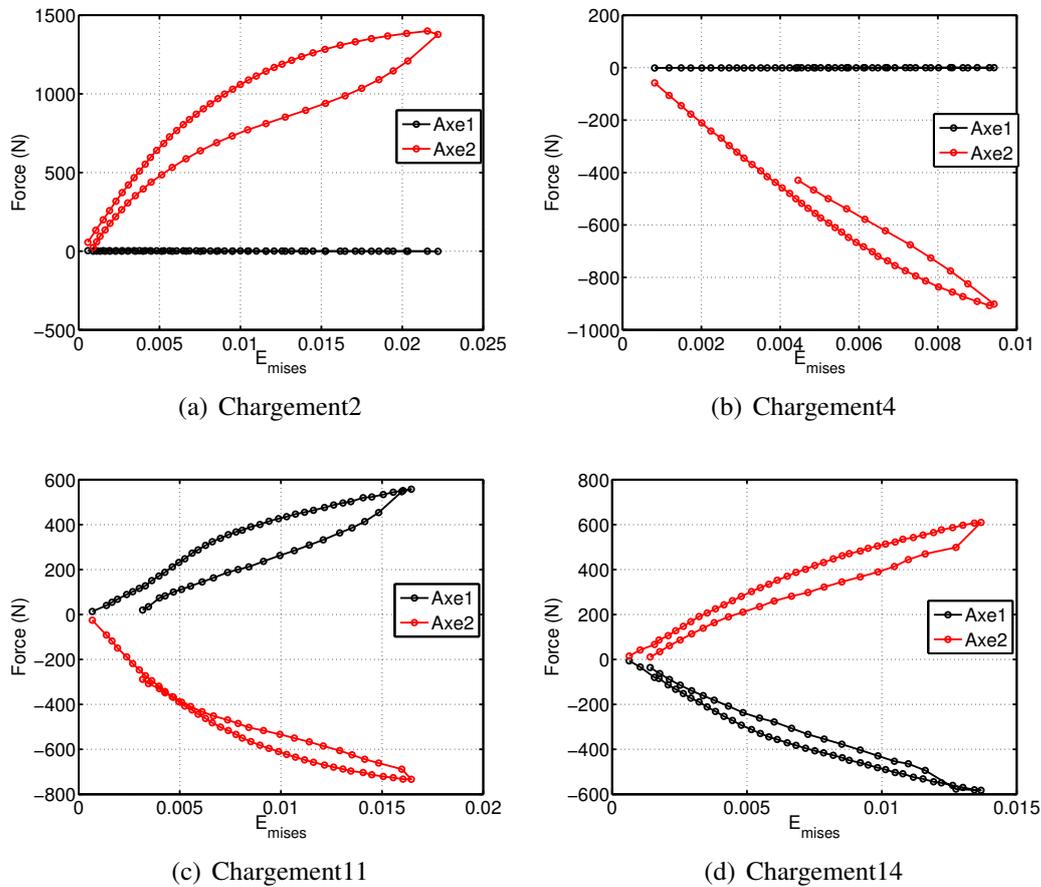


FIGURE 3.50: Efforts appliqués en fonction de la déformation équivalente de von Mises

est isotherme et est effectué sur le VER de 81 grains utilisé précédemment. La température de simulation est $T=26^{\circ}\text{C}$ avec un pas de contrainte de 1 MPa. La prise en compte de la texture mesurée par EBSD suffit pour constater une légère différence du comportement suivant les deux axes de l'échantillon (figure 3.51.b). L'estimation auto-cohérente semble plus en accord avec l'expérience que l'estimation en contrainte homogène.

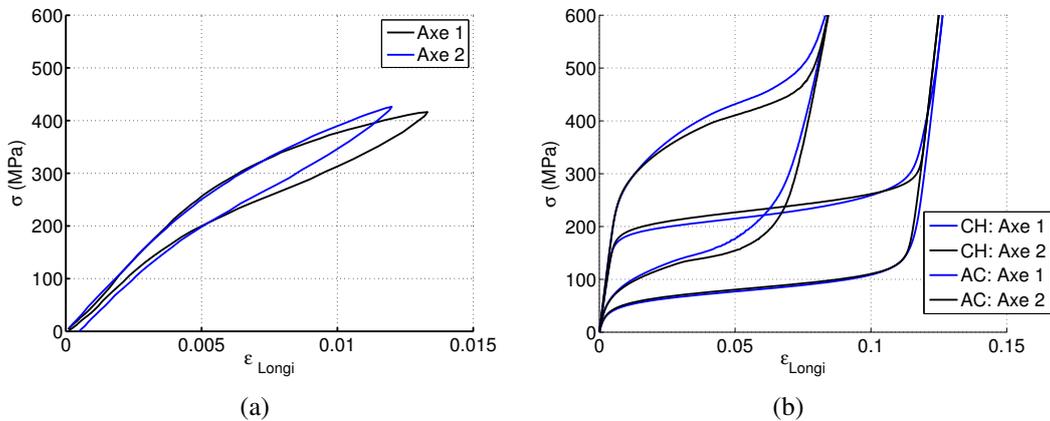


FIGURE 3.51: a) Courbes Effort - Déformation équivalente de Levy - Mises : traction sur une éprouvette 2D ; b) courbe Contrainte - déformation longitudinale de traction : Estimation du modèle

3.3.4.5 Répétabilité Il est très important de vérifier que les mesures faites sont répétables. En effet, l'histoire du chargement pourrait influencer le résultat.

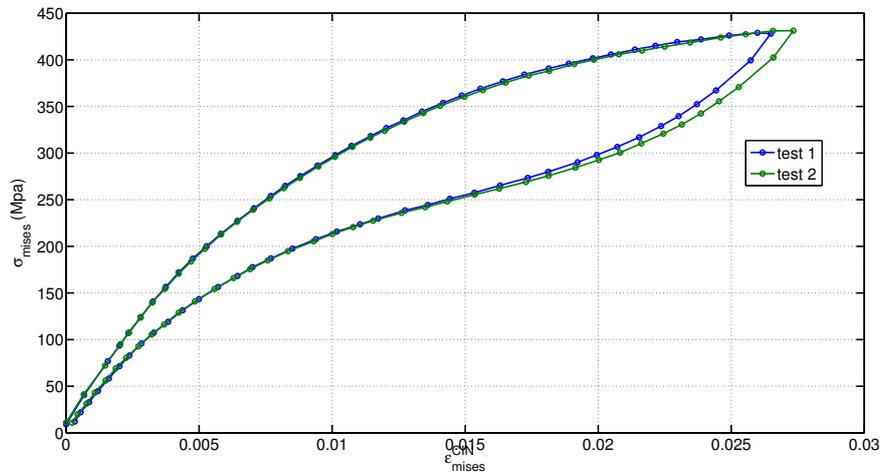
Nous avons répété le même essai deux fois d'affilée (chargement 14 - figure 3.50.d) pendant une deuxième journée de mesure sur le même échantillon. Il s'agit du même échantillon que celui utilisé pour la première série de trajets de chargement. La température ambiante pour ces essais est de $T=25,9^{\circ}\text{C}$.

Les 2 mesures correspondant au chargement 14 donnent des résultats similaires reportés figure 3.52.

3.3.4.6 Prise en compte des déformations résiduelles Toutes les mesures sont effectuées sur le même échantillon à la suite sur la même journée. Nous avons accès aux états de déformations à la fin de chaque chargement grâce à la mesure de corrélation. Ainsi entre deux essais, l'échantillon accumule une déformation qui peut accélérer ou retarder l'apparition de la transformation lors du chargement suivant. Les mesures de ces déformations par corrélation d'images ont montré qu'elles étaient du même ordre de grandeur que les offsets de déformation recherchés (figure 3.53). Ceci confirme l'importance de leur prise en compte.

3.3.4.7 Surfaces seuils de bitraction - bicompression Les seuils sont définis par rapport à un offset. Les valeurs d'offset prises en compte sont de 1.10^{-4} , 2.10^{-4} et 5.10^{-4} . Le critère utilisé est un critère de perte de linéarité décrit plus haut (figure 3.47). Les seuils expérimentaux mesurés sont présentés en figure 3.54.

Sur certains trajets, seul un seuil correspondant à un offset de 1.10^{-4} a pu être défini. Cela correspond aux essais arrêtés très proches de la perte de linéarité. Nous avons représenté en vert les seuils correspondant aux essais de répétabilité pour



(a) Chargement 14

FIGURE 3.52: Comparaison de 2 tests d'affilée avec le chargement 14

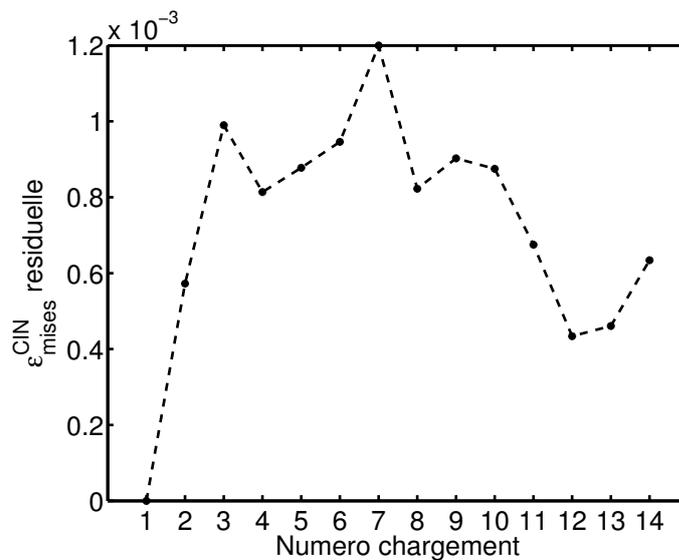


FIGURE 3.53: Déformations résiduelles au cours de la campagne

un offset de 1.10^{-4} . Ces derniers ont été mesurés lors d'une deuxième journée où la température ambiante était de $25,9^{\circ}\text{C}$ (contre 27°C pour les premières mesures). Ces tests de répétabilité sont très satisfaisants.

Les seuils mesurés sont plus importants en traction qu'en compression. Ce résultat est en contradiction avec les résultats de la littérature par exemple pour le chargement de traction / compression. Le seuil en compression d'un NiTi classique sans texture particulière est supérieur en valeur absolue au seuil en traction. Sur le 4ème quadrant, les deux mesures

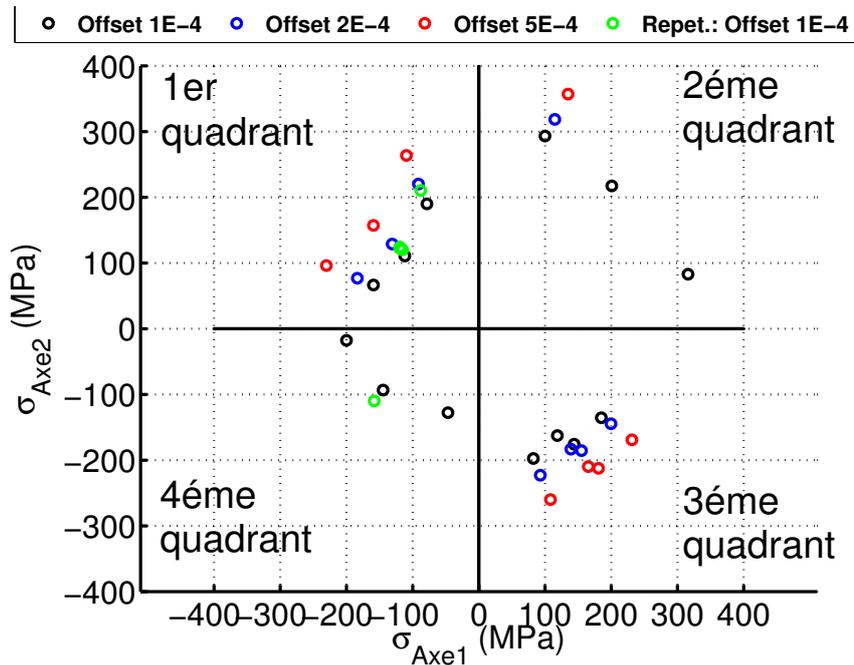


FIGURE 3.54: Seuils de bitraction - bicompensation définis pour 3 offsets de la déformation équivalente de von Mises [en vert : tests de répétabilité]

en compression uniaxiale (suivant l'axe 1 et l'axe 2) sont par ailleurs différentes.

3.3.5 Comparaison Essai - Modèle

Le modèle unifié a été appliqué au VER de 81 grains caractéristique de la texture isotrope transverse du lot B. Les paramètres identifiés préalablement pour ce lot ont été utilisés. Les calculs sont isothermes. Le pas de contrainte est de 5 MPa. Nous avons simulé des trajets proportionnels en bitraction - bicompensation. Les résultats de simulation en contrainte homogène pour une température $T = 27^\circ\text{C}$ sont reportés figure 3.55. Les figures 3.55.a, b et c montrent l'évolution des fractions de phase dans l'espace des contraintes. La figure 3.55.d reporte une cartographie des isovaleurs de déformation de Levy - Mises associées.

Le modèle prédit une présence importante de phase R en compression et en bitraction pour le lot B. Cette phase R, qui apparaît en précurseur de la martensite, donne une allure particulière aux surfaces seuils de l'austénite. De fait, cette surface seuil a la forme d'une poire inversée pour des niveaux de déformation entre 0,1% et 0,5%. Et cette poire s'inverse à des niveaux de déformation plus importants.

Il est ainsi intéressant de constater que le seuil en déformation n'est pas toujours lié aux mêmes transformations de phase : en traction, le seuil trouvé correspond à une transformation austénite - martensite. Ce résultat est confirmé par les mesures DRX réalisées lors des essais de traction préalables. En bitraction en revanche, le seuil correspondrait a priori à une transformation de l'austénite en phase R. L'existence d'un système à 3 phases

conduit ainsi à ce qu'un critère de perte de linéarité ne corresponde pas nécessairement à un critère en quantité d'une phase considérée.

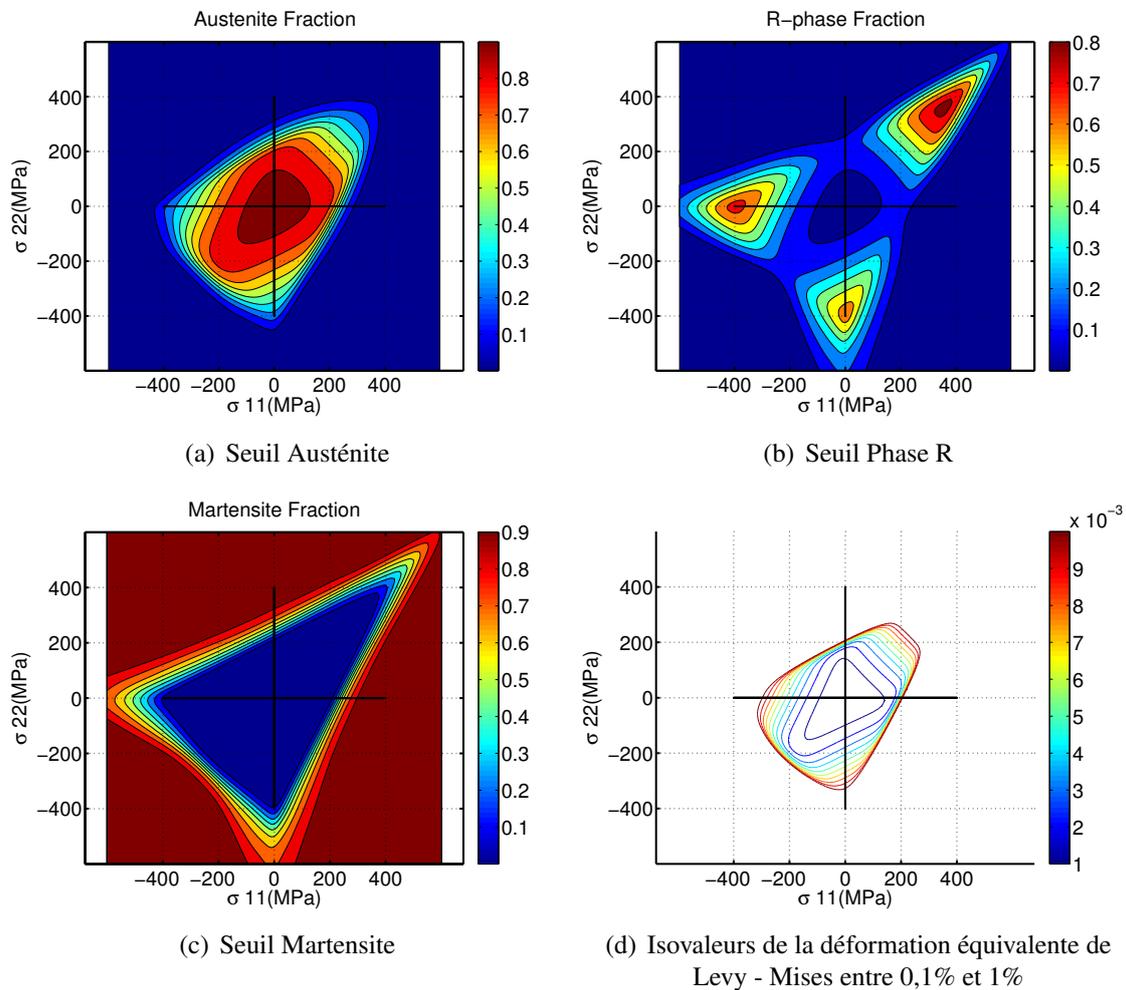


FIGURE 3.55: Seuils de bitraction - bicompression : résultats de simulation en contrainte homogène pour le *lotB* à $T = 27^{\circ}\text{C}$

Nous comparons figure 3.56 les seuils calculés en contrainte homogène et en schéma auto-cohérent. Les deux surfaces semblent relativement homothétiques. On constate que le schéma auto-cohérent prédit des seuils en contrainte plus élevés à même niveau de déformation équivalente. Le seuil de contrainte en traction suivant l'axe 1 déterminé pour 1% de déformation vaut environ 200 MPa en contrainte homogène et 320 MPa avec le schéma auto-cohérent. Cette valeur de seuil a été par ailleurs mesurée expérimentalement au cours d'une traction uniaxiale du même matériau et estimée à 220 MPa. L'approche en contrainte homogène semble ainsi donner des résultats plus proches des expériences que l'approche auto-cohérente (pour le paramètre en question).

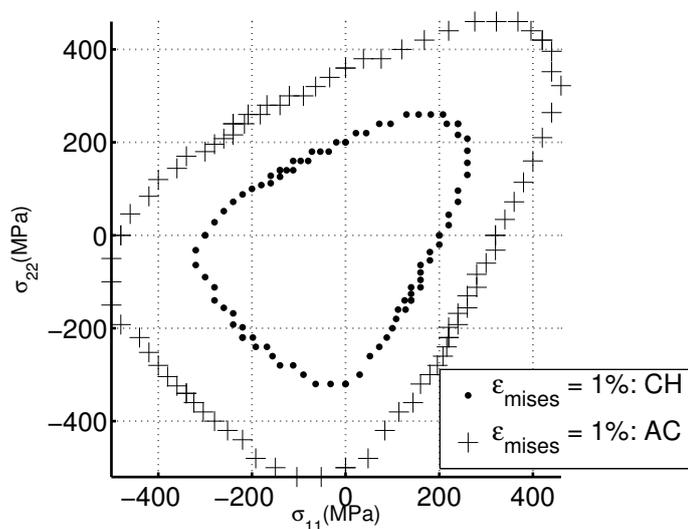


FIGURE 3.56: Comparaison des isovalues de déformation équivalente de Levy - Mises à 1% en contrainte homogène (CH) et en schéma auto-cohérent (AC) [T = 27°C ; pas de contrainte = 20 MPa]

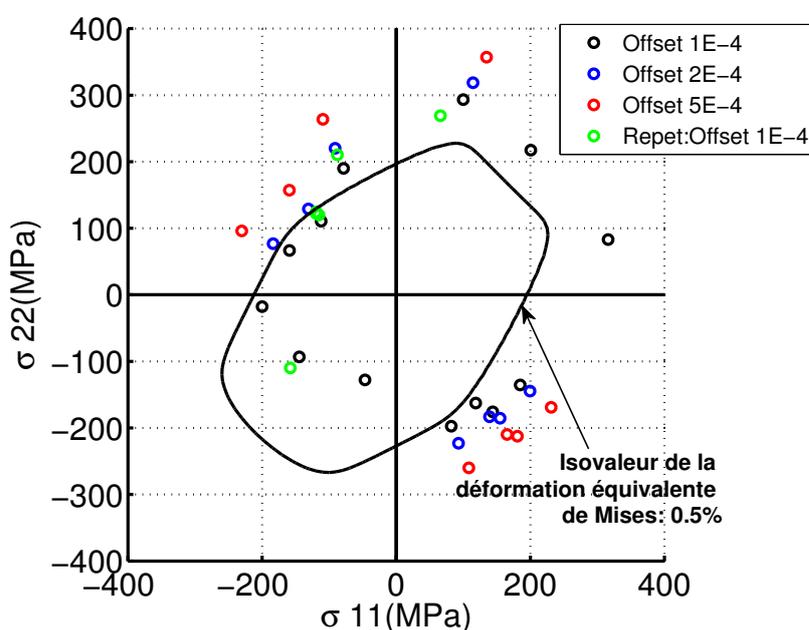


FIGURE 3.57: Comparaison seuils expérimentaux / isovalues de simulations sans prise en compte de contraintes résiduelles ; b) avec des contraintes résiduelles de traction [Centre (0 MPa ; 0 MPa)] [T = 27°C]

La figure 3.57 permet de comparer la surface seuil obtenue par simulation utilisant un critère en déformation de Levy-Mises fixé à 0,5% (en contraintes homogènes) aux résultats expérimentaux mesurés par corrélation d'images numériques.

Même si les formes globales semblent correspondre, on constate un décalage manifeste relatif des centres des surfaces de charge.

La présence d'un état de contraintes résiduelles pourrait expliquer ce décalage. Revenons ainsi sur le procédé d'obtention des éprouvettes. Celles-ci sont issues d'un brut de 2mm d'épaisseur, lui-même obtenu par forgeage et laminage d'un barreau de 1 pouce d'épaisseur. L'amincissement au centre (épaisseur de $300\ \mu m$) est obtenu par fraisage (figure 3.58.a). La forme générale est ensuite réalisée par électroérosion (figure 3.58.b). Une procédure identique est employée pour les éprouvettes de traction (figure 3.59).

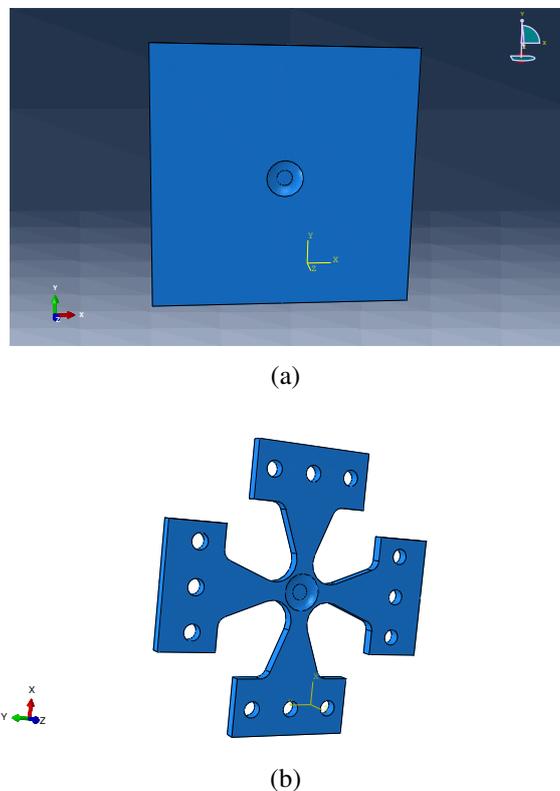


FIGURE 3.58: a) Plaque après amincissement ; b) échantillon 2D après découpe finale

Une fois découpées, les éprouvettes subissent un traitement thermique leur permettant d'acquérir un comportement superélastique (traitement en bain de sel à $480^{\circ}C$ pendant 2 minutes). Le procédé de fabrication s'achève par une étape de polissage électrolytique. Le procédé utilisé est donc tel que la zone centrale des éprouvettes biaxiales reste confinée même après la découpe finale, à la différence des éprouvettes uniaxiales où la géométrie est ouverte. Il n'est ainsi pas exclu de supposer que les contraintes issues du procédé de fraisage en particulier restent présentes au cœur de la zone utile de l'éprouvette biaxiale

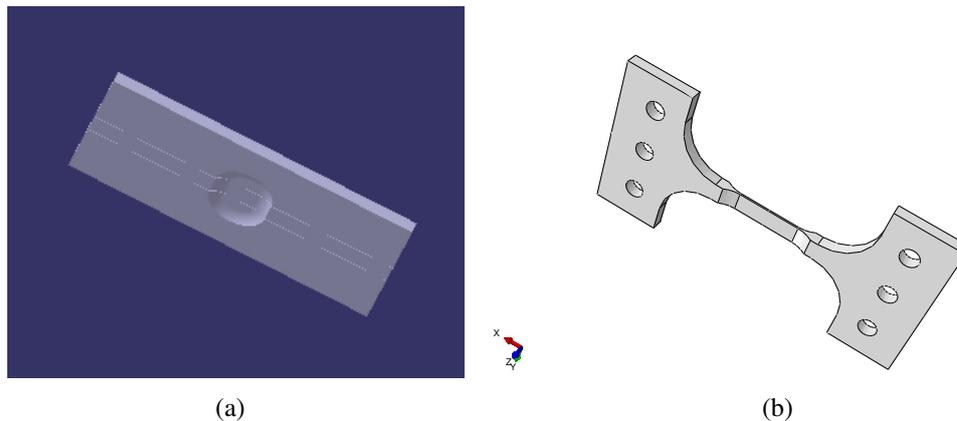


FIGURE 3.59: a) Plaque après amincissement ; b) échantillon 1D après découpe finale

malgré le traitement thermique.

La comparaison des mesures RX de référence réalisées sur les deux types d'éprouvettes semble confirmer cette hypothèse. La figure 3.60 permet ainsi de comparer le pics {110} d'austénite obtenus dans les deux cas (même profondeur, même source, même temps de comptage). Le pic {110} mesuré pour l'éprouvette biaxiale est clairement décalé vers les plus grands angles θ et sa corde à mi - hauteur est nettement plus large que pour l'éprouvette uniaxiale. Le décalage aux grands angles est symptomatique de l'existence de contraintes de traction (traction biaxiale). Il ne s'agit cependant que d'une information de surface.

Nous nous sommes alors permis une correction manuelle en supposant un état de contrainte résiduelle homogène de traction biaxiale dans la zone de mesure. La figure 3.61 illustre le propos : on constate que le choix d'un couple ($\sigma_{11} = 80$ MPa, $\sigma_{22} = 40$ MPa) permet de faire correspondre approximativement les seuils expérimentaux et numériques. Ces valeurs ne sont pas excessives et cohérentes avec le décalage de pic de diffraction observé.

3.3.6 Surfaces seuils pour un VER isotrope

Nous avons simulé le comportement en bitraction - bicompression d'un VER isotrope de 549 grains en utilisant les paramètres définis pour le *lotB*. Le calcul isotherme, en contrainte homogène, est réalisé à température fixée de 27°C et utilise un pas de contrainte de 5 MPa. La figure de pôles $\langle 111 \rangle$ discrète associée au VER utilisé pour le calcul est reportée figure 3.62.d.

Les résultats de simulation sont présentés figure 3.62.a, b et c. Nous retrouvons cette présence importante de la phase R en compression et en bitraction pour ce VER isotrope. La forme particulière des seuils ne serait ainsi pas un effet de la texture du matériau. Elle semble plutôt liée au paramètre A trop faible provoquant une proximité trop importante des transformations austénite \rightarrow phase R et phase R \rightarrow martensite (problème déjà évoqué

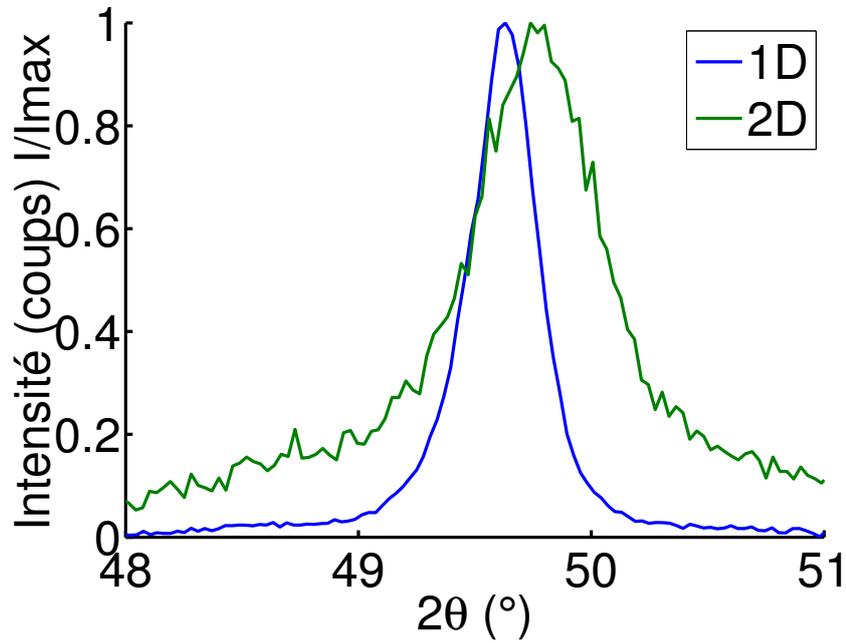


FIGURE 3.60: Comparaison du pic d'austénite {110} pour les échantillons 1D et 2D

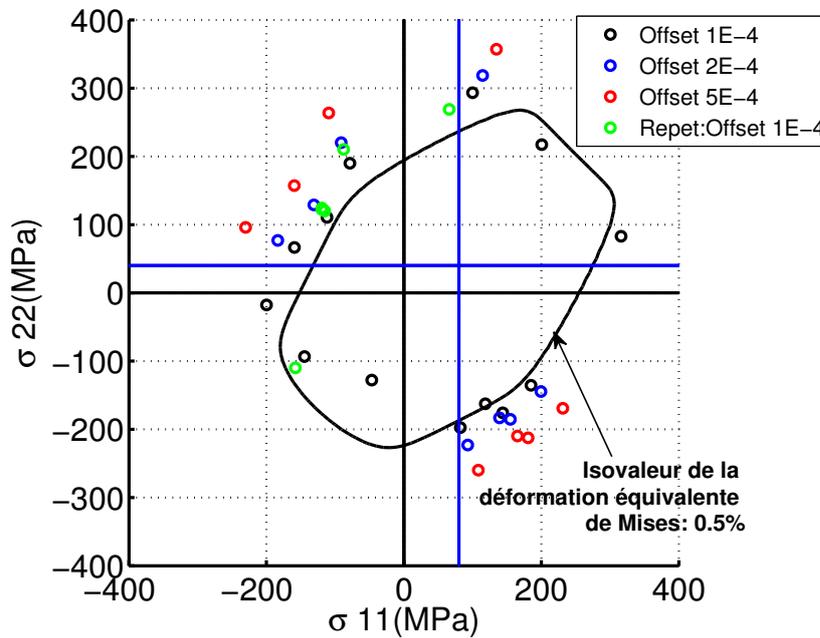


FIGURE 3.61: Comparaison seuils expérimentaux / isovaleurs de simulations avec des contraintes résiduelles de traction [Centre (+80 MPa ; +40 MPa)] [T = 27°C]

dans les paragraphes précédents).

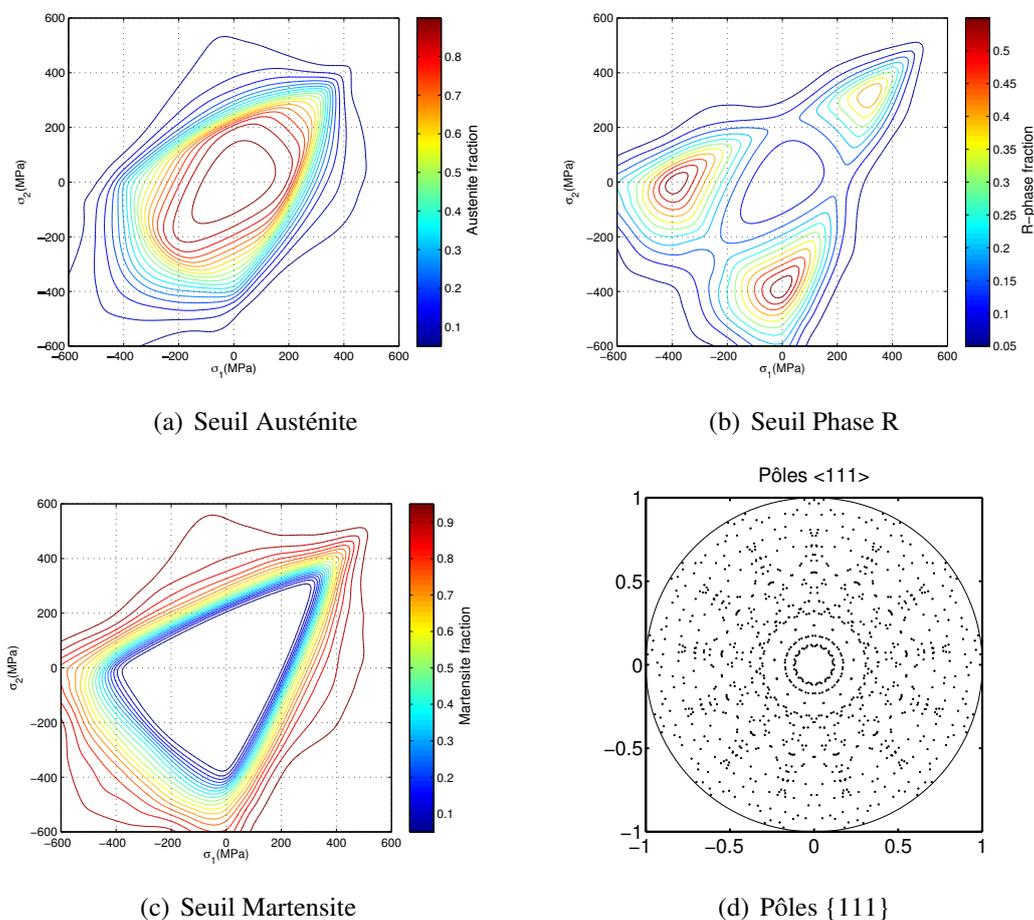


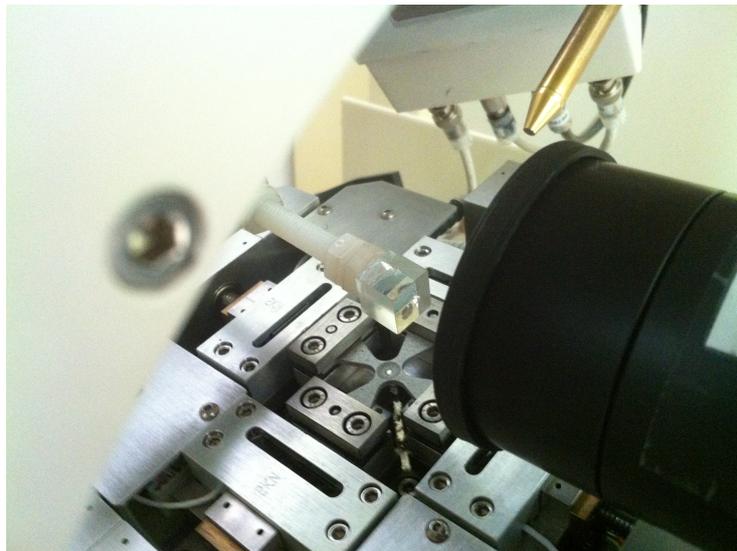
FIGURE 3.62: Seuils de bitraction - bicompression : résultats de simulation pour un VER isotrope de 546 grains

3.3.7 Suivi de la transformation par diffraction des rayons X in - situ

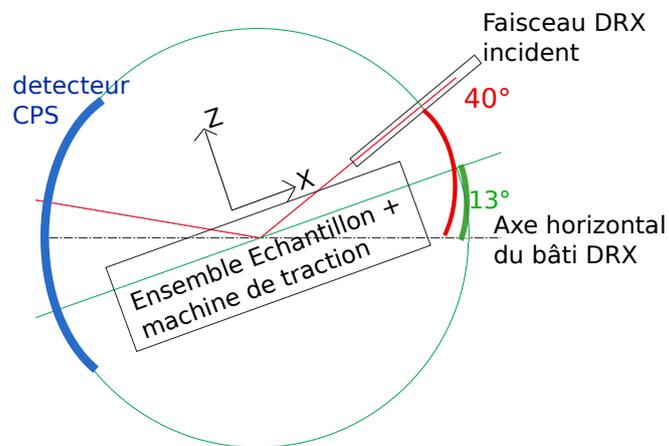
3.3.7.1 Objectif Le critère de perte de linéarité est un critère questionnable. Il ne permet pas de savoir quelle phase est créée. De plus, la perte de linéarité peut venir d'autres éléments de l'échantillon. En effet, si la transformation s'initie dans les bras par exemple, nous nous retrouvons dans un cas de chargement bien plus complexe que prévu. Le suivi par DRX des phases produites dans la zone utile de l'éprouvette biaxiale est donc pertinent à plusieurs titres. Les variations attendues sont cependant faibles compte tenu du fait que le critère d'arrêt du chargement est un début de non - linéarité.

3.3.7.2 Montage utilisé Le montage utilisé (figure 3.63) est similaire à celui utilisé pour la mesure de traction in - situ sur les échantillons 1D. La machine multiaxiale munie de l'échantillon est placée sous la DRX. Un cube au dessus de l'échantillon permet de

renvoyer l'image sur une caméra PCO Edge pour la CIN. Une partie de la zone utile est mouchetée pour la corrélation d'images. Une partie est néanmoins laissée sans mouchetis pour ne pas perturber la mesure RX. Afin d'éviter une occultation du détecteur courbe CPS sur la plage de mesure $2\theta = [40^\circ; 50^\circ]$, l'ensemble mini - Astree + échantillon est positionné avec une inclinaison de 13° (figure 3.63.b).



(a)



(b)

FIGURE 3.63: a) Montage pour la mesure in situ : utilisation d'un cube pour l'obtention de l'image de corrélation ; b) positionnement de la machine sur le bâti de la DRX

3.3.7.3 Trajets de chargement Dans cette partie, nous explorons quelques uns des chargements reportés dans la partie précédente (chargements 2,4 et 9). Nous avons également rajouté 3 autres trajets de chargements (chargements 15,16 et 17) (voir figure 3.64).

Mesure et modélisation du comportement thermo-magnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme

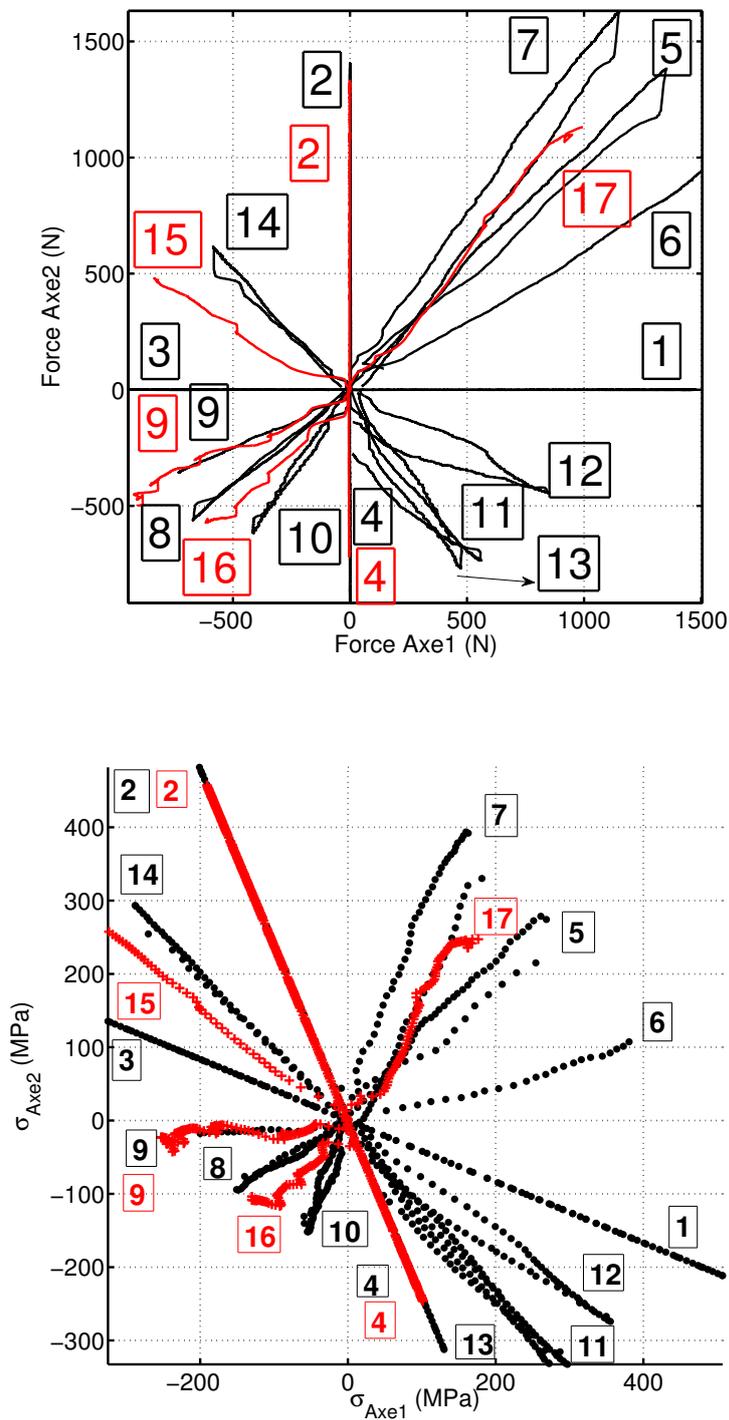


FIGURE 3.64: Trajets de chargements 2D précédents (en noir) et trajets de chargements avec mesures RX in situ (en rouge)

Les mesures sont assez longues. En effet, nous devons pour chaque valeur de mesure DRX attendre que le matériau ait relaxé et que la température se stabilise. Alors seulement, nous faisons une mesure DRX. Celle-ci dure 5 min. Les mesures sont effectuées sur le même échantillon que les premières mesures (chargements en noir). Les mesures DRX ont été effectuées dans l'ordre suivant : chargement 17 ; chargement 9 ; chargement 16 ; chargement 15 ; chargement 4 et chargement 2. Par ailleurs, les mesures ayant été effectuées sur une même journée dans une pièce sans régulation thermique, la température de la pièce a évolué pendant les mesures (+3°C environ entre la première et la dernière mesure). Nous avons relevé la température pour chaque essai.

3.3.7.4 Analyse DRX Une évolution des pics de diffraction est caractéristique de deux choses. D'une part, du fait de la déformation qui leur est imposée, les angles de Bragg des pics d'austénite ont tendance à changer (augmentant ou diminuant en fonction de l'état de contrainte). D'autre part, l'apparition de phase R ou de martensite se traduit par une diminution de l'intensité du pic d'austénite de départ. Si nous continuons le chargement au delà du seuil, les pics de la nouvelle phase apparaîtront. En dessous de 1% de fraction volumique, une phase sera cependant difficilement détectable. Sa nature (phase R, martensite) ne pourra être déterminée.

Les figures 3.65 et 3.66 regroupent une partie des résultats obtenus : zoom sur le pic de diffraction $\{1\ 1\ 0\}$ de l'austénite, histoire du chargement et évolution de ce pic en fonction du chargement. Seul le pic principal d'austénite est identifié car nous avons constaté qu'aucun pic caractéristique d'aucune autre phase n'apparaît de manière significative au cours des essais. Globalement, nous constatons effectivement un déplacement des pics qu'on peut attribuer aux déformations élastiques du réseau. Il est intéressant de remarquer que les changements importants du pic principal d'austénite (augmentation ou diminution de l'intensité) correspondent systématiquement aux seuils détectés en corrélation d'image (cette remarque concerne en particulier les trajets 2, 4 et 9 qui ont été effectués avec un suivi par CIN puis un suivi par DRX).

Faute de temps, il n'a pas été possible de réaliser des mesures DRX au cours d'un essai pseudoélastique multiaxial de plus forte amplitude, ou de comparer chargement proportionnel et non - proportionnel dans ce cadre et avec ce type de suivi.

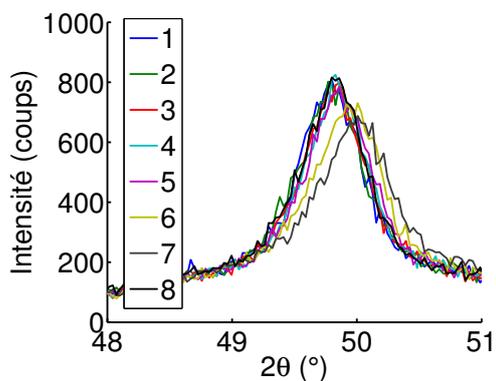
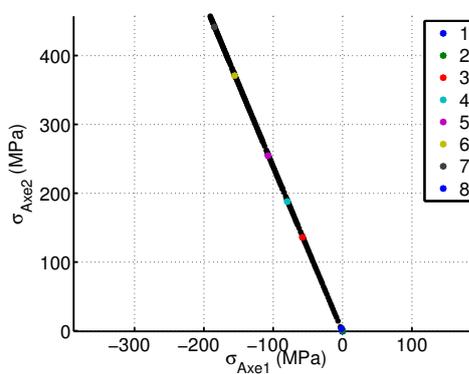
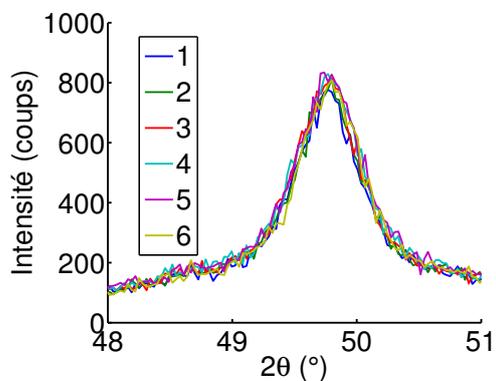
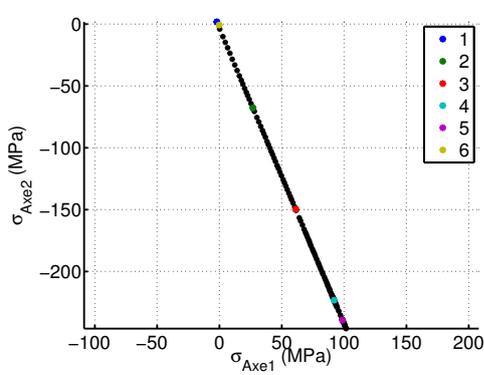
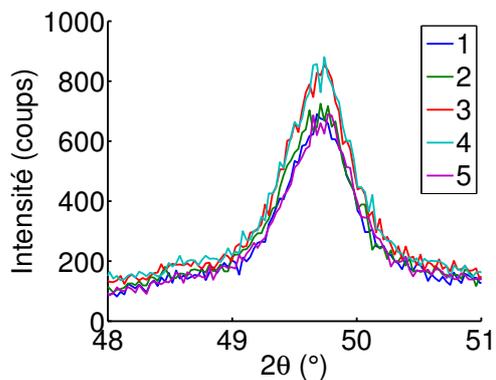
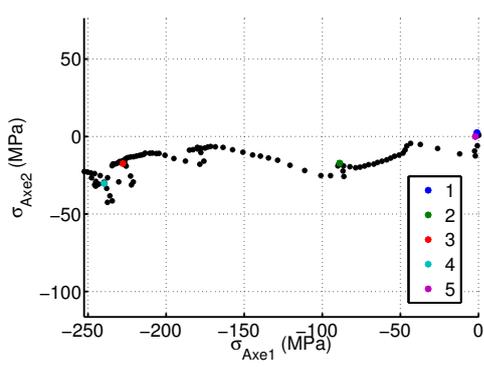
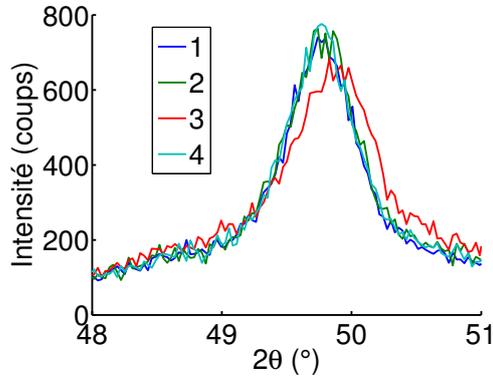
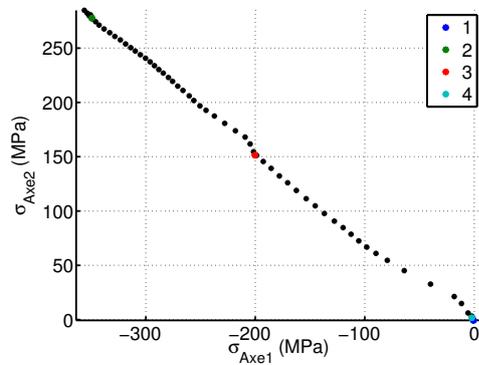
(a) Chargement2 : $T=28.6^\circ\text{C}$ (b) Chargement2 : $T=28.6^\circ\text{C}$ (c) Chargement4 : $T=29.3^\circ\text{C}$ (d) Chargement4 : $T=29.3^\circ\text{C}$ (e) Chargement9 : $T=25.7^\circ\text{C}$ (f) Chargement9 : $T=25.7^\circ\text{C}$

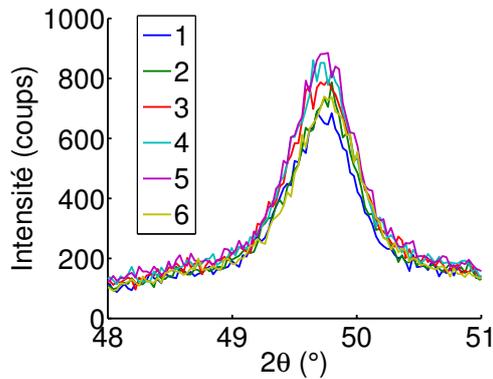
FIGURE 3.65: Évolutions du pic A110 lors des mesures DRX in situ



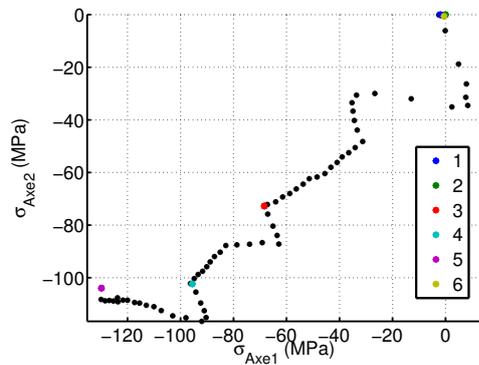
(a) Chargement15 : T=29.3°C



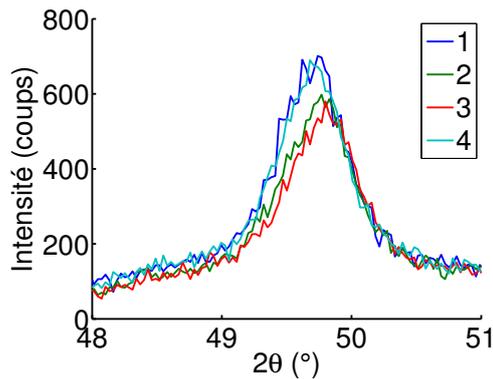
(b) Chargement15 : T=29.3°C



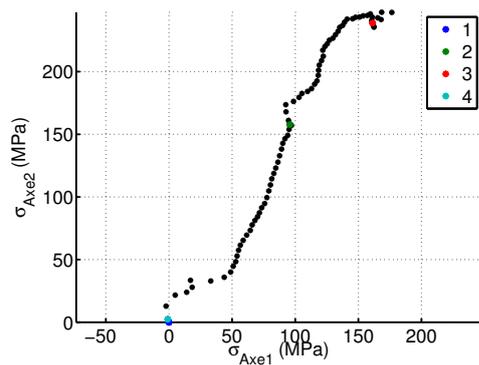
(c) Chargement16 : T=27.5°C



(d) Chargement16 : T=27.5°C



(e) Chargement17 : T=24.9°C



(f) Chargement17 : T=24.9°C

FIGURE 3.66: Évolutions du pic A110 lors des mesures DRX in situ

4 Bilan du chapitre

L'objectif de ce chapitre était de proposer une première démarche de validation du modèle multiéchelle unifié présenté au chapitre 2, grâce à la réalisation de chargements thermiques et mécaniques sur des échantillons d'AMF de nickel - titane et au suivi simultané de la fraction des phases en présence à l'aide de la diffraction des rayons X.

Une première étape a consisté à identifier les paramètres physiques et numériques du modèle. Une simple mesure de DSC permet cette opération. Les paramètres mécaniques élastiques complètent le tableau. Les paramètres cristallographiques sont issus de la littérature et en accord avec les mesures EBSD et DRX de référence obtenues.

Le premier chargement testé est un chargement thermique. Le modèle présente de très bonnes aptitudes à reproduire l'évolution des fractions d'austénite, de phase R et de martensite au chauffage et au refroidissement. L'hystérésis de transformation est modélisée grâce à l'emploi d'un paramètre de germination, valable uniquement pour la transformation austénite - martensite. La confrontation aux mesures expérimentales, notamment sur le *lotB*, montre les limites de cette approche. Étant donné que les transformations faisant intervenir la phase R sont considérées comme réversibles (sans hystérésis), le passage direct de la martensite à l'austénite au chauffage est mal restitué. De même, le paramètre *A* du modèle gère les cinétiques de deux transformations manifestement différentes. Bien que la procédure d'identification soit plus simple, le modèle restitue mal les différences de cinétiques observées. Une surestimation générale des niveaux de phase R dans la modélisation à température ambiante en est la principale conséquence.

Nous avons ensuite mené des essais de traction uniaxiale suivis par DRX. Le comportement des échantillons 1D est un comportement de structure puisque la déformation se localise très rapidement dans des bandes transportant des déformations de l'ordre de 6%. Le modèle multiéchelle est un modèle de VER ne permettant pas de restituer ce type de comportement. Nous nous sommes donc intéressés à des zones de l'échantillon de part et d'autre des bandes de localisation afin de proposer quelques confrontations modèle / essais. Les mesures DRX ont permis d'observer une transformation quasi immédiate de l'austénite en martensite dans les bandes de transformation. Il subsiste néanmoins de l'austénite résiduelle au cœur de ces bandes. On a pu montrer que le comportement se trouvait globalement encadré par les approches en contrainte homogène et en schéma auto - cohérent. L'approximation en contrainte homogène donne des résultats convaincants en terme de seuil. L'approche auto - cohérente prédit mieux les niveaux maximum de déformation. Le modèle gagnerait probablement à utiliser une approche élastoplastique pour l'estimation des modules du milieu équivalent.

Nous avons finalement pu mener des essais biaxiaux à l'aide d'éprouvettes spécialement conçues pour la machine multiaxiale mini - Astree développée au LMT. Des surfaces seuil ont été évaluées dans le plan des contraintes par détection des non - linéarités dans l'évolution de la déformation équivalente de Levy - Mises sous contrainte. La surface seuil obtenue est en accord qualitatif avec la surface prédite par le modèle multiéchelle. Une des sources manifestes d'écart est la présence probable de contraintes résiduelles héritées de l'usinage. Elles conduisent à un décalage apparent du centre de la surface de

charge dans l'espace des contraintes. Notons également que le modèle a pu montrer que l'allure particulière des surfaces seuil aux faibles niveaux de déformation de transformation s'explique par une nucléation inattendue de phase R en compression et en bitraction. Les simulations en contrainte homogène comme en schéma auto - cohérent aboutissent à des résultats homothétiques. Le modèle permet également de rendre compte de l'effet de l'anisotropie du matériau sur sa réponse mécanique. Il retranscrit bien la dissymétrie entre la traction et la compression. Une fois l'état de contrainte résiduelle pris en considération, les surfaces seuils simulées sont plutôt en accord avec les points expérimentaux, même si la présence de phase R semble surestimée par le modèle. Les estimations de fraction de phase par mesure in - situ de DRX au cours des essais biaxiaux n'ont pas donné les résultats initialement escomptés, les non - linéarités atteintes étaient trop faibles pour être associées à une variation significative des fractions de phases en présence, et donc pour provoquer une évolution claire des diffractogrammes.

Chapitre 4

Caractérisation in situ des alliages à mémoire de forme magnétiques : Etude sur monocristaux de Ni-Mn-Ga

Dans ce chapitre, nous présentons la démarche de caractérisation du comportement d'alliages monocristallins magnétiques à mémoire de forme (AMFM) en Ni - Mn - Ga. Les estimations du modèle multiéchelle (présenté au chapitre 2) sont comparées aux résultats expérimentaux, ainsi qu'à des expériences choisies dans la littérature, à des fins de validation.

Sommaire

1	Matériaux et identification des paramètres du modèle	91
1.1	Alliages utilisés	91
1.2	Calendrier d'essais	98
2	Campagne expérimentale sur les échantillons du lotA	99
2.1	Cycles de chauffage - refroidissement	99
2.2	Comportement pseudoélastique en contrainte uniaxiale	103
3	Campagne expérimentale sur les échantillons du lotB	110
3.1	Cycles de chauffage - refroidissement	110
3.2	Comportement pseudoélastique en contrainte uniaxiale	114

3.3	Surfaces seuils de transition en traction-compression biaxiale	125
4	Bilan du chapitre	145

1 Matériau et mise en place des essais

Les expérimentations sont menées sur des échantillons monocristallins de nickel - manganèse - gallium (Ni - Mn - Ga). Les alliages de composition $\text{Ni}_x\text{Mn}_y\text{Ga}_{(z=1-x-y)\%at.}$ font partie des alliages de type Heusler. L'austénite présente une maille cubique ($L2_1$) [Kokorin *et al.*, 1992]. La martensite peut se présenter sous forme orthorhombique, tétragonale modulée (5M), monoclinique modulée (7M), tétragonale non modulée (NTM) [Kokorin *et al.*, 1992] [Pons *et al.*, 2000]. Les structures martensitiques peuvent être assez complexes. En effet, elles peuvent présenter une modulation (pour la 5M et la 7M : variation des positions atomiques sur une certaine période) qui se traduit par des pics satellites lors d'analyses par diffraction des rayons X.

1.1 Matériau

1.1.1 Composition chimique

L'étude est menée sur des monocristaux de $\text{Ni}_{49,7\%} \text{Mn}_{29,5\%} \text{Ga}_{20,8at\%}$. Les échantillons sont des barrettes monocristallines de $20 \times 5 \times 2 \text{mm}^3$ fournies par *Goodfellow*. Le matériau est livré à l'état martensitique monovariant. L'axe [001] est suivant l'axe long de l'échantillon.

1.1.2 Analyses cristallographiques préalables

Nous avons procédé à une analyse de l'orientation du monocristal par EBSD. Ce dernier possède une structure tétragonale 5M [Pons *et al.*, 2000]. Les 3 variantes martensitiques possibles pour cette structure sont schématisées dans la figure 4.1. Nous les nommerons variante V1 (\vec{c}/\vec{x}), V2 (\vec{c}/\vec{y}), et V3 (\vec{c}/\vec{z}). L'analyse des résultats EBSD confirme que la martensite observée dans le matériau est mono variante (variante V1 : \vec{c}/\vec{x}). Il se compose donc de 2 domaines magnétiques d'aimantations opposées en l'absence de sollicitations extérieures. \vec{c} correspond à l'axe court de la maille tétragonale et \vec{x} à la direction longitudinale de l'échantillon.

1.1.3 Géométrie des échantillons utilisés

La réalisation des différents essais a nécessité une découpe de la barrette initiale. Nous avons découpé un cube de $2 \times 2 \times 2 \text{mm}^3$ (figure 4.2). Il a permis d'effectuer les mesures de calorimétrie différentielle ainsi que les mesures d'aimantation sous champ magnétique. Nous avons également découpé un échantillon de $6 \times 5 \times 2 \text{mm}^3$ pour réaliser des mesures complémentaires. Nous avons utilisé une scie à fil diamanté afin de limiter l'impact de la coupe sur l'état du matériau.

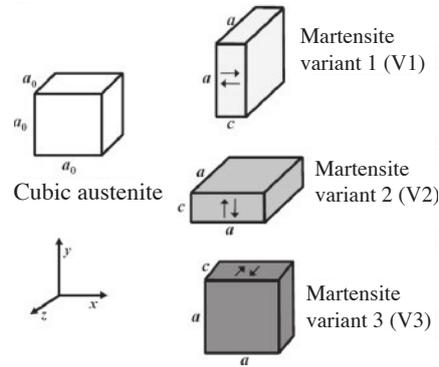


FIGURE 4.1: Passage d'une variante austénitique cubique aux 3 variantes de martensite tétragonale

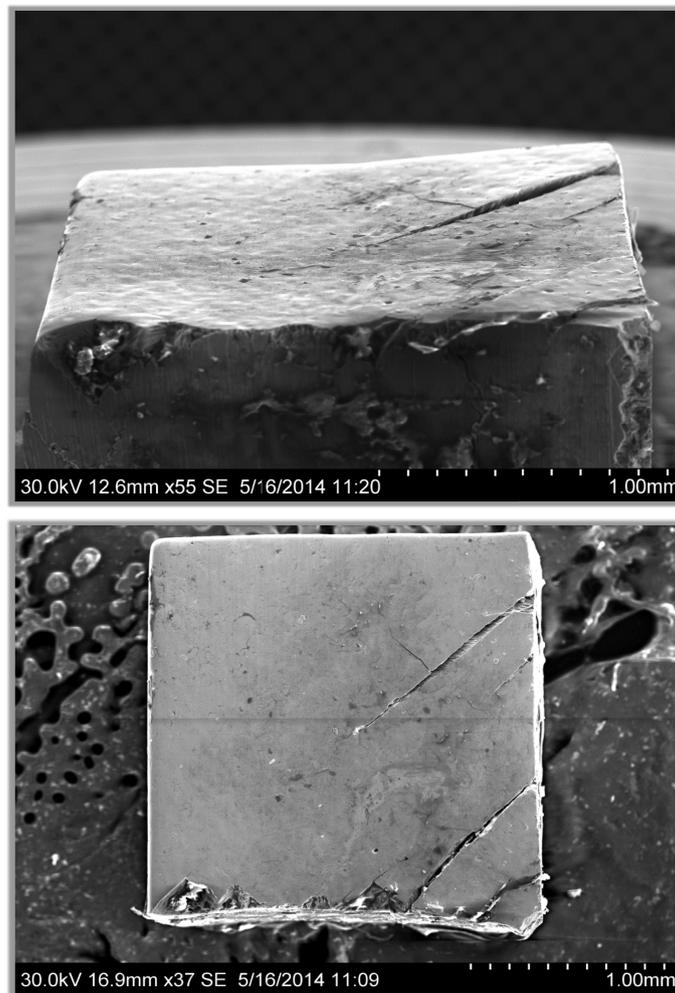


FIGURE 4.2: Image MEB du cube de $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$

1.1.4 Précautions pour la manipulation des échantillons

Les contraintes mécaniques nécessaires à la réorientation de monocristaux de Ni - Mn - Ga sont très faibles (de l'ordre de 3 MPa). Par conséquent, la réorientation martensitique peut être initiée par une simple pression manuelle. Le serrage lors d'une simple mesure de dimensions à l'aide d'un palpeur micrométrique suffit à provoquer une réorientation de variante et conduit à une déformation de l'ordre de 2% !

Par ailleurs, les déformations associées à la réorientation étant très importantes (de l'ordre de 6% pour les monocristaux de Ni - Mn - Ga), le processus de réorientation peut s'accompagner de l'initiation de fissures dans l'échantillon, voire de sa rupture.

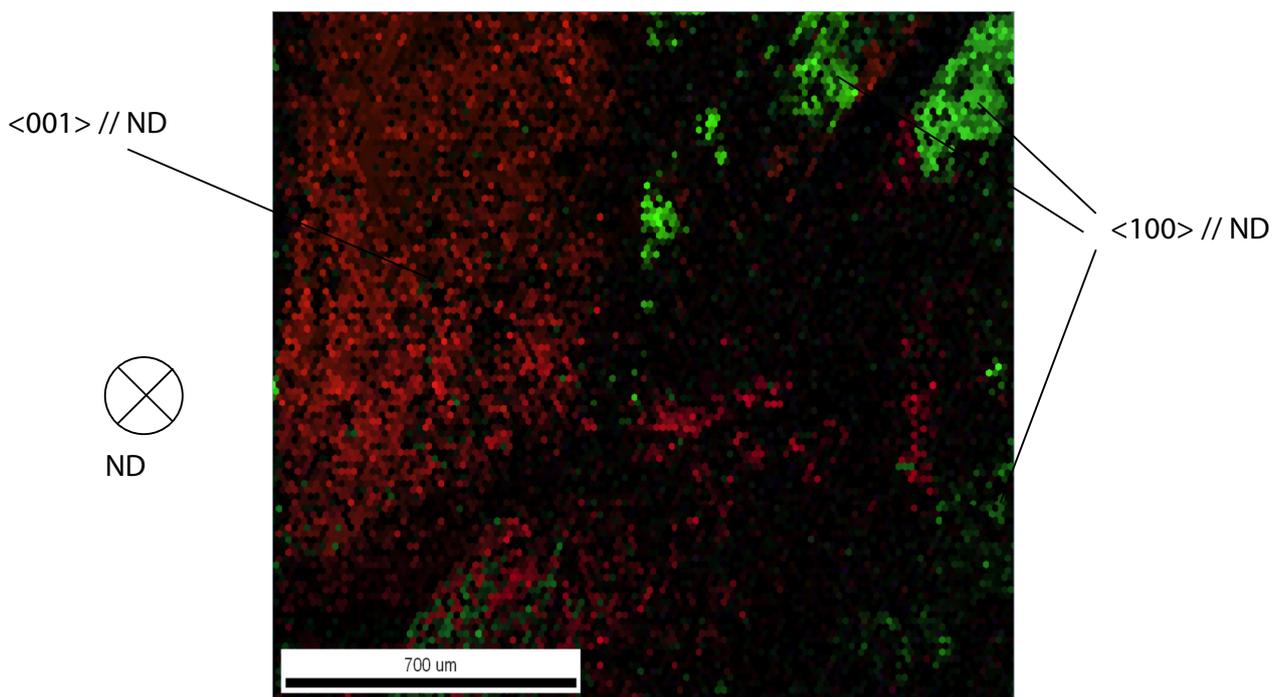


FIGURE 4.3: Analyse EBSD de la face 1 de l'échantillon

Une analyse EBSD de l'échantillon de la figure 4.2 est reportée figure 4.3. La figure 4.4 schématise les résultats EBSD obtenus pour les 3 faces du cubes accessibles lors de la mesure. Cette analyse a été effectuée à la suite d'une série de trois mesures magnétiques menées jusqu'à la saturation sur chacun des axes de l'échantillon. La dernière mesure était une saturation magnétique suivant l'axe \vec{x} devant permettre de retrouver l'état de départ (monovariant V1 "parfait"). L'analyse révèle la présence de fissures. Ces défauts correspondent à des sites de nucléation des variantes minoritaires V2 et V3. L'échantillon présente ainsi un état multivariant, même si la variante V1 reste majoritaire. Il est difficile de conclure si cette évolution de la microstructure est une conséquence du procédé de coupe ou des cycles magnétiques.

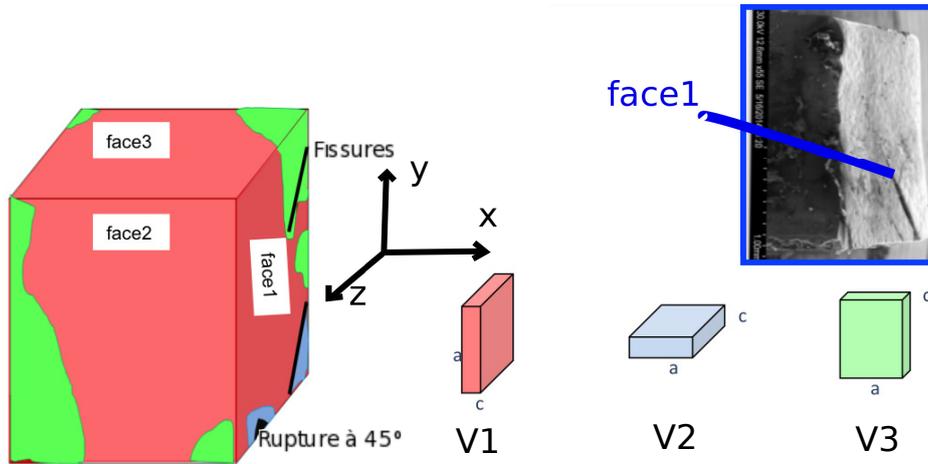


FIGURE 4.4: Analyse EBSD de l'échantillon : la mesure fait état d'une situation mono-variante V1 imparfaite avec présence des variantes V2 et V3 en faible quantité

1.2 Calendrier d'essais et matériels utilisés

Les mesures sur le Ni - Mn - Ga nous permettent d'explorer des chargements multi-physiques différents de ceux du chapitre précédent. Dans le chapitre 3, nous avons mené des essais sur des alliages de NiTi sous des sollicitations thermomécaniques uniaxiales et biaxiales. Nous avons ainsi l'occasion d'évaluer le comportement d'un AMFM, lors de sollicitations magnétiques principalement. Ces nouvelles données expérimentales doivent servir à compléter la démarche de validation du modèle multiéchelle de prévision du comportement des alliages à mémoire de forme.

Nous avons tout d'abord prévu de réaliser des mesures de diffraction des rayons X au cours d'un chargement thermique (cycle de chauffage - refroidissement à contrainte nulle et champ nul - tableau 4.1). L'utilisation de la DRX nous permet d'identifier la nature des phases présentes dans la zone de mesure.

Des sollicitations magnétiques sont également menées sur les monocristaux de Ni - Mn - Ga. Lors de ces sollicitations à température ambiante, les niveaux de déformation associés à la réorientation martensitique sont mesurés grâce à la corrélation d'images in - situ (tableau 4.1). L'utilisation de la DRX permet d'identifier la nature des variantes présentes dans la zone de mesure au début et à la fin des cycles d'aimantation.

Expériences envisagées	Mesures complémentaires
Cycle chauffage - Refroidissement	Mesures DRX
Cycles d'aimantation	Mesures DRX Corrélation d'images

TABLE 4.1: Calendrier des essais

La plupart des mesures a été effectuée à l'aide d'équipements de laboratoires partenaires. Nous utilisons ainsi le magnétomètre vibrant du laboratoire *SATIE* - (*ENS Paris - Saclay*) pour certaines mesures d'aimantation. Par ailleurs, nous avons pu effectuer des mesures de déformation sous champ magnétique en utilisant un microdilatomètre disponible à l'*EEL - Université de São Paulo*.

1.3 Diffraction des rayons X sur monocristal de Ni-Mn-Ga

Les données brutes de DRX correspondent aux intensités diffractées par les familles de plans cristallographiques en fonction de leur position de diffraction (Courbe $I - 2\theta$). Nous pouvons prédire le diffractogramme d'une phase par un calcul théorique basé sur la théorie des poudres. Cette prédiction peut permettre une identification des familles de plans diffractants lors d'une mesure expérimentale. L'utilisation de la théorie des poudres suppose une distribution aléatoire des grains. Ainsi tous les plans cristallographiques respectant la loi de Bragg sont à même de diffracter. L'intensité de diffraction (Eq(4.1)) est proportionnelle à la multiplicité m des plans concernés et au module de leurs facteurs de structure F (Eq(4.2)).

$$I_{hkl}^{theor} \propto \frac{1}{V^2} m * L * |F|^2 * e^{B^{Deb}(\sin\theta/\lambda)^2} \quad (4.1)$$

$$F = \sum_{n=1}^N f_n \exp[2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)] \quad (4.2)$$

f_n désigne les facteurs de diffusion atomique, (h, k, l) les indices de Miller des plans et (u, v, w) les coordonnées fractionnaires des n atomes constitutifs du motif de la maille.

$$L = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta)\cos(\theta)} \quad (4.3)$$

L est le facteur de Lorentz dont la définition est donnée par l'équation (4.3). V correspond au volume de la maille. B^{Deb} définit le facteur de température. Nous pouvons le calculer pour chaque atome connaissant sa masse atomique et sa température caractéristique.

Les données nécessaires à cette simulation sont donc le motif du réseau, les paramètres de maille et la multiplicité de chaque plan.

La figure 4.5 présente les diffractogrammes théoriques de l'austénite et de la martensite 5M pour le Ni - Mn - Ga en considérant une source au cuivre ($\lambda_{K\alpha} = 0,154nm$).

Les premières mesures DRX sont effectuées à la température ambiante sur l'échantillon de $6 \times 5 \times 2 \text{ mm}^3$. Nous utilisons pour ces mesures le dispositif de mesure DRX présenté figure 4.6.a. Le faisceau de rayons X a une inclinaison fixe par rapport au bâti DRX. Un détecteur courbe CPS *Inel* permet une mesure simultanée des rayonnements diffractés sur une plage angulaire de 110° .

Cette disposition est très pratique pour les analyses sur des poudres ou des polycristaux non texturés. En effet, il permet d'obtenir une information sur une large plage angulaire sans changement de position de l'échantillon ou du système de mesure. La DRX

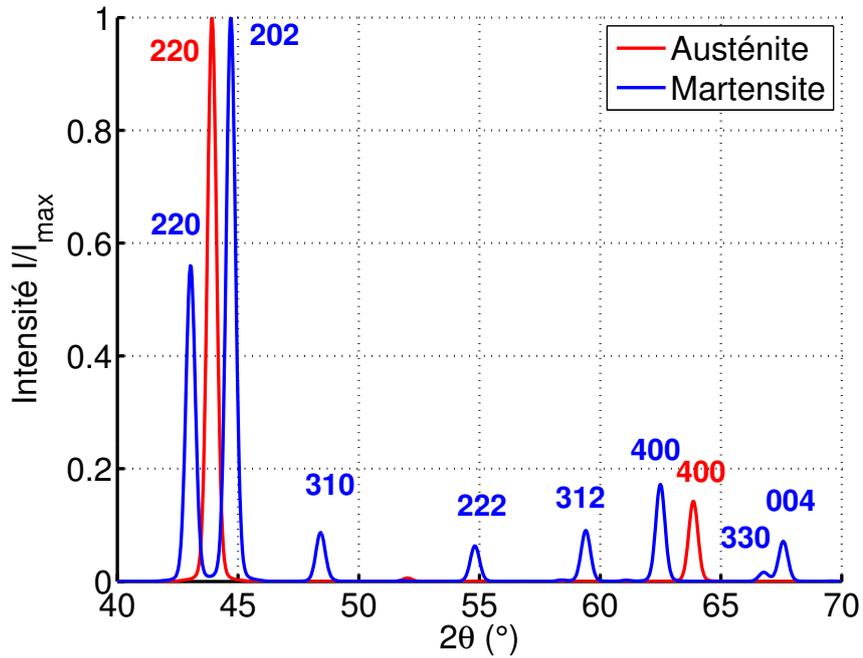


FIGURE 4.5: Diffractogrammes calculés avec la théorie des poudres pour l'austénite (maille cubique) et la martensite (maille tétragonale)

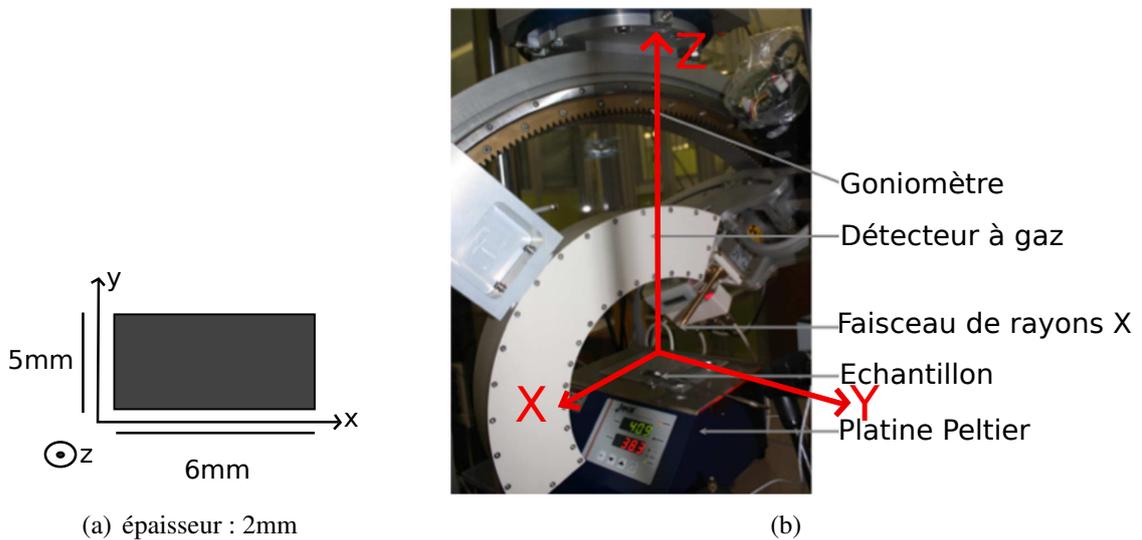


FIGURE 4.6: a) Schéma de l'échantillon utilisé ; b) montage DRX pour les mesures en température

sur monocristaux est plus délicate. A une famille de plans diffractants correspond une position angulaire, souvent unique, de l'échantillon. Les solutions usuelles consistent en l'utilisation de goniomètres à plusieurs axes permettant d'effectuer une série de rotations de l'échantillon et de mettre ainsi successivement différentes familles de plans en condition de diffraction. Nous envisageons pour ces mesures de placer le monocristal à une position choisie en fonction de son orientation. La position choisie doit nous permettre de mesurer les intensités pour une famille de plans caractéristiques de la maille tétragonale.

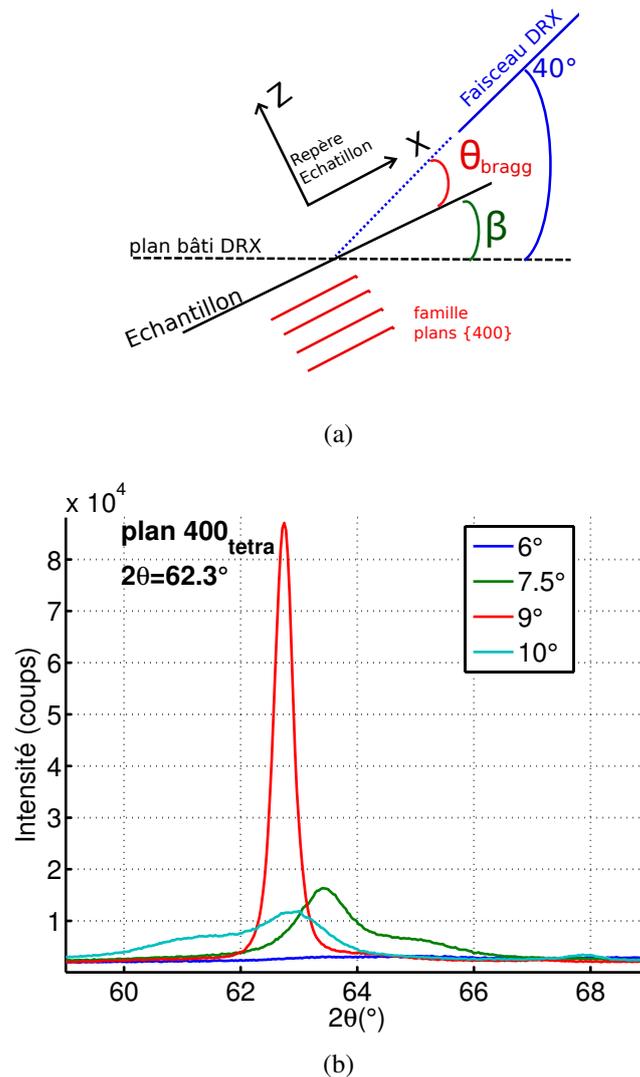


FIGURE 4.7: a) Positionnement de l'échantillon sur le bâti de la DRX : recherche de l'angle d'inclinaison β idéal ; b) pics DRX en fonction de l'inclinaison β par rapport au plan du bâti [Source cuivre : 20kV 10mA $\theta_{\text{faisceau}} = 1\text{mm}$]

Nous savons grâce aux mesures EBSD que l'échantillon est martensitique et mono-

variant à température ambiante. La variante présente est la variante V1 dont l'axe court est parallèle à l'axe longitudinal de l'échantillon (\vec{c}/\vec{x}). Donc les plans {100}, {200}, {300}, {400} sont parallèles au plan (\vec{x}, \vec{y}) de l'échantillon. Nous savons également que cette famille de plans doit remplir la condition de Bragg : $2d_{hkl}\sin\theta_{Bragg} = n\lambda$.

D'après le diffractogramme théorique figure 4.5, la famille de plans {400} diffracte à une position détectable par le détecteur utilisé (fenêtre de détection $2\theta : [35^\circ; 145^\circ]$). De plus, elle est plus facile à détecter que la famille de plan {220} par exemple. Cette dernière, bien que d'intensité plus importante, nécessiterait une coupe à 45° de l'échantillon.

La famille de plans {400} doit être positionnée à un angle $\beta = 40^\circ - \theta_{Bragg}$ pour diffracter (figure 4.7.b). En utilisant des valeurs de paramètres de maille de la littérature ($a=0,5936\text{nm}$ $c=0,5593$ [Jiang *et al.*, 2004]), on retrouve un angle β théorique autour de $8,5^\circ$. Nous avons testé quatre positions autour de cette valeur. Les résultats sont reportés figure 4.7.a. Nous identifions le pic {400} de la maille tétragonale pour un angle $\beta = 9^\circ$. Nous pouvons signaler que la mesure est sensible au positionnement à 1° près. La valeur très importante de l'intensité est caractéristique de la diffraction d'un monocristal.

2 Identification des paramètres du modèle

2.1 Analyse calorimétrique

Les seuils de transition martensitique à contrainte (externe) nulle ainsi que les variations d'enthalpie associées sont mesurés par calorimétrie différentielle (DSC) dont le résultat est tracé figure 4.8. L'analyse DSC confirme que le matériau est complètement martensitique à température ambiante. Nous pouvons également observer l'hystérésis des températures de transition au chauffage ($T_{\text{mart} \rightarrow \text{aust}}=54,9^\circ\text{C}$) et au refroidissement ($T_{\text{aust} \rightarrow \text{mart}}=45^\circ\text{C}$).

La DSC permet d'identifier la variation d'enthalpie ($\Delta h_{\text{aust} \rightarrow \text{mart}} = 44,2.10^6 \text{J.m}^{-3}$ au refroidissement et $\Delta h_{\text{mart} \rightarrow \text{aust}} = 34,4.10^6 \text{J.m}^{-3}$ au chauffage). La connaissance de ces quantités, associée à celle des températures de transition, permet d'estimer la variation d'entropie à la température de transition. Les valeurs d'enthalpie sont cohérentes avec celles trouvées dans la littérature [Jiang *et al.*, 2004].

La température de Curie est nettement observable à $T \approx 103^\circ\text{C}$.

La comparaison entre les DSC expérimentale et simulée par le modèle est reportée figure 4.9. Le paramètre A est identifié en utilisant le pic au refroidissement. Celui-ci est de fait mieux représenté. La procédure d'identification de ce paramètre est détaillée en fin de chapitre 2.

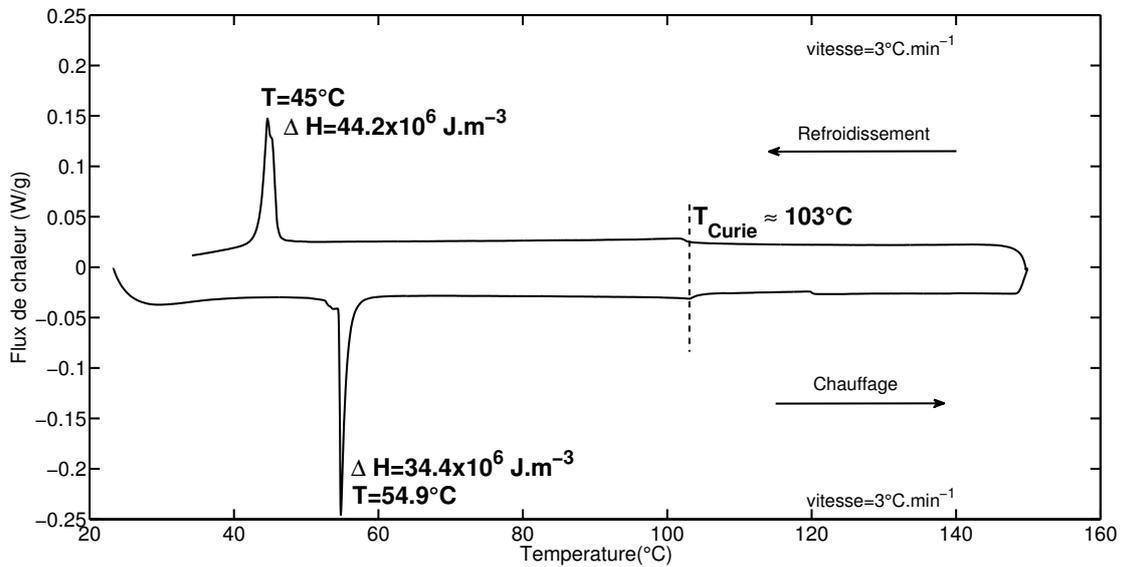


FIGURE 4.8: DSC du matériau au chauffage et au refroidissement. Mesure réalisée à l'ENSTA ParisTech

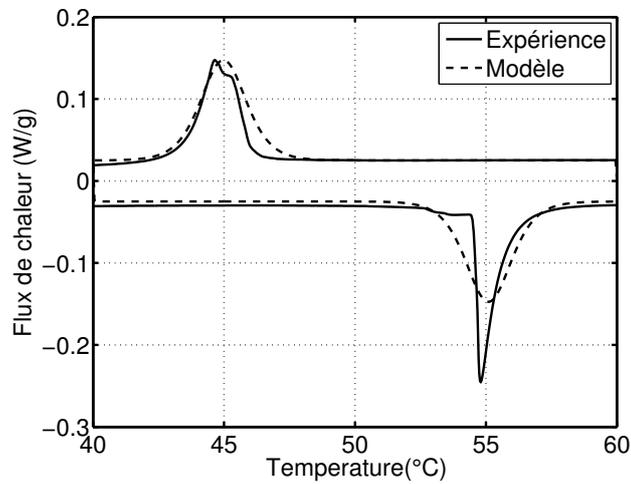


FIGURE 4.9: Comparaison essai - modèle : DSC

Paramètres du modèle
$A=0,124.10^{-4} \text{ m}^3 . \text{J}^{-1}$
Contrainte nulle
Champ magnétique nul
Pas de température : 5.10^{-2} K

TABLE 4.2: Paramètres du calcul

2.2 Mesures magnétiques préliminaires

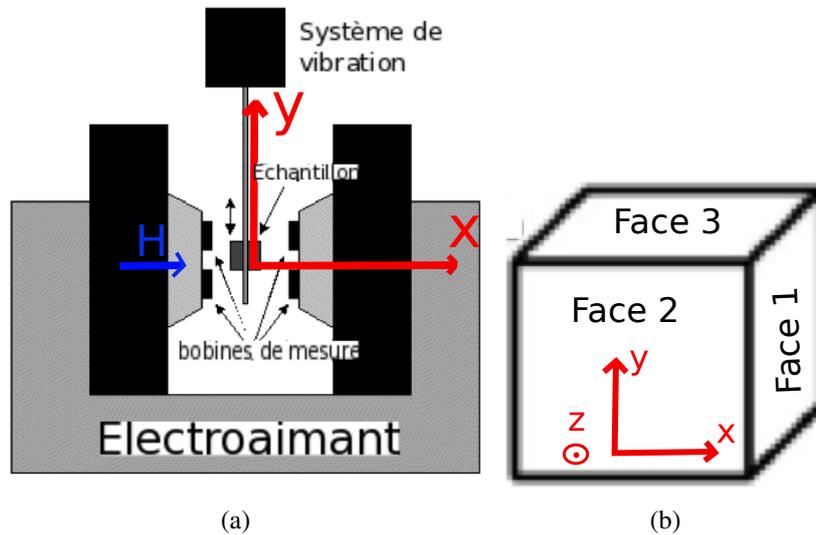


FIGURE 4.10: a) Schéma du système de mesure VSM *Origine image : <http://utrecht.ewi.utwente.nl/smi/>*; b) schématisation de l'échantillon utilisé avec repérage des faces

Les mesures magnétiques présentées dans cette partie sont effectuées à l'aide du cube de $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$ placé dans un magnétomètre vibrant (VSM) (figure 4.10.a). L'échantillon est placé au centre d'un système de bobines pour la mesure de l'aimantation. Un mouvement alternatif de vibration est imprimé à l'échantillon afin de générer une variation de flux au sein des bobines à champ constant. Le repère associé à l'échantillon est représenté en figure 4.10.b.

La figure 4.11 montre la courbe d'aimantation initiale suivant l'axe \vec{x} (\vec{H}/\vec{x}) à la température ambiante ($T=27^\circ\text{C}$). Le matériau est à l'état martensitique à cette température. La direction de sollicitation correspond à la direction de facile aimantation de la variante V1 majoritaire ($\vec{H}/\vec{x}/\vec{c}$). La courbe d'aimantation, d'abord linéaire, présente une incurvation avant la saturation.

Nous avons également mené une mesure d'aimantation à une température où le matériau est clairement austénitique ($T=70^\circ\text{C}$) suivant le même axe (\vec{H}/\vec{x}). Pour effectuer cette mesure, un cryostat a été installé dans le VSM. Le refroidissement est assuré par un flux d'azote liquide. La mesure est reportée figure 4.11.

Ces deux mesures magnétiques permettent d'identifier les valeurs d'aimantation à saturation pour l'austénite ($M_{sat}^{Aust}=4,0 \cdot 10^5 \text{ A/m}$) ainsi que pour la martensite ($M_{sat}^{Mart}=5,5 \cdot 10^5 \text{ A/m}$). Elles permettent également l'identification des susceptibilités initiales χ_0 et donc du paramètre $B = \frac{3\chi_0}{\mu_0 M_{sat}^2}$. Les susceptibilités des deux phases étant proches alors que les aimantations à saturation sont différentes, il n'existe pas un paramètre B idéal unique pour les deux phases. Nous avons choisi d'utiliser une moyenne des deux paramètres.

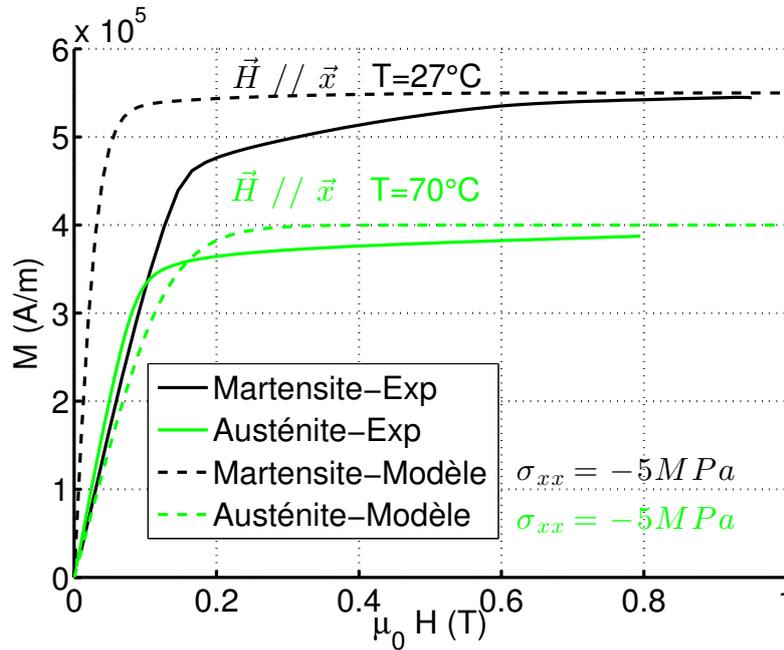


FIGURE 4.11: Courbes d'aimantation obtenues par VSM et comparaison avec le modèle [Configuration pour la simulation : $\sigma_{xx} = -5 \text{ MPa}$]

Paramètres du modèle
$B=0,56.10^{-4} \text{ m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$
Températures : $T=27^\circ\text{C}$ et $T=70^\circ\text{C}$
Contrainte nulle
Pas magnétique : 1.10^{-2} T

TABLE 4.3: Paramètres numériques du modèle multiéchelle

Nous avons également reporté figure 4.11 les courbes estimées par le modèle en utilisant les paramètres identifiés tableau 4.3.

Il a été constaté expérimentalement la présence d'une variante unique dont la stabilité est assurée par diverses sources de rémanence, en particulier héritées du procédé de fabrication. L'état de départ n'est donc pas un état à l'équilibre, ce que le modèle ne permet pas de retranscrire a priori.

Une manière de contourner cette difficulté est d'ajouter un terme de configuration au modèle. Ce terme, déjà employé dans [Rekik, 2014], permet de définir une distribution initiale déséquilibrée des variantes, sans modifier la polarisation magnétique.

Il s'agit concrètement d'ajouter une contrainte mécanique d'un niveau suffisant pour atteindre l'équilibre recherché. Cette contrainte porte le nom de contrainte de configuration. Elle s'ajoute au chargement magnétique ou mécanique du problème.

L'utilisation de cette contrainte de configuration $\sigma_{xx} = -5 \text{ MPa}$ permet une présélection de la variante V1 (\vec{c}/\vec{x}) pour les courbes d'aimantation simulées en figure 4.11.

2.3 Résumé des paramètres

Les paramètres matériau utilisés pour la modélisation sont résumés dans le tableau 4.4. Les coefficients de magnétostriction, les paramètres élastiques ainsi que les coefficients d'anisotropie magnétocristalline (K_0 , K_1 et K_2) sont issus de la littérature.

Param.	Aust.	Mart.
param. maille(nm) - DRX	$a_0=0,582$	$a=0,594, c=0,554$
M_{sat} ($\cdot 10^5$ A/m) - VSM	4	5,5
χ_0 - VSM	5,3	4,15
K_i ($\text{kJ}\cdot\text{m}^{-3}$)	($K_1=0,3, K_2=0$) [Heczko <i>et al.</i> , 2011]	$K_0=170$ [Heczko <i>et al.</i> , 2001]
h_ϕ ($\cdot 10^6$ J $\cdot\text{m}^{-3}$) - DSC	-110	-144,4
s_ϕ ($\text{kJ}\cdot\text{m}^{-3}/\text{K}$) - DSC	306,5	200
L_g ($\cdot 10^6$ J $\cdot\text{m}^{-3}$) - DSC	1,35	
Élasticité (C_{11} ; C_{12} ; C_{44}) (GPa)	(144 ; 132 ; 104) [Heczko <i>et al.</i> , 2011]	supposé identique pour la martensite
Magnétostriction (ppm)	($\lambda_{100} = 120, \lambda_{111} = 13$) [Heczko <i>et al.</i> , 2011]	supposé identique pour la martensite
C_p (J/kg/K) – DSC	500	
ρ ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$) - Pesée	7799	

TABLE 4.4: Résumé de l'ensemble des paramètres matériau du modèle multiéchelle

3 Suivi de la transformation martensitique pendant un cycle thermique

3.1 Suivi de la transformation martensitique pendant un cycle chauffage - refroidissement

Nous disposons des températures de transformation entre l'austénite et la martensite grâce à l'analyse DSC. La mesure DRX permet de connaître plus précisément les paramètres de maille des phases. D'autre part, elle permet de mesurer l'évolution des fractions de phase en fonction de la température. Cela suppose d'avoir un plan réflecteur accessible. Nous utilisons le même dispositif que pour la mesure précédente (figure 4.6). L'échantillon est posé sur une platine Peltier qui sert à commander la température. L'ensemble échantillon - platine Peltier est tilté d'un angle $\beta = 9^\circ$ afin de mesurer l'intensité diffractée par les plans {400}.

Les mesures au refroidissement et au chauffage sont représentées respectivement en figure 4.12.a et en figure 4.12.b. Nous pouvons noter l'hystérésis du seuil de transition

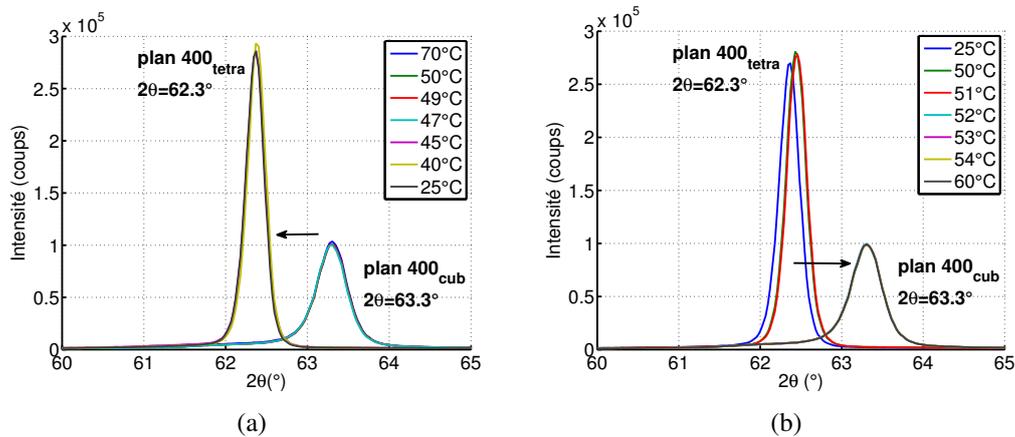


FIGURE 4.12: a) Mesure DRX au refroidissement ; b) mesure DRX au chauffage [Source cuivre : 20kV 10mA $\theta_{\text{faisceau}} = 0,5\text{mm}$ inclinaison : $\beta = 9^\circ$]

entre les deux mesures ($T_{A \rightarrow M} = 45^\circ\text{C}$ et $T_{M \rightarrow A} = 52^\circ\text{C}$). Au chauffage, la transformation se caractérise par la disparition complète du pic 400_{tetra} de la martensite et l'apparition du pic 400_{cub} de l'austénite. La transformation est brusque sur la zone de mesure. Elle s'effectue sans transition, avec une sensibilité au degré Kelvin près. Le pic d'austénite 400_{cub} apparaît plus petit du fait du positionnement à $\beta = 9^\circ$ qui lui est moins favorable. De plus, la hauteur de l'échantillon évolue avec la transformation. A la fin du refroidissement, le pic de martensite 400_{tetra} a la même intensité et le même positionnement que la mesure initiale à température ambiante. Cette information indique la persistance d'un état monovariant après l'austénisation. Nous remarquons une translation du pic de martensite au chauffage entre 25°C et 50°C . Une première hypothèse est d'attribuer cette translation aux effets de dilatation thermique. Néanmoins, la valeur de déformation associée à ce déplacement de pic est 10 fois plus importante que celle liée à l'expansion thermique du matériau. De même, nous excluons un mouvement du dispositif (glissement de l'échantillon ou de la platine). En effet, le pic de martensite retrouve bien sa position initiale.

3.2 Comparaison essai - modèle

Nous avons testé le modèle en utilisant les paramètres identifiés sur le matériau (tableau 4.4). L'évolution des fractions de phase est reportée en figure 4.13. Nous retrouvons l'hystérésis des seuils de transformation. Le passage de l'austénite vers la martensite en 5°C (et inversement) correspond à l'analyse DSC. La mesure DRX est effectuée avec des pas de température plus précis (1°C dans la zone de transition). Elle démontre une transition beaucoup plus franche (au degré près) entre l'austénite et la martensite.

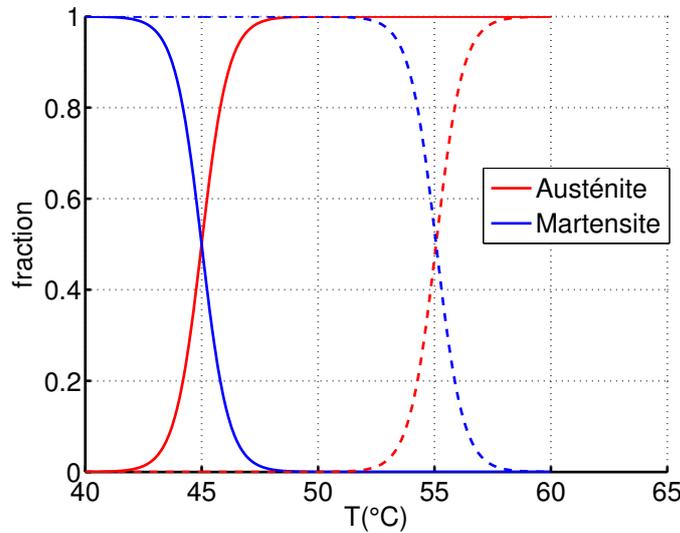


FIGURE 4.13: Estimations du modèle : évolution des fractions de phases en température *traits pleins : refroidissement / pointillés : chauffage*

4 Suivi de la réorientation martensitique pendant un cycle magnétique

Les mesures présentées dans cette partie sont effectuées sur le cube de $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$. Les champs magnétiques tracés sont corrigés du champ démagnétisant. Pour estimer les coefficients de champ démagnétisant, nous avons considéré l'échantillon sous la forme d'une sphère parfaite ($N_x = N_y = N_z = \frac{1}{3}$). Le champ effectif H_i suivant une direction \vec{i} est donc : $H_i = H_i^{mesure} - N_i \cdot \mu_0 \cdot M_i^{mesure}$.

Les champs sont appliqués avec une vitesse de $0,02 \text{ T} \cdot \text{s}^{-1}$; soit une fréquence de $0,0025 \text{ Hz}$ pour une valeur maximale de champ $H_{max} = \pm 2 \text{ T}$.

4.1 Comportement du matériau sous champ magnétique

Les mesures magnétiques présentées dans cette partie sont effectuées à l'aide d'un magnétomètre vibrant (VSM) sur le cube de $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$ à température ambiante ($T=27^\circ\text{C}$). La figure 4.14.a montre la courbe d'aimantation initiale suivant l'axe \vec{x} (\vec{H}/\vec{x}) à la température ambiante ($T=27^\circ\text{C}$). Le matériau est à l'état martensitique à cette température. La direction de sollicitation correspond à la direction de facile aimantation de la variante V1 majoritaire ($\vec{H}/\vec{x}/\vec{c}$). La courbe d'aimantation, d'abord linéaire, présente une incurvation avant la saturation. Cette courbe a déjà été présentée figure 4.11.

L'analyse EBSD effectuée sur toutes les faces du cube permet de voir que ce dernier présente un faible pourcentage de variantes V2 et V3 (figure 4.15). Initialement, avant la

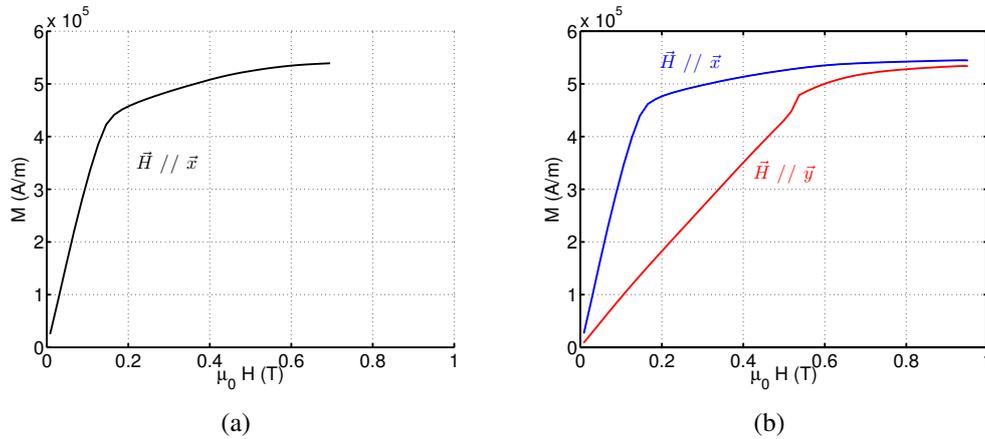


FIGURE 4.14: a) Aimantation initiale mesurée suivant l'axe de facile aimantation \vec{x} : monocristal multivariant ; b) aimantations mesurées suivant l'axe de facile aimantation \vec{x} et l'axe de difficile aimantation \vec{y} après saturation du matériau : monocristal "quasi" monovariant. Mesures effectuées par VSM au laboratoire *SATIE - ENS Paris Saclay*

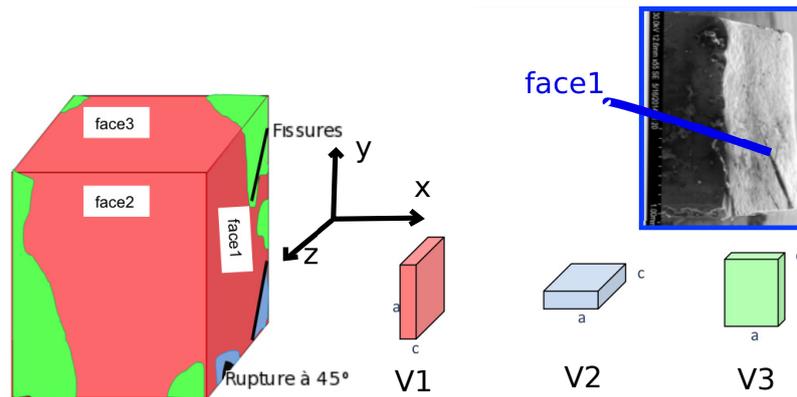


FIGURE 4.15: Analyse EBSD de l'échantillon : la mesure fait état d'une situation monovariante V1 imparfaite avec présence des variantes V2 et V3 en faible quantité

coupe, ce pourcentage était nul. Nous remarquons que ces variantes minoritaires apparaissent surtout sur des défauts locaux de l'échantillon. Leur apparition peut correspondre à un processus d'accommodation des déformations dues à la coupe.

Par ailleurs, ces mesures EBSD ont été effectuées après que l'échantillon ait subi un cycle d'aimantation suivant l'axe de difficile aimantation. Ce test génère normalement une réorientation des variantes et donc un fort niveau de déformation. Il est assez probable que la présence de ces variantes minoritaires et des défauts associés dans la microstructure soit l'héritage du chargement magnétique.

L'inflexion sur la courbe (figure 4.14.a) après la première partie linéaire correspondrait donc à la réorientation des variantes minoritaires.

Par la suite, nous avons réinitialisé le matériau par un traitement thermique de chauffe

jusqu'à la température d'austénisation puis un refroidissement à l'air jusqu'à la température ambiante. Le matériau est alors saturé magnétiquement suivant la direction de facile aimantation (\vec{H}/\vec{x}). L'objectif est de réorienter toute variante résiduelle afin de ne sélectionner que la variante V1.

Nous menons alors une seconde série de mesures sur le cube (résultats reportés figure 4.14.b). Le matériau possède deux axes de difficile aimantation (suivant les axes longs de la maille tétragonale - directions \vec{y} et \vec{z} - seul le chargement magnétique suivant \vec{y} est mesuré); ainsi qu'un unique axe de facile aimantation (suivant l'axe court de la maille tétragonale - direction de chargement // \vec{x}).

Le mouvement de parois à 180° est le phénomène dominant lors de l'aimantation suivant la direction \vec{x} (en partant d'une structure monovariante "parfaite"). La réorientation des variantes martensitiques ainsi que la rotation des aimantations locales (pour s'aligner dans la direction du champ) interviennent quand le champ est appliqué suivant un axe de difficile aimantation (direction \vec{y}). Il semble que la rotation des aimantations soit le phénomène principal apparaissant lors de la mesure d'aimantation suivant l'axe de difficile aimantation. La réorientation n'intervient qu'au voisinage de la saturation.

Nous avons comparé les premières mesures d'aimantation figure 4.14 sous champ aux prédictions du modèle. Les résultats de simulation du monocristal étudié sont reportés figure 4.16.

Nous avons effectué une simulation du comportement suivant l'axe \vec{x} avec deux valeurs de contrainte de configuration. La valeur choisie pour la contrainte de configuration définit l'état de départ du matériau. Une contrainte de configuration $\sigma_{xx} = -5$ MPa est suffisante pour présélectionner la variante V1 (\vec{c}/\vec{x}) uniquement. Lorsqu'on diminue cette valeur, on s'éloigne d'un état de départ monovariant. Ainsi, pour une valeur de la contrainte de configuration $\sigma_{xx} = -1,5$ MPa, les autres variantes (V2 et V3) sont présentes mais minoritaires.

Pour une valeur de $\sigma_{xx} = -1,5$ MPa, lors d'un chargement magnétique \vec{H}/\vec{x} , les variantes minoritaires sont réorientées aux champs forts. Il en résulte une contraction suivant l'axe de sollicitation (figure 4.16.b).

En ce qui concerne le comportement suivant l'axe de facile aimantation de la variante V1 \vec{H}/\vec{x} , expérience et modèle diffèrent à l'approche de la saturation : on constate un changement de pente avant la saturation pour les résultats expérimentaux. Ce comportement n'est pas retranscrit par le modèle. Ce changement de pente est associé au mécanisme de réorientation qui intervient aux champs élevés. La rotation est en compétition avec la réorientation de variantes.

Lors de la sollicitation suivant l'un des axes de difficile aimantation de la variante V1 (\vec{H}/\vec{x}), le modèle prévoit une élongation suivant l'axe \vec{x} . L'amplitude de déformation correspondant (de l'ordre de 6%) est cohérente avec la transition attendue (figure 4.16.b).

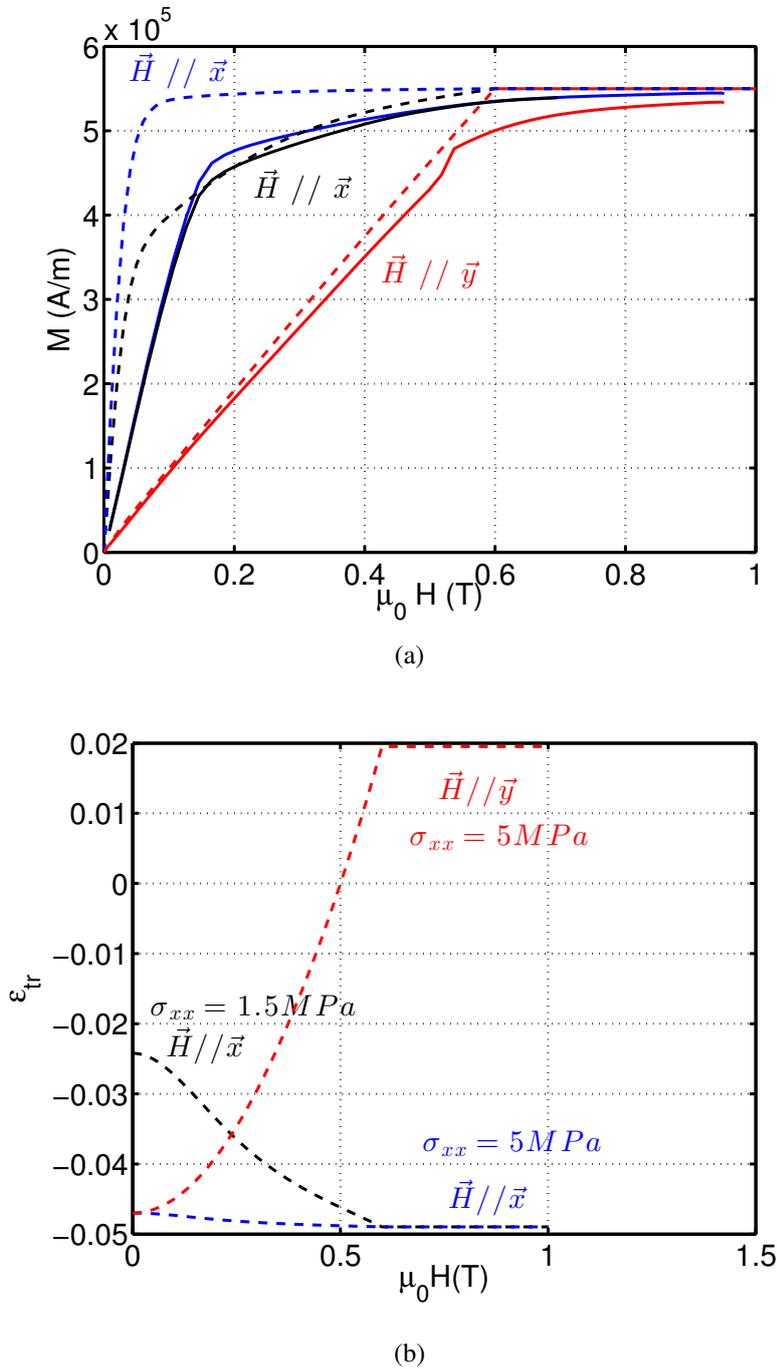


FIGURE 4.16: a) Courbes d'aimantation mesurées par VSM et comparaison avec le modèle *Traits pleins=Expérience / Pointillés=Modèle* ; b) résultats de simulation associés : Déformations de transformation suivant l'axe \vec{x} pour différentes configurations en contrainte

4.2 Influence de l'état initial de contraintes mécaniques sur le comportement du matériau

L'échantillon de $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$ sur lequel ont été effectués les essais présente de nombreux défauts dont des fissures apparentes sur les faces. Il a par ailleurs fait l'objet de plusieurs chargements magnétiques.

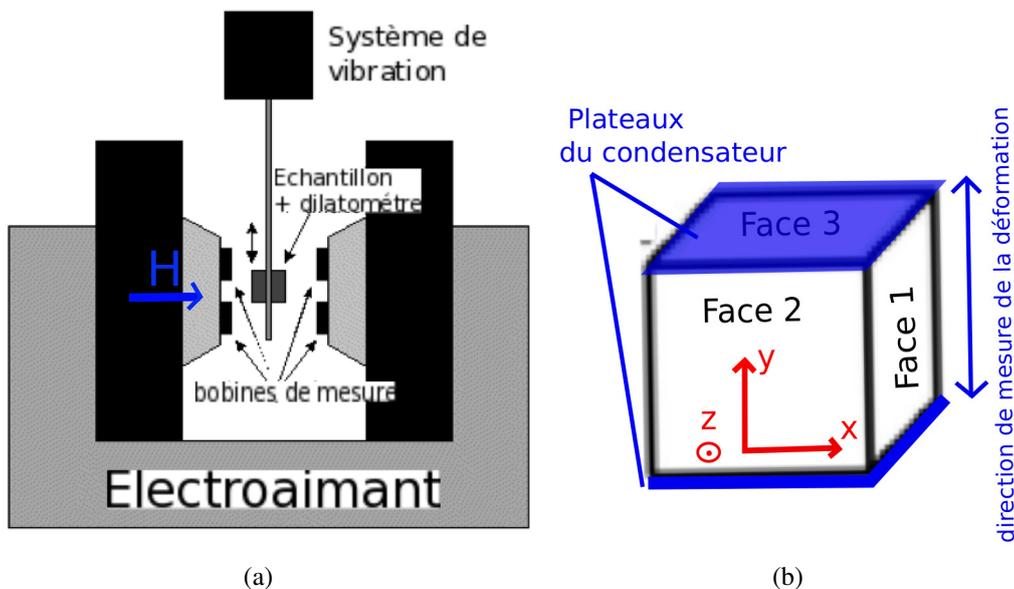


FIGURE 4.17: a) Schéma du magnétomètre vibrant ; b) schéma de l'échantillon pris entre les deux plateaux du dilatomètre

Nous avons mesuré la déformation lors de cycles d'aimantation à température ambiante. La mesure est faite à l'aide d'un micro - dilatomètre. Le principe de la mesure est le suivant : l'échantillon est placé entre les deux plateaux d'un condensateur. La variation de longueur de l'échantillon induit une variation de la capacité du condensateur. Une simple conversion permet de retrouver les valeurs de déformations correspondantes. Contrairement à la corrélation d'images qui est une mesure de champ surfacique, la mesure de déformation par micro - dilatométrie est une mesure de déformation moyenne sur le volume. L'ensemble échantillon + micro - dilatomètre est placé entre les pôles d'un électroaimant pour le contrôle du champ magnétique.

Au départ, le matériau est monovariant imparfait. La variante V1 est la variante principale mais les variantes V2 et V3 sont présentes de façon minoritaire. Lors de la première mesure, nous effectuons trois cycles magnétiques à la suite (figure 4.18). Le champ magnétique est appliqué selon l'une des directions de difficile aimantation de la variante principale V1 ($\vec{H} // \vec{y}$) (soit la direction de facile aimantation de la variante V3). La réorientation est continue et progressive. Du fait de la présence de la variante V2 en début d'essai, la déformation finale maximale suivant \vec{y} (de l'ordre de 4,5%) est inférieure à la

déformation maximale théorique de l'ordre de $\frac{c-a}{a} = 6,7\%$. Nous remarquons une irréversibilité partielle lors de la diminution du champ. Cette irréversibilité persiste lors des trois cycles magnétiques effectués.

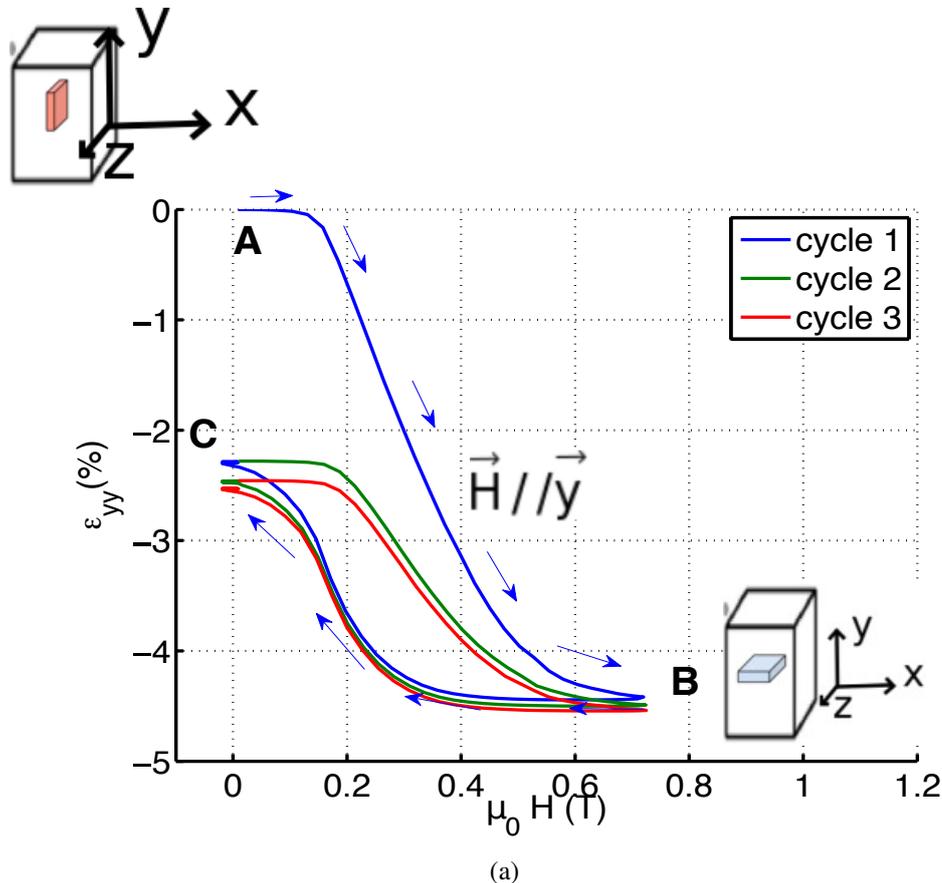


FIGURE 4.18: Déformations mesurées par micro - dilatométrie au cours de cycles d'aimantation suivant un des axes de difficile aimantation de la variante V1 ($\vec{H} // \vec{y}$). Mesures effectuées à l'EEL - Lorena

A la suite des cycles 1, 2, et 3, la variante principalement présente dans l'échantillon est donc la variante V2 (obtenue par réorientation de la variante V1 au départ). Par la suite, nous avons effectué deux cycles suivant la direction \vec{x} (figure 4.19). L'objectif est de retrouver la variante V1 de départ. Lors de ces cycles (cycles 4 et 5), le champ magnétique est appliqué selon l'une des directions de difficile aimantation de la nouvelle variante principale V2 ($\vec{H} // \vec{x}$). L'application du champ magnétique permet de réorienter massivement l'échantillon et d'avoir comme variante principale la variante V1 en fin de cycle. Néanmoins, l'irréversibilité partielle laisse penser que nous n'avons pas un état monovariant parfait en fin de mesure. Nous retrouvons bien lors du cycle 4 une elongation dans la direction \vec{y} d'une valeur maximale de 6%. Lors des décharges et lors du cycle

suivant (cycle 5), l'irréversibilité est à nouveau partielle avec une déformation résiduelle de 2,15%.

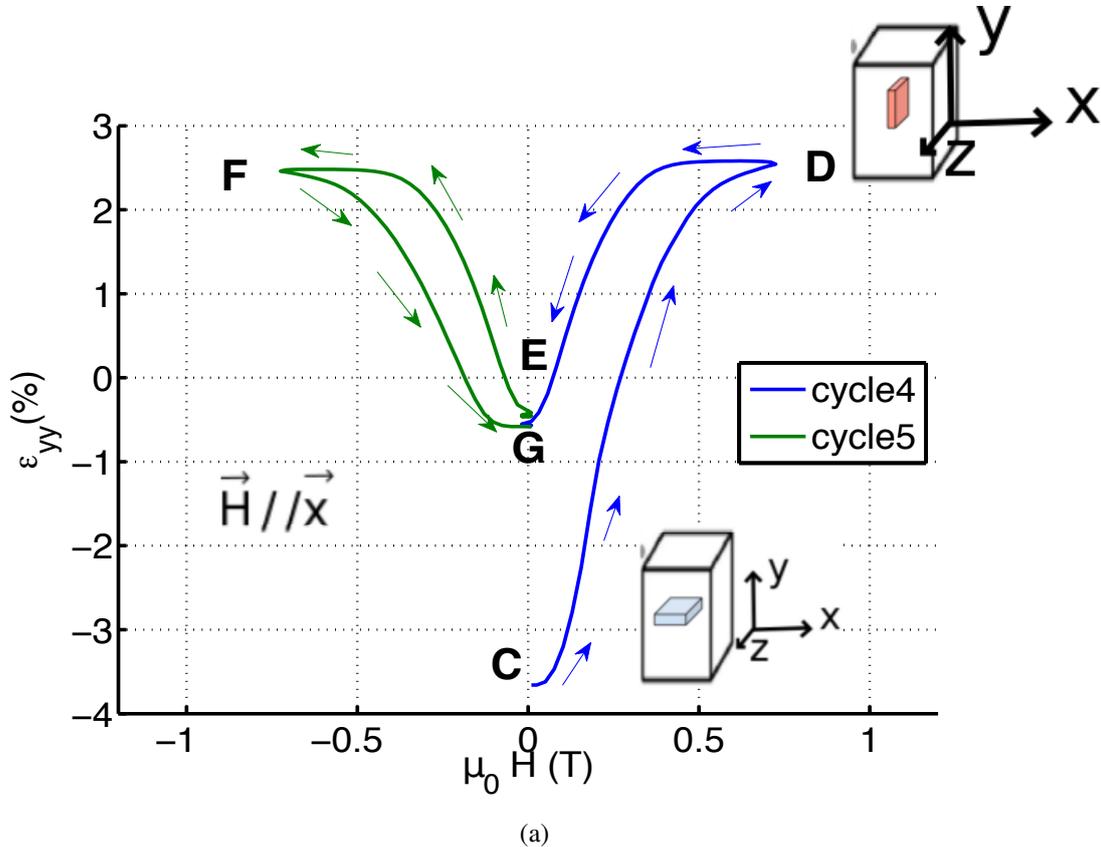


FIGURE 4.19: Déformations mesurées par micro - dilatométrie au cours de cycles d'aimantation suivant l'axe de facile aimantation de la variante V1 ($\vec{H} // \vec{x}$). Mesures effectuées à l'EEL - Lorena

Une mesure DRX a été réalisée au début de la campagne (au point A de la figure 4.17.a) et à la fin de la campagne de mesure (au point G de la figure 4.17.b) sur chaque face de l'échantillon. Nous avons utilisé un diffractomètre $\theta - 2\theta$ équipé d'une source au cuivre. Nous nous sommes intéressés aux familles de plans $\{400\}$, pour les raisons exposées en début de chapitre. Les rayonnements $K_{\alpha 1}$ et $K_{\alpha 2}$ apparaissent de manière distincte du fait d'une meilleure résolution angulaire du détecteur. Pour aider à la compréhension des résultats, nous avons d'abord représenté figure 4.20 le diffractogramme théorique attendu en présence de la variante V1.

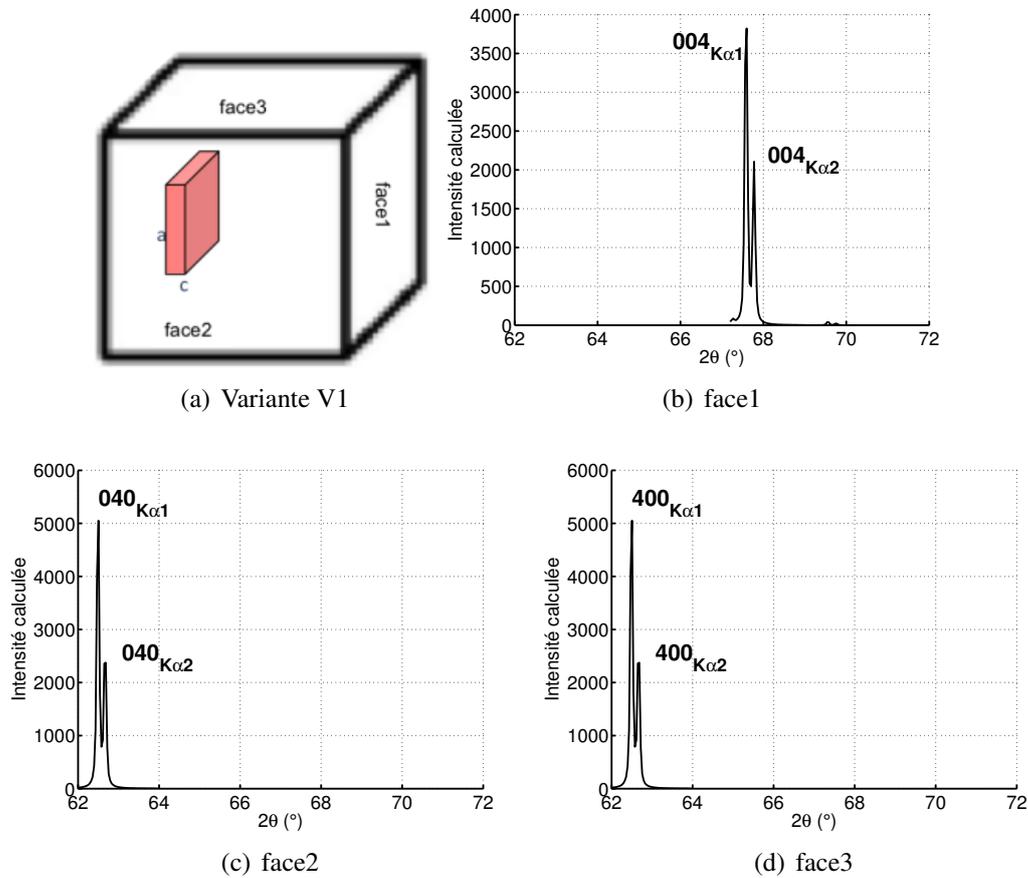


FIGURE 4.20: Résultats théoriques de diffraction pour un monovariant V1 parfait

Les spectres de diffraction mesurés sur les faces de l'échantillon sont reportés figure 4.21.

Les mesures montrent bien qu'au début de la campagne, la variante principale est la variante V1 mais que les autres variantes sont présentes en minorité. En fin de mesure, on constate une présence importante des pics de la variante V1 et de la variante V2. La grande particularité sur cet échantillon est, d'après nous, un niveau plus élevé de contraintes résiduelles. Ainsi, nous assisterions à une compétition entre ces niveaux de contraintes et le champ magnétique. Les contraintes résiduelles auraient tendance à favoriser la variante initiale lors du retour aux champs faibles. Ces effets de compétition entre le champ magnétique et la contrainte mécanique sont notamment observés par [Xue, 2013] et [Straka, 2007].

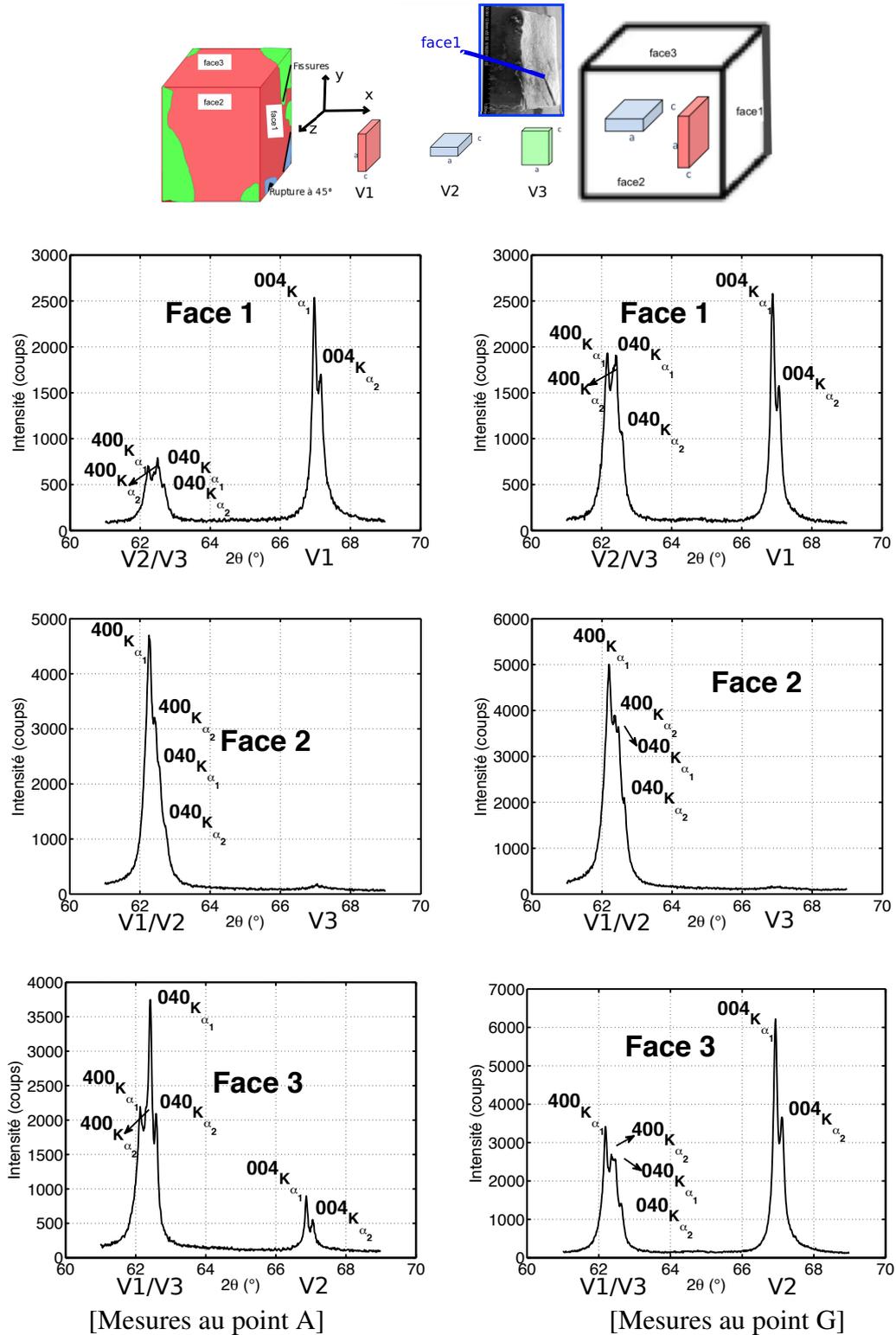


FIGURE 4.21: Évolutions du spectre DRX mesuré au début et à la fin des cycles d'aimantation : mesures au point (A) à gauche et mesures au point (G) à droite. Mesures effectuées à l'EEL - Lorena [Source cuivre]

5 Comparaison essai de la littérature / modèle

Nous n'avons pas exploré des sollicitations en contrainte sur l'échantillon lors de la campagne expérimentale. En effet, cet objectif n'était d'une part pas visé. D'autre part, nous ne disposons ni de l'équipement ni du temps nécessaire à une étude expérimentale plus poussée. Néanmoins, le modèle a une écriture multiaxiale et multiphysique. Il permet de simuler le comportement sous des sollicitations combinées thermiques - magnétiques - mécaniques en 3D. Nous avons voulu tester le modèle dans une configuration multiaxiale. Pour cela, nous avons simulé la réorientation martensitique en bicompression.

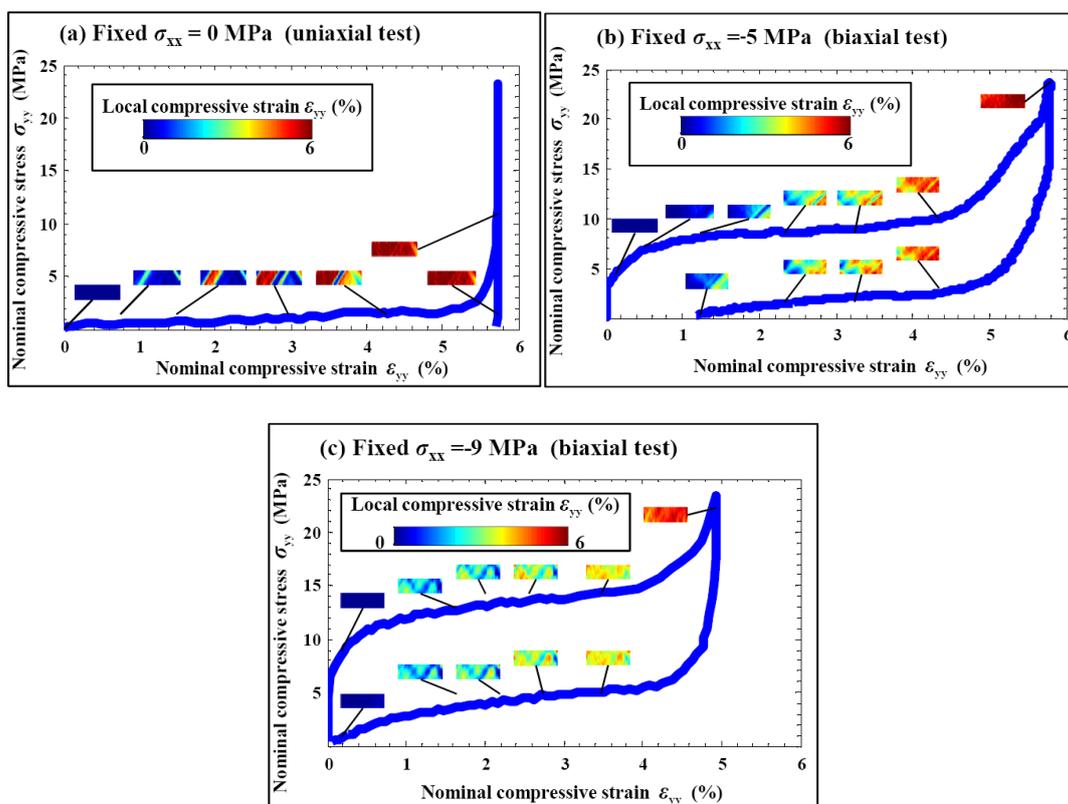


FIGURE 4.22: a) Chargement uniaxial $\sigma_{xx} = 0$ MPa ; σ_{yy} variable ; b) chargement biaxial $\sigma_{xx} = -5$ MPa ; σ_{yy} variable ; c) chargement biaxial $\sigma_{xx} = -9$ MPa ; σ_{yy} variable . Mesures effectuées sur un monocristal de NiMnGa d'après [Xue, 2013]

Les expériences, reportées figure 4.22, ont été menées par Xue Chen dans sa thèse de doctorat ([Xue, 2013]). Celle-ci a réalisé des essais biaxiaux sur un monocristal de Ni - Mn - Ga ayant la même composition que le nôtre. Les plans $\{400\}$ de l'austénite sont alignés avec l'axe \vec{x} de l'échantillon. Les valeurs de seuils thermiques et d'enthalpie fournies dans le manuscrit sont : $M_s = 50,5^\circ\text{C}$, $M_f = 48,5^\circ\text{C}$, $A_s = 57^\circ\text{C}$, $A_f = 58,5^\circ\text{C}$, $\Delta h = 7,7\text{J.g}^{-1}$. Nous avons supposé les autres paramètres identiques à notre lot de NiMnGa. Lors des mesures expérimentales, l'échantillon était d'abord réorienté par

compression pour sélectionner une variante unique en début d'essai. Nous avons pour les simulations appliqué une contrainte de configuration d'une valeur de $-1,5$ MPa afin de présélectionner cette variante.

Nous avons simulé les essais de bicompression en maintenant la contrainte σ_{xx} constante (figure 4.23). Les seuils évalués par le modèle sont similaires aux seuils expérimentaux. L'auteur observe un comportement superélastique pour les valeurs de σ_{xx} plus élevées ($\sigma_{xx} = -9$ MPa). Le modèle, dans sa version actuelle, ne permet pas de reproduire le comportement hystérétique à la décharge.

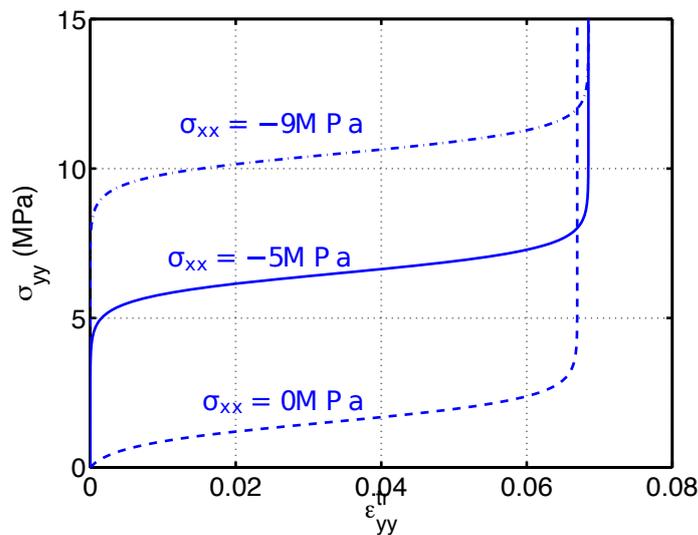


FIGURE 4.23: Estimations du modèle (contrainte de configuration pour le modèle $\sigma_{xx} = -1,5$ MPa) paramètres de simulation : $A = 0,37 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$ $B = 0,56 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3 \cdot \text{J}^{-1}$

6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons caractérisé le comportement d'un monocristal de NiMnGa. Les mesures ont porté sur la transformation de phase entre l'austénite et la martensite, induite thermiquement et la réorientation de variantes martensitiques, sous l'action d'un champ magnétique.

L'utilisation de l'EBSD et de la DRX a permis d'identifier la nature des variantes présentes dans le matériau avant et en cours d'essai. Nous avons ainsi pu observer une accumulation de variantes résiduelles dans l'échantillon au fur et à mesure des chargements. Ceci a conduit à une semi-réversibilité de la réorientation martensitique associée à l'historique des chargements sur l'échantillon.

Nous avons comparé les courbes expérimentales aux simulations du modèle multiéchelle unifié. Ce dernier est à même de reproduire les seuils de transformation de phase. De même, le modèle retranscrit bien les seuils de réorientation martensitique et les niveaux

de déformation associés, lors de l'application d'un champ magnétique unidirectionnel ou encore lors de sollicitations mécaniques uniaxiales ou biaxiales.

Le modèle permet d'explorer des chargements très complexes (contraintes multiaxiales combinées à un champ magnétique unidirectionnel, ou même tournant !), avec différentes configurations de départ (prise en compte d'une texture pour un polycristal, distributions des variantes de départ pour un monocristal).

Néanmoins, le modèle ne permet pas, dans sa version actuelle, d'aborder l'hystérésis qui intervient lors de la décharge à la suite d'une réorientation de variantes.

Le modèle permet par ailleurs de tester des situations difficiles à réaliser expérimentalement. C'est le cas de la réponse magnétique et magnéto - mécanique d'un polycristal isotrope de NiMnGa. Le matériau est en effet très fragile. L'assemblage polycristallin n'est pas stable expérimentalement (le matériau se pulvérise très rapidement). Un calcul en condition de contraintes homogènes peut être proposé.

Nous avons testé le modèle sur un polycristal isotrope de 546 grains (les figures de pôles $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ associées sont représentées figure 4.25). Nous avons simulé le comportement pour une sollicitation suivant l'axe \vec{x} , suivant l'axe \vec{y} et suivant l'axe \vec{z} . Les trois courbes d'aimantation, reportées figure 4.25.a, présentent des allures similaires. La déformation associée (figure 4.25.b) est une contraction maximale $\epsilon_{rr}^{xx} = -2,1\%$ pour $\vec{H} // \vec{x}$ et une elongation maximale $\epsilon_{rr}^{xx} = +1,05\%$ pour $\vec{H} // \vec{y}$ et $\vec{H} // \vec{z}$. Les valeurs de la déformation maximale sont, sans surprise, très inférieures à celles du monocristal.

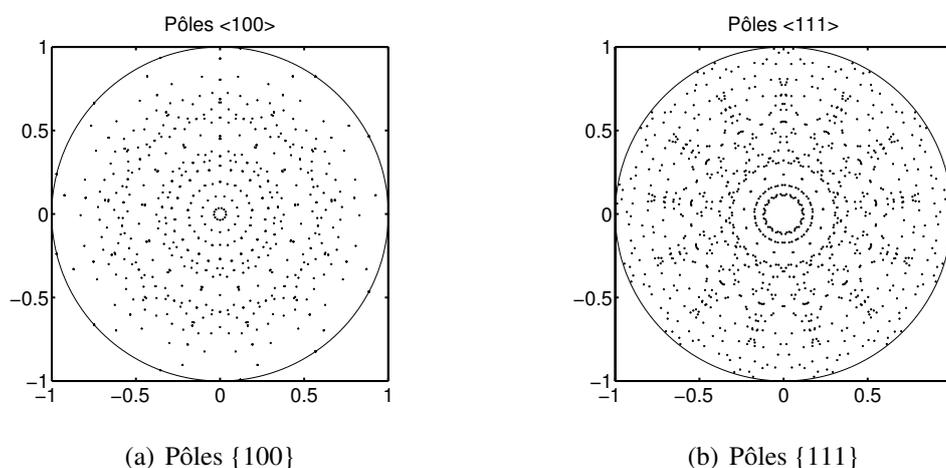


FIGURE 4.24: Figures de pôles du VER isotrope de 546 grains

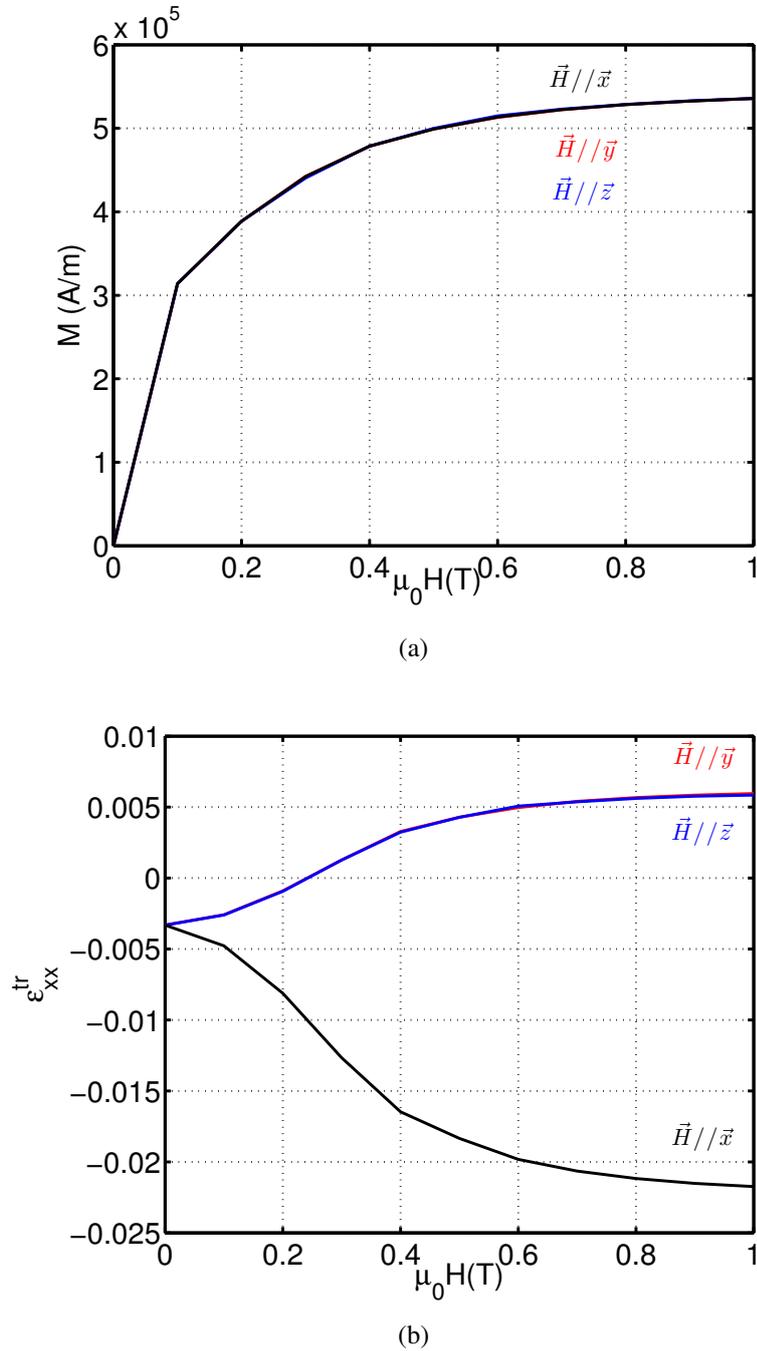


FIGURE 4.25: a) Courbes d'aimantation calculées à l'aide du modèle pour un VER isotrope de 546 grains ; b) résultats de simulation associés : déformations de transformation suivant l'axe \vec{x} (pas de contrainte de configuration)

Conclusion

Ce travail de thèse vise le développement et la validation d'un modèle multiéchelle capable de prédire aussi bien le comportement des AMF que celui des AMFM, pour des chargements multiphysiques complexes. Nous nous sommes intéressés à la modélisation du comportement d'un polycristal. L'approche multiéchelle adoptée s'appuie sur des stratégies de changement d'échelles du domaine magnétique à la variante, de la variante au grain puis du grain au polycristal. Le modèle proposé se base sur une formulation thermodynamique des énergies des domaines à l'échelle de la microstructure. Il s'inspire du travail de [Maynadier, 2012].

Parallèlement au développement de ce modèle, une étude expérimentale était nécessaire afin d'une part d'identifier les propriétés intrinsèques des matériaux étudiés, et d'autre part de valider les estimations de la modélisation. A cette fin, des mesures de fractions volumiques de phase par diffraction des rayons X in - situ ont été entreprises lors de sollicitations thermiques (cycles de chauffage-refroidissement) et mécaniques (traction, compression, essais 2D) sur des alliages de NiTi. L'exploitation des résultats de diffractométrie a permis une analyse quantitative des fractions volumiques des phases en présence. Celles-ci ont été comparées avec succès aux estimations du modèle.

Le modèle permet de rendre compte des phénomènes associés à la transition de phase et des spécificités du NiTi (apparition de la phase R et uniformité de la transformation en température, sélection de variantes sous chargement mécanique). L'utilisation de deux lots différents de NiTi (ayant notamment des températures de transformation différentes) a permis de tester une forme de robustesse du modèle.

Une mesure de surface de début de transformation avec un seuil en déformation a également été réalisée grâce à la mise en place d'un essai de chargement mécanique biaxial. Les résultats expérimentaux sont en accord avec le modèle (surface seuil en forme de poire inversée). Le modèle indique d'ailleurs que cette forme est liée à un accroissement inattendu de la fraction de phase R, en bitraction notamment.

Nous avons ensuite pu explorer d'autres cas de chargements multiphysiques grâce à l'utilisation de monocristaux de Ni - Mn - Ga. L'étude expérimentale sur le Ni - Mn - Ga correspond à une étude préliminaire dont le mérite a été de nous aider à mieux comprendre les mécanismes en jeu. L'utilisation de la DRX a permis de lier l'allure des courbes d'aimantation ainsi que les valeurs de déformations à la nature des variantes présentes dans le matériau. Le modèle permet bien de retrouver les courbes d'aimantation initiale suivant les axes de facile et de difficile aimantation. Il permet également de simuler le comportement moyen d'un polycristal isotrope ou non isotrope, même si aucune comparaison

expérimentale n'a pu être proposée. De même, le modèle permet de reproduire les effets de couplages magnétomécaniques. Les possibilités qu'offre le modèle en termes de cas tests sont très grandes. Il est tout à fait possible de tester des cas de compétition entre contraintes biaxiales et champ magnétique ou encore de voir l'effet d'un champ tournant sur le comportement d'un AMFM.

Un des points importants abordés dans le manuscrit est celui de l'hystérésis. L'hystérésis n'a pas une source unique dans les AMF. Il peut être lié aux transferts thermiques associés à la transformation martensitique, à l'hystérésis de germination, aux frottements internes lors des mouvements de parois sous chargements magnétiques. Il peut également traduire l'irréversibilité inhérente à la réorientation de variantes sous champ magnétique.

Le modèle permet d'une part de représenter le cycle d'hystérésis magnétique. L'approche de Hauser utilisée consiste à prendre en compte une densité de distribution de défauts sur la trajectoire des parois de domaines. Les paramètres d'identification dépendent de quantités macroscopiques telles que le champ coercitif ou encore la susceptibilité initiale. La prise en compte des phénomènes de frottement est faite à l'échelle du VER uniquement et rend compte d'un comportement moyen.

L'hystérésis associée aux transferts thermiques a également été traitée. L'approche adoptée dérive de l'équation de la chaleur. Un calcul incrémental est effectué avec des pas de chargement adaptés. L'évaluation de la variation de température est d'abord obtenue "a posteriori" grâce à une première évaluation des niveaux de fractions de phase. Un calcul de convergence est alors mené jusqu'à stabilisation de la réponse en température. Néanmoins, une telle approche ne peut strictement s'envisager que dans le cadre d'un calcul de structure.

L'hystérésis de germination est également prise en compte dans le modèle sous une forme très simplifiée à ce stade. Il s'agit principalement de se baser sur les résultats de DSC pour définir des niveaux d'enthalpie différents selon le trajet de chargement. Cet aspect est clairement à améliorer.

Par ailleurs, le modèle ne permet pas de simuler la non réversibilité de la réorientation martensitique, pourtant clairement observée expérimentalement, en particulier avec les AMFM. Les mesures ont montré que cette réorientation sous champ pouvait devenir complètement réversible à des niveaux de contraintes importants. Cette modélisation reste un objectif complexe à atteindre.

Le modèle, dans sa version actuelle, est tout à fait apte à reproduire quantitativement des seuils de transformation de phase et qualitativement l'évolution du comportement au delà de la transition. Il peut ainsi servir à questionner des modèles phénoménologiques ou encore des résultats expérimentaux. Il faut néanmoins veiller à ce que l'échelle de comparaison soit pertinente.

Un autre aspect non traité dans ce travail de thèse est l'introduction de la loi de comportement de VER dans un code de calculs de structures par différences finies ou éléments finis. Le modèle utilisant une quinzaine de variables internes à l'échelle du grain pour autant de variantes de phases et nécessitant une centaine de grains pour obtenir un

comportement de VER, la simulation d'une structure n'est pas envisageable en l'état. La solution en passe d'être testée est l'utilisation d'un cristal équivalent, méthode dont la pertinence a déjà été démontrée pour les modèles magnétiques [Bormio Nunes et Hubert, 2015]. Il s'agira ainsi de simuler des situations de chargement thermomécanique et magnéto-mécanique hétérogènes et les phénomènes de localisation associés.

Ce travail de thèse a été l'occasion de développer des dispositifs expérimentaux innovants pour la caractérisation des AMF. Nous avons ainsi pu mener un suivi in - situ de la transformation de phase par DRX sous contraintes biaxiales, associé à des mesures de déformations par corrélation d'images. L'utilisation de la DRX in - situ ouvre déjà des perspectives intéressantes telles que la possibilité d'explorer la réorientation de variantes martensitiques sous chargement magnétique. Le dispositif correspondant est disponible au laboratoire. Il consiste en l'utilisation du petit électroaimant (présenté en chapitre 4) qui peut être placé sous le bâti de la DRX (figure 4.26). Si l'étude est menée sur un monocristal, il sera important de réfléchir au positionnement de l'échantillon. Du fait des rotations du réseau cristallographique sous champ, les plans des nouvelles variantes risquent en effet de ne pas être dans la bonne configuration de diffraction.

Notons enfin que l'ensemble de la démarche de caractérisation expérimentale et de modélisation peut être étendu à d'autres AMF.

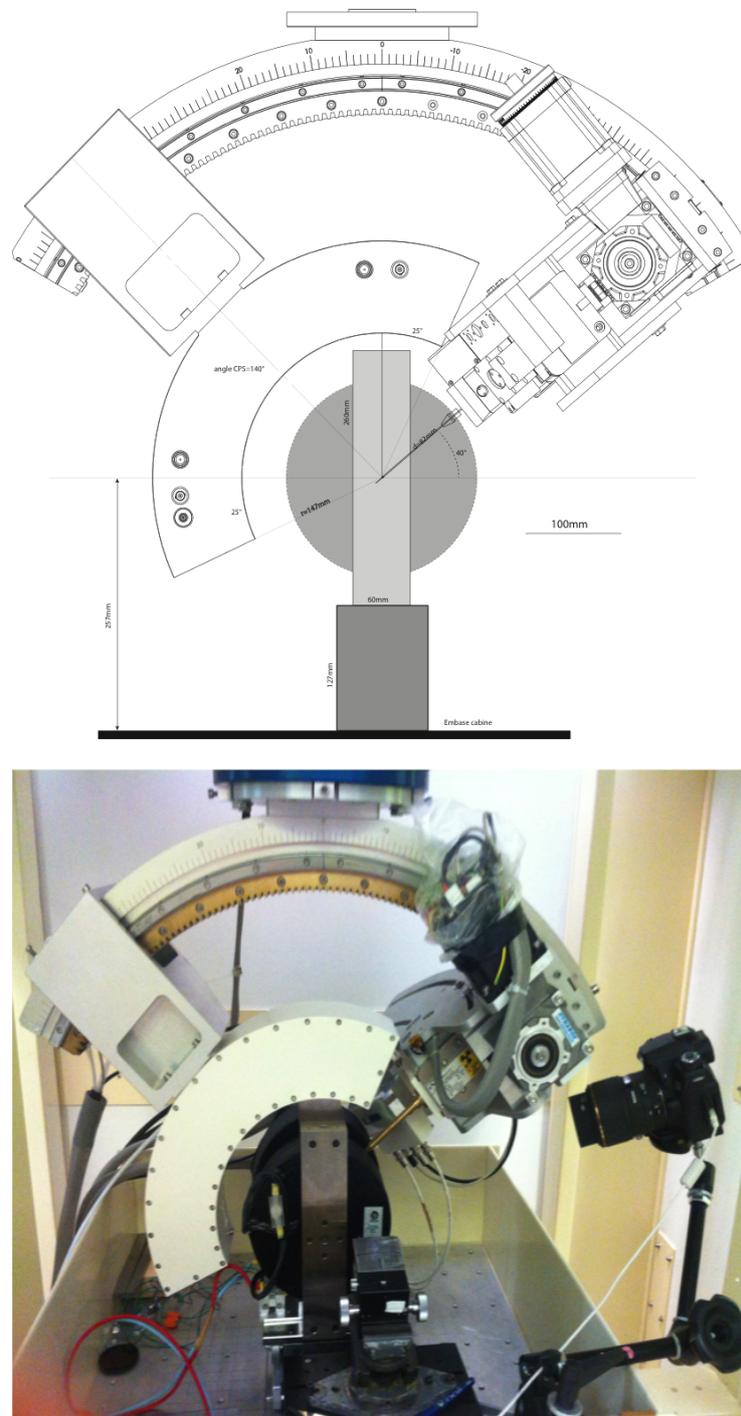


FIGURE 4.26: Dispositif de mesures DRX in - situ sous champ magnétique

Annexe A

Diffraction des rayons X

La DRX permet de mesurer les intensités diffractées par les plans cristallographiques des phases. Pour identifier une phase, il est possible de simuler son diffractogramme théorique (courbe $I - 2\theta$ [Intensité - Angle de diffraction]) en se basant sur la théorie des poudres. Cette démarche nécessite de connaître la structure cristallographique de la phase (symétrie cristalline, positions et nature des atomes, paramètres de maille). Nous avons à cet effet développé un code sur MATLAB qui permet de calculer le diffractogramme théorique de chacune des 3 phases du NiTi (Austénite, phase R, Martensite). Nous avons ainsi pu définir les phases qui apparaissaient / disparaissaient durant l'essai par identification de leurs plans cristallographiques caractéristiques.

1 Diffraction des rayons X à la température austénitique : Problématique de la texture

L'analyse de phase par diffraction des rayons X nécessite une étape d'identification des pics caractéristiques de chaque phase présente dans le matériau. Connaissant la nature cristallographique des phases ainsi que les conditions de diffraction, il est possible de simuler les diffractogrammes théoriques. Ces derniers permettent de connaître la nature des plans qui diffractent ainsi que leurs positions de diffraction et les intensités relatives correspondantes.

1.1 Simulation du diffractogramme théorique de l'austénite

L'analyse des résultats DRX nécessite une indexation préalable des pics de chaque phase. Celle-ci se fait souvent en se basant sur une simulation des diffractogrammes de poudre. Les trois phases du NiTi sont l'austénite, la phase R et la martensite. Les structures cristallographiques de ces phases sont décrites dans la littérature.

1.1.1 Théorie des poudres

L'utilisation de la théorie des poudres suppose une distribution aléatoire des grains. Ainsi tous les plans cristallographiques respectant la loi de Bragg sont à même de diffracter. L'intensité de diffraction est proportionnelle à la multiplicité m des plans concernés et au module de leurs facteurs de structure F_{hkl} (A.1).

$$I_{hkl}^{theor} \propto \frac{1}{v^2} m * L * |F_{hkl}|^2 * e^{B(\sin\theta/\lambda)^2} \quad (\text{A.1})$$

$$L = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta)\cos(\theta)} \quad (\text{A.2})$$

L est le facteur de Lorentz (Eq.(A.2)). v correspond au volume de la maille. B définit le facteur de température. Nous pouvons le calculer pour chaque atome connaissant sa masse atomique et sa température caractéristique. Il est intéressant de prendre en compte ce facteur. En effet, les déplacements dûs à l'agitation thermique sont loin d'être négligeables si nous les comparons aux distances interatomiques. De plus, nous réalisons des expériences sur une plage de température assez importante [+100°C ; -100°C].

Les données nécessaires à cette simulation sont donc le motif du réseau, les paramètres de maille et la multiplicité de chaque plan. Le tableau A.1 résume ces données tirées de la bibliographie pour les phases du NiTi. La phase R est souvent considérée comme hexagonale pour des raisons de simplification. Du fait de la variabilité du faisceau,

Réseaux	Motifs				Paramètres de maille
Cubique	Ni	0	0	0	a=b=c=0,3017nm $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
	Ti	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	$\frac{1}{2}$	
Hexagonale	Ni	0	0	$\frac{1}{2}$	a=b=0,7345nm c=0,527nm $\alpha = \gamma = 90^\circ$ $\beta = 120^\circ$
	Ni	$\frac{1}{3}$	$\frac{2}{3}$	0,562	
	Ni	0,322	-0,0169	0,852	
	Ti	0	0	0	
	Ti	$\frac{1}{3}$	$\frac{2}{3}$	0,028	
	Ti	0,318	-0,008	0,337	
Monoclinique	Ni	0,0372	$\frac{1}{4}$	0,6752	a=0,2898nm b=0,4108nm c=0,4646nm $\alpha = \gamma = 90^\circ$ $\beta = 97,78^\circ$
	Ti	0,4176	$\frac{1}{4}$	0,2164	

TABLE A.1: Structures cristallographiques des phases du NiTi d'après [Urbina *et al.*, 2010]

de la variabilité de la microstructure (hétérogénéités locales, contraintes internes,...) les pics expérimentaux ne se présentent pas comme des fonctions Dirac mais présentent une

dispersion qui évolue selon la déviation angulaire et selon la nature de la maille élémentaire. Pour prendre en compte cette dispersion de manière simplifiée, nous représentons les pics sous la forme de gaussiennes centrées sur la déviation angulaire $2\theta_0$.

Le programme est écrit sous Matlab.

La figure A.1 représente le diffractogramme issu de la théorie des poudres pour l'austénite.

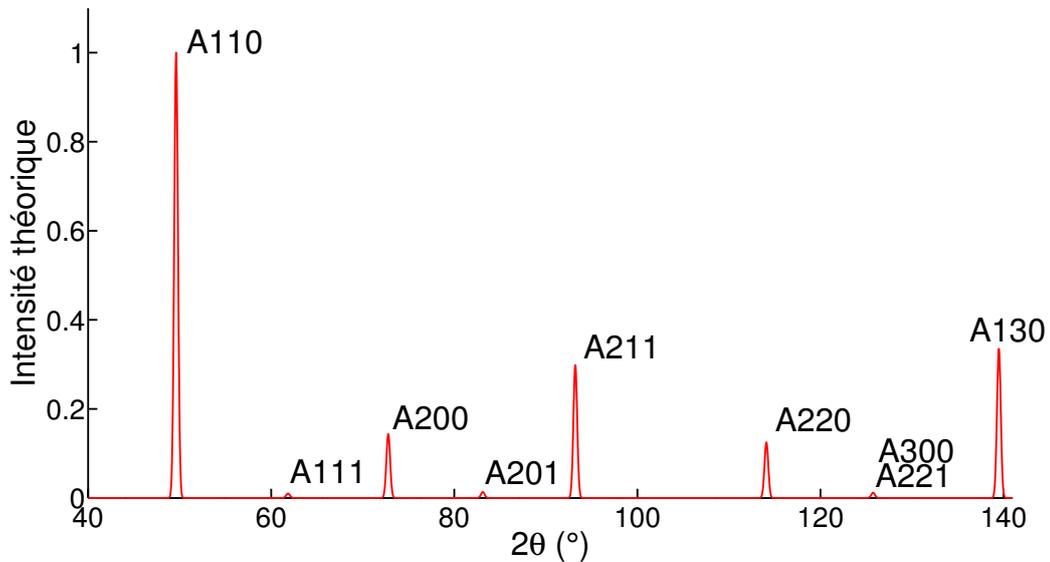


FIGURE A.1: Diffractogramme théorique de la phase austénitique du NiTi [Source cobalt ($\lambda_{K\alpha}=0,1789\text{nm}$)]

1.1.2 Calcul théorique sur polycristal texturé

Les échantillons de NiTi dont nous disposons ne sont pas sous forme de poudre. Ce sont des plaques fines polycristallines obtenues par laminage et présentant une texture isotrope transverse. La texture peut impacter les intensités relatives dans le sens où certains plans auront une statistique plus favorable. Afin de quantifier l'effet de la texture, nous pouvons nous appuyer sur une fonction de distribution des orientations au sein du matériau. Certains logiciels permettent de choisir une fonction de correction de texture et d'en ajuster les paramètres pour retrouver une bonne approximation d'un diffractogramme expérimental. Cette méthode peut donner une allure proche du graphe expérimental même si la texture trouvée est différente de la texture réelle du matériau. Par ailleurs, il est nécessaire d'avoir des pics bien définis pour limiter les erreurs. Or les pics de la martensite par exemple sont réputés de très faible intensité. Nous préférons utiliser les mesures d'orientations obtenues à température ambiante par EBSD (figure A.2). Nous utilisons une fonction qui peut être sous différentes formes (gaussiennes, fonctions de type March - Dollase, suite d'harmoniques sphériques...) pour représenter la fonction de distribution d'orientations (FDO) pour l'austénite. L'expression de l'intensité de diffraction héritée de la méthode des poudres est alors enrichie de cette fonction afin de prendre en compte l'effet de texture (Eq. (A.3)). Dans cette équation g_c représente la distribution des orientations pour la maille cubique de l'austénite.

$$I_{hkl}^{corr} = I_{hkl}^{theor} * f(g_c) \quad (A.3)$$

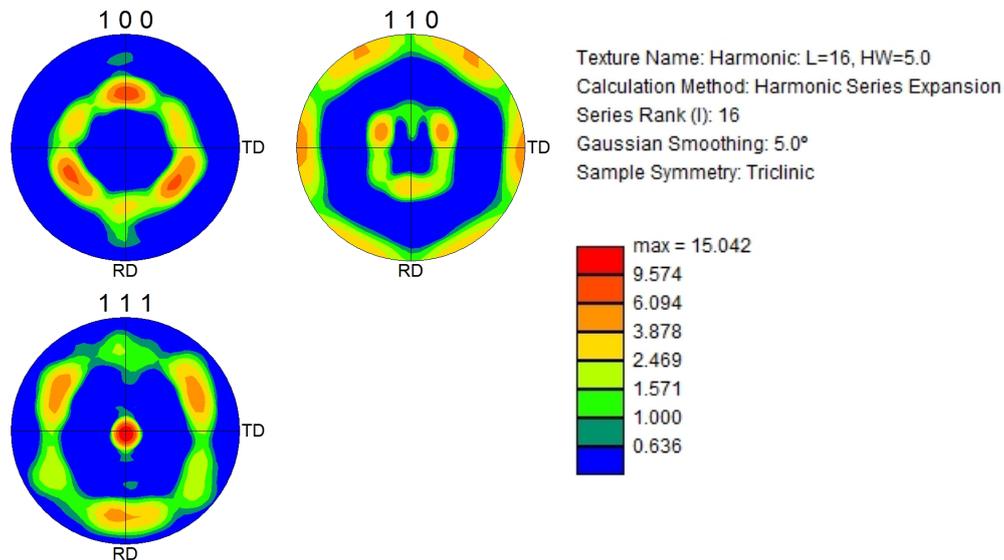


FIGURE A.2: Figures de pôles mesurées par EBSD de l'austénite du lot A

1.1.2.1 Conditions de diffraction Le positionnement de l'échantillon et la configuration du montage jouent un rôle important sur la prise en compte de la texture. Dans notre montage (Figure A.3), la source des rayons X est une source au cobalt ($\lambda_{K\alpha}=0,1789\text{nm}$). Le faisceau vient impacter le matériau avec une incidence de 50° par rapport à la normale. Notre montage est fixe (position de l'échantillon, faisceau, détecteur). Le détecteur courbe permet une mesure simultanée sur une plage angulaire de 110° . La condition de diffraction de Bragg permet d'associer une position et une déviation angulaire pour chaque famille de plans. De plus, nous sommes limités à une fenêtre de détection qui dépend de l'ouverture angulaire du détecteur.

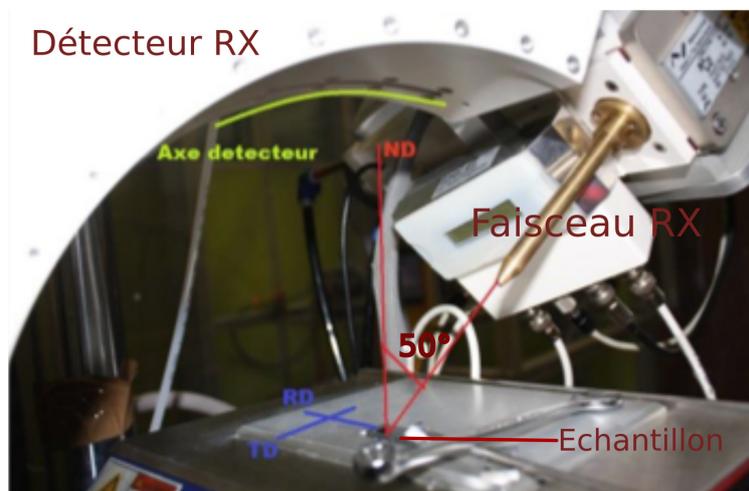


FIGURE A.3: Montage de diffraction

1.1.2.2 Fonction de texture : gaussienne Nous disposons des orientations discrètes de n grains sur une zone représentative grâce à la mesure EBSD. Nous pouvons utiliser une fonction simple sous forme de gaussienne pour représenter cette distribution (Eq. (A.4)). Le paramètre C à ajuster correspond à la largeur à mi - hauteur de la fonction gaussienne. Le vecteur diffraction correspond à la bissectrice entre le faisceau incident et le faisceau diffusé. α_i correspond à l'écart angulaire entre le vecteur diffraction et la normale au grain i . Cette correction de texture est implémentée dans le programme Matlab qui permet le calcul des intensités théoriques. La figure A.4 illustre l'effet de la texture sur le diffractogramme pour différentes valeurs du facteur de correction C .

$$f(g_c) = \sum_{i=1}^n e^{-\frac{\alpha_i^2}{2C^2}} \quad (\text{A.4})$$

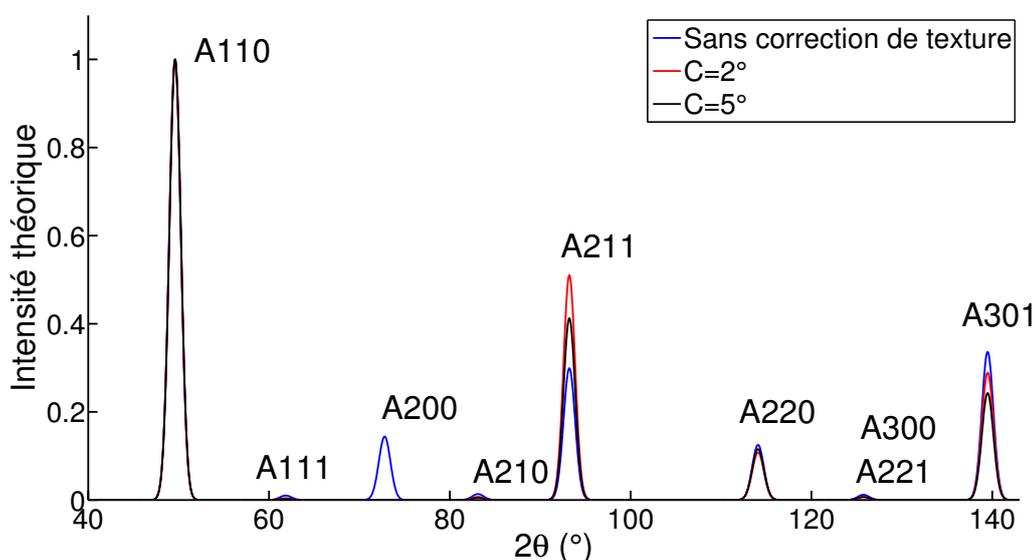


FIGURE A.4: Intensité théorique normalisée pour le *LotA* : correction de texture pour l'austénite avec une fonction gaussienne

1.2 Mesure DRX à l'état austénitique ($T=50^{\circ}\text{C}$)

Les premières mesures DRX sont effectuées à la température de 50°C (figure A.6). A cette température et en se basant sur les DSC, le matériau est complètement austénitique pour chacun des lots de NiTi.

1.2.1 Dispositif expérimental

Nous utilisons un montage DRX in situ (figure A.5). Il se compose d'un goniomètre sur lequel sont positionnés l'ensemble (tube à rayons X - collimateur de faisceau) et le détecteur courbe (INEL CPS 180 : $2\theta = 110^{\circ}$). Les diffractogrammes rapportent l'intensité diffractée par les familles de plans $\{hkl\}$ en fonction de leur angle de Bragg 2θ [Cullity et Stock, 2001]. Les expérimentations sont menées sur des échantillons de nickel - titane quasi équiatomique du *lotA*. Nous utilisons une source au cobalt ($\lambda_{K\alpha} = 0,1789\text{nm}$). La commande en température est faite à l'aide d'une platine Peltier (figure A.5). Cette platine peut atteindre une température de 80°C .

1.2.2 Identification des plans diffractants

La figure A.6 présente le diffractogramme expérimental mesuré à $T=50^{\circ}\text{C}$. Tous les plans diffractants sont identifiables et correspondent comme attendu à des plans de l'austénite.

La comparaison des diffractogrammes expérimental et théorique (issu de la théorie des poudres) (figure A.7) de l'austénite montre une nette différence des intensités de pics

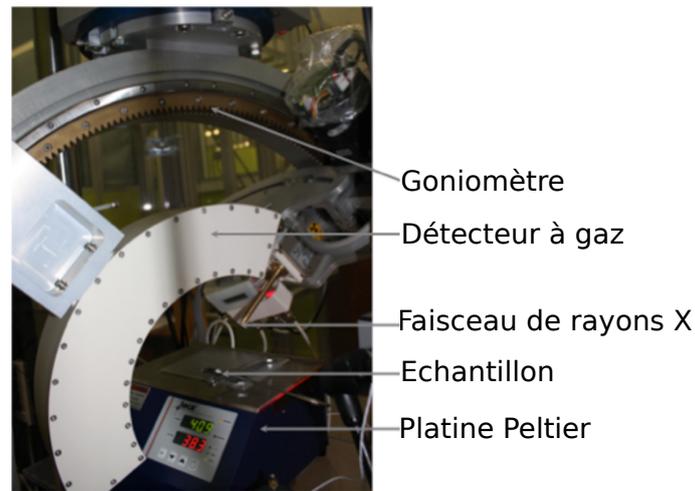


FIGURE A.5: Montage DRX pour les mesures en température

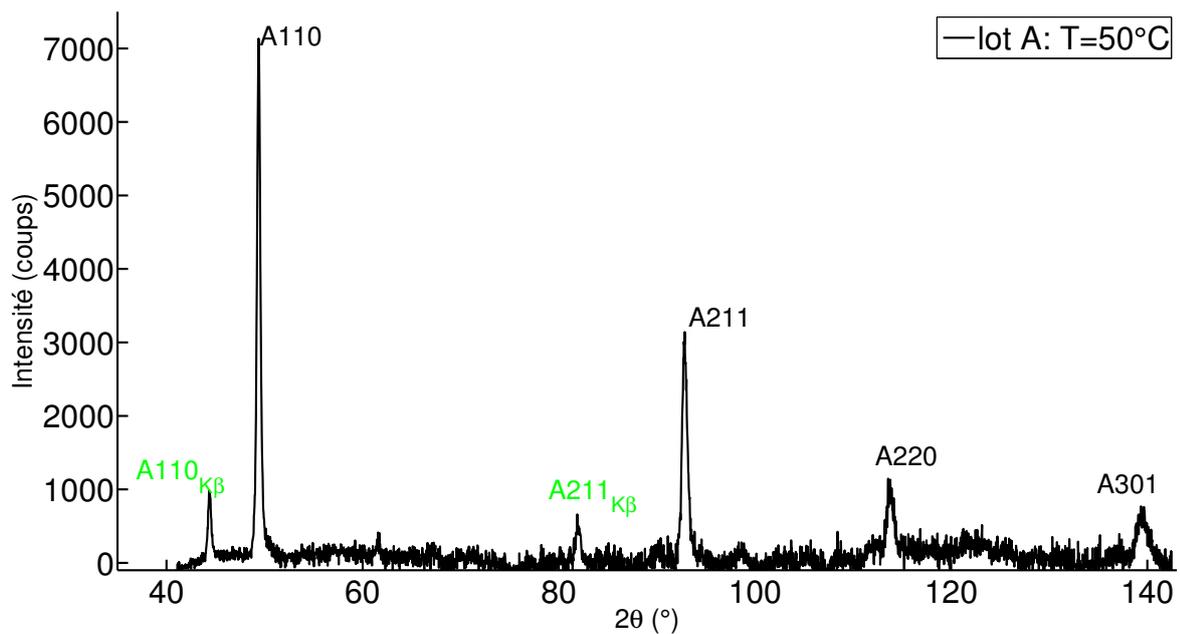


FIGURE A.6: RX sur NiTi à T=50°C pour les échantillons du *lotA* [Source Cobalt : 30kV 30mA t=10min]

diffractant pour le *lotA*. Par exemple, le pic principal A200 de la maille cubique, dont l'intensité théorique relative est de 14%, n'apparaît pas expérimentalement. Ce résultat est caractéristique d'un effet de texture. En effet, le matériau présente une texture isotrope transverse héritée du procédé de fabrication (forgeage).

La figure A.7 donne une estimation du nouveau diffractogramme théorique de l'austénite une fois la texture prise en compte. La correction de texture permet une meilleure

estimation des intensités relatives (en particulier la disparition du pic A200 - voir tableau A.2).

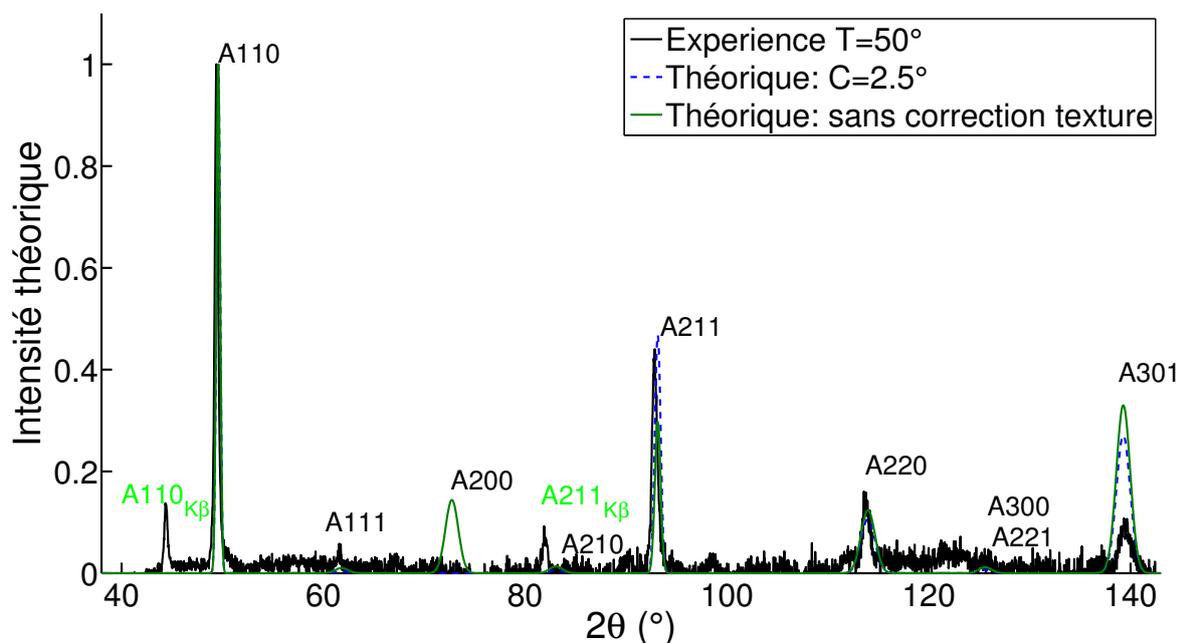


FIGURE A.7: NiTi *lotA* T=50°C : comparaison des diffractogrammes expérimentaux et théoriques

Plans h k l	2θ théor. (°) $a_0 = 0.3015nm$	$I_{relatif}$ théor. Poudre	$I_{relatif}$ théor. Correction gaussienne		2θ exp. (°)	$I_{relatif}$ exp.
			C=2,5°	C=1°		
110 _{Kβ}	-	-	-	-	44,4°	11,7%
110	49,6°	100%	100%	100%	49,4°	100%
111	61,8°	1%	0,3%	0,4%	non détecté	non détecté
200	72,7°	14%	0%	0%	non détecté	non détecté
211 _{Kβ}	-	-	-	-	81,8°	12,9%
210	83°	1,3%	0,6%	0,8%	-	-
211	93,1°	29,6%	46,7%	74,4%	92,8°	66,6%
220	113,9°	12,3%	10,6%	11,1%	113,7°	37,5%
221	125,6°	0,9%	0,6%	0,9%	-	-
300	125,6°	0,2%	0%	0%	-	-
301	139,3°	32,9%	26,9%	32,8%	139,5°	35,8%

TABLE A.2: Plans diffractant et intensités relatives : *lotA*

Une démarche similaire permet l'identification des plans diffractants pour le *lotB*.

1.3 Texture de la phase R et de la martensite

1.3.1 Diffractogrammes issus de la théorie des poudres

Les données nécessaires sont résumées dans le tableau A.1. Pour rappel, la phase R est considérée hexagonale. La figure A.8 représente les diffractogrammes issus de la théorie des poudres pour l'austénite, la phase R et la martensite. Nous pouvons voir que ces phases présentent des natures de plans diffractants et des ratios de pics reconnaissables. Nous pouvons également observer l'effet de la perte de symétrie (au passage de l'austénite vers la phase R ou vers la martensite) par l'augmentation du nombre de plans diffractants. Dans une démarche d'identification, il faut néanmoins prendre garde au fait que les intensités relatives entre l'austénite, la phase R et la martensite sont souvent différentes (la phase R et la martensite conduisent à des diffractogrammes de moindre intensité) et que certains pics peuvent parfois se superposer.

1.3.2 Estimation de la texture de la phase R et de la martensite

La phase R et la martensite héritent de la texture de la phase mère. La démarche adoptée est reprise de Humbert [Humbert *et al.*, 2010]. Nous nous basons sur la texture de l'austénite afin de retrouver les textures associées aux phases créées. Le passage de la maille cubique à la maille monoclinique (martensite) ou trigonale (phase R) correspond au produit d'une translation U et d'une rotation R . Les relations d'orientations (Eq. (A.5) Eq. (A.7)) [Otsuka et Ren, 2005] entre vecteurs de base permettent de retrouver les matrices de rotation (Eq (A.6) Eq. (A.8)) correspondant aux changements de repère.

$$[100]_c \rightarrow [100]_M \quad [010]_c \rightarrow [011]_M \quad [001]_c \rightarrow [0\bar{1}1]_M \quad (\text{A.5})$$

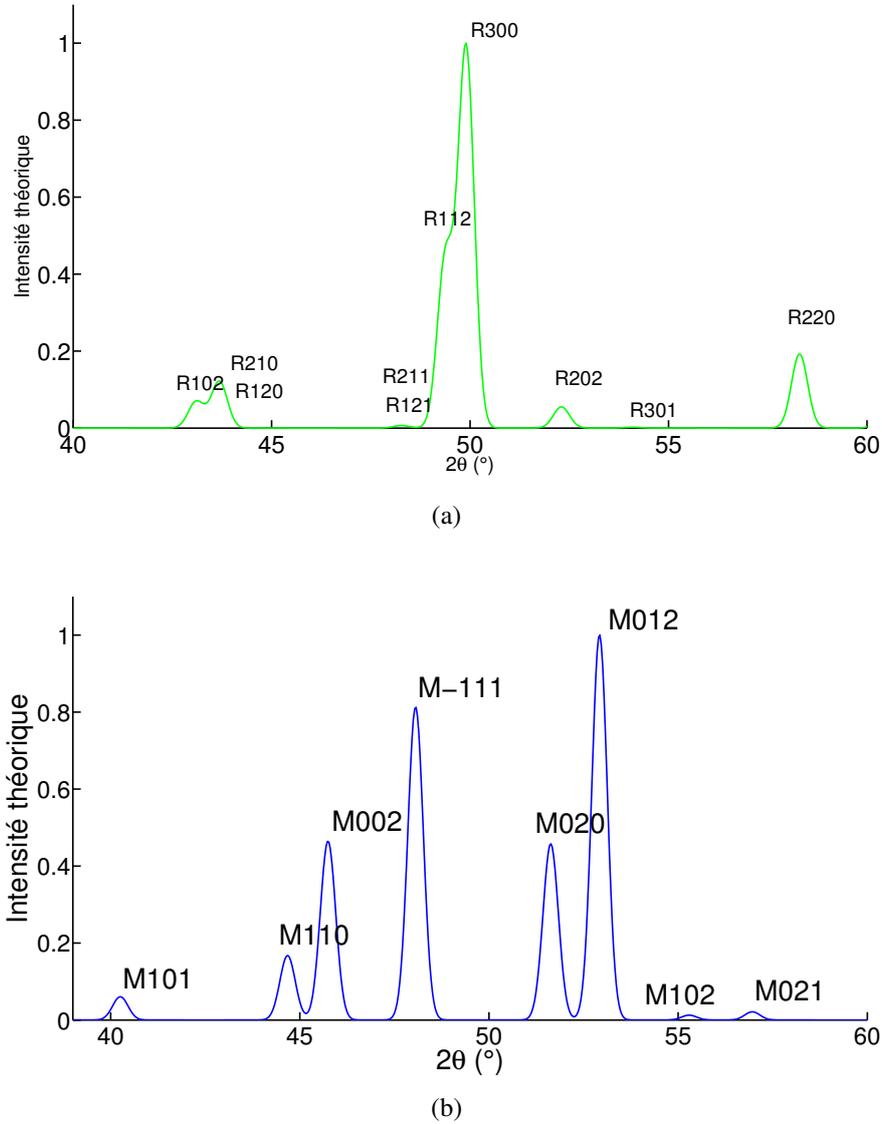


FIGURE A.8: Diffractogrammes théoriques de la martensite et de la phase R du NiTi [source Cobalt ($\lambda_{K\alpha}=0,1789\text{nm}$)] : a) Phase R ; b) Martensite

$$R_{OR} = \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{\sqrt{2}} & -\frac{1}{\sqrt{2}} \\ 0 & -\frac{1}{\sqrt{2}} & -\frac{1}{\sqrt{2}} \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\beta) & \sin(\beta) \\ 0 & -\sin(\beta) & \cos(\beta) \end{pmatrix}_{c \rightarrow M} \quad (\text{A.6})$$

$$[111]_c \rightarrow [100]_T \quad [01\bar{1}]_c \rightarrow [010]_T \quad [\bar{2}11]_c \rightarrow [001]_T \quad (\text{A.7})$$

$$R_{OR} = \begin{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{6}} & \frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \\ -\frac{2}{\sqrt{6}} & 0 & \frac{1}{\sqrt{3}} \\ \frac{1}{\sqrt{6}} & -\frac{1}{\sqrt{2}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \end{pmatrix}_{c \rightarrow R} \quad (\text{A.8})$$

Le nombre de variantes créées dépend du ratio des symétries de chaque système. Par exemple, la martensite possède un seul axe de symétrie donc deux matrices de symétrie de rotation contre 48 matrices de symétrie pour le système cubique. L'idée est de faire subir à la FDO de l'austénite une rotation correspondant à la transformation considérée. Cela suppose de prendre en compte d'une part la rotation de base mais aussi les symétries intrinsèques à chaque système. Prenons g_c qui correspond aux orientations des grains cubiques. Elles sont invariantes par rapport aux symétries Q_c du cube. On fait subir à cette orientation la rotation des vecteurs de base $g_M = R_{OR} Q_c g_c$. Nous avons alors les orientations monocliniques g_M (ou trigonale g_R dans le cas de la phase R) qui elles sont invariantes par rapport aux symétries Q_M de la maille monoclinique (ou trigonale Q_R). Nous pourrions utiliser en guise de vérification la démarche inverse pour, à partir de l'orientation de la martensite (ou de la phase R), retrouver celle de la phase mère $g_c = R_{OR}^{-1} Q_M g_M$. Les figures A.9 ,A.10 représentent les figures de pôles de la martensite et de la phase R du *lotA* estimées à partir de la texture de l'austénite. Ce résultat est cohérent avec les relations d'orientation Eq.(A.5) Eq.(A.7).

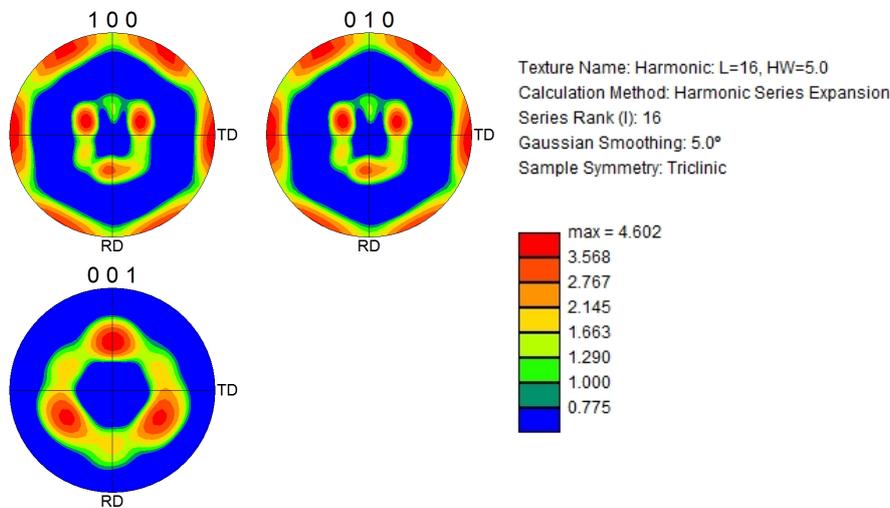


FIGURE A.9: Figures de pôles estimées de la martensite du *lotA*

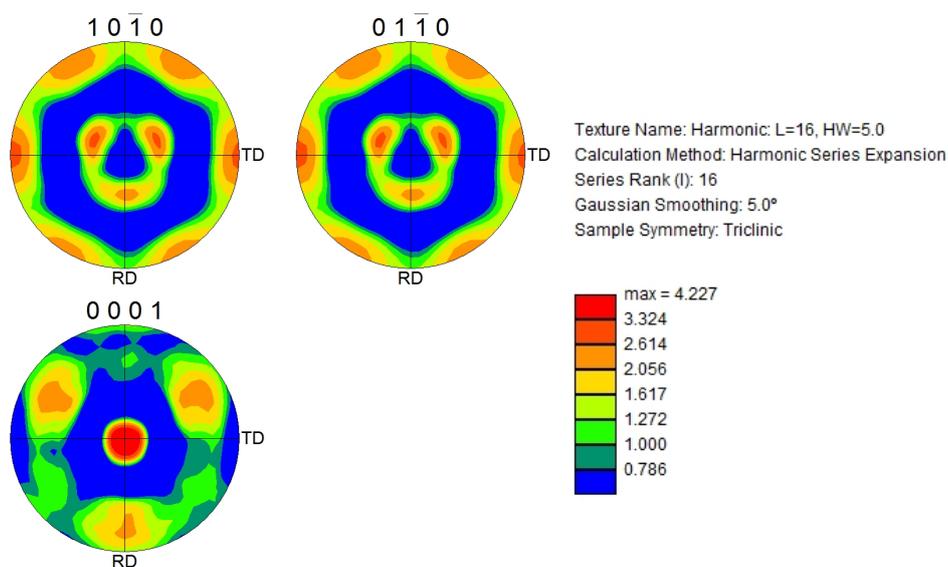


FIGURE A.10: Figures de pôles estimées de la phase R du *lotA*

2 Analyse quantitative de phase

Il est indispensable pour mener une analyse quantitative fiable des phases en présence de modéliser l'influence de cette texture sur les pics de diffraction [Fall *et al.*, 2014]. La démarche correspondante a été présentée dans les paragraphes précédents pour une fonction de texture gaussienne. La correction de texture a permis d'une part d'expliquer les différences constatées entre le diffractogramme expérimental et la théorie des poudres. Néanmoins, une fonction de texture gaussienne ne permet pas une correction satisfaisante. Les intensités de certains plans (exemple A220) ne sont pas mieux représentés.

Des corrections plus complexes sont proposées par certains logiciels libres.

Le logiciel MAUD [Lutterotti et Gialanella, 1998] [Morales *et al.*, 2002] permet par exemple de définir une texture sous la forme d'harmoniques sphériques. Les coefficients des séries d'harmoniques sont affinés par moindres carrés afin de s'ajuster au diffractogramme expérimental. La figure A.11 donne un exemple du nouveau diffractogramme théorique de l'austénite une fois la texture prise en compte sur MAUD (série d'harmoniques sphériques). L'ajustement permet d'obtenir un résultat satisfaisant.

Par ailleurs, le logiciel MAUD permet de faire une analyse quantitative des fractions de phase par la méthode Rietveld.

Les paramètres affinés pour chaque phase sont la texture, la forme des pics de diffraction, la correction du bruit de fond. Enfin, l'analyse quantitative consiste à ajuster les fractions des trois phases du NiTi (austénite, phase R, et martensite). L'objectif, là encore, est d'obtenir le jeu de fractions qui permette le meilleur accord avec le diffractogramme expérimental.

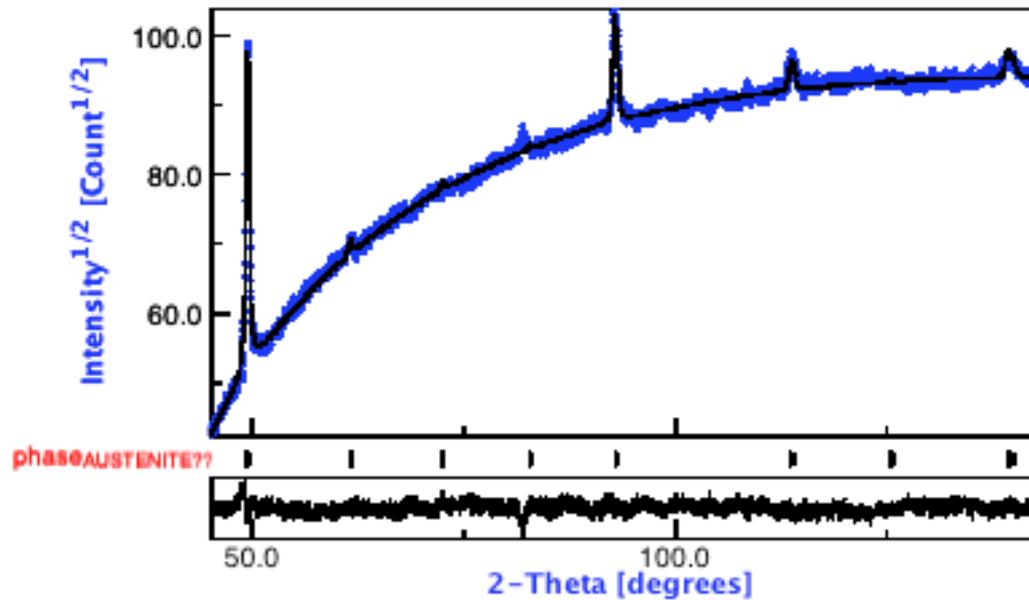


FIGURE A.11: Diffractogramme expérimental à $T=50^{\circ}\text{C}$ (en bleu) et diffractogramme calculé sur Maud avec la texture associée (en noir)

La qualité du raffinement par moindres carrés est évaluée avec le facteur R_{wp} (équation (A.9)). Ce dernier transcrit les différences entre les courbes expérimentales et les valeurs théoriques. Il représente le cumul des erreurs de corrélation sur l'ensemble des paramètres de la méthode Rietveld (fractions de phase, bruit de fond, paramètres de maille, forme des pics,...). Les valeurs du facteur R_{wp} lors des mesures en température sur les échantillons du *lotA* sont résumées dans le tableau A.3. Les valeurs très basses témoignent de la qualité de l'analyse quantitative.

Les niveaux d'erreur sont du même ordre pour les essais sur le *lotB*.

$$R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N [w_i(I_i^{exp} - I_i^{calc})]^2}{\sum_{i=1}^N [w_i I_i^{exp}]^2}} \quad \text{avec} \quad w_i = \frac{1}{\sqrt{I_i^{exp}}} \quad (\text{A.9})$$

$T_{chauffage} (^{\circ}\text{C})$	-200	5	10	15	20	25	
$R_{wp} (\%)$	1.88	1.85	1.9	1.9	1.9	2	
$T_{refroidissement} (^{\circ}\text{C})$	50	30	25	10	5	1	-200
$R_{wp} (\%)$	2.2	2.2	2.3	2.3	2.24	2.2	1.88

TABLE A.3: Valeurs du facteur R_{wp} lors des mesures DRX en température sur les échantillons du *lotA*

Annexe B

Dimensionnement des éprouvettes du lot B

1 Démarche de dimensionnement

Le *LMT* s'est récemment doté d'une mini machine permettant d'appliquer des contraintes biaxiales de traction / compression (*fabricant : Deben*). Cette machine, nommée mini - Astree (figure B.1), possède quatre vérins indépendants permettant d'appliquer une charge maximale $\pm 2\text{kN}$ par axe. Les autres caractéristiques de la machine sont les suivantes :

- Une course maximale de 5mm sur chaque vérin
- Une épaisseur maximale de l'échantillon de 8mm

L'utilisation de cette machine ouvrait de nouvelles perspectives pour cette thèse. La plus importante était la possibilité d'explorer des chargements mécaniques biaxiaux. De plus, la taille de la machine permettait son utilisation in - situ avec le système de mesure DRX. Il a d'ailleurs été dimensionné dans ce sens ! Autre avantage : la machine impose d'utiliser des échantillons assez petits. Ceci implique d'utiliser moins de matière pour la fabrication des échantillons et d'avoir des coûts de fabrication réduits.

Notre objectif était de pouvoir effectuer des mesures de surfaces seuils de transformation martensitique à température ambiante.

Nous avons dimensionné nos échantillons de sorte à obtenir une contrainte moyenne au moins égale à 500 MPa dans la zone utile (pour la valeur d'effort maximale de 2kN). En effet, nous avons déjà travaillé avec un lot de NiTi du même fournisseur. Le seuil en traction de ce lot précédent était inférieur à 400 MPa.

La taille des échantillons devait naturellement permettre de respecter l'encombrement de la machine.

Les échantillons 2D (figure B.2) sont évidés au centre. Cette opération permet de concentrer les contraintes dans la zone utile (et ne pas induire de transformation dans les bras). Elle permet également d'atteindre le niveau de contrainte souhaité dans la zone utile. Afin de pouvoir mener une comparaison pertinente entre les résultats 1D et 2D, le choix a été fait d'avoir les mêmes épaisseurs dans les deux zones utiles. Les échantillons 1D et les échantillons 2D ont donc une épaisseur identique de $300\mu\text{m}$ dans la zone utile et de 2mm

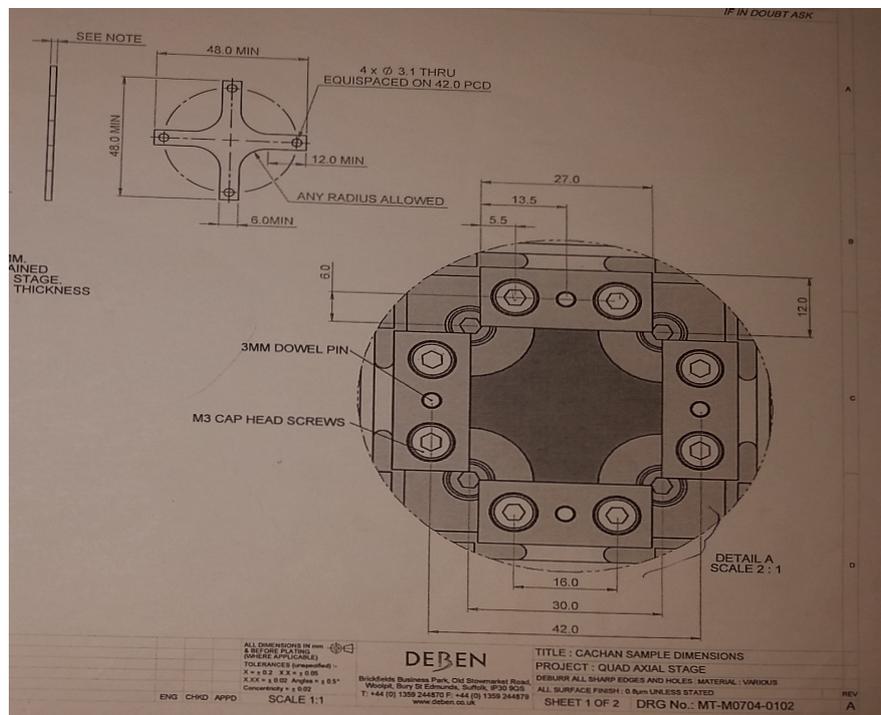
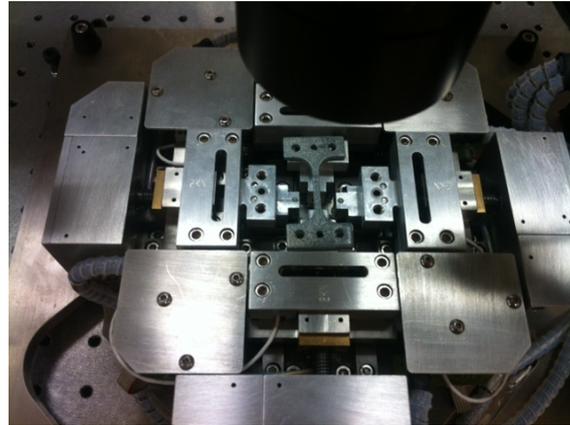


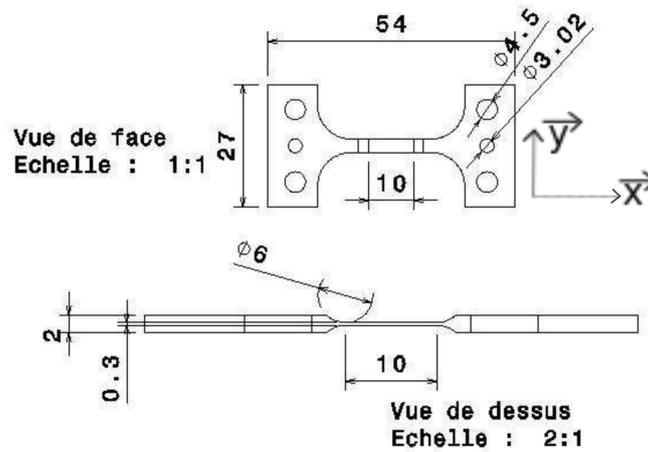
FIGURE B.1: La machine "mini - Astree"

sur les têtes d'éprouvettes. De même, les échantillons 1D et 2D sont issus du même brut et ont subi le même procédé de fabrication.

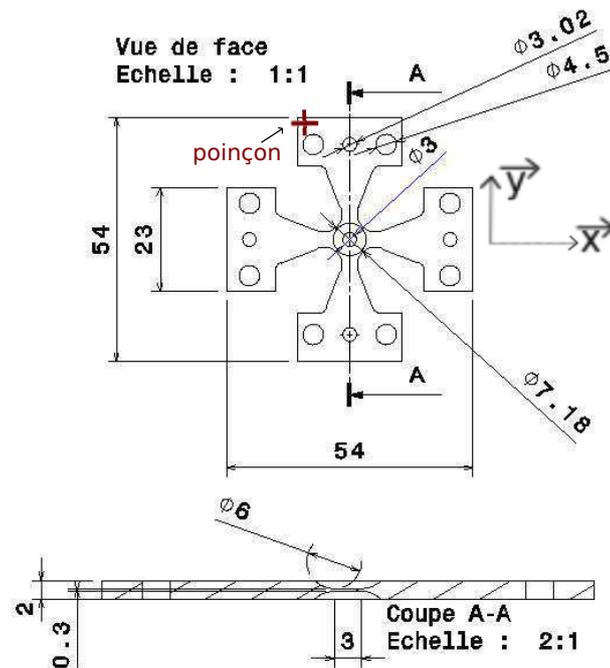
Pour la fabrication des échantillons, des plaques de 2mm d'épaisseur sont obtenues par laminage à partir d'une barre de 1pouce. Par la suite, l'amincissement au centre (épaisseur 300 μ m) est obtenue en découpant une poche à l'aide d'une fraise. Ces étapes sont identiques pour les éprouvettes 1D et 2D. Enfin, les bords sont découpés pour donner la forme finale des éprouvettes. Celles - ci subissent alors un traitement thermique de super-élasticité avant d'être polies.

Un trou percé au milieu de chaque tête d'éprouvette permet de centrer les échantillons

Mesure et modélisation du comportement thermo-magnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme



(a) Éprouvettes 1D



(b) Éprouvettes 2D

FIGURE B.2: Échantillons du lot B (dimensions en mm)

grâce à des pions. Pour éviter un glissement des échantillons au niveau des mors, ces derniers sont choisis grippés. Par ailleurs, deux trous percés de part et d'autre des têtes d'éprouvettes permettent de solidariser l'échantillon et les mors par vissage.

2 Estimation des contraintes : calcul élastique sur ABAQUS

Contrairement aux mesures uniaxiales, l'estimation des contraintes à partir de la connaissance des forces n'est pas immédiat lors des chargements biaxiaux. Cette estimation est possible en connaissant la géométrie de l'échantillon et les paramètres du comportement élastique linéaire (module d'Young, coefficient de Poisson), à l'aide d'un calcul élastique (avec le logiciel de calcul éléments finis *Abaqus*) (figure B.3).

Nous avons modélisé un quart de l'échantillon 2D avec comme conditions limites la valeur d'effort sur le vérin. Le matériau est considéré isotrope. Les paramètres élastiques choisis correspondent à des valeurs admissibles pour le NiTi à l'état austénitique :

- Un module d'Young $E=48\text{GPa}$
- Une coefficient de Poisson $\nu = 0,3$

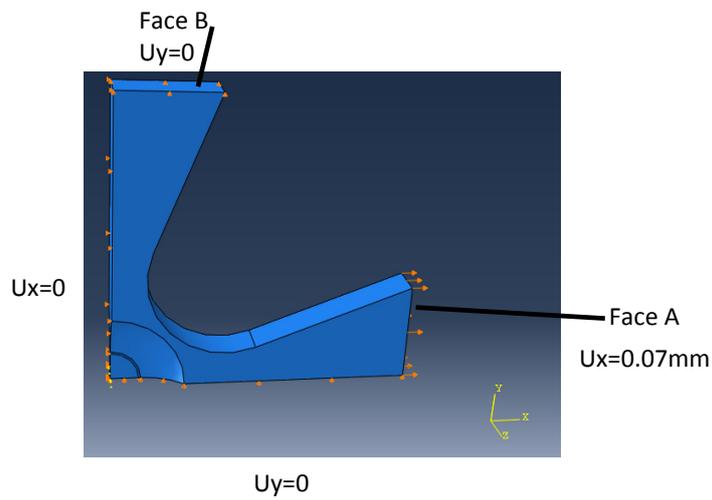
A partir de ce calcul, il est possible d'estimer une matrice de couplage permettant d'estimer les contraintes en fonction des forces appliquées (Eq. (B.1)). Cette estimation a été vérifiée avec un cas uniaxial.

Les contraintes estimées ne sont valables que dans un cadre d'élasticité linéaire. Elles sont caduques quand apparaît la non linéarité induite par la transformation martensitique.

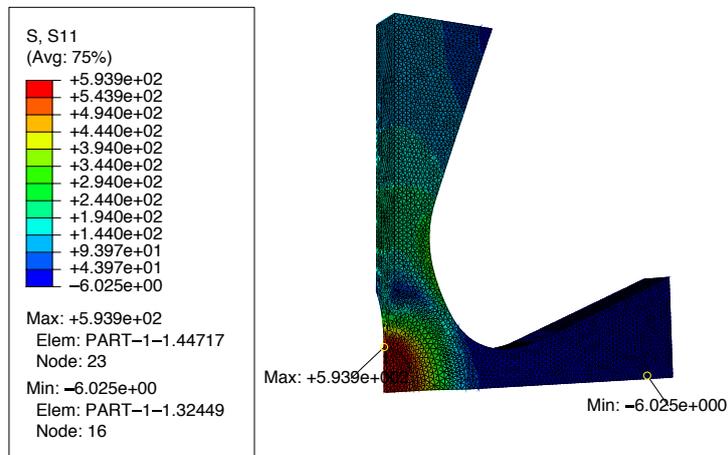
$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} m_1 & m_2 \\ m_2 & m_1 \end{pmatrix} * \begin{pmatrix} F_1 \\ F_2 \end{pmatrix} \quad m_1 = 0,3443\text{mm}^{-2} \quad m_2 = -0,1436\text{mm}^{-2} \quad (\text{B.1})$$

Les efforts F_1 et F_2 (en Newton) sont obtenus en intégrant la contrainte normale sur les faces *FaceA* et *FaceB*. Les contraintes σ_{11} et σ_{22} (en MPa) correspondent aux contraintes dans le centre de l'échantillon.

L'effort critique de flambage en mode 1, déterminé pour un chargement en compression est supérieur à 3000N. Ces échantillons peuvent ainsi être utilisés en compression jusqu'à apparition de la non-linéarité en dessous de la charge maximale de -2kN sans flamber. Nous avons également vérifié l'homogénéité de la contrainte dans la zone utile. On observe que la variation des contraintes n'excède pas 3,3% dans la zone utile des échantillons 2D (zone utile : épaisseur = $300\mu\text{m}$; rayon = 1,5 mm).



(a) Conditions limites



(b) Contraintes σ_{11}

FIGURE B.3: Calcul élastique sur l'échantillon 2D [$F_1^{FaceA} = 1633 \text{ N}$; $F_2^{FaceB} = 438 \text{ N}$]

Annexe C

Problème d'inclusion

Nous considérons un milieu homogène de matrice de rigidité \mathbb{C} non soumis à des sollicitations extérieures. Une inclusion I (correspondant à un grain g ou un domaine ϕ^α), présente dans le milieu, subit une déformation libre $\boldsymbol{\varepsilon}_I^L$. Cette déformation correspond au comportement de l'inclusion (transformation de phase, magnétostriction) si aucune résistance n'est exercée par le milieu environnant. Le tenseur d'Eshelby \mathbb{S}_I^E [Eshelby, 1957] permet de relier la déformation réelle de l'inclusion $\boldsymbol{\varepsilon}_I$ à sa déformation libre $\boldsymbol{\varepsilon}_I^L$:

$$\boldsymbol{\varepsilon}_I = \mathbb{S}_I^E : \boldsymbol{\varepsilon}_I^L \quad (\text{C.1})$$

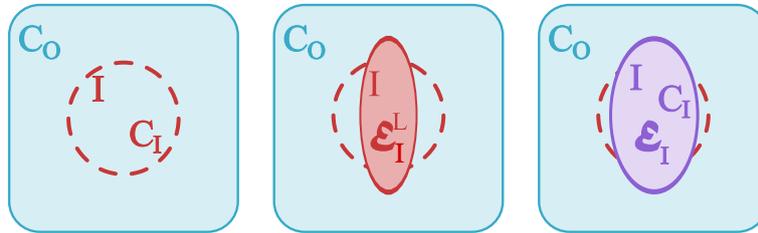


FIGURE C.1: Problème d'inclusion d'Eshelby

La loi de Hooke permet d'associer la contrainte dans l'inclusion à sa déformation élastique :

$$\boldsymbol{\sigma}_I = \mathbb{C}_0 : \boldsymbol{\varepsilon}_I^e = \mathbb{C}_0 : (\boldsymbol{\varepsilon}_I - \boldsymbol{\varepsilon}_I^L) = \mathbb{C}_0 : (\mathbb{S}_I^E - \mathbb{I}) : \boldsymbol{\varepsilon}_I^L \quad (\text{C.2})$$

\mathbb{C}_0 correspond au tenseur de rigidité du "milieu équivalent". Son expression dépend des hypothèses adoptées. Il peut être défini comme la rigidité du milieu homogène (schéma auto cohérent) ou comme une rigidité limite (moyenne, minimum, maximum,...). Le tenseur de quatrième ordre \mathbb{S}^E dépend uniquement de la rigidité du milieu équivalent \mathbb{C}_0 et de la forme choisie pour l'inclusion.

Considérons maintenant le cas d'un chargement macroscopique extérieur (contrainte macroscopique $\boldsymbol{\sigma}$ et déformation $\boldsymbol{\varepsilon}$). La contrainte et la déformation dans l'inclusion sont le résultat d'une superposition entre la solution hétérogène et les champs macroscopiques :

$$\boldsymbol{\sigma}_I = \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}_0 : (\mathbb{S}_I^E - \mathbb{I}) : \boldsymbol{\varepsilon}_I^L \quad (\text{C.3})$$

$$\boldsymbol{\varepsilon}_I = \boldsymbol{\varepsilon} + \mathbb{S}_I^E : \boldsymbol{\varepsilon}_I^L \quad (\text{C.4})$$

Nous obtenons ainsi la formule de localisation de Hill (formulation de Hill) [Hill, 1965] :

$$\boldsymbol{\sigma}_I = \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}_0 : (\mathbb{S}_I^{E-1} - \mathbb{I}) : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}_I) \quad (\text{C.5})$$

$$\boldsymbol{\sigma}_I = \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}^* : (\boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}_I) \quad (\text{C.6})$$

\mathbb{C}^* est le tenseur d'influence de Hill.

Nous pouvons utiliser :

$$\boldsymbol{\sigma}_I = \mathbb{C}_I : \boldsymbol{\varepsilon}_I^e \quad (\text{C.7})$$

et

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbb{C} : \boldsymbol{\varepsilon}^e \quad (\text{C.8})$$

et la formule de décomposition de la déformation :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_I = \boldsymbol{\varepsilon}_I^e + \boldsymbol{\varepsilon}_I^L \quad (\text{C.9})$$

et

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^L \quad (\text{C.10})$$

La formulation de Hill permet d'aboutir à l'équation (C.11) :

$$\boldsymbol{\sigma}_I = \mathbb{B} : \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_I^L) \quad (\text{C.11})$$

Cette relation générale peut s'appliquer à chaque transition d'échelle.

Concernant la transition d'échelle entre le domaine et le grain, nous retenons comme proposé dans [Daniel *et al.*, 2008] une condition de déformation homogène, ce qui conduit à privilégier un arrangement en aiguilles (ou lattes) :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}_I \quad (\text{C.12})$$

$$\boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^L = \boldsymbol{\varepsilon}_I^e + \boldsymbol{\varepsilon}_I^L \quad (\text{C.13})$$

$$\mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma} + \boldsymbol{\varepsilon}^L = \mathbb{C}_I^{-1} : \boldsymbol{\sigma}_I + \boldsymbol{\varepsilon}_I^L \quad (\text{C.14})$$

$$\boldsymbol{\sigma}_I = \mathbb{C}_I \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}_I : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_I^L) \quad (\text{C.15})$$

Si on ajoute une hypothèse d'élasticité homogène ($\mathbb{C}_I = \mathbb{C}$), l'expression se simplifie suivant :

$$\boldsymbol{\sigma}_I = \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C} : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_I^L) \quad (\text{C.16})$$

Les opérations de moyenne s'appliquent selon :

$$\langle \boldsymbol{\sigma}_I \rangle = \boldsymbol{\sigma} \quad \text{et} \quad \langle \boldsymbol{\varepsilon}_I^L \rangle = \boldsymbol{\varepsilon}^L \quad (\text{C.17})$$

Annexe D

Calcul des courbes limites de transitions entre phases dans le diagramme de Clapeyron

On considère 2 phases (fraction de phase 1 : ψ , fraction de phase 2 : $1 - \psi$) à l'équilibre soumises à un état de contrainte macroscopique $\boldsymbol{\sigma}$ et à une température T . Les deux phases étant à l'équilibre, leur énergie libre est égale :

$$\rho_1 f_1 = \rho_2 f_2 \quad (\text{D.1})$$

L'état de contrainte dans chacune des phases ($\boldsymbol{\sigma}_1, \boldsymbol{\sigma}_2$) doit être pris en compte, donnant source à une énergie élastique telle que :

$$\frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}_1 : \mathbb{C}_1^{-1} : \boldsymbol{\sigma}_1 + \rho_1 (h_1 - T s_1) = \frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}_2 : \mathbb{C}_2^{-1} : \boldsymbol{\sigma}_2 + \rho_1 (h_2 - T s_2) \quad (\text{D.2})$$

où \mathbb{C}_1 et \mathbb{C}_2 désignent les tenseurs d'élasticité des deux phases. On va considérer dans cette approche simplifiée que les milieux sont isotropes de tenseur d'élasticité \mathbb{C} égal dans les deux phases. Soit \mathbb{C}^{acc} le tenseur d'accommodation entre les deux phases (voir équation (C.11)), on a :

$$\boldsymbol{\sigma}_1 = \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\epsilon}^L - \boldsymbol{\epsilon}_1^f) \quad (\text{D.3})$$

$$\boldsymbol{\sigma}_2 = \boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\epsilon}^L - \boldsymbol{\epsilon}_2^f) \quad (\text{D.4})$$

$\boldsymbol{\epsilon}_1^f$, $\boldsymbol{\epsilon}_2^f$ et $\boldsymbol{\epsilon}^L$ désignent les tenseurs de déformation libre dans les phases 1 et 2 et le tenseur de déformation libre moyen.

Développons maintenant les parties élastiques des énergies libres dans les phases 1 et 2 :

$$u_1^e = \frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}_1 : \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma}_1 \quad (\text{D.5})$$

$$u_2^e = \frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}_2 : \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma}_2 \quad (\text{D.6})$$

$$u_1^e = \frac{1}{2}(\boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f)) : \mathbb{C}^{-1} : (\boldsymbol{\sigma} + \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f)) \quad (\text{D.7})$$

$$u_1^e = \frac{1}{2}(\boldsymbol{\sigma} : \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma} + 2(\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) : \mathbb{C}^{acc} : \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma} + (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) : \mathbb{C}^{acc} : \mathbb{C}^{-1} : \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f)) \quad (\text{D.8})$$

De même, on a :

$$u_2^e = \frac{1}{2}(\boldsymbol{\sigma} : \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma} + 2(\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) : \mathbb{C}^{acc} : \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma} + (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) : \mathbb{C}^{acc} : \mathbb{C}^{-1} : \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f)) \quad (\text{D.9})$$

Les opérations de moyenne imposent également :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^L = \psi \boldsymbol{\varepsilon}_1^L + (1 - \psi) \boldsymbol{\varepsilon}_2^L \quad (\text{D.10})$$

Il est intéressant d'observer que quel que soit le tenseur d'ordre 4 \mathbb{K} , on a :

$$\begin{aligned} (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) : \mathbb{K} : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) &= (\psi \boldsymbol{\varepsilon}_1^f + (1 - \psi) \boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) : \mathbb{K} : (\psi \boldsymbol{\varepsilon}_1^f + (1 - \psi) \boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) \\ &= (\psi \boldsymbol{\varepsilon}_1^f - \psi \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) : \mathbb{K} : (\psi \boldsymbol{\varepsilon}_1^f - \psi \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) \\ &= \psi (\boldsymbol{\varepsilon}_1^f - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) : \mathbb{K} : (\boldsymbol{\varepsilon}_1^f - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) \psi \end{aligned} \quad (\text{D.11})$$

D'autre part :

$$\begin{aligned} (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) : \mathbb{K} : (\boldsymbol{\varepsilon}^L - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) &= (\psi \boldsymbol{\varepsilon}_1^f + (1 - \psi) \boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) : \mathbb{K} : (\psi \boldsymbol{\varepsilon}_1^f + (1 - \psi) \boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) \\ &= (1 - \psi) (\boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) : \mathbb{K} : (\boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) (1 - \psi) \end{aligned} \quad (\text{D.12})$$

Une fois ces expressions réintroduites dans l'équilibre énergétique, on constate que les termes : $\frac{1}{2}(\boldsymbol{\sigma} : \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma})$, $\psi (\boldsymbol{\varepsilon}_1^f - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) : \mathbb{C}^{acc} : \mathbb{C}^{-1} : \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\varepsilon}_1^f - \boldsymbol{\varepsilon}_2^f) \psi$ et $2\boldsymbol{\varepsilon}^L : \mathbb{C}^{acc} : \mathbb{C}^{-1} : \boldsymbol{\sigma}$ sont présents à droite et à gauche de l'égalité. Ils s'éliminent donc ne laissant que :

$$-\boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\varepsilon}_1^f + \rho_1 h_1 - T \rho_1 s_1 = -\boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\varepsilon}_2^f + \rho_2 h_2 - T \rho_2 s_2 + C \quad (\text{D.13})$$

avec

$$C = \frac{1}{2}(\boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) : \mathbb{C}^{acc} : \mathbb{C}^{-1} : \mathbb{C}^{acc} : (\boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f) \quad (\text{D.14})$$

C est indépendant des fractions volumiques et du chargement thermique et mécanique ! Il se comporte comme un décalage en enthalpie. La différentiation de cette équation conduit alors à l'élimination de ce paramètre. On aboutit à l'équation des pentes des lignes de Clapeyron (transition de phase dans le diagramme de Clapeyron) selon :

$$\frac{d\boldsymbol{\sigma}}{dT} = \frac{(\rho_1 s_1 - \rho_2 s_2)}{\boldsymbol{\varepsilon}_2^f - \boldsymbol{\varepsilon}_1^f} \quad (\text{D.15})$$

Cette équation compte 6 projections associées aux 6 termes du tenseur des contraintes.

Annexe E

Pré - test : Influence de la température

La figure E.1 montre que pour les échantillons du *lotA* la transformation induite pendant un essai de traction s'accompagnait d'une élévation de température de l'ordre de 9°C. En effet, l'apparition de la martensite est une transformation exothermique qui tend à ralentir la transformation par effet de couplage thermomécanique. L'objectif de cette partie est d'avoir une estimation de la vitesse maximale à utiliser pour avoir des variations de température inférieures à 1°C lors des sollicitations mécaniques sur les échantillons du *lotB*.

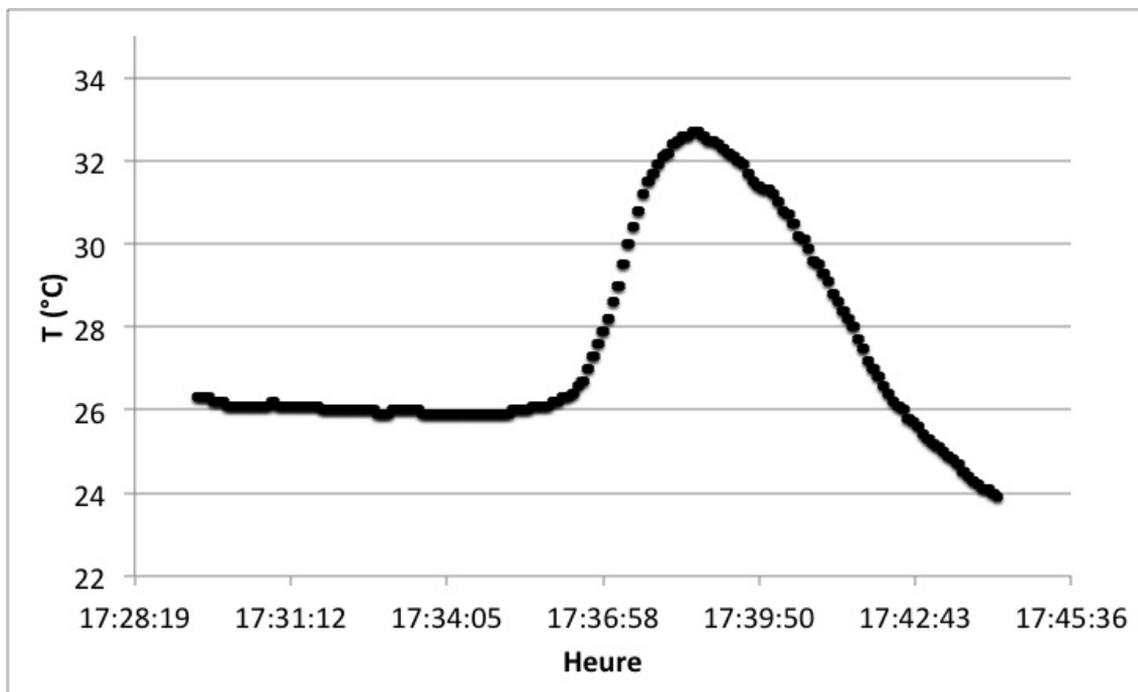


FIGURE E.1: Évolution de la température : traction sur *lotA*

1 Dispositif expérimental

Nous avons effectué une mesure de traction sur une éprouvette biaxiale à différentes vitesses de déformation et en mesurant la température. Nous avons utilisé pour cela la corrélation d'images numériques sur une face de l'échantillon et la mesure par caméra Infra - Rouge sur l'autre face (figure E.2). Nous souhaitons une simultanéité des mesures pendant l'essai.

A cette fin, la face pour la CIN est mouchetée et la face pour les mesures IR est recouverte de peinture noire à haute émissivité. Un corps noir (émissivité proche de 1) est utilisé afin d'effectuer une calibration entre les valeurs numériques de la caméra et la température appliquée au corps noir.

La machine biaxiale mini - Astree ne permettant d'avoir accès qu'à une des faces de l'échantillon, nous avons privilégié pour cette phase de pré - test une machine de traction uniaxiale classique ayant une charge maximale de 10T (*Machine : MTS 10T*). Il s'agit d'une machine électrohydraulique munie de mors hydrauliques.

Nous avons effectué un premier essai piloté en déplacement avec une vitesse de $v = 0,001\text{mm.s}^{-1}$. L'effort appliqué est parallèle à l'axe \vec{x} tel que défini sur la figure E.5.a. L'axe \vec{x} désigne l'axe de l'échantillon 2D dépourvu du marquage en poinçon.

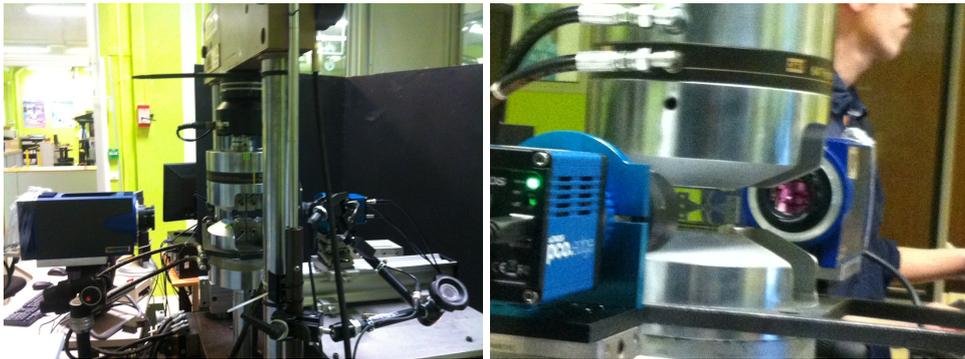


FIGURE E.2: Dispositif expérimental : échantillon avec de part et d'autre une caméra visible et une caméra infrarouge

2 Résultats

La température ambiante est de $T=28,5^{\circ}\text{C}$. Sur l'une des faces de l'échantillon, la caméra infrarouge met en lumière un gradient initial de température (figure E.3). En effet, le mors bas est au contact du circuit hydraulique. Il est plus chaud que le mors haut. Nous avons défini trois zones de mesure de température sur l'échantillon. Ces zones sont visibles sur la figure E.3. Nous avons suivi l'évolution de la température moyenne sur ces zones pendant la charge (figure E.4).

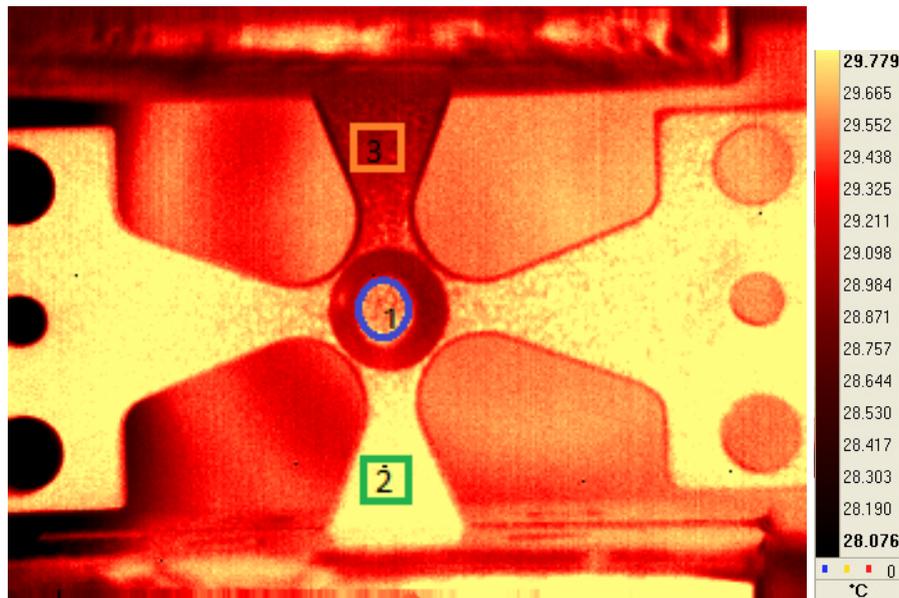


FIGURE E.3: Mesures IR : températures initiales sur l'échantillon avant le début de l'essai

Durant la charge, la température dans la zone utile évolue de moins de 1°C pendant la transformation pour une déformation longitudinale maximale $\epsilon_{xx} = 6,01\%$. En effet, la vitesse de sollicitation est très lente. Cela permet de plus facilement réguler la température grâce aux échanges avec le milieu. De plus, la zone utile a une épaisseur très faible de $300\mu\text{m}$.

La figure E.5 montre la courbe de comportement mesurée dans la zone centrale de l'échantillon (rectangle rouge). Les champs de température et de déformation aux points (a), (b), (c) et (d) sont présentés figure E.6. L'élévation de température dans la zone centrale correspond bien au début de la transformation martensitique. La transformation s'initie en plusieurs endroits de la zone centrale de manière simultanée. De ce fait, le champ de déformation dans la zone centrale est très homogène, sans localisation (absence de bandes de transformation). A la même température ambiante ($T=28,5^{\circ}\text{C}$) et une vitesse 10 fois plus importante ($v=0,01\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$), la température de la zone utile évolue de moins de $1,5^{\circ}\text{C}$ pour une déformation longitudinale maximale $\epsilon_{xx} = 7,1\%$

A cette même vitesse de sollicitation, un échantillon 1D soumis à un essai de traction verra sa température augmenter d'une valeur inférieure durant la transformation martensitique. En effet, les échantillons 1D présentent une surface d'échange plus importante.

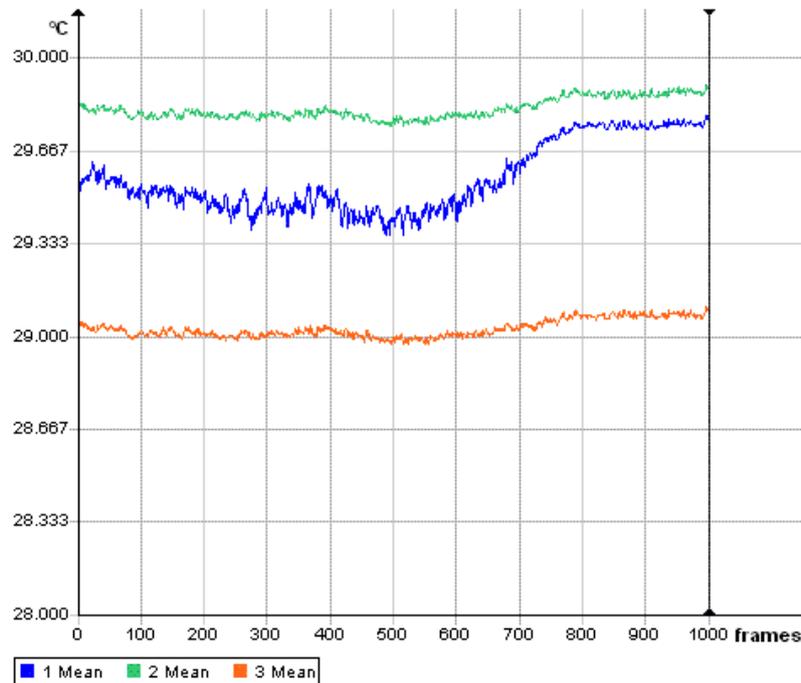


FIGURE E.4: Évolution de la température sur la zone1, la zone2 et la zone3 pendant la charge. La figure représente la température en fonction du numéro d'image [vitesse $0,001mm.s^{-1}$]

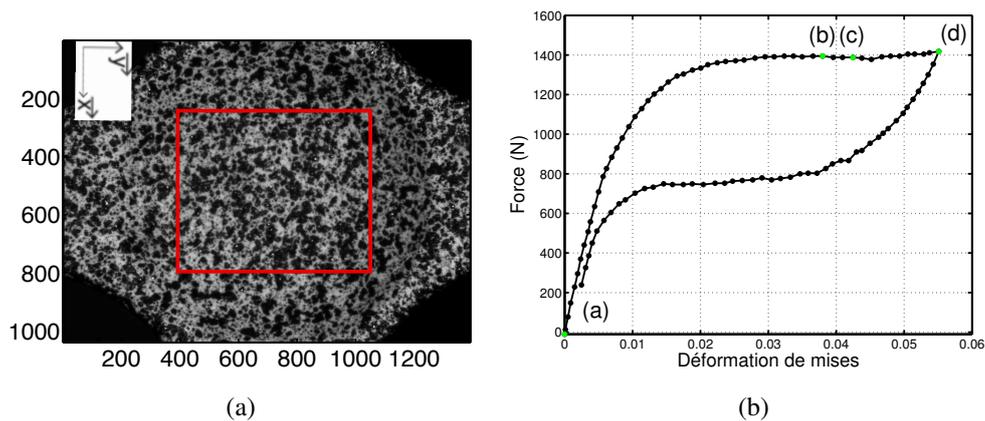


FIGURE E.5: a) Photo de l'échantillon avec mouchetis. Le rectangle rouge définit la zone de corrélation [$1pixel = 6\mu m$]; b) courbe effort - déformation de Mises (les termes de déformation sont mesurés par CIN dans la zone de corrélation) \vec{F}/\vec{x}

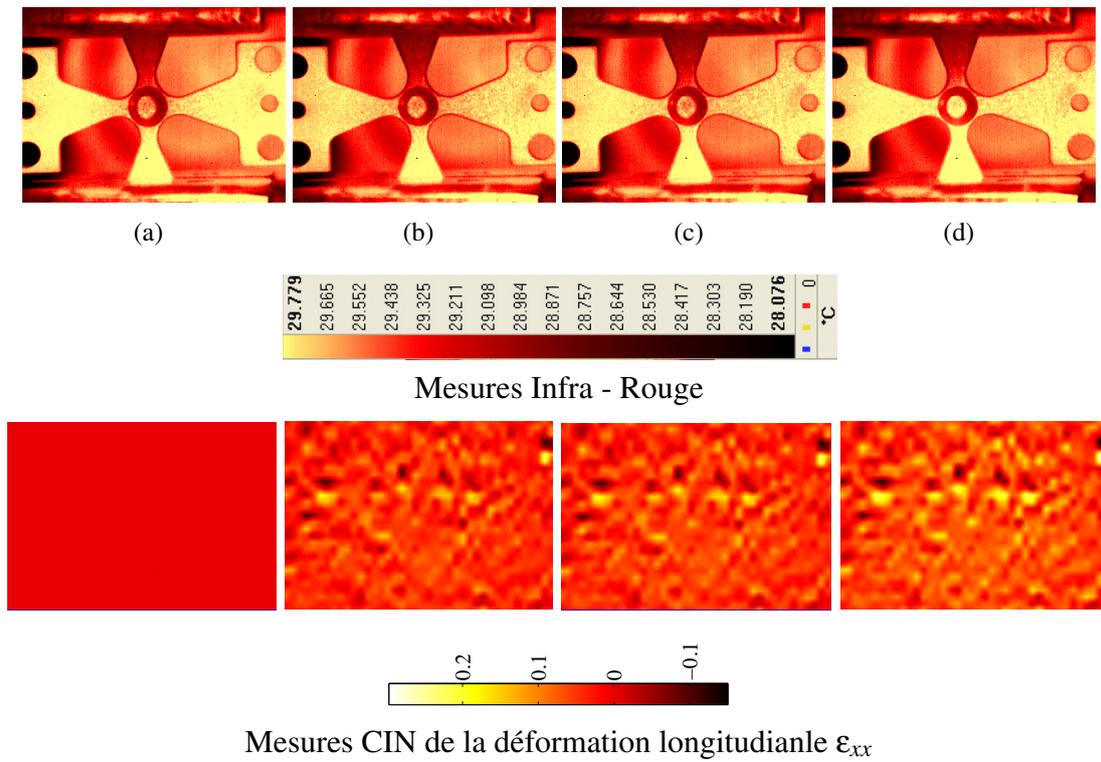


FIGURE E.6: Mesures CIN et Mesures IR correspondant aux points (a), (b), (c) et (d) de la courbe de comportement en figure E.5.b

Bibliographie

- [Bartok *et al.*, 2016] BARTOK, A., PASKO, A., HUBERT, O., DANIEL, L., MAZALEYRAT, F. et LOBUE, M. (2016). XRD study of the phase-coexistence in magneto-elastic transition of Mn_{1.24} Fe_{0.71} P_{0.46} Si_{0.54} alloys. *In 7th International Conference on Magnetic Refrigeration at Room Temperature (Thermag VII)*.
- [Bhattacharya, 2003] BHATTACHARYA, K. (2003). *Microstructure of martensite : why it forms and how it gives rise to the shape-memory effect*, volume 2. Oxford University Press.
- [Blanc et Lexcellent, 2004] BLANC, P. et LEXCELLENT, C. (2004). Micromechanical modelling of a CuAlNi shape memory alloy behaviour. *Materials Science and Engineering : A*, 378(1):465–469.
- [Bolender, 2008] BOLENDER, Y. (2008). *Influence des variations de température rencontrées dans la cavité buccale sur les propriétés physiques des arcs orthodontiques à base de nickel-titane*. Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré.
- [Bormio Nunes et Hubert, 2015] BORMIO NUNES, C. et HUBERT, O. (2015). Piezomagnetic behavior of Fe - Al - B alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 11(393):404–418.
- [Bouvet, 2001] BOUVET, C. (2001). *De l'uniaxial au multiaxial : comportement pseudoélastique des alliages à mémoire de forme*. Thèse de doctorat, Université de Grenoble.
- [Brémand *et al.*, 2011] BRÉMAND, F., COTTRON, M., DOUMALIN, P., DUPRÉ, J., GERMANEAU, A. et VALLE, V. (2011). Mesures en mécanique par méthodes optiques. *R1850 Editions Techniques de l'Ingénieur*.
- [Broll, 1996] BROLL, N. (1996). *Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X*. Ed. Techniques Ingénieur.
- [Buchelnikov et Bosko, 2003] BUCHELNIKOV, V. et BOSKO, S. (2003). The kinetics of phase transformations in ferromagnetic shape memory alloys Ni–Mn–Ga. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 258:497–499.
- [Buiron *et al.*, 1999] BUIRON, N., HIRSINGER, L. et BILLARDON, R. (1999). A multiscale model for magneto-elastic couplings. *Journal de Physique IV*, 9(PR9):Pr9–187.
- [Bunge, 2013] BUNGE, H.-J. (2013). *Texture analysis in materials science : mathematical methods*. Elsevier.

- [Chemisky, 2009] CHEMISKY, Y. (2009). *Modélisation macroscopique des alliages à mémoire de forme-Application aux matériaux composites*. Thèse de doctorat, Université de Metz.
- [Chen *et al.*, 2014] CHEN, X., MOUMNI, Z., HE, Y. et ZHANG, W. (2014). A three-dimensional model of magneto-mechanical behaviors of martensite reorientation in ferromagnetic shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 64:249–286.
- [Creton et Hirsinger, 2005] CRETON, N. et HIRSINGER, L. (2005). Rearrangement surfaces under magnetic field and/or stress in Ni–Mn–Ga. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 290:832–835.
- [Cullity et Stock, 2001] CULLITY, B. et STOCK, S. (2001). *Elements of X-Ray diffraction*. Prentice-Hall, Inc., New Jersey.
- [Daniel, 2003] DANIEL, L. (2003). *Modélisation multi-échelle du comportement magnéto-mécanique des matériaux ferromagnétiques texturés*. Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan.
- [Daniel *et al.*, 2008] DANIEL, L., HUBERT, O., BUIRON, N. et BILLARDON, R. (2008). Reversible magneto-elastic behavior : A multiscale approach. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56(3):1018–1042.
- [Daniel *et al.*, 2015] DANIEL, L., HUBERT, O. et REKIK, M. (2015). A simplified 3-D constitutive law for magnetomechanical behavior. *IEEE Transactions on Magnetics*, 51(3):1–4.
- [Delobelle, 2012] DELOBELLE, V. (2012). *Contributions à l'étude thermomécanique des alliages à mémoire de forme NiTi et à la réalisation par soudage de matériaux architecturés NiTi*. Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes.
- [Depriester *et al.*, 2014] DEPRIESTER, D., MAYNADIER, A., LAVERNHE-TAILLARD, K. et HUBERT, O. (2014). Thermomechanical modelling of a NiTi SMA sample submitted to displacement-controlled tensile test. *International Journal of Solids and Structures*, 51(10):1901–1922.
- [Du Trémolet de Lacheisserie, 1993] Du Trémolet de LACHEISSERIE, É. (1993). *Magnetostriction : theory and applications of magnetoelasticity*.
- [Du Trémolet de Lacheisserie, 2002] Du Trémolet de LACHEISSERIE, É. (2002). *Magnetism - Fundamentals, Materials and Applications*. Springer US.
- [Dubois, 2013] DUBOIS, M. (2013). *Apport de la diffraction neutronique dans l'étude des phases métastables de l'alliage à mémoire de forme CuAlBe sous sollicitations mécaniques et thermiques*. Thèse de doctorat, Reims.
- [Echchorfi, 2013] ECHCHORFI, R. (2013). *Dialogue essais-simulation et identification de lois de comportement d'alliage à mémoire de forme en chargement multiaxial*. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers-ENSAM.
- [Eshelby, 1957] ESHELBY, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *In Proceedings of the Royal Society of London*

- A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, volume 241, pages 376–396. The Royal Society.
- [Fall *et al.*, 2014] FALL, M. D., TAILLARD, K. L., MAYNADIER, A. et HUBERT, O. (2014). Validation of shape memory alloys multiscale modeling thanks to in-situ X-Rays diffraction. *In ICEM16*, pages 2–p.
- [Fiorillo et Mazaleyrat, 2009] FIORILLO, F. et MAZALEYRAT, F. (2009). Mesures magnétiques : Mesurage des propriétés magnétiques des matériaux. *Techniques de l'ingénieur. Génie électrique*, 2(D1505).
- [Gall *et al.*, 2001] GALL, K., SEHITOGLU, H., ANDERSON, R., KARAMAN, I., CHUMLYAKOV, Y. I. et KIREEVA, I. V. (2001). On the mechanical behavior of single crystal NiTi shape memory alloys and related polycrystalline phenomenon. *Materials Science and Engineering : A*, 317(1):85–92.
- [Gao et Brinson, 2002] GAO, X. et BRINSON, L. C. (2002). A simplified multivariant sma model based on invariant plane nature of martensitic transformation. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 13(12):795–810.
- [Gourdin *et al.*, 1998] GOURDIN, C., HIRSINGER, L., BARBIER, G. et BILLARDON, R. (1998). Experimental identification of the coupling between the anhysteretic magnetic and magnetostrictive behaviours. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 177: 201–202.
- [Govindjee et Hall, 2000] GOVINDJEE, S. et HALL, G. J. (2000). A computational model for shape memory alloys. *International Journal of Solids and Structures*, 37(5):735–760.
- [Grenet et Legendre, 2010] GRENET, J. et LEGENDRE, B. (2010). Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC). *Technique de l'ingénieur, NTI-P1205*.
- [Guénin, 1996] GUÉNIN, G. (1996). *Alliages à mémoire de forme*. Ed. Techniques Ingénieur.
- [Hasan *et al.*, 2008] HASAN, M., SCHMAHL, W. W., HACKL, K., HEINEN, R., FRENZEL, J., GOLLERTHAN, S., EGGELER, G., WAGNER, M., KHALIL-ALLAFI, J. et BARUJ, A. (2008). Hard X-Ray studies of stress-induced phase transformations of superelastic NiTi shape memory alloys under uniaxial load. *Materials Science and Engineering : A*, 481:414–419.
- [Hauser, 2004] HAUSER, H. (2004). Energetic model of ferromagnetic hysteresis : Isotropic magnetization. *Journal of applied physics*, 96(5):2753–2767.
- [Heczko, 2005] HECZKO, O. (2005). Determination of ordinary magnetostriction in Ni–Mn–Ga magnetic shape memory alloy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 290:846–849.
- [Heczko *et al.*, 2001] HECZKO, O., JUREK, K. et ULLAKKO, K. (2001). Magnetic properties and domain structure of magnetic shape memory Ni–Mn–Ga alloy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 226:996–998.

- [Heczko *et al.*, 2011] HECZKO, O., KOPEČEK, J., MAJTÁS, D. et LANDA, M. (2011). Magnetic and magnetoelastic properties of Ni-Mn-Ga—do they need a revision? *In Journal of Physics : Conference Series*, volume 303, page 012081. IOP Publishing.
- [Heczko *et al.*, 2002] HECZKO, O., LANSKA, N., SODERBERG, O. et ULLAKKO, K. (2002). Temperature variation of structure and magnetic properties of Ni–Mn–Ga magnetic shape memory alloys. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 242:1446–1449.
- [Hill, 1965] HILL, R. (1965). Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(2):89–101.
- [Hirsinger et Lexcellent, 2003] HIRSINGER, L. et LEXCELLENT, C. (2003). Modelling detwinning of martensite platelets under magnetic and (or) stress actions on Ni–Mn–Ga alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 254:275–277.
- [Huang, 2016] HUANG, H. (2016). *Experimental study of NiTi alloy under shear loading over a large range of strain rates*. Thèse de doctorat, Paris 6.
- [Hubert *et al.*, 2012] HUBERT, A., CALCHAND, N., LE GORREC, Y. et GAUTHIER, J.-Y. (2012). Magnetic shape memory alloys as smart materials for micro-positioning devices. *Advanced electromagnetics*, 1(2):75–84.
- [Hubert et Schäfer, 2008] HUBERT, A. et SCHÄFER, R. (2008). *Magnetic domains : the analysis of magnetic microstructures*. Springer Science & Business Media.
- [Humbert *et al.*, 2010] HUMBERT, M., GEY, N., PATAPY, C., JOUSSEIN, E., HUGER, M., GUINEBRETIERE, R., CHOTARD, T. et HAZOTTE, A. (2010). Identification and orientation determination of parent cubic domains from electron backscattered diffraction maps of monoclinic pure zirconia. *Scripta Materialia*, 63(4):411–414.
- [Jani *et al.*, 2014] JANI, J. M., LEARY, M., SUBIC, A. et GIBSON, M. A. (2014). A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials & Design*, 56:1078–1113.
- [Jiang *et al.*, 2004] JIANG, C., MUHAMMAD, Y., DENG, L., WU, W. et XU, H. (2004). Composition dependence on the martensitic structures of the Mn-rich NiMnGa alloys. *Acta materialia*, 52(9):2779–2785.
- [Jiles et Atherton, 1984] JILES, D. C. et ATHERTON, D. L. (1984). Theory of ferromagnetic hysteresis. *Journal of applied physics*, 55(6):2115–2120.
- [Kiefer *et al.*, 2007] KIEFER, B., KARACA, H., LAGOUDAS, D. et KARAMAN, I. (2007). Characterization and modeling of the magnetic field-induced strain and work output in Ni₂MnGa magnetic shape memory alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 312(1):164–175.
- [Kokorin *et al.*, 1992] KOKORIN, V., MARTYNOV, V. et CHERNENKO, V. (1992). Stress-induced martensitic transformations in Ni₂MnGa. *Scripta metallurgica et materialia*, 26(2):175–177.
- [Kulkov et Mironov, 1995] KULKOV, S. et MIRONOV, Y. P. (1995). Martensitic transformation in NiTi investigated by synchrotron X-Ray diffraction. *Nuclear Instruments*

- and Methods in Physics Research Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 359(1-2):165–169.
- [Lagoudas, 2008] LAGOUDAS, D. C. (2008). *Shape memory alloys*. Springer Science and Business Media, US.
- [Lagoudas *et al.*, 2006] LAGOUDAS, D. C., ENTCHEV, P. B., POPOV, P., PATOOR, E., BRINSON, L. C. et GAO, X. (2006). Shape memory alloys, part ii : Modeling of polycrystals. *Mechanics of Materials*, 38(5):430–462.
- [Lazreg et Hubert, 2011] LAZREG, S. et HUBERT, O. (2011). A multidomain modeling of the magnetoelastic behavior for nondestructive evaluation. *Journal of Applied Physics*, 109(7):07E508.
- [Lebreton, 2004] LEBRETON, C. (2004). Alliages à mémoire de forme de type nickel titane : Fiches matériaux. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux fonctionnels*, 1(M532).
- [Lexcelent, 2013] LEXCELLENT, C. (2013). *Les alliages à mémoire de forme*. Hermes Lavoisier.
- [Lexcelent *et al.*, 2006] LEXCELLENT, C., BOUBAKAR, M., BOUVET, C. et CALLOCH, S. (2006). About modelling the shape memory alloy behaviour based on the phase transformation surface identification under proportional loading and anisothermal conditions. *International journal of solids and structures*, 43(3):613–626.
- [Lexcelent *et al.*, 2002] LEXCELLENT, C., VIVET, A., BOUVET, C., CALLOCH, S. et BLANC, P. (2002). Experimental and numerical determinations of the initial surface of phase transformation under biaxial loading in some polycrystalline shape-memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(12):2717–2735.
- [Lolloz *et al.*, 2006] LOLLIOZ, L., PATTOFATTO, S. et HUBERT, O. (2006). Application of piezo-magnetism for the measurement of stress during an impact. *Journal of electrical engineering*, 57(8):10–15.
- [Lu et Weng, 1997] LU, Z. et WENG, G. (1997). Martensitic transformation and stress-strain relations of shape-memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 45(11-12):19051923–19211928.
- [Lutterotti et Gialanella, 1998] LUTTEROTTI, L. et GIALANELLA, S. (1998). X-Ray diffraction characterization of heavily deformed metallic specimens. *Acta Materialia*, 46(1):101–110.
- [Maynadier, 2012] MAYNADIER, A. (2012). *Couplages thermomécaniques dans les alliages à mémoire de forme : mesure de champs cinématique et thermique et modélisation multiéchelle*. Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan.
- [Mballa-Mballa *et al.*, 2014] MBALLA-MBALLA, F. S., HUBERT, O., HE, S., DEPEYRE, S. et MEILLAND, P. (2014). Micromagnetic modeling of magneto-mechanical behavior. *IEEE Transactions on Magnetics*, 50(4):1–4.
- [Meuwissen *et al.*, 1998] MEUWISSEN, M., OOMENS, C., BAAIJENS, F., PETTERSON, R. et JANSSEN, J. (1998). Determination of the elasto-plastic properties of aluminium

- using a mixed numerical–experimental method. *Journal of Materials Processing Technology*, 75(1):204–211.
- [Miyazaki et Otsuka, 1986] MIYAZAKI, S. et OTSUKA, K. (1986). Deformation and transition behavior associated with the β -phase in Ti–Ni alloys. *Metallurgical Transactions A*, 17(1):53–63.
- [Morales *et al.*, 2002] MORALES, M., CHATEIGNER, D., LUTTEROTTI, L., RICOTE, J. *et al.* (2002). X-Ray Combined QTA using a CPS applied to a ferroelectric ultrastructure. In *Materials Science Forum*, volume 408, pages 113–118. Transtec Publications; 1999.
- [Morin *et al.*, 2011] MORIN, C., MOUMNI, Z. et ZAKI, W. (2011). A constitutive model for shape memory alloys accounting for thermomechanical coupling. *International Journal of Plasticity*, 27(5):748–767.
- [Nicolaeys *et al.*, 2002] NICLAEYS, C., ZINEB, T. B., ARBAB-CHIRANI, S. et PATOOR, E. (2002). Determination of the interaction energy in the martensitic state. *International Journal of plasticity*, 18(11):1619–1647.
- [Nozières, 1998] NOZIÈRES, J.-P. (1998). Ferromagnétisme. *Techniques de l'ingénieur. Electronique*, 3(E1730):1–9.
- [Orgéas et Favier, 1998] ORGÉAS, L. et FAVIER, D. (1998). Stress-induced martensitic transformation of a NiTi alloy in isothermal shear, tension and compression. *Acta Materialia*, 46(15):5579–5591.
- [Otsuka et Ren, 2005] OTSUKA, K. et REN, X. (2005). Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress in materials science*, 50(5):511–678.
- [Pajani, 2001] PAJANI, D. (2001). *Thermographie*. Ed. Techniques Ingénieur.
- [Patoor *et al.*, 1996] PATOOR, E., EBERHARDT, A. et BERVEILLER, M. (1996). Micro-mechanical modelling of superelasticity in shape memory alloys. *Journal de Physique IV*, 6(C1):C1–277.
- [Patoor *et al.*, 2006] PATOOR, E., LAGOUDAS, D. C., ENTCHEV, P. B., BRINSON, L. C. et GAO, X. (2006). Shape memory alloys, part i : General properties and modeling of single crystals. *Mechanics of materials*, 38(5):391–429.
- [Pinneker *et al.*, 2013] PINNEKER, V., YIN, R., EBERL, C., SOZINOV, A., EZER, Y. et KOHL, M. (2013). Evolution of local strain bands of different orientation in single crystalline Ni–Mn–Ga foils under tension. *Journal of Alloys and Compounds*, 577: S358–S361.
- [Pons *et al.*, 2000] PONS, J., CHERNENKO, V., SANTAMARTA, R. et CESARI, E. (2000). Crystal structure of martensitic phases in Ni–Mn–Ga shape memory alloys. *Acta Materialia*, 48(12):3027–3038.
- [Preisach, 1935] PREISACH, F. (1935). Über die magnetische nachwirkung. *Zeitschrift für physik*, 94(5-6):277–302.

- [Raghunathan *et al.*, 2008] RAGHUNATHAN, S., AZEEM, M., COLLINS, D. et DYE, D. (2008). In situ observation of individual variant transformations in polycrystalline NiTi. *Scripta Materialia*, 59(10):1059–1062.
- [Rekik, 2014] REKIK, M. (2014). *Mesure et modélisation du comportement magnéto-mécanique dissipatif des matériaux ferromagnétiques à haute limite élastique sous chargement multiaxial*. Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan.
- [Rizzo, 2012] RIZZO, K.-J. (2012). *Modélisation multi-échelle du comportement magnéto-mécanique dissipatif*. Thèse de doctorat, Ecole normale supérieure de Cachan.
- [Robertson *et al.*, 2007] ROBERTSON, S., MEHTA, A., PELTON, A. et RITCHIE, R. (2007). Evolution of crack-tip transformation zones in superelastic NiTiInol subjected to in situ fatigue : A fracture mechanics and synchrotron X-Ray microdiffraction analysis. *Acta Materialia*, 55(18):6198–6207.
- [Sablik et Jiles, 1993] SABLİK, M. J. et JILES, D. C. (1993). Coupled magnetoelastic theory of magnetic and magnetostrictive hysteresis. *IEEE transactions on magnetics*, 29(4):2113–2123.
- [Saint-Sulpice *et al.*, 2014] SAINT-SULPICE, L., LAKRIT, M., CHIRANI, S. A. et CALLOCH, S. (2014). Variation in electric resistivity in metastable alloys during thermo-mechanical loading : Effects of temperature, elasticity, plasticity and phase transformation. *Mechanics of Materials*, 71:1–9.
- [Saletti *et al.*, 2013] SALETTI, D., PATTOFATTO, S. et ZHAO, H. (2013). Measurement of phase transformation properties under moderate impact tensile loading in a NiTi alloy. *Mechanics of Materials*, 65:1–11.
- [Shaw et Kyriakides, 1997] SHAW, J. A. et KYRIAKIDES, S. (1997). On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy. *Acta materialia*, 45(2): 683–700.
- [Siredey *et al.*, 1999] SIREDEY, N., PATOOR, E., BERVEILLER, M. et EBERHARDT, A. (1999). Constitutive equations for polycrystalline thermoelastic shape memory alloys. : Part i. intragranular interactions and behavior of the grain. *International Journal of Solids and Structures*, 36(28):4289–4315.
- [Sozinov *et al.*, 2013] SOZINOV, A., LANSKA, N., SOROKA, A. et ZOU, W. (2013). 12% magnetic field-induced strain in Ni-Mn-Ga based non-modulated martensite. *Applied Physics Letters*, 102(2):021902.
- [Straka, 2007] STRAKA, L. (2007). *Magnetic and magneto - mechanical properties of Ni-Mn-Ga magnetic shape memory alloys*. Thèse de doctorat, Helsinki University of Technology.
- [Straka *et al.*, 2006] STRAKA, L., HECZKO, O. et HANNULA, S.-P. (2006). Temperature dependence of reversible field-induced strain in Ni–Mn–Ga single crystal. *Scripta Materialia*, 54(8):1497–1500.

- [Taillard, 2006] TAILLARD, K. L. (2006). *Étude du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme sous sollicitations multiaxiales complexes*. Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan.
- [Urbina *et al.*, 2010] URBINA, C., De la FLOR, S., GISPERT-GUIRADO, F. et FERRANDO, F. (2010). Quantitative XRD analysis of the evolution of the TiNi phase transformation behaviour in relation to thermal treatments. *Intermetallics*, 18(8):1632–1641.
- [Xue, 2013] XUE, C. (2013). *Magneto-mechanical behaviors of ferromagnetic shape memory alloys*. Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique Palaiseau.
- [Young *et al.*, 2010] YOUNG, M., WAGNER, M.-X., FRENZEL, J., SCHMAHL, W. W. et EGGELER, G. (2010). Phase volume fractions and strain measurements in an ultrafine-grained NiTi shape-memory alloy during tensile loading. *Acta Materialia*, 58(7):2344–2354.
- [Zheng *et al.*, 2016] ZHENG, L., HE, Y. et MOUMNI, Z. (2016). Effects of Lüders-like bands on NiTi fatigue behaviors. *International Journal of Solids and Structures*, 83: 28–44.
- [Zhu *et al.*, 2015] ZHU, Y., SHI, T. et TENG, Y. (2015). Micromechanical modeling of stress-induced strain in polycrystalline Ni–Mn–Ga by directional solidification. *Journal of Alloys and Compounds*, 645:328–334.

Titre : Mesure et modélisation multi échelle du comportement thermo-magnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme

Mots-clés : Alliages à mémoire de forme, Alliages à mémoire de forme magnétiques, Diffraction des rayons X, Modèle multiéchelle (micro - macro), Couplage thermomécanique, Couplage magnéto-mécanique

Résumé : Le comportement des alliages à mémoire de forme (AMF) et des alliages à mémoire de forme magnétiques (AMFM) est régi par les mécanismes de transformation martensitique à l'échelle de la microstructure, à l'origine de leurs propriétés remarquables (mémoire de forme, superélasticité, grandes déformations associées à la réorientation martensitique sous champ magnétique). Les mécanismes de transformation et de réorientation martensitique peuvent être induits par des sollicitations thermiques, magnétiques et / ou mécaniques et de manière couplée. La mise au point d'outils de conception fiables nécessite une meilleure prédictibilité du comportement réel des alliages à mémoire de forme sous sollicitations thermo - magnéto - mécaniques complexes. Le choix d'une modélisation multiaxiale et multi échelle est pertinent.

Le modèle reporté présente une formulation unifiée, permettant de simuler aussi bien le comportement des AMF que celui des AMFM. Parallèlement au développement de ce modèle, une étude expérimentale est nécessaire afin d'une part d'identifier les propriétés intrinsèques des matériaux étudiés, et d'autre part de valider les estimations de la modélisation. A cette fin, des mesures de fractions volumiques de phase par diffraction des rayons X in situ ont été entreprises lors de sollicitations thermiques (cycles de chauffage-refroidissement), mécaniques (traction, compression, essais biaxiaux) et magnétiques (champ magnétique unidirectionnel). L'exploitation des résultats de diffractométrie permet une analyse quantitative des fractions volumiques des phases en présence. Celles-ci sont comparées aux estimations du modèle à des fins de validation.

Title : Measurement and multiscale modeling of thermo-magneto-mechanical behavior of shape memory alloys

Keywords : Shape memory alloys, Magnetic shape memory alloys, X - Ray Diffraction, Multiscale modeling, Thermo - mechanical couplings, Magneto - mechanical couplings

Abstract : The behavior of shape memory alloys (SMA) and magnetic shape memory alloys (MSMA) is governed by the martensitic transformation mechanisms at the scale of the microstructure. This transformation is at the origin of their remarkable properties (memory effect, superelasticity, large deformations associated with the martensitic reorientation under magnetic field). The martensitic transformation and reorientation mechanisms can be induced by thermal, magnetic and / or mechanical stresses and in a coupled manner. The development of reliable design tools requires a better predictability of the actual behavior of shape memory alloys under complex thermal-magneto-mechanical loading. The choice of multiaxial and multiscale modeling

is relevant. The model proposed in this work presents a unified formulation, making possible to simulate both the behavior of SMA and MSMA. In parallel with the development of this model, an experimental study is necessary in order to identify the intrinsic properties of the materials studied and to validate the estimates of the modeling. For this purpose, measurements of phase fractions by in-situ X-ray diffraction were carried out during thermal (heating-cooling cycles), mechanical (tensile, compressive, biaxial) and magnetic (unidirectional magnetic field) loadings. The diffraction patterns allow a quantitative estimation of the volume fractions of the phases. These are compared to model estimates for validation purposes.

