



HAL
open science

Thermomechanical characterization and modeling of shape memory alloys - application on 26at%Nb-Ti

Marie Caruel

► **To cite this version:**

Marie Caruel. Thermomechanical characterization and modeling of shape memory alloys - application on 26at%Nb-Ti. Materials. Université Paris-Saclay, 2023. English. NNT : 2023UPAST146 . tel-04636508

HAL Id: tel-04636508

<https://theses.hal.science/tel-04636508>

Submitted on 5 Jul 2024

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.

Caractérisation et modélisation thermo-mécanique des alliages à mémoire de forme - application au 26at%Nb-Ti

*Thermomechanical characterization and modeling of
shape memory alloys - application on 26at%Nb-Ti*

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n° 579, Sciences Mécaniques et Énergétiques, Matériaux et
Géosciences (SMEMaG)
Spécialité de doctorat : mécanique des matériaux
Graduate School : SIS. Référent : ENS Paris-Saclay

Thèse préparée au **laboratoire de Mécanique Paris-Saclay (LMPS)**, sous la direction de
Karine LAVERNHE, maîtresse de conférences avec HDR à l'ENS Paris-Saclay, la
co-direction de **Olivier HUBERT**, professeur des universités à l'ENS Paris-Saclay

Thèse soutenue à Paris-Saclay, le 10 novembre 2023, par

Marie CARUEL

Composition du jury

Membres du jury avec voix délibérative

Tarak BEN ZINEB Professeur des universités, Université de Lorraine	Président
Thierry GLORiant Professeur des universités, INSA Rennes	Rapporteur
Bertrand WATTRISSE Professeur des universités, Université de Montpellier	Rapporteur
Carlos ANGELO NUNES Professeur des universités, Université de São Paulo	Examineur
Shabnam ARBAB CHIRANI Professeure des universités, ENSTA Bretagne	Examinatrice

Titre : Caractérisation et modélisation thermo-mécanique des alliages à mémoire de forme - application au 26at%Nb-Ti

Mots clés : Alliages à mémoire de forme, caractérisation thermo-mécanique, essais in-situ, modèles micro-macro, couplage thermo-mécanique

Résumé : Le comportement des alliages à mémoire de forme est piloté par une transformation de phase solide-solide du premier ordre se développant aux échelles microscopiques (échelle du grain ou sub-grain). Grâce à leur comportement atypique (propriété mémoire de forme et pseudo-élasticité), ils sont le candidat privilégié de nombreuses applications. La famille la plus utilisée aujourd'hui est celle des alliages binaires nickel-titane en proportion stœchiométrique. Leur grande capacité pseudo-élastique (déformation réversible de 5% à 10 %) a permis leur utilisation massive dans le domaine du médical. Aujourd'hui, les études montrent que le nickel est toxique pour l'homme, avec une augmentation du risque de cancers. Les alliages NiTi présentent d'autre part une raideur mécanique trop élevée. Les

alliages binaires de niobium-titane peuvent constituer une alternative intéressante.

La mise en place d'essais de caractérisations thermo-mécaniques micro-macro est nécessaire afin de mieux comprendre leur comportement. Des essais sous chargement uni- et multiaxiaux ont donc été mis en place avec suivi à la fois par corrélation d'images et thermographie infra-rouge. L'objectif ensuite a été de proposer une modélisation adaptée, capable de reproduire au mieux le comportement de ces alliages tout en assurant une identification simple des paramètres matériaux. La modélisation choisie est un modèle 3D multi-échelle auto-cohérent avec prise en compte des mécanismes de changement de phase, maclage et plasticité.

Title : Thermomechanical characterization and modeling of shape memory alloys - application on 26at%Nb-Ti

Keywords : Shape memory alloys, thermo-mechanical characterization, in-situ tests, micro-macro models, thermo-mechanical coupling

Abstract : The behaviour of shape memory alloys is driven by a first-order solid-solid phase transformation taking place at microscopic scales (grain or sub-grain scale). Thanks to their atypical behaviour (shape memory and pseudo-elastic capabilities), they are the privileged candidate for many applications. The family most widely used today is that of binary nickel-titanium alloys in stoichiometric proportions. Their high pseudo-elastic capacity (reversible strain from 5% to 10%) has led to their widespread use in the medical field. Today, studies show that nickel is toxic for humans, with an increased risk of cancer. NiTi alloys exhibit a too high mechanical stiffness. On the other

hand, niobium-titanium binary alloys can be a promising alternative.

Micro-macro thermo-mechanical characterisation tests need to be developed to gain a better understanding of their behaviour. Uni- and multiaxial loading tests were therefore set up, with monitoring using both image correlation and infrared thermography. The next objective is to propose a suitable model capable of reproducing the behaviour of these alloys as closely as possible, while ensuring simple identification of the material parameters. The chosen model is a self-coherent 3D multiscale model, taking into account phase change, twinning and plasticity mechanisms.

Remerciements

Je tiens à remercier en premier lieu Tarak BEN ZINEB d'avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse dans un premier temps puis la charge de président du jury. Merci également à Thierry GLORANT et Bertrand WATTRISSE d'avoir accepté de relire mon manuscrit et pour les discussions que l'on a eues lors de la soutenance, j'ai appris beaucoup et elles ont soulevé de nombreuses pistes pour la suite de ces travaux. Merci également à Shabnam ARBAB CHIRANI qui en plus d'avoir accepté de participer à ce jury m'a suivi pendant ces trois années via le comité de suivi. Lors de la soutenance, comme lors des comités, les discussions m'ont poussé plus loin que simplement mon travail, ce qui m'a permis de gagner du recul sur le sujet dans son entièreté. Enfin, merci à Carlos ANGELO NUNES d'avoir accepté de lire ce manuscrit et suivre la soutenance en français. Merci donc à l'ensemble du jury pour l'intérêt que vous avez montré pour mes travaux et pour l'ensemble des échanges que nous avons pu avoir.

Un grand merci à Karine LAVERNHE et Olivier HUBERT de m'avoir proposé ce sujet et d'avoir accepté de m'encadrer pendant ces trois ans. Merci de ne pas avoir désespéré malgré l'ensemble des épreuves que nous avons eu (merci chat noir). Merci également pour la liberté que vous m'avez laissée pendant cette thèse, ce qui m'a permis de développer les aspects qui m'intéressaient et finalement de vraiment prendre goût au métier de chercheur.

Merci à Laurent PELTIER et Pascal LAHEURTE ainsi que Bruno Xavier DE FREITAS et Carlos ANGELO NUNES pour les discussions sur les échantillons ainsi que leur élaboration. Je souhaiterais remercier une nouvelle fois Carlos et Olivier pour leur bataille contre la poste lors des allers-retours des échantillons entre la France et le Brésil.

Je tiens également à remercier François HILD, Xuyang CHANG et Stéphane ROUX pour leur aide sur la corrélation d'image. Merci à François pour sa grande disponibilité malgré son emploi du temps chargé. Merci à Xuyang et Stéphane pour les nombreux points sur la régularisation Hadamard qui ont été nécessaires pour que je comprenne vraiment ce que j'utilisais.

J'aimerais également remercier Marc BONNET, Xavier PINELLI, Olivier BRUNEAU, Maxime MOLLENS, Dominique LOISNARD et François BRISSET pour les essais que l'on a pu réaliser ensemble, les observations microscopes, leur disponibilité et leur aide.

Au cours de mon doctorat, j'ai eu la chance de pouvoir enseigner à l'IUT de Cachan. Merci

à Carine KALCK et Laurent PIERRE. Vous m'avez permis d'avoir des missions variées autant sur les niveaux que sur les sujets, j'ai beaucoup appris à vos côtés et à ceux des élèves.

Enfin, je tiens à remercier l'ensemble des personnes que j'ai pu croiser pendant ces trois années, je vais en oublier c'est sûr et j'en suis désolée. Mention spéciale donc à Amandine et Marc pour les pauses café (thé/chocolat plutôt), les discussions, les soirées jeux et le reste. À Héloïse pour le soutien mutuel dans cette grande salle du premier étage à boire du thé pour se réchauffer, à râler parce que nos codes ne fonctionnaient pas ou à faire des tours de bâtiments pour voir le soleil (10 tours, c'est ça?!) et je ne parle pas de la 3ème année dans notre petit bureau en mezzanine. À mes camarades de Sutom, Cémentix, Pédantix ou mots croisés (vous-même vous savez) ou quand la thèse coince, comment se détendre et penser à autre chose. Merci aux dromadaires pour leur aide, leur bonne humeur, les bars. Merci à Mim's pour avoir été là, pour tes images qui ont fait fonctionner notre imagination, pour ton aide même quand ça ne t'arrangeait pas.

Merci à la Sekonde Perpendiculaire après tout ce temps, les week-ends organisés 8 mois à l'avance avec nos edt incompatibles (Lebas le ministre). À la dernière soutenance!

À ma famille, mes parents qui pour nos études n'ont jamais mis de stop, mon frère et ma soeur qui sont toujours dispos au besoin ou juste pour le plaisir, Renan pour sa gentillesse et curiosité, mes grands-parents qui ont suivi ma soutenance, Véronique et René venus de Nantes uniquement pour ça et Denise via la visio, Merci.

Reste Simon, merci d'être à mes côtés simplement et à la suite.

En espérant que ces mots rattraperont ceux qui ne sont jamais sortis le jour de ma soutenance. Beaucoup ne sont pas cités et m'ont pourtant tant apporté, à eux, merci.

Table des matières

Table des figures	xiii
Liste des tableaux	xv
1 État de l'art	1
1 Les alliages à mémoire de forme	2
1.1 Transformation martensitique dans les AMF	2
1.2 Transformation du réseau cristallin	2
1.3 Transformation granulaire	4
1.4 Comportement thermomécanique	5
1.4.1 La super- ou pseudo-élasticité	6
1.4.2 Le couplage thermomécanique	7
1.4.3 L'effet mémoire de forme	9
2 Les AMF de type Nickel-Titane	9
2.1 Hétérogénéité du comportement thermomécanique	10
2.1.1 Phénomène de localisation	10
2.1.2 Observation par mesure de champs	12
2.2 La problématique du domaine médical	14
3 Les AMF de type Niobium-Titane	16
3.1 Comportement macroscopique	17
3.1.1 Réponse sous chargement en traction	17
3.1.2 Réponse en fatigue	19
3.2 Mécanismes de déformation	20
3.2.1 La transformation martensitique	20
3.2.2 Le maclage	22
4 Problématique	24
2 Caractérisation du NbTi	27
1 Les matériaux étudiés	31
1.1 Procédé d'élaboration du matériau	31
1.2 Composition chimique	32
1.2.1 L'analyseur élémentaire	32
1.2.2 Résultats	32
1.3 État cristallographique	33

	1.3.1	La Diffraction des Rayons X (DRX)	33
	1.3.2	Le Microscope Électronique à Balayage (MEB)	34
	1.3.3	Résultats	35
2		Étude sous chargement thermique	37
	2.1	Caractérisation par calorimétrie différentielle (DSC)	37
	2.1.1	Détail de la technique	37
	2.1.2	Résultats	39
	2.2	Caractérisation par DRX	41
	2.3	Conclusion	42
3		Étude sous chargement mécanique	42
	3.1	Comportement macroscopique 1D	42
	3.1.1	Mesure des déformations locales	42
	3.1.2	Réponse sous chargement alterné incrémental	44
	3.1.3	Réponse sous chargement monotone à rupture	45
	3.1.4	Observations Post-Mortem	46
	3.1.5	Conclusion	48
	3.2	Essais mécaniques uniaxiaux in-situ	48
	3.2.1	Essai à faible déformation	48
	3.2.2	Essai à déformation moyenne	51
	3.2.3	Conclusion	56
	3.3	Comportement macroscopique 2D	57
	3.3.1	Mesure des champs de déformation	57
	3.3.2	Résultats	62
	3.3.3	Conclusion	67
4		Étude thermique sous chargement mécanique	68
	4.1	L'imagerie Infra-Rouge (IR)	68
	4.2	Réponse thermique	70
	4.3	Optimisation de l'étude thermique	71
	4.4	Conclusion	76
5		Évolution de la fraction de macles sous chargement mécanique	77
	5.1	Dimensionnement de l'éprouvette sablier	77
	5.2	Comportement thermo-mécanique macroscopique	79
	5.3	Étude de l'évolution de la fraction de macles	82
	5.4	Conclusion	86
6		Essai sur structure - état de contrainte multiaxial	86
	6.1	Dimensionnement de l'éprouvette	86
	6.2	Comportement mécanique macroscopique	88
	6.2.1	Étude des champs de déformation de la zone centrale	89
	6.2.2	Comportement global	91
	6.3	Étude du maclage sous cisaillement	94
	6.4	Conclusion	96
7		Conclusion	97

3	Modélisation du comportement à l'échelle du VER	99
1	Motivations	103
2	État de l'art	103
2.1	Modèles d'AMF	103
2.1.1	Modélisation à l'échelle locale	103
2.1.2	Modélisation à l'échelle du monocristal	104
2.1.3	Modélisation à l'échelle du polycristal	105
2.2	Modèles de maclage	106
2.3	Modèles de plasticité	107
2.4	La stratégie utilisée	107
3	Modèle micro-macro	109
3.1	Comportement à l'échelle du grain	109
3.1.1	Energie libre de Gibbs	109
3.1.2	Hystérésis	111
3.1.3	Lois de comportement	111
3.2	Du monocristal au polycristal	113
3.2.1	Organisation du polycristal	113
3.2.2	Stratégie de changement d'échelle	113
3.3	Déformations libres de transformation de phase et de maclage	116
3.3.1	Transformation de phase	116
3.3.2	Maclage	117
3.4	Plasticité micro-cristalline	118
4	Application au NbTi	120
4.1	Identification des paramètres	120
4.1.1	Identification de l'enthalpie de changement de phase	122
4.1.2	Identification de l'entropie de changement de phase	130
4.1.3	Identification des paramètres relatifs au maclage	130
4.1.4	Identification des paramètres de la loi de Hall&Petch	130
4.1.5	Identification du coefficient de plasticité	131
4.1.6	Conclusion	132
5	Comparaison modèle/essais	133
5.1	Comportement d'un monocristal	133
5.1.1	Changement de phase	133
5.1.2	Maclage	138
5.1.3	Plasticité	138
5.1.4	Conclusion	138
5.2	Comportement d'un polycristal	139
5.2.1	Changement de phase	140
5.2.2	Maclage	141
5.2.3	Plasticité	142
5.3	Comportement sous chargement réel	142
5.3.1	Essai de traction monotone	142

5.3.2	Essai de traction charge/décharge incrémentale	144
5.3.3	Essai sur structure	146
5.4	Étude des surfaces seuils	146
5.5	Conclusion	148
6	Conclusion	149
Conclusion générale et perspectives		151
A Présentation de la méthode d'analyse utilisée pour étudier la cinétique des macles		153
B Modélisation thermique d'une structure 1D		159
C Modélisation thermo-mécanique d'une structure 1D		161
1	Modélisation proposée	161
2	Résultats	164
2.1	Paramètres du modèle	164
2.2	Résultats	165
3	Conclusion	167
D Modélisation thermo-mécanique d'une structure 3D		169
1	Modélisation	169
2	Résultats	170
3	Conclusion	173

Table des figures

1	Publications et brevets liés aux alliages à mémoire de forme entre janvier 1990 et septembre 2013, JANI et al., 2014	xviii
1.1	Schéma de la maille cubique d'austénite et orthorhombique de martensite dans le cas de l'alliage de NbTi (ELMAY, 2013)	3
1.2	Micrographie optique d'un alliage de cuivre, aluminium et nickel montrant l'arrangement de variantes de martensite orthorhombiques (BHATTACHARYA, 2003)	4
1.3	Microscopie optique montrant les différentes variantes de martensite dans un grain de Cu _{66.9} Zn ₂₃ Al _{9.4} (at%) sous chargement en traction uniaxiale PATOOR et al., 1996, PATOOR et al., 2006	4
1.4	Schéma des mésodomains du grain central de la figure 1.3 - les flèches indiquent le mouvement possible des interfaces	4
1.5	Analyse calorimétrique réalisée sur un alliage de NiTi en proportion stœchiométrique, FALL, 2017	5
1.6	Diagramme de Clausius-Clapeyron pour un chargement thermique (flèches bleues)	6
1.7	Illustration de la pseudo-élasticité dans le cas d'un matériau monophasé austénitique dont la phase martensite possède deux variantes	7
1.8	Diagramme de Clausius-Clapeyron avec le trajet de chargement - cas anisotherme	8
1.9	Illustration de l'impact de la vitesse de chargement sur une barre en NiTi superélastique, HE et SUN, 2011	8
1.10	Illustration du phénomène de mémoire simple sens dans le cas d'un matériau austénitique dont la phase martensitique possède deux variantes	10
1.11	Illustration du phénomène de mémoire simple sens dans le cas d'un matériau austénitique dont la phase martensitique possède deux variantes	11
1.12	Nucléation des différents domaines dans un NiTi, HE et SUN, 2011	12
1.13	Schéma illustrant la différence entre des interfaces martensite/austénite dans le cas du monocristal (a) et du polycristal (b) , FENG et SUN, 2006	13
1.14	Étude conjointe des composantes du champ de déformation et du champ de température - interprétation des phases en présence, DELPUEYO et al., 2012	13
1.15	Fils dentaires d'orthodontie (source : www.orthodontisteenligne.com et www.d-entaltix.com)	14

1.16 Schéma de la procédure de dévitalisation d'une dent (source : www.mutuelle-conseil.com)	15
1.17 Géométrie de stents auto-extensibles en nitinol, STOECKEL et al., 2009	15
1.18 Graphique illustrant la relation entre résistance à la corrosion et biocompatibilité pour différents alliages, ELMAY, 2013	16
1.19 Diagramme de phase des alliages de Nb-Ti, BÖNISCH, 2016	17
1.20 Étude de l'impact de la concentration en niobium sur la transformation martensitique, H. Y. KIM, IKEHARA et al., 2006	18
1.21 Étude de l'impact de la concentration en niobium sur le comportement macroscopique du matériau, H. Y. KIM, IKEHARA et al., 2006	18
1.22 Réponse en fatigue du 26at%NbTi, TAHARA et al., 2009	19
1.23 Schéma de la maille cubique d'austénite et orthorhombique de martensite dans le cas de l'alliage de NbTi (ELMAY, 2013)	20
1.24 Impact de la concentration en oxygène sur le comportement des alliages β métastables, TAHARA et al., 2011	21
1.25 Impact de la concentration en oxygène sur le comportement des alliages β métastables, TAHARA et al., 2011	21
1.26 Définition du système de macle	22
1.27 Illustration des modes de maclages pour $q = 1$ à 4 dans le cas d'un monocristal, en gris, on représente la position initiale, en noir, la position après cisaillement, en vert la position exacte de la macle, TOBE et al., 2014	23
1.28 Schéma explicatif de l'architecture du modèle et des différents paramètres nécessaires	25
2.1 Échantillons provenant du LEM3	32
2.2 Échantillons provenant du DEMAR	32
2.3 Schéma de principe de la DRX	34
2.4 Diffractogrammes obtenus pour les différents échantillons	35
2.5 IPF (Inverse Pole Figure) obtenue par rapport à la direction RD	36
2.6 Figures de pôles	37
2.7 Schéma de principe de la DSC	38
2.8 Courbe de DSC schématisée d'un AMF	38
2.9 Résultats obtenus pour les deux séries d'échantillons (LEM3 à gauche, DEMAR à droite)	40
2.10 Résultats des DRX obtenus sous chargement thermique	41
2.11 Modèle rhéologique utilisé	43
2.12 Courbes de traction issues des essais sous chargement de traction/décharge alterné	44
2.13 Courbes de traction pour les essais à rupture	45
2.14 Diffractogrammes obtenus pour les deux échantillons - en noir les pics d'austénite et en marron les pics de martensite	46
2.15 IPF obtenue en surface de l'échantillon du LEM3 après le chargement alterné	47
2.16 IPF obtenue en surface de l'échantillon du DEMAR après le chargement alterné	47

2.17	Identification du système de macle du grain encadré en blanc à la figure 2.15 . . .	47
2.18	Identification du système de macle du grain encadré en blanc à la figure 2.16 . . .	47
2.19	Éprouvette de traction fabriquée pour l'essai in situ à faible déformation	49
2.20	Commande en déplacement en fonction du temps	49
2.21	Courbe de traction obtenue lors de l'essai in situ	49
2.22	Images BSE issues de l'essai in situ	50
2.23	Éprouvette utilisée pour l'essai in situ - la zone rouge correspond à la zone d'ob- servation	51
2.24	Courbe de traction obtenue suite à l'essai in situ - les numéros sur la figure correspondent aux différentes photos prises	52
2.25	Images BSE issues de l'essai in situ	53
2.26	Image BSE à $\sigma = 0$ MPa après chargement	54
2.27	EBSD réalisé sur la zone d'étude (Inverse Pole Figure, IPF and index quality, IQ) - pas de $1 \mu\text{m}$	54
2.28	Grain issu de la zone 1	55
2.29	grain issu de la zone 3	55
2.30	Identification du système de la macle bleu, figure 2.28	56
2.31	Identification du système de la macle beige, figure 2.28	56
2.32	Illustration du principe de corrélation d'images locale, MAYNADIER, 2012 , avec en rouge les images avant et après déformation	58
2.33	Illustration du principe de corrélation d'image globale, MAYNADIER, 2012 , avec en rouge le maillage avant et après déformation	58
2.34	Schéma des bandes de cisaillement et des notations utilisées	61
2.35	Définition de la base de recherche	62
2.36	Illustration de la perte d'information entre les visions 2D et 3D	63
2.37	Image de référence utilisée pour la CIN, l'échelle correspond à la plage des ni- veaux de gris	63
2.38	Comparaison des résidus RMS de corrélation d'images	64
2.39	Comparaison des résidus de corrélation d'images pour l'image 799	65
2.40	Courbe de traction avec la déformation axiale ε_{yy} obtenue par corrélation d'images - en noir	65
2.41	Champ de déformation ε_{yy} calculé par corrélation d'images avec régularisation mécanique et correction de brillance-contraste, ε correspond à la déformation moyenne sur l'image i	66
2.42	Champ de déformation ε_{yy} calculé par corrélation d'images avec régularisation de Hadamard, ε correspond à la déformation moyenne sur l'image i	67
2.43	Schéma explicatif du rayonnement perçu d'un corps	69
2.44	Définition de la zone d'étude du logiciel	70
2.45	Évolution de la température moyenne sur la ROI en fonction du temps et mise en parallèle avec l'évolution de l'effort au cours du temps	71
2.46	Évolution de la température en fonction de la contrainte appliquée	71
2.47	Schéma explicatif de la méthode de corrélation du champ de température	72

2.48	Positionnement des deux régions d'intérêt	73
2.49	Évolution de la température sur la longueur de l'éprouvette	73
2.50	Comparaison entre les résultats issus de la corrélation des images infra-rouges et de ceux directement issus du logiciel de la caméra	75
2.51	Carte spatio-temporelle de l'évolution de la température dans la longueur de l'éprouvette	75
2.52	Carte spatio-temporelle de l'évolution de la température dans la longueur de l'éprouvette avec correction du gradient dû à l'échauffement du mors	75
2.53	Évolution de l'écart entre vision lagrangienne et eulérienne en fonction du déplacement	76
2.54	Carte spatio-temporelle de l'évolution de la déformation axiale dans la longueur de l'éprouvette	77
2.55	Carte spatio-temporelle de l'évolution de la température dans la longueur de l'éprouvette avec correction du gradient dû à l'échauffement du mors	77
2.56	Géométrie souhaitée de l'éprouvette sablier et paramètres géométriques	78
2.57	Comportement implémenté dans Abaqus	78
2.58	Évolution du taux de triaxialité dans l'éprouvette en fonction du déplacement imposé	79
2.59	Carte spatiale du taux de triaxialité dans l'éprouvette pour différentes valeurs de déplacement pour $R = 75$ mm	79
2.60	Comportement en traction attendu pour la géométrie choisie	80
2.61	Gradient de déformation attendu pour $U = 1,5$ mm	80
2.62	Définition de la ROI	80
2.63	Courbe de traction obtenue à partir de l'étude par CIN et les données de la cellule d'effort	80
2.64	Évolution de la contrainte en fonction de la température	80
2.65	Carte spatio-temporelle de l'évolution de la température le long de la ligne moyenne (en jaune sur la figure 2.62) avec correction du gradient dû à l'échauffement du mors	81
2.66	Carte spatio-temporelle de l'évolution de la déformation (ε_{yy}) le long de la ligne moyenne (en jaune sur la figure 2.62)	81
2.67	Carte spatio-temporelle de l'évolution du rapport des déformations ($\varepsilon_{xx}/\varepsilon_{yy}$) le long de la ligne moyenne (en jaune sur la figure 2.62)	82
2.68	Éprouvette sablier préparée pour l'étude par EBSD et schéma de la zone d'étude	83
2.69	Évolution de la fraction de macles en fonction de la déformation locale	83
2.70	Résultats IPF obtenus en différents points de l'éprouvette	84
2.71	Évolution de la fraction de macles en fonction de la contrainte locale	84
2.72	Évolution de la fraction surfacique de macles en fonction de la taille du grain - déformation $\varepsilon = 7\%$	85
2.73	IPF dans la direction ND - déformation $\varepsilon = 25\%$	85
2.74	Géométrie adoptée pour l'éprouvette de structure	87
2.75	Définition de la zone d'étude : nœuds en rouge sur la figure	88

2.76	Évolution du taux de triaxialité dans la zone centrale au cours du temps	88
2.77	Évolution des différentes composantes de la contrainte au cours du temps	88
2.78	Évolution de l'effort vu par l'éprouvette en fonction du déplacement imposé par la machine	89
2.79	Comparaison des champs de déformation obtenus par corrélation d'images sur la zone centrale pour $U = 350 \mu\text{m}$ (à gauche) et $U = 1500 \mu\text{m}$ (à droite)	90
2.80	Chemin des déformations pour 5 points de la ROI	91
2.81	Comparaison des champs de déformation obtenus par simulation Abaqus (à gauche) et corrélation d'images (à droite) à la limite de l'élasticité (déplacement imposé de $350 \mu\text{m}$)	92
2.82	Comparaison des champs de déformation obtenus par simulation Abaqus (à gauche) et corrélation d'images (à droite) au maximum du déplacement	93
2.83	Évolution de γ_{xy} au centre de l'éprouvette en fonction du déplacement imposé	93
2.84	Zone en cisaillement quasi-pur	94
2.85	Courbe de comportement en cisaillement	94
2.86	Zones extraites pour réaliser les études post mortem	95
2.87	Éprouvette polie miroir pour observation EBSD	95
2.88	Carte EBSD $800 \times 200 \mu\text{m}^2$ réalisée sur la tranche sollicitée (pas de $1 \mu\text{m}$)	95
2.89	Illustration de l'identification des systèmes de macles	96
2.90	Diffractogramme obtenu suite à la DRX effectuée sur la tranche de l'éprouvette sollicitée en cisaillement - en marron sont indexés les pics de martensite et en noir ceux d'austénite	96
3.1	Décomposition des échelles utilisées dans la modélisation	108
3.2	Évolution de la densité de taille de grains	122
3.3	Résultat de l'étude de sensibilité des différents paramètres et comparaison avec les résultats expérimentaux et la combinaison choisie	124
3.4	Figure de pôle associée à la texture utilisée lors de la simulation d'un VER de 700 grains	125
3.5	Déformation de transformation obtenue par simulation numérique	125
3.6	Courbe de traction présentée section 3.3 du chapitre 2	126
3.7	Schéma 1D du modèle simulé	126
3.8	Tracé de l'erreur de convergence en fonction de l'itération	127
3.9	Déformation de transformation obtenue par simulation numérique	127
3.10	Carte spatio-temporelle de la déformation axiale ($\varepsilon_{yy} = \varepsilon_{yy}^e + \varepsilon_{yy}^L$)	128
3.11	Carte spatio-temporelle de la température	128
3.12	Évolution de la température - la température est moyennée sur l'ensemble de l'éprouvette	128
3.13	Illustration de la méthode de détermination de la variation de contrainte associée à la chaleur latente de changement de phase	129
3.14	Tracé de l'évolution de la contrainte d'écoulement τ en fonction du diamètre	131
3.15	Courbe de traction obtenue pour un échantillon laminé lors d'un essai sous traction monotone	132

3.16	Histogramme représentant la répartition des grains en fonction du diamètre	132
3.17	Chargement mécanique appliqué au monocristal	134
3.18	Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction des déformations de transformation de phase	134
3.19	Évolution de l'austénite et des variantes de martensite en fonction du temps	134
3.20	Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction des déformations de transformations de phase	135
3.21	Évolution de l'austénite et des variantes de martensite en fonction du temps	135
3.22	Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction de ε_{yy}	136
3.23	Évolution des fractions de phase ou variante de phase en fonction du temps	136
3.24	Trajet de chargement thermique appliqué au monocristal	136
3.25	Évolution des fractions de phases en fonction du temps	137
3.26	Simulation d'une DSC sur un monocristal	137
3.27	Évolution des fractions de phases en fonction du temps	137
3.28	Simulation d'une DSC sur un monocristal	137
3.29	Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction des déformations associées au maclage	138
3.30	Évolution des fractions de macles en fonction du temps	138
3.31	Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction de ε_{yy}	139
3.32	Figure de pôle associée à la texture utilisée lors de la simulation d'un VER de 700 grains	139
3.33	Histogramme représentant la répartition des grains en fonction du diamètre	140
3.34	Résultats obtenus pour 700 grains, sous contraintes homogènes (chargement présenté à la figure 3.17)	141
3.35	Résultats obtenus pour 700 grains, sous contrainte homogène (chargement présenté à la figure 3.17)	141
3.36	Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction de la déformation plastique ε_{yy}^p	142
3.37	Courbe de traction obtenue pour un échantillon laminé lors d'un essai sous traction monotone	143
3.38	Résultats obtenus pour 700 grains, sous contraintes homogènes	143
3.39	Chargement appliqué au VER	144
3.40	Courbe de traction obtenue pour un échantillon du DEMAR lors d'un essai sous chargement cyclique	145
3.41	Résultats obtenus pour 700 grains, sous contraintes homogènes	145
3.42	Courbe de comportement obtenue expérimentalement	146
3.43	Résultats obtenus pour 700 grains, sous contraintes homogènes	147
3.44	Surfaces seuil associées au maclage et au changement de phase	148
3.45	Surfaces seuil associées au maclage, au changement de phase et à la plasticité	148
A.1	Schéma de l'éprouvette sablier et de l'emplacement des différents EBSD réalisés	153
A.2	IPF dans la direction RD obtenue à 10,35 mm du centre de l'éprouvette	154
A.3	Image extraite de la décomposition RGV	154
A.4	Groupe de grains { orientation mère + macle } extrait	155
A.5	Image extraite de la décomposition RGV	155

A.6	Cas d'identification 1	156
A.7	Cas d'identification 2	156
B.1	Schéma de la modélisation choisie	159
C.1	Schématisation de l'algorithme de résolution	163
C.2	Erreur de convergence du modèle	165
C.3	Courbes de tractions obtenues pour les différentes simulations	165
C.4	Résultats obtenus pour un chargement à 1mm/min	166
C.5	Cartes spatio-temporelles des déformations de transformations pour les différentes simulations	167
D.1	Schéma de la modélisation choisie en 1D	170
D.2	Évolution de la fraction de martensite au cours du temps	171
D.3	Champs obtenus pour un pas de chargement	171
D.4	Évolution de l'effort en fonction du temps	172

Liste des tableaux

1.1	Caractéristiques des systèmes de maclages observés chez les matériaux cubiques centrés, ELMAY, 2013	23
2.1	Concentrations obtenues par l'analyseur élémentaire, les données sont en wt%	33
2.2	Paramètres des DSC réalisées	39
2.3	Résultats obtenus par DSC	41
2.4	Paramètres d'essais (v indique la vitesse de déplacement du vérin hydraulique)	42
3.1	Matrices de déformation associées aux 6 variantes de martensite	117
3.2	Tenseurs de déformation associés aux 12 systèmes de maclage	118
3.3	Tenseurs de déformation associés aux 12 systèmes de glissement	120
3.4	Paramètres de simulation	121
3.5	Dimensions de l'éprouvette	123
3.6	Paramètres de simulation	133
C.1	Paramètres de simulation	164
C.2	Températures de changement de phase	164
C.3	fractions de changement d'enthalpie retenues	165
C.4	paramètres de mailles	165

Introduction

C'est dans les années 30 que le phénomène "mémoire de forme" (capacité à recouvrer une forme connue après avoir été déformé) est observé pour la première fois. On donne alors le nom d'alliage à mémoire de forme (AMF) aux alliages possédant cette propriété. C'est cependant au début des années 60 que l'intérêt pour ces matériaux s'accroît avec l'observation de ce mécanisme sur un intermétallique de nickel-titane. En plus de l'effet mémoire de forme, certains alliages présentent la particularité d'accepter de grandes déformations (>1%) puis de retrouver leur état macroscopique de départ après décharge.

Le comportement des alliages à mémoire de forme est piloté par une transformation de phase solide-solide du premier ordre se développant aux échelles microscopiques (échelle du grain ou sub-grain). Ce changement de phase est dû à l'existence de deux phases stables, l'une à haute température, appelée austénite et la seconde à basse température, appelée martensite. Réputée isochore, réversible (mais dissipative), elle peut être activée à la fois sous chargement mécanique et thermique.

Ces deux grandes caractéristiques ont fait des AMF les candidats privilégiés pour un grand nombre d'applications, dans un nombre varié de domaines comme l'illustre la figure 1. On y voit le pourcentage de brevets par domaine d'application, ainsi que les publications associées ou encore le pourcentage d'articles par rapport aux domaines de recherche.

La sur-représentativité des brevets dans le domaine médical s'explique par le développement des alliages binaires de NiTi en proportion stœchiométrique. Ces alliages offrent la possibilité d'appliquer une déformation variant de 1% à 10% tout en maintenant un effort constant. Ils sont donc le matériau privilégié pour la fabrication de stents ou d'écarteurs thoraciques.

Connus pour se corroder dans le corps humain, leur utilisation était réservée pour les patients en fin de vie. Depuis les années 50, l'espérance de vie augmente de 0,2 ans tous les ans. Les chirurgies de plus en plus courantes ainsi que l'augmentation du nombre de personnes allergiques ou intolérantes au nickel poussent les scientifiques à développer l'étude, la compréhension ainsi que la caractérisation des propriétés mécaniques de nouveaux matériaux biocompatibles (ou biomatériaux) afin de permettre leur maintien dans le corps humain.

Ainsi, à partir des années 2000, les métallurgistes s'intéressent aux combinaisons de com-

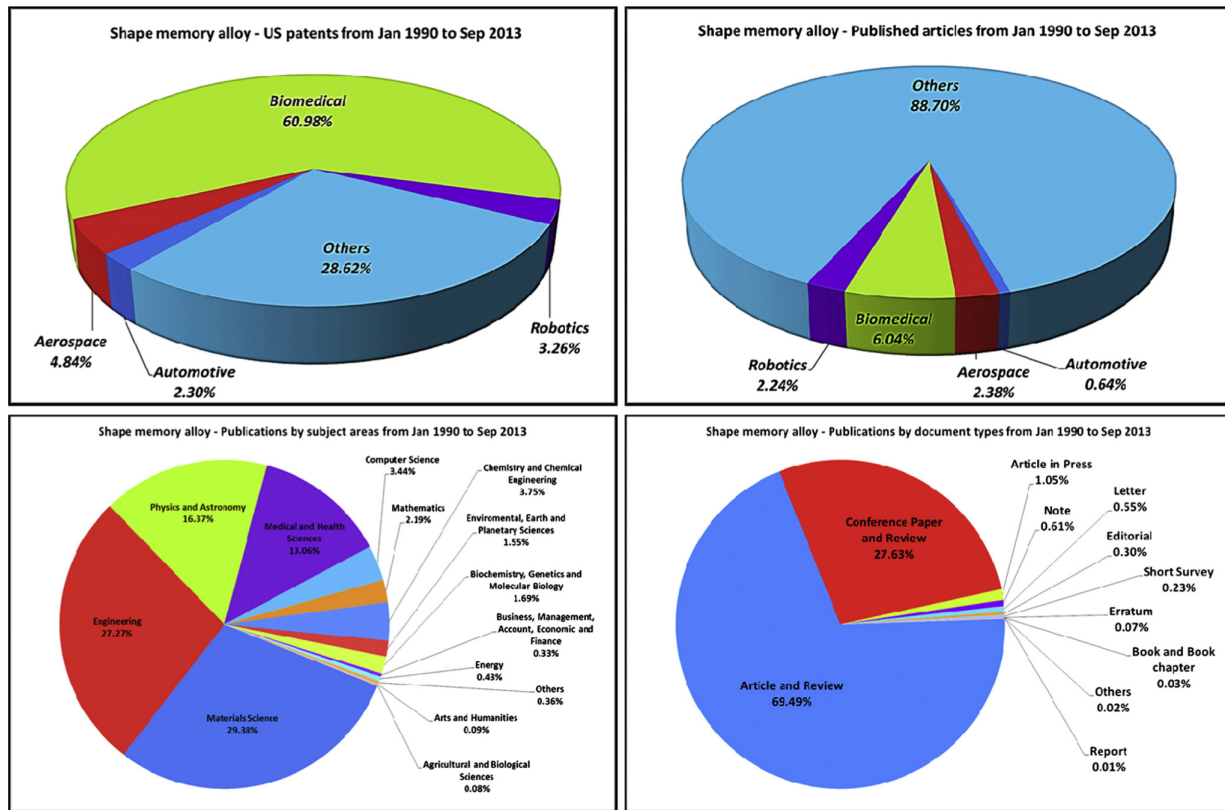


FIGURE 1 • Publications et brevets liés aux alliages à mémoire de forme entre janvier 1990 et septembre 2013, JANI et al., 2014

positions et traitements thermiques des alliages base titane-niobium. En vue de l'optimisation de leurs propriétés, ces matériaux étaient produits principalement sous forme de fils ou d'éprouvettes de faibles dimensions. Afin de répondre aux exigences du domaine médical, des modèles de plus en plus performants doivent être construits. Or, le manque de caractérisation aux échelles des produits commerciaux constitue aujourd'hui un frein, notamment si on souhaite pouvoir considérer des chargements multiaxiaux. Ces travaux de thèse s'inscrivent donc dans cette dynamique selon deux axes principaux :

- la caractérisation multi-échelle et multiaxiale de deux alliages de 26at%Nb-Ti
- le développement d'outils numériques permettant la modélisation du comportement de ces alliages sous chargement mécanique ou thermique.

Ces travaux de thèse ont été réalisés en collaboration avec les laboratoires DEMAR de l'université de Sao Paulo et LEM3 de l'université de Lorraine qui ont produit les deux matériaux présentés dans la suite.

Le premier chapitre ("État de l'art") compte trois volets. Dans un premier temps, quelques grandes généralités à propos des alliages à mémoire de forme seront introduites. Responsable de leur comportement si particulier, la transformation martensitique est introduite avant de détailler le comportement thermomécanique de ces alliages. On s'intéressera plus particuliè-

rement aux alliages de NiTi. Ces AMF font partie des alliages les plus utilisés. Leur importante capacité pseudo-élastique leur permet de s'adapter à une large gamme d'applications. Une attention particulière est alors portée à leurs applications dans le domaine médical justifiant l'étude des alliages de NbTi. Après une présentation du comportement macroscopique de ces nouveaux alliages, les mécanismes de déformations associés sont détaillés.

Le deuxième chapitre ("Caractérisation du NbTi") rapporte l'étude expérimentale de deux alliages de NbTi.

Une première étude dissociant thermique et mécanique est proposée afin d'identifier les mécanismes de déformations en jeu dans ces matériaux. Leur identification autorise la mise en place d'essais in-situ permettant d'établir la chronologie des phénomènes.

Deux études thermo-mécaniques couplées sont ensuite proposées. La première met en évidence les phénomènes exothermiques et endothermiques associés au changement de phase. La seconde étude s'intéresse à l'évolution du maclage, mécanisme apparaissant de manière concomitante avec la transformation de phase, sous chargement mécanique.

Le chapitre s'achève par la présentation des résultats d'une étude du comportement du matériau sous chargement multiaxial.

Le troisième chapitre ("Modélisation du comportement à l'échelle du VER") présente la modélisation choisie ainsi que son application aux matériaux étudiés.

Une première étude bibliographique des modèles existants est proposée. Le comportement des AMF mettant en jeu un grand nombre de phénomènes, les modèles décrivant leur comportement sont variés; depuis la description macroscopique, aux modèles de dynamique moléculaire en passant par les modèles multi-échelles.

Le modèle choisi est ensuite présenté, largement inspiré de ceux développés aux cours des thèses de [MAYNADIER, 2012](#) et [FALL, 2017](#). C'est un modèle multi-échelle, basé sur une formulation probabiliste de l'évolution des fractions de phases. Il a d'abord été développé afin de modéliser le comportement des NiTi puis étendu aux AMF magnétiques. Le modèle est enrichi pour permettre la prise en compte du maclage et de la plasticité en plus des mécanismes de changements de phase.

Le chapitre se termine sur l'identification des paramètres pour la simulation du comportement via une partie des essais présentés au chapitre 2 ainsi que de codes de structure développés et détaillés en annexe. La comparaison des comportements obtenus numériquement et expérimentalement est alors réalisée avant de conclure sur les différents avantages et inconvénients du modèle ainsi que ses potentielles améliorations.

Chapitre 1

État de l'art

Ce premier chapitre propose une introduction au comportement des alliages à mémoire de forme (AMF). La première partie traite en particulier de la transformation martensitique et de son lien avec le comportement thermique et mécanique de ces matériaux. La transformation martensitique est à la source de nombreuses applications des AMF.

Nous nous intéresserons ensuite à deux alliages particuliers : les alliages de nickel-titane en proportion stœchiométrique, largement étudiés dans la littérature puis les alliages de niobium-titane et leur comportement atypique. Un point sera fait plus particulièrement sur l'alliage étudié au cours de cette thèse : le 26at%Nb-Ti.

Enfin, résultant des différents points abordés, la problématique de la thèse sera détaillée.

Table des matières

1	Les alliages à mémoire de forme	2
1.1	Transformation martensitique dans les AMF	2
1.2	Transformation du réseau cristallin	2
1.3	Transformation granulaire	4
1.4	Comportement thermomécanique	5
2	Les AMF de type Nickel-Titane	9
2.1	Hétérogénéité du comportement thermomécanique	10
2.2	La problématique du domaine médical	14
3	Les AMF de type Niobium-Titane	16
3.1	Comportement macroscopique	17
3.2	Mécanismes de déformation	20
4	Problématique	24

1 Les alliages à mémoire de forme

Les alliages à mémoire de forme doivent leur comportement à une transformation de phase solide-solide appelée transformation martensitique.

1.1 Transformation martensitique dans les AMF

La transformation martensitique désigne originellement le changement de phase solide-solide non diffusif se développant lors de la trempe des aciers. L'austénite stable à haute température se transforme en martensite, phase hors équilibre stabilisée lors d'un refroidissement très rapide (dépendant de la quantité de carbone et des autres éléments d'alliage). Cette désignation a été ensuite étendue à toutes les transformations displacives hors équilibre ou non et quelle que soit la vitesse de refroidissement. Ce type de transformation se produit dans de nombreux alliages, dont les alliages à mémoire de forme.

On distingue les alliages à mémoire de forme des autres alliages du fait de leur transformation réputée isochore, donc avec conservation du volume, qui leur donne leur comportement si particulier. Ce changement de phase, activé thermiquement et/ou mécaniquement, engendre un remaniement local et brutal du réseau cristallin. Les conséquences sur le comportement mécanique de l'alliage sont majeures. La déformation qui en résulte peut se mettre sous la forme d'un tenseur qu'on peut décomposer en deux composantes; une partie hydrostatique qui traduit la dilatation et une partie déviatorique qui traduit la distorsion.

De plus, ce changement de phase étant une transformation thermodynamique du premier ordre, la création de martensite ou d'austénite s'accompagne d'émission ou d'absorption de chaleur.

1.2 Transformation du réseau cristallin

Une transformation de réseau est aussi appelée changement de phase puisque celle-ci génère la transformation d'une structure cristalline de haute symétrie, l'austénite, en une structure de plus faible symétrie, la martensite, pouvant posséder entre 2 et 12 variantes. Dans le cas des NiTi, la phase mère est une maille cubique centrée (CC) qui se transforme en une phase monoclinique à 12 variantes tandis que dans le cas des NbTi, la maille CC se transforme en une maille orthorhombique à 6 variantes (illustration à la figure 1.1).

Au cours du chargement, qu'il soit mécanique ou thermique, la martensite va se développer sous forme de fines lamelles séparées par ce que l'on appelle des interfaces. La création des variantes répond au principe de la minimisation de l'énergie ce qui permet de limiter les incompatibilités, c'est ce qu'on appelle le phénomène d'accommodation. Selon l'état de chargement local, une ou plusieurs variantes sont privilégiées. Elles peuvent se développer de manière cohérente, on dit alors qu'elles sont compatibles. Dans le cas contraire, leur coexistence va générer une distorsion locale engendrant une modification du champ mécanique

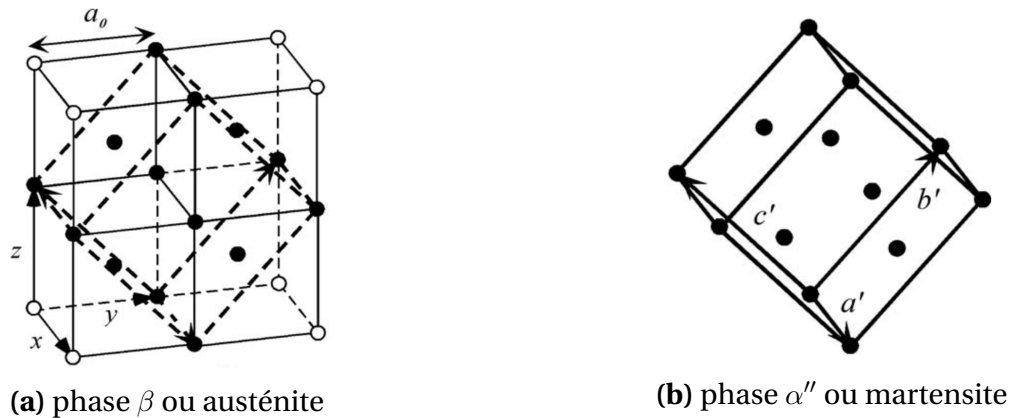


FIGURE 1.1 • Schéma de la maille cubique d'austénite et orthorhombique de martensite dans le cas de l'alliage de NbTi (ELMAY, 2013)

associé.

On distingue généralement la martensite créée sous chargement thermique et sous chargement mécanique.

Sous chargement thermique homogène, le matériau est à l'état de contrainte nulle. Ainsi, à supposer qu'aucune contrainte interne ne vienne se superposer, l'énergie libre (nous détaillerons les termes plus tard) associée à chaque variante est la même. Elles vont donc se développer de manière équiprobable et donc dans les mêmes proportions. La moyenne des déformations générées par l'ensemble des variantes correspondra donc à la part éventuellement hydrostatique que possède chaque variante (usuellement faible), complétée de la déformation d'origine thermique. On dit alors que la transformation est thermo-induite. Le développement des variantes ne peut cependant pas se faire sans une répartition spatiale assurant une forme de compatibilité (pour réduire ou annuler les contraintes internes). Ceci explique que, quand les symétries le permettent, les variantes se développent par deux, voir la figure 1.2. C'est ce que l'on appelle les « twins » ou variantes jumelles. La réalité est cependant plus complexe : bien qu'à contrainte moyenne nulle, ne serait-ce que par le jeu des orientations cristallines et du caractère non-isotrope du tenseur d'élasticité cristallin, l'état de contrainte local bien que faible est non nul, même lors d'un chargement thermique. Le développement de la phase martensitique se faisant d'autre part par nucléation et propagation, les états de contraintes locaux peuvent être, aux moins de manière transitoire, très élevés.

Sous chargement mécanique, l'énergie élastique diffère d'une variante à une autre provoquant des différences d'énergie libre : l'austénite disparaît d'une part au profit de la martensite et certains jeux de variantes sont d'autre part sélectionnés au détriment d'autres jeux. Par effet de moyenne, le matériau se déforme de manière macroscopique. Comme lors d'un chargement thermique, afin de limiter les incompatibilités mécaniques, les variantes se développent souvent sous forme de « twins ». Une transformation sous chargement mécanique pur ne peut cependant pas être envisagée : la transformation s'accompagne toujours de phénomènes thermiques qui modifient les cinétiques.

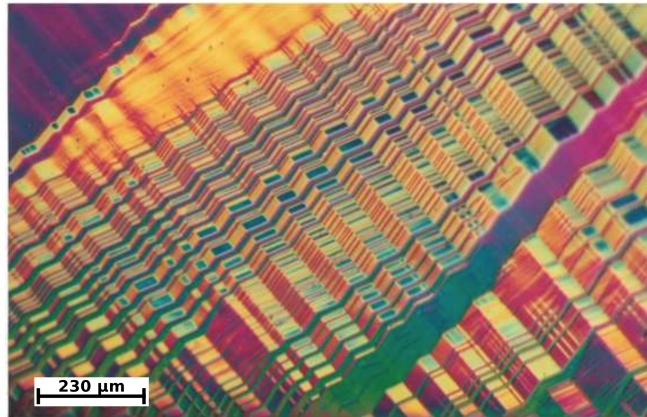


FIGURE 1.2 • Micrographie optique d'un alliage de cuivre, aluminium et nickel montrant l'arrangement de variantes de martensite orthorhombiques (BHATTACHARYA, 2003)

1.3 Transformation granulaire

Au cours du chargement, la nucléation des variantes de martensite va se faire de manière privilégiée au niveau des zones de concentration de contraintes, généralement aux joints de grains. Les lamelles se développent ensuite dans une direction déterminée par la minimisation de l'énergie élastique pour former ce qu'on appelle les méso-domaines, voir figures 1.3 et 1.4 .

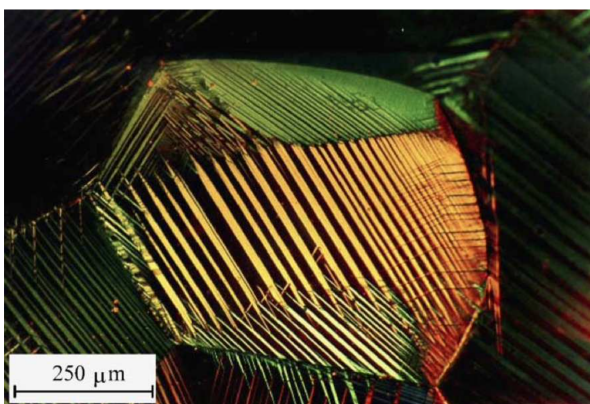


FIGURE 1.3 • Microscopie optique montrant les différentes variantes de martensite dans un grain de Cu_{66.9}Zn₂₃Al_{9.4} (at%) sous chargement en traction uniaxiale PATOOR et al., 1996, PATOOR et al., 2006

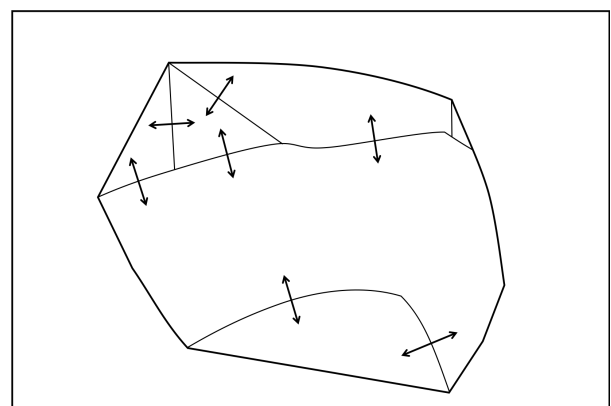


FIGURE 1.4 • Schéma des mésodomains du grain central de la figure 1.3 - les flèches indiquent le mouvement possible des interfaces

Les interfaces entre les méso-domaines sont souvent le lieu d'instabilités du fait des incompatibilités entre les variantes et vont donc évoluer avec le chargement mécanique.

Dans la grande majorité de leurs applications, les AMF sont polycristallins. Chaque grain ayant son orientation propre, les variantes privilégiées vont différer d'un grain à l'autre générant des incompatibilités intra-granulaires. Le jeu des variantes permet généralement de limiter les contraintes associées. Sous chargement macroscopique, les variantes de martensite jusqu'alors confinées par les joints de grains peuvent les franchir pour former des domaines mésoscopiques sur plusieurs grains. Ces domaines sont alors visibles macroscopiquement et forment des bandes de localisations ou bandes de Lüders (voir section 2.1).

1.4 Comportement thermomécanique

Comme expliqué précédemment, la transformation de phase austénite-martensite s'accompagne d'émission et d'absorption de chaleur que l'on caractérise généralement par étude calorimétrique.

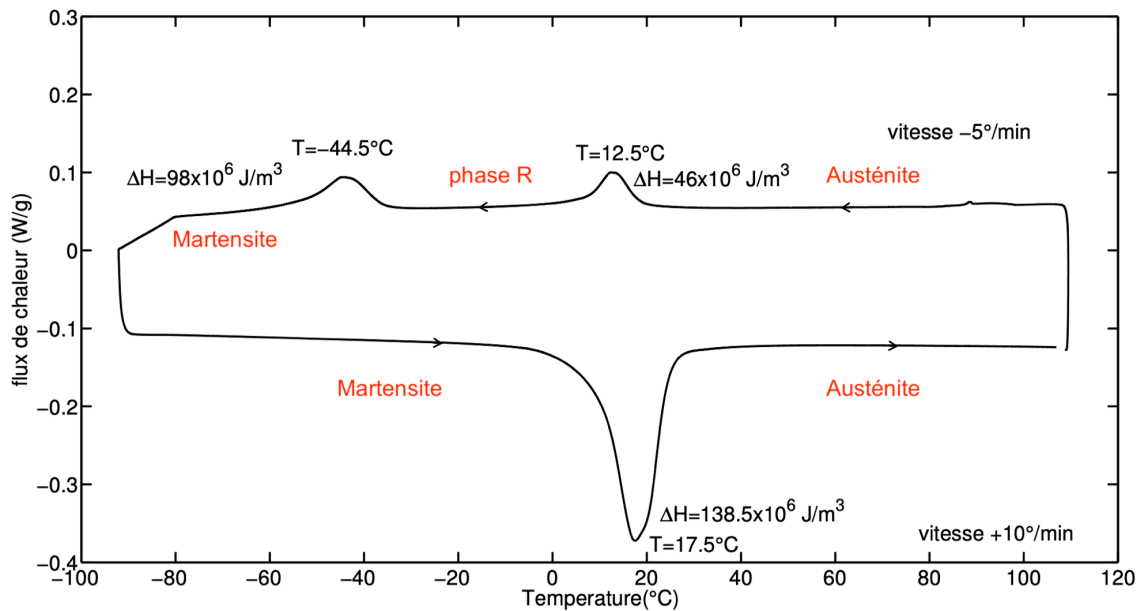


FIGURE 1.5 • Analyse calorimétrique réalisée sur un alliage de NiTi en proportion stœchiométrique, FALL, 2017

La figure 1.5 montre le résultat obtenu pour un NiTi en proportion stœchiométrique. Cette analyse a été réalisée par DSC (Differential Scanning Calorimetry). L'échantillon est libre de tout chargement mécanique et soumis à un cycle de refroidissement puis de chauffage lent. Chaque changement de phase se traduit par la présence d'un pic dont l'aire est directement proportionnelle à la quantité de chaleur émise ou absorbée. Dans le cas présent, le matériau est sujet à deux changements de phases (austénite → phase R → martensite) lors du refroidissement et un seul apparent au chauffage. Dans la suite, on se restreindra uniquement aux

cas biphasiques.

Comme expliqué précédemment, sous chargement thermique, une phase et ses variantes vont se développer dans le matériau. Le changement de phase modifiant l'arrangement cristallin, le comportement mécanique du matériau s'en trouve modifié. Ce changement de phase s'accompagnant d'une modification locale de la température, le comportement des AMF présente un fort couplage thermomécanique. Afin de rendre compte de ce couplage, on trace généralement le trajet de chargement dans un diagramme de Clausius-Clapeyron sur lequel on représente les limites d'existence des différentes phases, voir la figure 1.6.

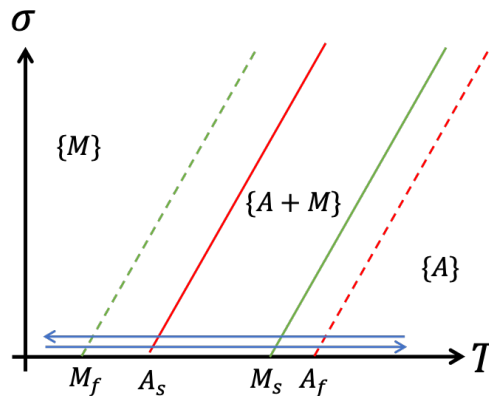


FIGURE 1.6 • Diagramme de Clausius-Clapeyron pour un chargement thermique (flèches bleues)

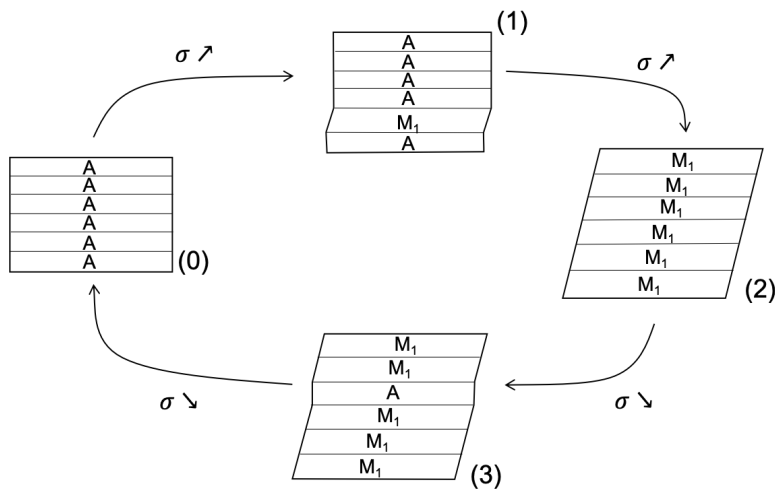
La présence de ce fort couplage confère aux AMF leurs deux grandes propriétés : la pseudo-élasticité et l'effet mémoire, simple ou double sens.

1.4.1 La super- ou pseudo-élasticité

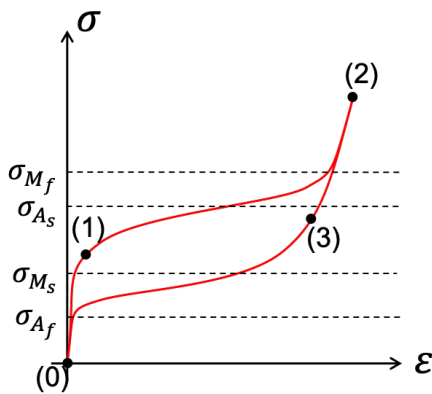
On appelle pseudo-élasticité ou super-élasticité la capacité d'un alliage à se déformer de plusieurs pourcents (entre 1 et 2% pour les NbTi et jusqu'à 10% pour les NiTi en traction) tout en retournant à un état mécanique de contrainte et déformation nul. Cette capacité dépend à la fois du matériau, de la sollicitation mais également des chargements que celui-ci a expérimentés au cours de sa vie.

On observe ce type de comportement lorsque le matériau est soumis à un chargement mécanique à partir de l'état austénitique.

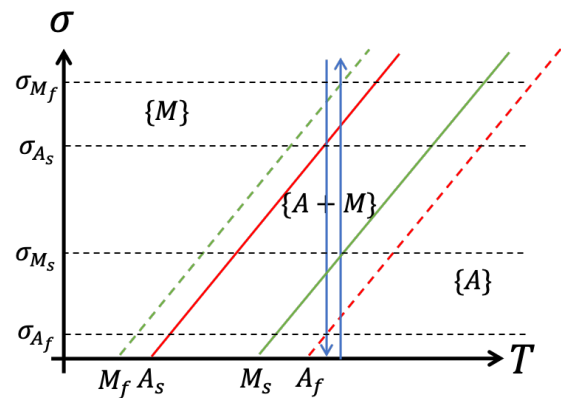
La figure 1.7 illustre le phénomène de la pseudo-élasticité. On se place dans le cas d'un matériau austénitique et par souci de simplicité, on considère uniquement le cas de deux variantes de martensite. À l'état initial (0), le matériau est à température ambiante ($T > A_f$), libre de charge. Sous l'effet d'une contrainte, le matériau va d'abord se comporter de manière élastique jusqu'à atteindre σ_{M_s} . À partir de cette contrainte seuil, le matériau commence à



(a) Évolution de la microstructure en fonction de la contrainte appliquée



(b) Évolution de la contrainte σ en fonction de la déformation ε



(c) Diagramme de Clausius-Clapeyron avec le trajet de chargement

FIGURE 1.7 • Illustration de la pseudo-élasticité dans le cas d'un matériau monophasé austénitique dont la phase martensite possède deux variantes

changer de phase (1), la raideur diminue alors. Arrivé à $\sigma \geq \sigma_{Mf}$, l'ensemble du matériau est martensitique (2). On observe alors une reprise de raideur apparente du matériau, c'est le domaine d'élasticité de la martensite. Lors de la décharge, et tant que $\sigma \geq \sigma_{As}$, on reste dans le domaine élastique de la martensite. Après quoi (3), le matériau retrouve peu à peu son état austénitique de départ jusqu'à retrouver le domaine élastique de l'austénite pour $\sigma \leq \sigma_{Af}$.

1.4.2 Le couplage thermomécanique

La situation décrite ci-dessus se place sous hypothèse de chargement isotherme. Dans les faits, ce cas est quasiment impossible à reproduire du fait du fort couplage thermomécanique. On obtiendrait un diagramme de Clapeyron comme illustré à la figure 1.8. Les pointillés noirs verticaux symbolisent le cas parfaitement isotherme.

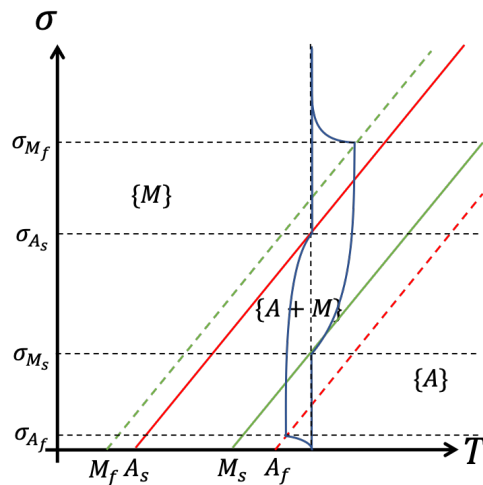


FIGURE 1.8 • Diagramme de Clausius-Clapeyron avec le trajet de chargement - cas anisotherme

Finalement comme l'illustre cette figure, l'hypothèse isotherme revient à sous-estimer la contrainte σ_{M_f} et surestimer σ_{A_f} et par conséquent surestimer l'hystérésis du comportement.

La réciproque est également vraie puisque l'augmentation de la contrainte va augmenter la température de transition de phase. Le comportement de ces alliages est par conséquent fortement dépendant des conditions dans lesquelles ils sont sollicités et en particulier des vitesses de sollicitations comme l'illustre la figure 1.9.

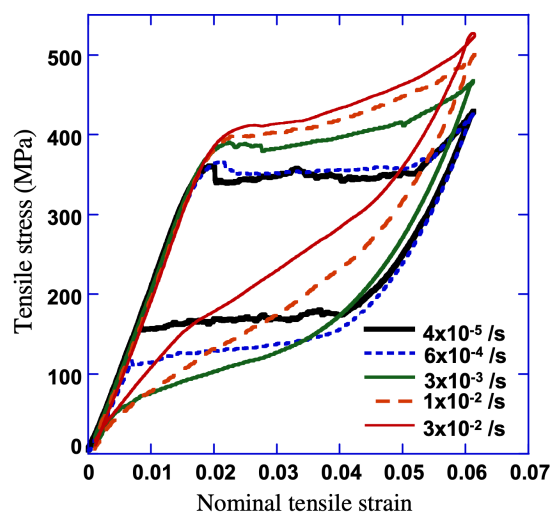


FIGURE 1.9 • Illustration de l'impact de la vitesse de chargement sur une barre en NiTi super-élastique, HE et SUN, 2011

1.4.3 L'effet mémoire de forme

On appelle effet mémoire la capacité d'un alliage à recouvrer sa forme initiale suite à un chargement thermique.

On parle d'**effet mémoire simple sens** si suite à une sollicitation mécanique, le matériau est capable après chauffage de retrouver sa forme initiale. Pour illustration (voir la figure 1.10), supposons le matériau austénitique (0) à température ambiante et possédant deux variantes de martensite. Au cours du refroidissement, le matériau devient martensitique. Aucune contrainte n'étant appliquée, les deux variantes sont équi-réparties, c'est ce qu'on appelle la martensite auto-accommodée. Sous chargement mécanique, une variante est privilégiée et se stabilise (2). La décharge est purement élastique (3). À contrainte nulle, le matériau est chauffé permettant de déstabiliser la martensite et d'activer la nucléation d'austénite. Le matériau étant libre de contrainte, il peut se déformer librement et regagne ainsi sa forme initiale (0).

Cet effet est généralement utilisé lorsque l'on souhaite effacer l'histoire du matériau.

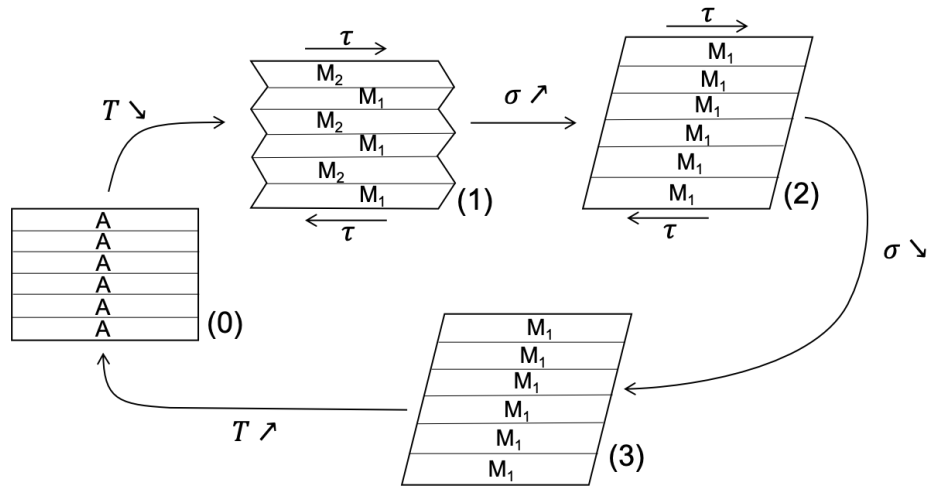
On parle d'**effet mémoire double sens** lorsque sous chargement mécanique constant, le matériau retrouve son état initial après un cycle thermique, voir la figure 1.11.

Dans le cas où σ est non nul, on parle d'effet mémoire double sens assisté. Lors du refroidissement, le matériau alors austénitique va se transformer en martensite orientée. Au chauffage, le matériau retrouve son état initial.

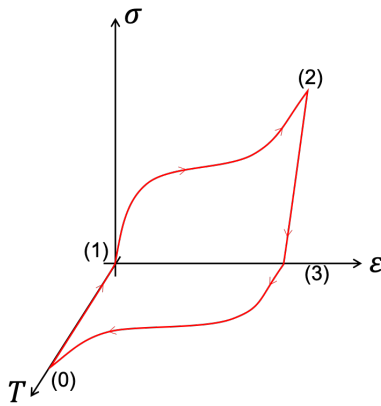
On peut retrouver cet effet à contrainte macroscopique nulle. On dit alors que la matière a été éduquée. Lors d'un cycle, la création et disparition de martensite provoquent des mouvements de dislocations. Ceci crée au cours des cycles un champ de contrainte local conduisant à une sélection préférentielle d'une variante au détriment de l'autre. Néanmoins, sous l'effet des cycles, le matériau perd peu à peu cette propriété.

2 Les AMF de type Nickel-Titane

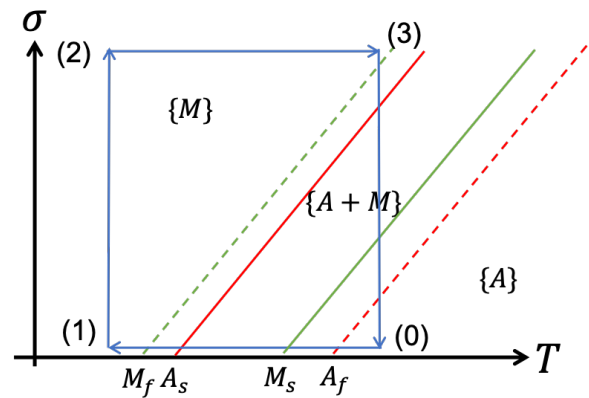
Les alliages de Nickel-titane en proportion stœchiométrique font partie des AMF les plus largement utilisés et par conséquent étudiés. Leur très forte capacité pseudo-élastique (en termes de déformation réversible et/ou de taille d'hystérésis) en font le candidat idéal pour de nombreuses utilisations comme les connecteurs électroniques, les roues de véhicules terrestres et extra-terrestres ou encore en tant que stents ou fils orthodontiques.



(a) Évolution de la microstructure en fonction du chargement thermomécanique appliqué



(b) Chargement thermomécanique appliqué en fonction de la déformation



(c) Diagramme de Clausius-Clapeyron avec le tracé du chargement

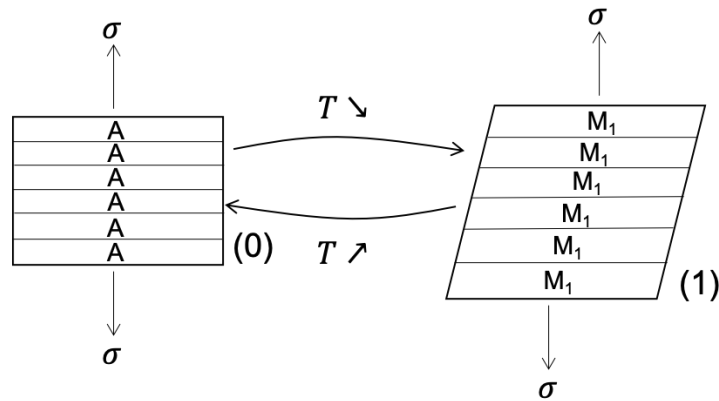
FIGURE 1.10 • Illustration du phénomène de mémoire simple sens dans le cas d'un matériau austénitique dont la phase martensitique possède deux variantes

2.1 Hétérogénéité du comportement thermomécanique

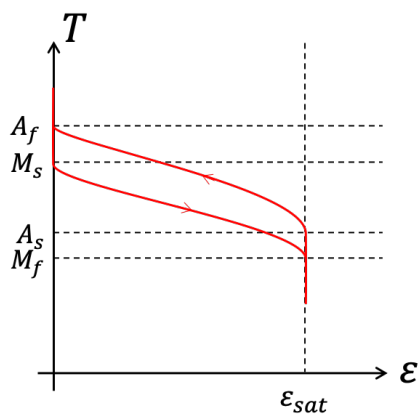
Ils font partie des alliages offrant l'une de plus grande capacité pseudo-élastique, entre 5 et 10%, en fonction des alliages et de la direction de sollicitation. La présence de si fortes déformations favorise l'apparition de zones de localisation.

2.1.1 Phénomène de localisation

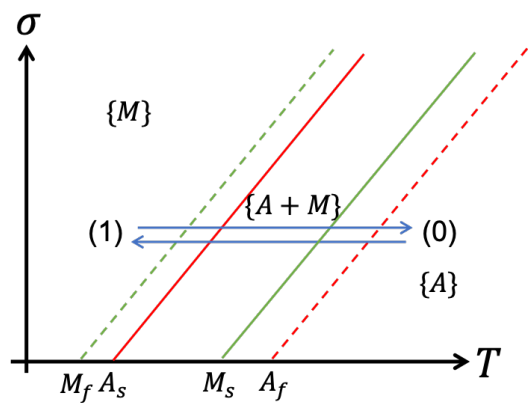
Le changement de phase, responsable de la pseudo-élasticité, est un phénomène brutal; on estime que sa vitesse de propagation est de l'ordre de celle du son. La figure 1.12 montre comment se propage la martensite pour une vitesse donnée et l'impact de cette dernière sur le développement du changement de phase.



(a) Évolution de la microstructure en fonction du chargement thermomécanique appliqué



(b) Chargement thermique appliqué en fonction de la déformation



(c) Diagramme de Clausius-Clapeyron avec le tracé du chargement

FIGURE 1.11 • Illustration du phénomène de mémoire simple sens dans le cas d'un matériau austénitique dont la phase martensitique possède deux variantes

Macroscopiquement, la nucléation et la propagation de martensite se traduisent par l'apparition d'une bande semblant décalée du reste du matériau. Coexistent alors des zones austénitiques, de déformation faible (déformées uniquement élastiquement) et des zones martensitiques ayant atteint la déformation maximale transportée par le changement de phase.

À l'interface se trouve donc une zone sous fortes contraintes devant accommoder le gradient de déformation. Malgré la forte concentration de contrainte à ce niveau, de nouvelles bandes nucléent avec le chargement. La transformation austénite vers martensite étant exothermique, le front de bande est la zone la plus chaude de l'éprouvette. Du fait du couplage thermomécanique détaillé section 1.4.2 la contrainte seuil de transformation va augmenter au niveau des interfaces ralentissant le changement de phase. Si les variations de températures en jeu sont importantes, elles peuvent aller jusqu'à bloquer complètement le mécanisme. Il y a donc compétition entre la mécanique qui tend à favoriser la martensite et la thermique qui stabilise l'austénite. Ainsi, la nouvelle bande se forme dans la zone de meilleur

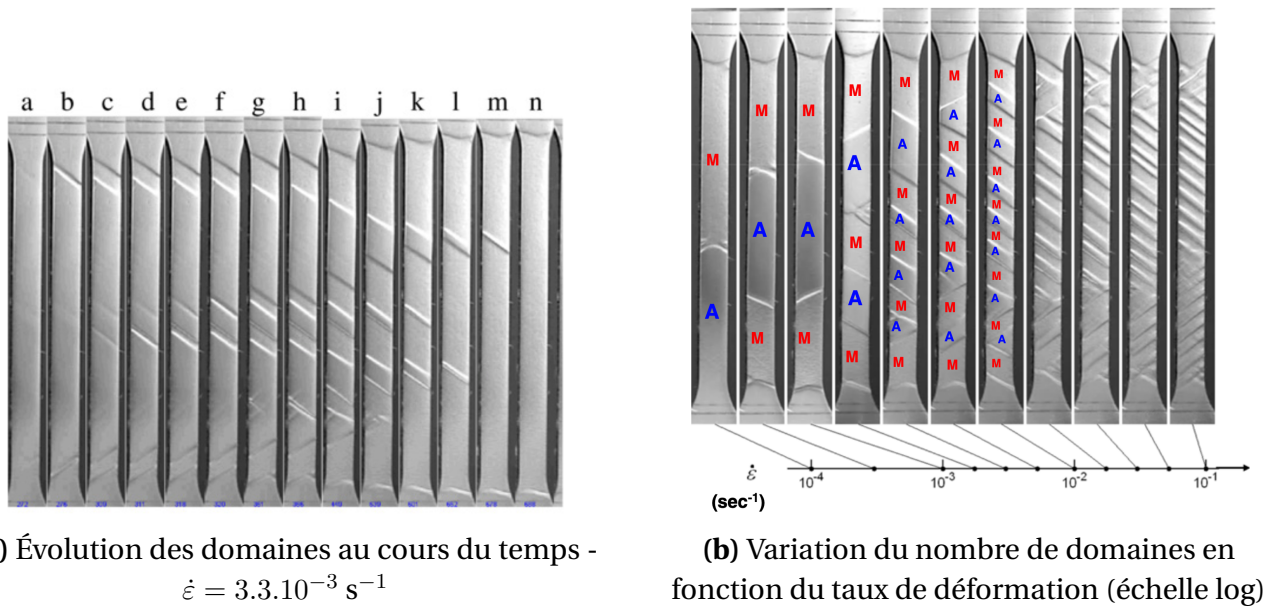


FIGURE 1.12 • Nucléation des différents domaines dans un NiTi, HE et SUN, 2011

compromis. C'est pourquoi, on observe généralement une démultiplication du nombre de bandes avec la vitesse de chargement (figure 1.12).

Il a d'ailleurs été montré qu'il existe une relation entre la vitesse de chargement et le nombre de bandes qui apparaissent au cours du chargement, X. ZHANG et al., 2010 :

$$n_{max} = C \cdot \dot{\epsilon}^m \quad (1.1)$$

où C est une constante qui dépend des conditions d'échanges thermiques (conduction, convection) et m , une puissance qui vaut autour de 0,5 pour les NiTi.

C'est un phénomène que l'on va retrouver autant dans les structures monocristallines (TAHARA et al., 2017) que polycristallines. La figure 1.13 illustre la différence d'interface entre monocristal et polycristal.

Dans le cas d'un polycristal, la martensite se développe dans les grains. L'interface de changement de phase est donc constituée de grains partiellement transformés qui permettent d'adapter le champ de déformation local. Dans le cas d'un monocristal, par définition il n'y a pas de joint de grains. Le front de bande correspond donc directement à l'interface entre les variantes de martensite et l'austénite.

2.1.2 Observation par mesure de champs

La forte hétérogénéité du champ de déformation engendré par ce phénomène ainsi que son aspect aléatoire rendent l'utilisation des mesures de champs indispensable pour son observation. Au cours des dernières années, de nombreuses techniques ont été développées;

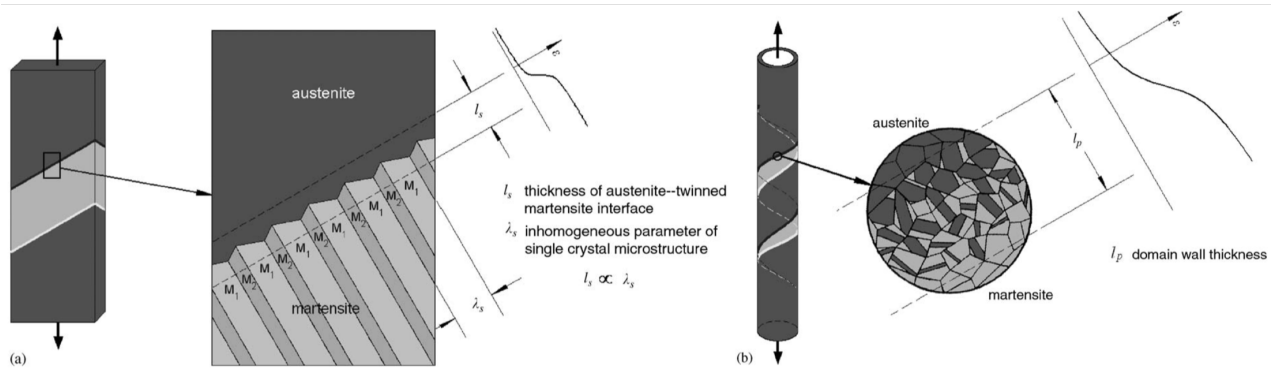


FIGURE 1.13 • Schéma illustrant la différence entre des interfaces martensite/austénite dans le cas du monocristal (a) et du polycristal (b) , FENG et SUN, 2006

on compte notamment les techniques de profilage FENG et SUN, 2006, ou d'imagerie par lumière rasante X. ZHANG et al., 2010. Néanmoins ces techniques ne permettent pas une mesure quantitative des déformations locales. L'utilisation des techniques par corrélation d'images est plus récente. Elle permet d'accéder aux champs cinématiques. Ces techniques offrent l'avantage d'être complètement non intrusives et, connaissant le champ de déplacement en tout point, il est possible d'en déduire le champ de déformation associé (FAVIER et al., 2007, DELPUEYO et al., 2012, K. KIM et DALY, 2011, VIGNERON, 2009).

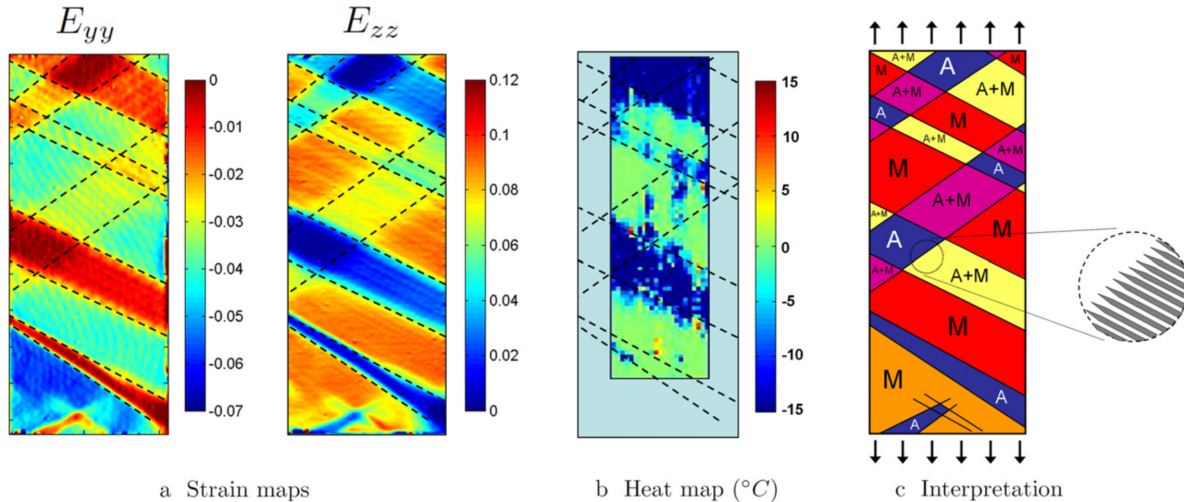


FIGURE 1.14 • Étude conjointe des composantes du champ de déformation et du champ de température - interprétation des phases en présence, DELPUEYO et al., 2012

À partir des années 2010, et avec le développement des techniques d'imagerie infra-rouge, de nombreuses études se sont penchées sur l'étude simultanée des champs cinématiques et de température (SCHLOSSER et al., 2007, DELPUEYO et al., 2012, LOUCHE et al., 2012, voir la figure 1.14). Le couplage fort entre la thermique, la chimie et la mécanique donne à ces études conjointes un réel intérêt. En effet, une fois ces deux champs connus et à partir de l'équation de la chaleur, on est capable de remonter aux sources de température et de les quantifier; ce

qui permet d'affiner toujours un peu plus la compréhension du comportement de ces matériaux et par conséquent d'améliorer les modèles associés. Les travaux de [LOUCHE et al., 2012](#) ont par exemple permis la mise en évidence des sources de chaleur et notamment leur présence tout au long des interfaces austénite/martensite uniquement, mettant en évidence le caractère soudain et total des changements de phases.

Ces mesures nécessitent une synchronisation des caméras, ce qui peut poser certaines difficultés. Par ailleurs, la corrélation d'images nécessite un revêtement fortement hétérogène offrant une large étendue de niveaux de gris afin de faciliter la convergence des codes. À l'opposé, la mesure de température par imagerie infra-rouge demande un revêtement homogène. Cette incompatibilité ne permet pas une étude des champs thermiques et cinématiques sur la même surface, de manière simultanée. Les deux caméras sont souvent placées de sorte à voir deux faces différentes amenant l'ajout d'hypothèses afin de pouvoir corréler les deux champs. En 2012, [MAYNADIER et al., 2012](#) ont proposé une méthode de corrélation d'images infra-rouge (IRIC). Elle permet alors de mesurer les champs d'intérêts sur une même face et avec uniquement une caméra infra-rouge s'affranchissant ainsi des difficultés énoncées.

2.2 La problématique du domaine médical

Leur importante capacité pseudo-élastique fait des NiTi un alliage très demandé pour les applications médicales. En effet, cette capacité est fortement recherchée pour les applications qui nécessitent d'obtenir de grandes déformations à contrainte constante. Les alliages de NiTi sont notamment utilisés pour les fils d'orthodontie, ou encore les écarteurs chirurgicaux.

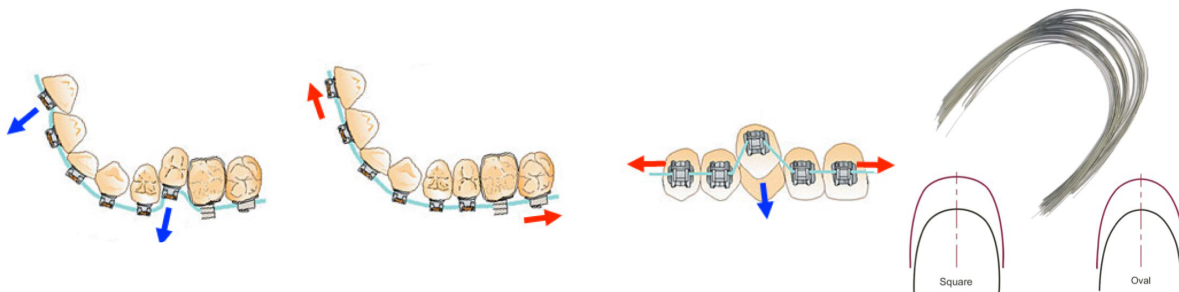


FIGURE 1.15 • Fils dentaires d'orthodontie (source : www.orthodontisteenligne.com et www.dentaltix.com)

Ils constituent également le matériau de base des fraises endodontiques qui permettent la dévitalisation des dents. La dent étant rigide, la fraise est guidée le long du canal du nerf. La pseudo-élasticité du NiTi lui permet de réaliser un perçage courbe sans détériorer la dent du patient.

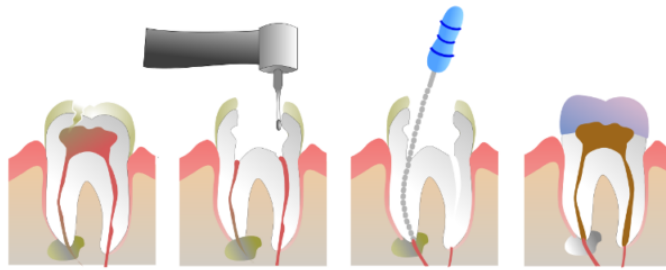


FIGURE 1.16 • Schéma de la procédure de dévitalisation d'une dent (source : www.mutuelle-conseil.com)

Allié à leur capacité mémoire de forme, d'autres alliages de NiTi sont utilisés pour les stents vasculaires. Inséré sous forme comprimée, le stent, à la chaleur du corps humain, va se détendre afin d'augmenter le diamètre de la veine obstruée rétablissant ainsi le passage du sang. Une fois l'insertion réalisée, la pseudo-élasticité du matériau lui permet de s'adapter aux mouvements du patient.

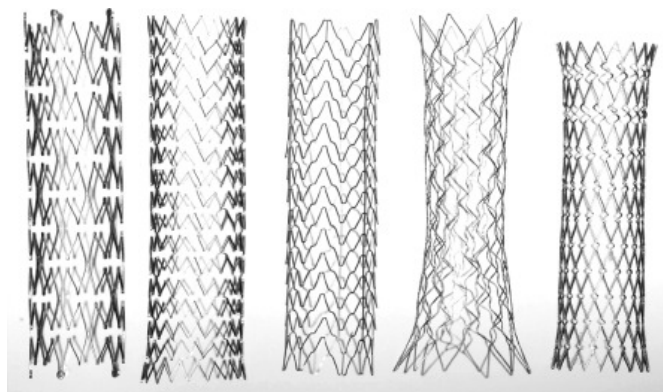


FIGURE 1.17 • Géométrie de stents auto-extensibles en nitinol, [STOECKEL et al., 2009](#)

Les alliages de NiTi sont également utilisés pour la fabrication de prothèses ou agrafes d'ostéosynthèse. Les premières profitent de la raideur relativement faible de ces matériaux, les secondes utilisent leur propriété mémoire de forme. Une fois insérées, ces agrafes rapprochent les zones fracturées de l'os. Cela permet une augmentation de la surface de contact mais également de la rigidité de l'ensemble permettant à l'os de se reconstruire plus rapidement.

Le nickel agit comme régulateur de glycémie pour les personnes diabétiques et est utilisé dans les traitements d'anémie ou pour diminuer la pression artérielle. Néanmoins, il est également connu pour être toxique pour l'homme (figure 1.18) et pour augmenter le risque de certains cancers.

On estime aujourd'hui qu'environ 10% de la population mondiale est allergique au nickel avec une forte disparité entre les pays ainsi qu'entre les femmes (20%) et les hommes (5%).

Cette différence est associée notamment au port de bijoux et aux matières utilisées pour les objets du quotidien.

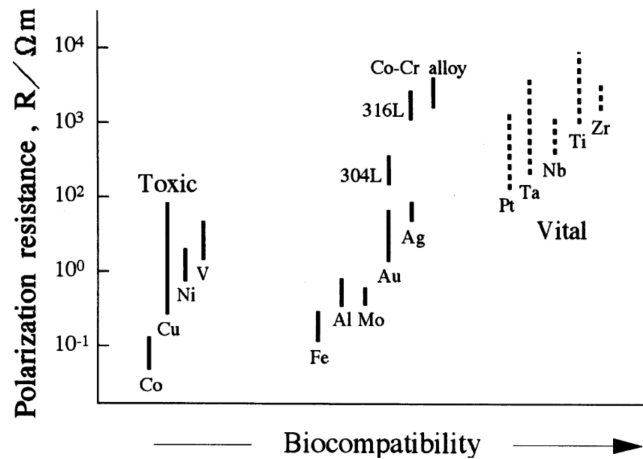


FIGURE 1.18 • Graphique illustrant la relation entre résistance à la corrosion et biocompatibilité pour différents alliages, [ELMAY, 2013](#)

Bien que faible, le module de Young du NiTi reste cependant deux fois plus élevé que celui de l'os. Or ce dernier agit comme une matière vivante qui ne se reconstruit que sous sollicitations. Ainsi, mis en parallèle avec un matériau plus raide, la grande majorité des efforts ne sera pas subie par l'os qui va peu à peu se nécroser.

À partir des années 2000, les recherches se penchent sur la création d'alliages à partir d'éléments parfaitement biocompatibles uniquement comme le titane, le niobium, le zirconium et le tantale (voir la figure 1.18) afin de proposer un remplaçant au NiTi dans le cas des applications biomédicales. Au cours de sa thèse, Wafa Elmay a comparé trois alliages : un binaire : Ti-Nb, un ternaire : Ti-Nb-Zr et un quaternaire : Ti-Nb-Zr-Ta, [ELMAY, 2013](#). Cette étude montre que les alliages binaires Ti-Nb sont capables d'allier un faible module de Young et une forte limite élastique, répondant ainsi aux besoins du domaine médical.

3 Les AMF de type Niobium-Titane

Les premières études remontent au début des années 2000. L'objectif est alors d'optimiser la composition chimique du matériau afin d'obtenir la meilleure réponse mécanique possible. Le niobium est connu pour être un élément β -gène réputé isomorphe, il va donc stabiliser la phase β du titane. La figure 1.19 présente le diagramme de phase des alliages de Nb-Ti.

Comme le montre ce diagramme, on rencontre majoritairement quatre phases : la phase β , cubique centrée, aussi appelée phase austénite, la phase α , hexagonale, la phase ω hexagonale ou trigonale selon les compositions et enfin la phase α'' , orthorhombique centrée, ou

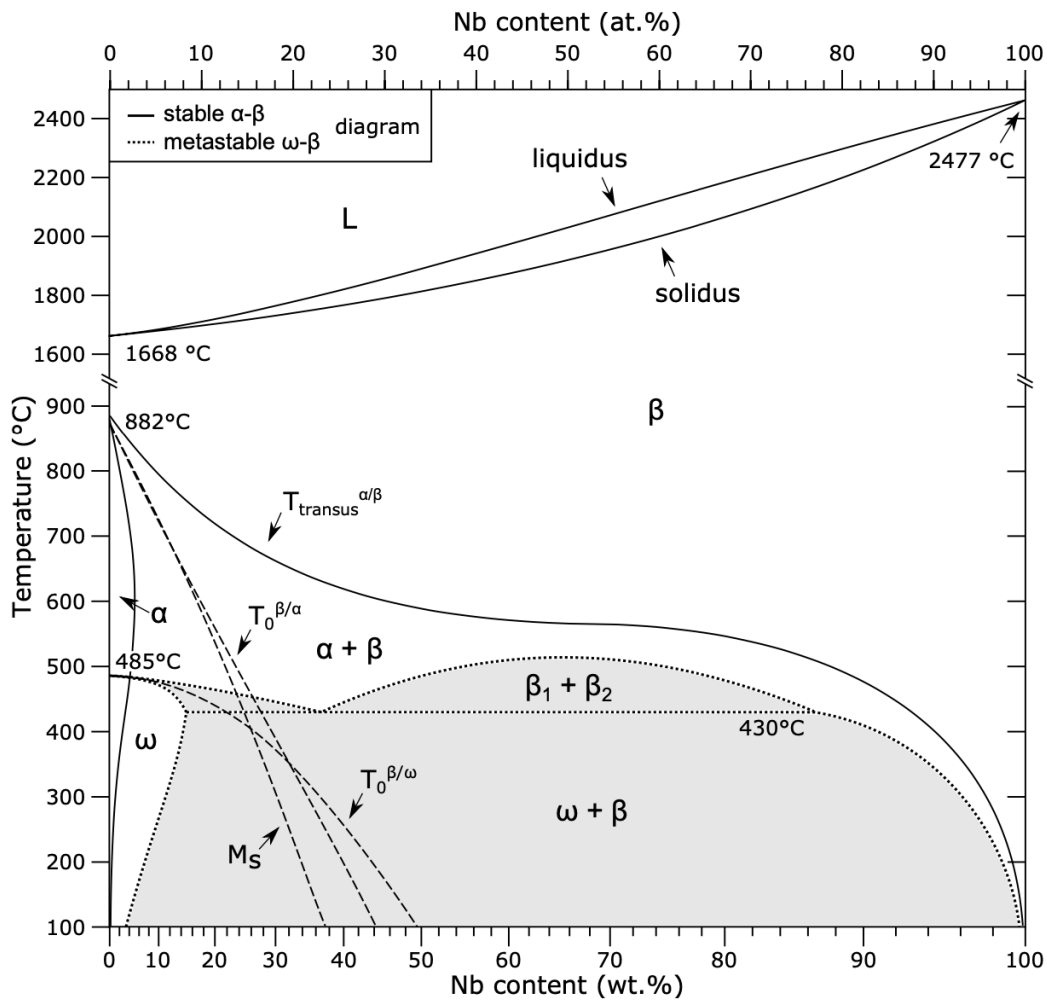


FIGURE 1.19 • Diagramme de phase des alliages de Nb-Ti, BÖNISCH, 2016

phase martensite. Le jeu des compositions chimiques, traitements thermiques et sollicitations va permettre de stabiliser et déstabiliser une phase ou l'autre.

Le paragraphe suivant fait une revue du comportement des alliages de niobium-titane.

3.1 Comportement macroscopique

De nombreuses études se sont penchées sur le comportement de ces alliages, on peut citer notamment H. Y. KIM et al., 2004, H. Y. KIM, IKEHARA et al., 2006, MIYAZAKI et al., 2006, ELMAY, 2013, RAMAROLAHY et al., 2012.

3.1.1 Réponse sous chargement en traction

Comme l'illustre la figure 1.20, ces alliages sont séparés en trois catégories : les alliages exhibant un comportement pseudo-élastique (environ 2%), entre 25,5 et 27at% de niobium et

possédant la capacité mémoire de forme, symbolisée par les flèches pointillées (environ 0,5%), les alliages uniquement à mémoire de forme, entre 22 et 25 at% de niobium et enfin les alliages β -stables, ne semblant pas exhiber de comportement particulier, au delà de 27at% de niobium.

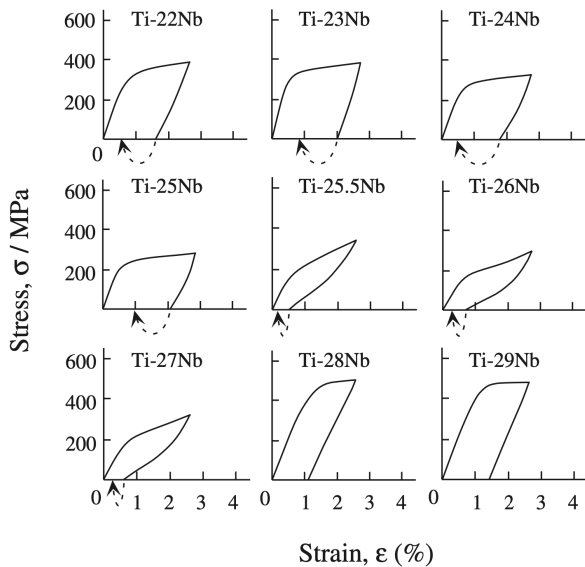


FIGURE 1.20 • Étude de l'impact de la concentration en niobium sur la transformation martensitique, H. Y. KIM, IKEHARA et al., 2006

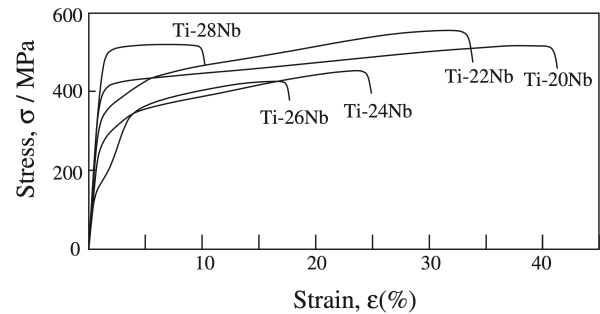


FIGURE 1.21 • Étude de l'impact de la concentration en niobium sur le comportement macroscopique du matériau, H. Y. KIM, IKEHARA et al., 2006

On peut noter que la capacité pseudo-élastique de ces matériaux est 4 à 5 fois plus faible que les nitinol. De plus très rapidement, le matériau montre la présence de déformations résiduelles lors des décharges, témoins de l'activation de phénomènes irréversibles dès le plateau de transformation. D'une étude à l'autre, on note une large gamme de comportements à même composition chimique. Cette grande disparité est déjà connue dans le cadre des nitinol et généralement imputée aux conditions de fabrication (environnement, traitements thermiques, méthode de mise en forme...).

Le rapport Nb/Ti n'influe pas uniquement sur la capacité pseudo-élastique ou l'effet mémoire de forme. Comme le montre la figure 1.21, la ductilité du matériau diminue lorsque l'on augmente la quantité de niobium.

Certaines études traitent de l'optimisation des capacités de ces alliages : ELMAY, 2013 a cherché à développer un alliage pour prothèse osseuse, donc possédant un très faible module de Young (entre 20 et 35 GPa) ou encore VISHNU et al., 2020 ont cherché à concevoir des stents en NbTi. D'autres équipes (MIYAZAKI et KIM, 2011, F. SUN et al., 2011, X. SUN et al., 2021) ont réussi à créer des alliages permettant de se rapprocher du comportement des NiTi par l'ajout d'additifs.

3.1.2 Réponse en fatigue

De manière générale, les alliages à mémoire de forme supportent mal la fatigue. Ils vont peu à peu perdre leur capacité pseudo-élastique au fil des cycles. La création de dislocations et les défauts qui les accompagnent bloquent la nucléation et la propagation de martensite ou stabilisent la martensite déjà formée. On tend donc peu à peu vers le comportement élastique d'un matériau biphasé.

Réaliser un cyclage mécanique peut néanmoins être utile puisque dans certains cas, il permet d'obtenir un comportement matériau plus intéressant après quelques cycles; c'est ce qu'on appelle l'éducation des matériaux. Par exemple, [TAHARA et al., 2009](#) (figure 1.22) montrent qu'en fatigue, l'alliage binaire 26at%NbTi tend rapidement vers un comportement quasi linéaire avec un module apparent bien plus faible que précédemment, offrant ainsi une solution potentielle pour les prothèses osseuses.

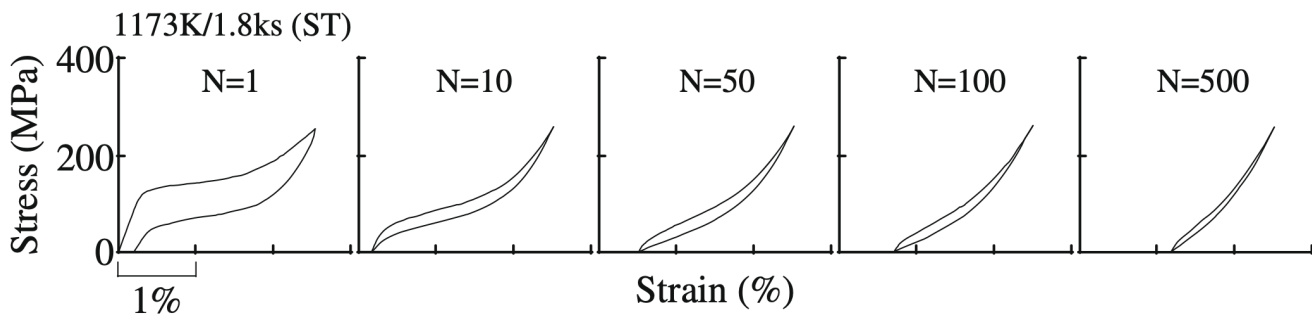


FIGURE 1.22 • Réponse en fatigue du 26at%NbTi, [TAHARA et al., 2009](#)

Pour cette étude, on pourrait questionner la valeur de déplacement maximum imposée. Dès le premier cycle, on sort du plateau de transformation pour entrer dans ce qu'on appelle le régime élastique de la martensite. Or, à ce stade, la martensite créée se réoriente augmentant la densité de dislocations dans les grains. Ainsi, une étude à plus faible taux de déformation aurait peut-être permis d'observer un comportement plus proche de celui que l'on retrouve pour le NiTi (voir par exemple [K. KIM et DALY, 2011](#)).

De leur côté, [MA et al., 2010](#) proposent une étude similaire, à plus faible taux de déformation. Le comportement en traction de cet alliage est différent de celui présenté précédemment. La tendance observée est la même : la capacité pseudo-élastique diminue très rapidement jusqu'à saturer après une centaine de cycles. Cette tendance est imputée à l'augmentation de la densité de dislocations mais également à la précipitation de phase ω . Cette phase, riche en titane, s'accompagne d'une augmentation de la quantité de niobium dans la phase mère, ce qui diminue les températures de transitions de phase et stabilise la phase β .

Cette étude montre également qu'après recuit, les matériaux sont capables de retrouver une partie de leur capacité pseudo-élastique. En effet, le recuit permet la dissolution des précipités ω ce qui ré-homogénéise les atomes de titane et niobium.

Enfin, ces deux études montrent une forme de comportement indépendante du traitement thermique. À l'inverse, ce dernier influencera la contrainte seuil de transformation, la capacité pseudo-élastique ainsi que les déformations résiduelles. Le comportement en fatigue est dominé par le mouvement des dislocations ainsi que la formation de précipités.

3.2 Mécanismes de déformation

3.2.1 La transformation martensitique

Présentation de la phase α''

La phase α'' est de structure orthorhombique du groupe spatial Cmcm (n°63). Les structures de la martensite et de l'austénite sont représentées à la figure 1.23.

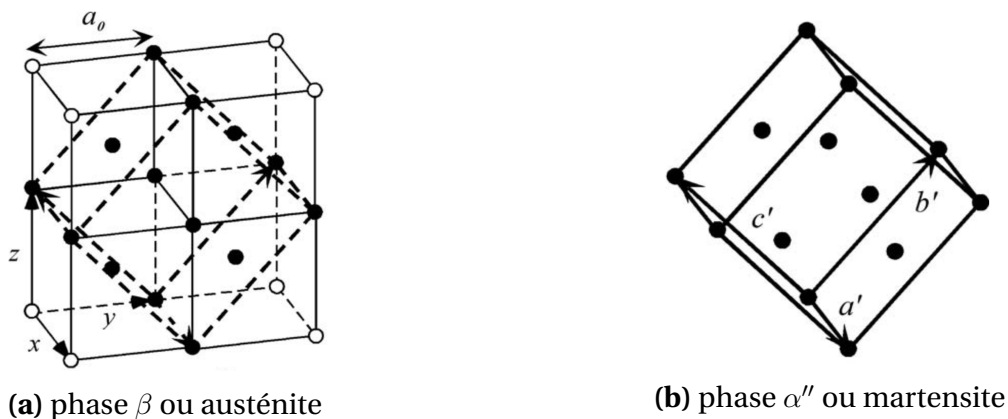


FIGURE 1.23 • Schéma de la maille cubique d'austénite et orthorhombique de martensite dans le cas de l'alliage de NbTi (ELMAY, 2013)

H. Y. KIM, IKEHARA et al., 2006 ont montré qu'entre 20 et 40 at% de niobium, la maille d'austénite évolue peu. La fraction de niobium joue cependant beaucoup sur celle de la martensite ainsi que sur les températures de stabilité des phases. C'est ce qui explique en partie la différence de comportement macroscopique discutée précédemment.

Impact de l'oxygène sur le comportement du matériau

Les différences de comportement observées précédemment ont amené les chercheurs à s'interroger sur l'impact du procédé de fabrication, et en particulier l'influence de la teneur en azote et oxygène dans ces alliages. Le titane est l'un des métaux qui dissout le plus l'oxygène. L'air étant composé à 80% d'azote et 20% d'oxygène, on s'attend à retrouver des traces de ces deux composés dans les matériaux. Plusieurs études se sont intéressées à leur impact sur le comportement mécanique de ces matériaux : RAMAROLAHY et al., 2012, J. I. KIM et al., 2005, TAHARA et al., 2011, TAHARA et al., 2014.

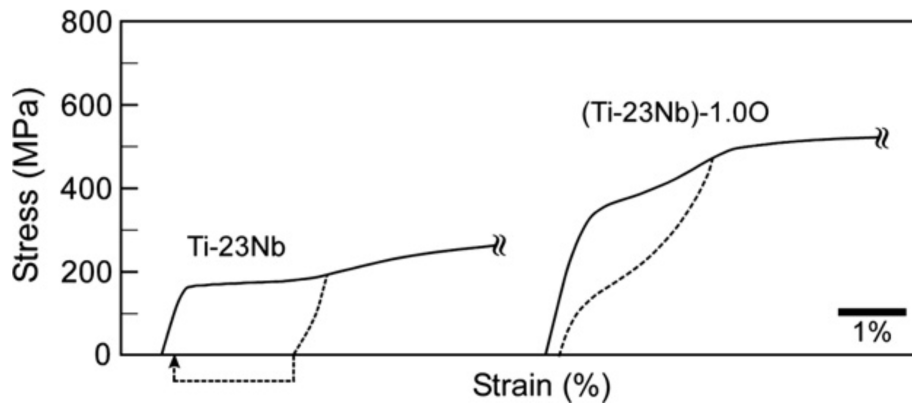


FIGURE 1.24 • Impact de la concentration en oxygène sur le comportement des alliages β métastables, TAHARA et al., 2011

Le comportement en traction de deux alliages (23at%Nb-Ti) est tracé en la figure 1.24. On remarque que l'apport en oxygène augmente la contrainte seuil de transformation. L'oxygène fait partie des éléments dits α -gènes, qui stabilisent la phase α du titane. Absorbé par le titane, il s'insère dans les sites tétraédriques de la maille cubique. Plutôt que de faciliter la transformation martensitique il va la bloquer par densification de la maille. D'après l'étude de RAMAROLAHY et al., 2012, l'azote tend également à bloquer la transformation martensitique mais en de moindres proportions. L'azote agit comme réducteur de ductilité. Il va donc augmenter la limite élastique du matériau tout en réduisant son élongation à rupture.

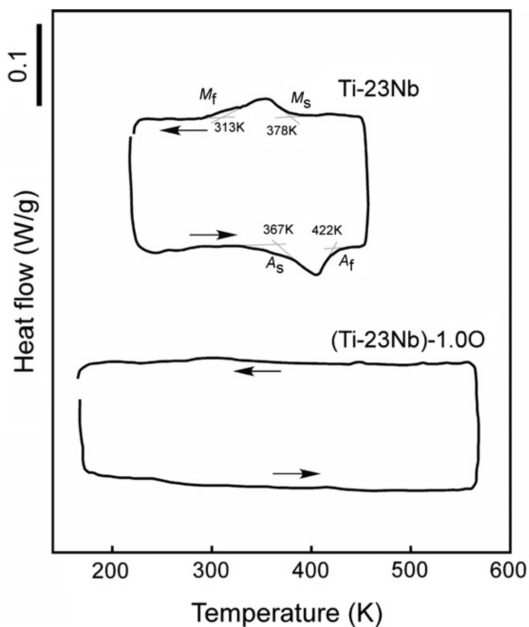


FIGURE 1.25 • Impact de la concentration en oxygène sur le comportement des alliages β métastables, TAHARA et al., 2011

De plus, de nombreuses études rapportent la difficulté d'identifier les pics de transformation par DSC (Differential Scanning Calorimetry - voir chapitre 2, section 2.1.1 pour plus de détails) moyen pourtant privilégié pour caractériser les changements de phases, on citera notamment ELMAY, 2013 et PELTIER et al., 2020. Cette difficulté semble fortement liée au taux d'oxygène comme l'illustre la figure ci-contre. Dès 1% d'oxygène, les pics de transformation disparaissent complètement. Le comportement en traction montre toujours un double plateau, qui laisse penser à une transformation de phase sous contrainte. La disparition des pics amène la conclusion suivante : l'oxygène tend à diminuer les températures de changement de phase jusqu'à bloquer totalement la transformation sous chargement thermique.

3.2.2 Le maillage

Le maillage mécanique est un phénomène que l'on rencontre souvent dans les aciers et les alliages β -métastables. Peu courant chez les alliages à mémoire de forme, il est néanmoins observé pour les alliages de NbTi. Plusieurs équipes se sont penchées sur ce mécanisme, on pourra citer H. Y. KIM, KIM et al., 2006, F. SUN et al., 2011, PRIMA et al., 2013, ELMAY et al., 2014, AL ZAIN et al., 2015, MENG et al., 2015, ELMAY et al., 2017.

Le maillage mécanique

Le maillage est un mécanisme de déformation activé thermiquement et mécaniquement qui se traduit par la désorientation d'une partie d'un cristal. Une macle est caractérisée par le plan de glissement (K_1) et la direction du glissement η_1 (voir la figure 1.26); on peut également définir le plan ayant subi la rotation (K_2) et la direction commune à (K_1) et (K_2), η_2 .

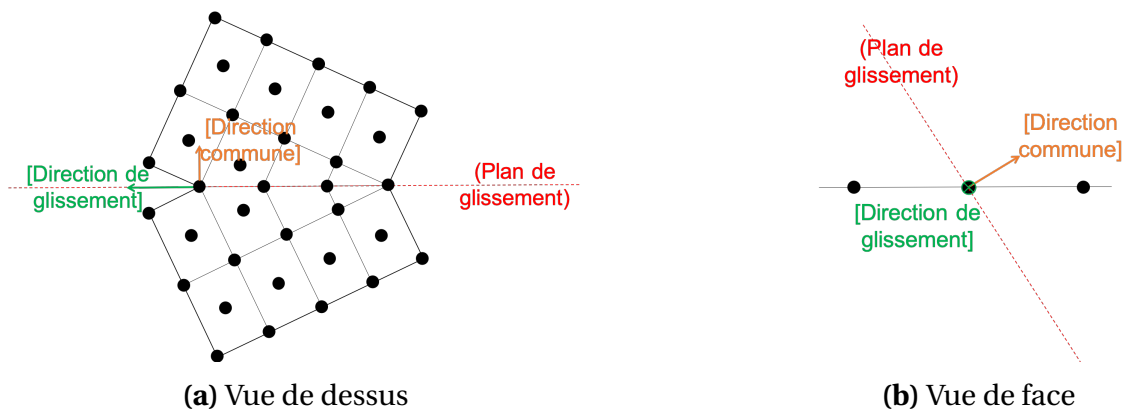


FIGURE 1.26 • Définition du système de macle

Sous chargement mécanique, ce mécanisme est activé lorsque son énergie d'activation est plus faible que celles associées aux mécanismes de plasticité (ou de changement de phase le cas échéant). La déformation induite correspond généralement à un cisaillement simple se développant parallèlement au joint de macle.

Comme le montre la figure 1.27, un cisaillement ne peut pas toujours permettre de retranscrire la transformation du réseau. BILBY et CROCKER, 1965 ont alors introduit le shuffle (ou mouvement atomique). Ce mouvement est caractérisé par un nombre q de plans parallèles à (K_1) qui coupent l'ensemble des droites définies par le vecteur η_2 . Ainsi, plus q est grand, plus il y aura d'atomes nécessitant un mouvement supplémentaire et plus le mécanisme de shuffle sera complexe.

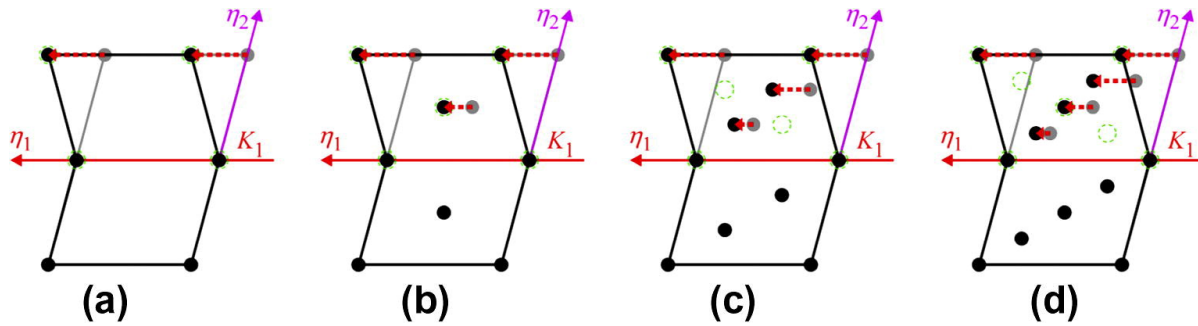


FIGURE 1.27 • Illustration des modes de maclages pour $q = 1$ à 4 dans le cas d'un monocristal, en gris, on représente la position initiale, en noir, la position après cisaillement, en vert la position exacte de la macle, TOBE et al., 2014

Les combinaisons de cisaillement et shuffle étant multiples, il est généralement établi que le mécanisme de maclage pouvant s'activer doit :

- minimiser le cisaillement induit par le maclage,
- minimiser q , le mécanisme de shuffle devant être simple,
- minimiser l'amplitude du shuffle,
- garantir le développement du shuffle et du cisaillement dans une même direction.

Dans le cas des métaux cubiques centrés, deux systèmes de macles ont été identifiés : le $\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle$ et le $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$ (BILBY et CROCKER, 1965, BLACKBURN et FEENEY, 1970, PRIESTNER et LESLIE, 1964). Le tableau 1.1 répertorie les caractéristiques de ces deux systèmes.

(K_1)	(K_2)	η_1	η_2	s	q
$\{112\}$	$\{11\bar{2}\}$	$\langle 11\bar{1} \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\sqrt{2}/2$	2
$\{332\}$	$\{11\bar{2}\}$	$\langle 11\bar{3} \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\sqrt{2}/4$	4

Tableau 1.1 • Caractéristiques des systèmes de maclages observés chez les matériaux cubiques centrés, ELMAY, 2013

s représente le taux de cisaillement et est donné par : $s = 2 \cdot \cot g(2\phi)$ où (2ϕ) représente l'angle entre (K_1) et (K_2) .

Le système de maclage $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$

Le système $\{112\} \langle 11\bar{1} \rangle$ est majoritairement identifié expérimentalement dans les matériaux cubiques centrés malgré un taux de cisaillement plus élevé que celui du système $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$. Il avait alors été établi que le système de macle actif est celui qui minimise les mouvements atomiques et donc le shuffle (q), le taux de cisaillement ne semblant pas discriminant. En 1970, BLACKBURN et FEENEY, 1970 identifient pour la première fois le système $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$ dans un alliage de titane β -métastable cubique centré. Depuis, d'autres

équipes ont montré que ce système est prépondérant dans le cas de ces alliages (HANADA et al., 1985, F. SUN et al., 2013, J. ZHANG et al., 2017, SHIN et al., 2018, YANG et al., 2020).

De nombreuses études se sont alors penchées sur le pourquoi de son activation uniquement pour les alliages β -métastables. Deux explications sont proposées.

La première idée repose sur le fait que le titane est un gros diluant d'oxygène. Ce dernier va donc s'insérer au niveau des sites octaédriques. Le réseau n'est alors plus cubique centré mais tétragonal centré à double motif. En recalculant le taux de cisaillement (TOBE et al., 2014) et le shuffle, on trouve bien que le mode préférentiel est celui identifié. Les phases ω et α'' , observées principalement aux joints de macles, jouent alors le rôle d'accommodateur, H. Y. KIM et al., 2013, LIANG et al., 2020.

La seconde théorie repose sur le fait que, sous chargement, le matériau forme de la martensite orientée. Lors de la décharge, la martensite est déstabilisée mais serait retransformée en une macle d'austénite et le cristal ne retrouverait pas son orientation d'origine (LAI et al., 2016, CASTANY et al., 2016, YANG et al., 2020).

D'autres équipes comme F. SUN et al., 2013 et MARTELEUR, 2017 identifient une concomitance des phénomènes de transformation de phase et de maillage.

Pour plus de détail, le lecteur peut se référer à HAMMA, 2020 qui présente les résultats de ces études.

Cette absence de consensus proviendrait des fortes différences de quantité de martensite créée sous chargement. En effet, dans le cas des théories du premier groupe, la fraction de martensite créée est très faible et localisée dans les zones à fortes contraintes. Dans le second groupe, la majorité des études montre un état presque intégralement martensitique sous charge et austénitique maillé à la décharge. Une quantité non maîtrisée d'oxygène pourrait finalement expliquer la grande variabilité de comportement de ces matériaux.

4 Problématique

Jusqu'alors fortement exploités dans de multiples domaines, l'utilisation des alliages de NiTi dans le médical pose aujourd'hui question à cause du fort potentiel allergène du nickel et de sa toxicité. L'emploi de nouveaux alliages est envisagé dont ceux de la famille des niobium-titane (l'alliage 26at%Nb-Ti a été choisi comme support de cette thèse).

Les AMF sont connus pour avoir un comportement complexe multiphysique et multi-échelle. Ils sont également connus pour avoir un comportement fortement dépendant de leur procédé de fabrication. La variété des comportements conduit les chercheurs à approfondir la compréhension des mécanismes de déformations activés sous chargement thermique et/ou mécanique. L'amélioration de la connaissance du matériau doit permettre l'enrichissement des modèles nécessaires à la conception de pièces commercialisables.

L'objectif de cette thèse est donc de proposer une étude multi-échelle et multiaxiale du

comportement des alliages binaires de niobium-titane. Cette étude repose sur deux lots d'échantillons de 26at%Nb-Ti; le premier lot sous forme de fils et le second sous forme de bandes. Cette étude permettra ensuite la mise en œuvre d'un modèle à même de simuler le comportement d'un volume élémentaire représentatif (VER) dont l'architecture est schématisée à la figure 1.28. Dans la suite, ce modèle sera désigné par "modèle VER".

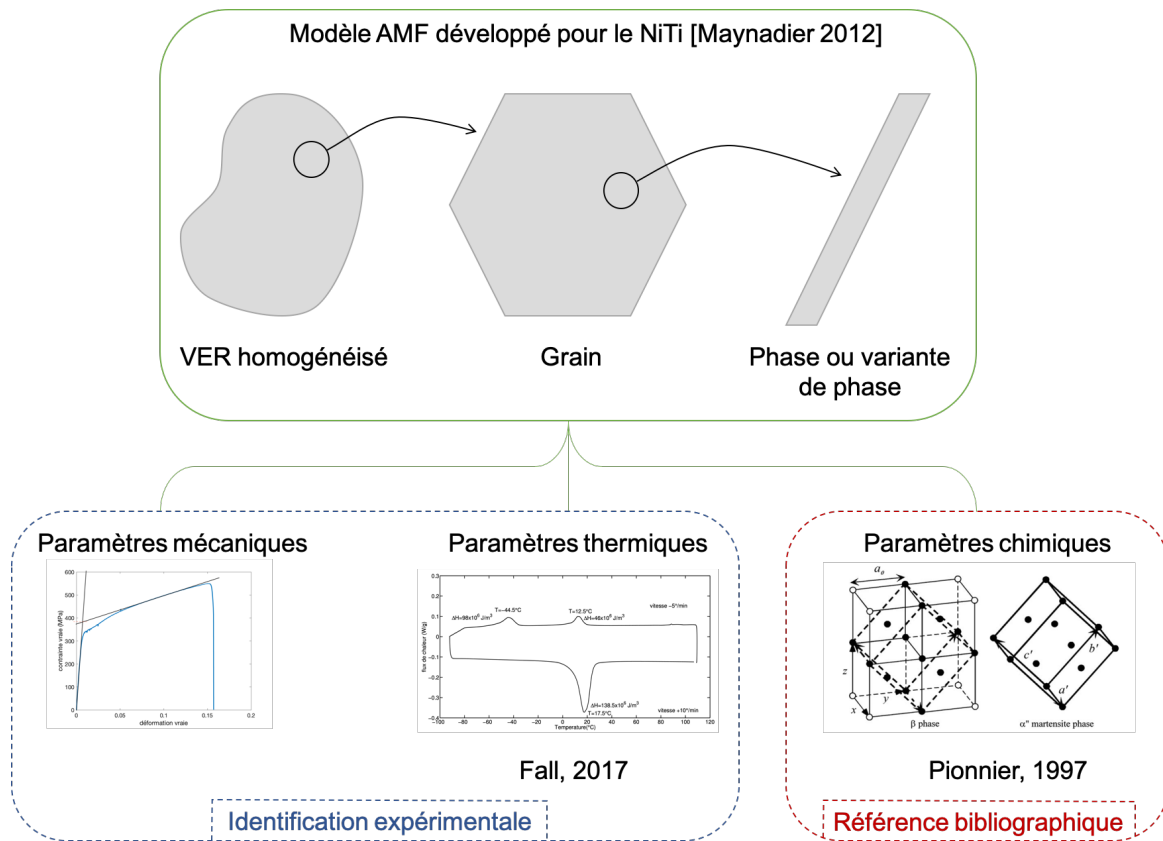


FIGURE 1.28 • Schéma explicatif de l'architecture du modèle et des différents paramètres nécessaires

Le modèle de départ est un modèle multi-échelle développé par MAYNADIER, 2012 au cours de sa thèse. Le volume est homogénéisé, on ne dispose donc d'aucune notion de voisin ce qui permet une forte diminution du temps de calcul. Le comportement reste régi par des lois d'état écrites à l'échelle des phases permettant l'utilisation de paramètres physiques essentiellement. Parmi eux, on distingue les paramètres chimiques (structures et paramètres de mailles), généralement déjà connus et disponibles dans la littérature; les paramètres thermiques (enthalpies, entropies de changement de phase et températures associées), souvent déterminés par DSC; et enfin les paramètres mécaniques (module de Young, coefficient de Poisson, limite élastique), obtenus par essai de traction simple. Des modifications du modèle seront cependant nécessaires pour l'adapter au NbTi, notamment pour prendre en compte le maillage ainsi que la plasticité. Certains paramètres ne seront cependant pas identifiables par les méthodes classiques et nécessiteront l'utilisation de méthodes d'identification expérimentales-numériques combinées.

Chapitre 2

Caractérisation du NbTi

L'étude des mécanismes de déformation, leur cinétique et chronologie permet d'approfondir la connaissance d'un matériau et participe donc au développement de simulations précises.

Les alliages de titane β -métastables sont connus pour avoir un comportement fortement dépendant de leur composition chimique et de leur état cristallographique. Au cours de ce chapitre, une première caractérisation intrinsèque des deux matériaux utilisés est donc réalisée.

Les essais débutent par une caractérisation mécanique uniaxiale, donnent un premier aperçu du comportement macroscopique des matériaux et permettent ensuite d'étudier les mécanismes de maclage et de changement de phase de manière découplée.

Une caractérisation thermomécanique couplée du matériau ainsi qu'une étude d'évolution du maclage complètent l'ensemble de l'étude uniaxiale.

Le chapitre se termine par la présentation des résultats d'un essai sur structure, permettant de développer des états mécaniques beaucoup plus complexes (dont une zone soumise à un cisaillement pur).

Table des matières

1	Les matériaux étudiés	31
1.1	Procédé d'élaboration du matériau	31
1.2	Composition chimique	32
1.3	État cristallographique	33
2	Étude sous chargement thermique	37
2.1	Caractérisation par calorimétrie différentielle (DSC)	37
2.2	Caractérisation par DRX	41
2.3	Conclusion	42

3	Étude sous chargement mécanique	42
3.1	Comportement macroscopique 1D	42
3.2	Essais mécaniques uniaxiaux in-situ	48
3.3	Comportement macroscopique 2D	57
4	Étude thermique sous chargement mécanique	68
4.1	L'imagerie Infra-Rouge (IR)	68
4.2	Réponse thermique	70
4.3	Optimisation de l'étude thermique	71
4.4	Conclusion	76
5	Évolution de la fraction de macles sous chargement mécanique	77
5.1	Dimensionnement de l'éprouvette sablier	77
5.2	Comportement thermo-mécanique macroscopique	79
5.3	Étude de l'évolution de la fraction de macles	82
5.4	Conclusion	86
6	Essai sur structure - état de contrainte multiaxial	86
6.1	Dimensionnement de l'éprouvette	86
6.2	Comportement mécanique macroscopique	88
6.3	Étude du maclage sous cisaillement	94
6.4	Conclusion	96
7	Conclusion	97

Notations

Paramètres associés à la diffraction par rayons X

n	entier
λ	longueur d'onde
d_{hkl}	distance interréticulaire
θ	angle d'incidence du faisceau de rayons X

Paramètres associés à la calorimétrie différentielle

Q	flux de chaleur
T	température
M_s, M_f, A_s, A_f	températures de début et fin de transformation (M : martensite, A : austénite)
ΔH	variation d'enthalpie
ΔS	variation d'entropie
C_p	capacité calorifique

Paramètres associés aux essais mécaniques

F	force
σ	contrainte
ε	déformation
$\dot{}$	notation tensorielle
u	déplacement
E	module d'Young
K	raideur
ν	coefficient de Poisson

Paramètres associés à la corrélation d'images numériques

\mathbf{x}	vecteur de coordonnée spatiale
$\mathbf{u}(\mathbf{x})$	vecteur du champ de déplacement au pixel \mathbf{x}
$f(\mathbf{x})$	niveau de gris de l'image de référence au pixel \mathbf{x}
$g(\mathbf{x})$	niveau de gris de l'image déformée par le déplacement $\mathbf{u}(\mathbf{x})$
η	résidu de corrélation entre g et f

Paramètres associés à la thermographie infrarouge

Φ	flux de rayonnement infrarouge
R_p	rayonnement infrarouge reçu par la caméra
ε	émissivité d'une surface
σ_{SB}	constante de Stefan-Boltzmann

1 Les matériaux étudiés

Nous avons choisi d'utiliser pour cette étude les alliages binaires de niobium-titane avec 26% atomique de niobium¹. Les alliages binaires de NbTi contenant entre 25,5 et 27 % atomique de niobium présentent à la fois la caractéristique pseudo-élastique et l'effet mémoire de forme. L'intérêt du 26at%NbTi est qu'il se situe au milieu de la gamme. Une variation de composition chimique ne supprimera pas les caractéristiques énoncées.

Deux collaborations ont été initiées pour la fabrication des matériaux : la première avec le LEM3 (Laboratoire d'Étude des Microstructures et de la Mécanique des Matériaux) à Metz et la seconde avec le DEMAR (Département d'ingénierie des matériaux) de l'école d'ingénieur de Lorena de l'université de São Paulo au Brésil. Les échantillons ont été réalisés par Laurent PELTIER et Bruno XAVIER DE FREITAS respectivement².

1.1 Procédé d'élaboration du matériau

Le procédé choisi repose sur celui utilisé dans la majorité des études portant sur ces matériaux dont celles de [ELMAY et al., 2013](#), [ELMAY et al., 2014](#).

La fusion des matériaux est effectuée dans un four à induction en semi-lévitation magnétique. Les métaux sont introduits sous forme de poudre (pure à 99,9%) pour le LEM3 et sous forme de lingot (pure à 99,9%) pour le DEMAR. Le titane est dissous en trois et cinq fois dans le niobium en fusion pour le LEM3 et le DEMAR respectivement. Afin de limiter l'oxydation du titane, l'atmosphère (argon ultra pur sous pression) est renouvelée à chaque ajout de titane. Le mélange est alors inséré dans une lingotière pour refroidissement et solidification. Ce procédé permet l'obtention d'un alliage liquide homogène. Néanmoins, lors de la solidification, les atomes sont sujets au phénomène de ségrégation rendant le lingot hétérogène, un traitement d'homogénéisation est donc ensuite effectué. Le lingot est alors chauffé à 1000°C pendant 7h assurant un état monophasé β cubique à faces centrées. La trempe qui suit ce traitement permet de conserver l'arrangement cristallin. Les lingots sont ensuite tréfilés (pour ceux produits au LEM3) ou laminés (pour ceux produits au DEMAR) à froid, subissant alors une réduction de section de 99%. Les échantillons sont alors encapsulés dans des tubes en quartz sous argon puis mis en solution à 950°C pendant 1h afin de permettre la recristallisation de l'alliage. Ils subissent de nouveau une trempe à température ambiante afin de stabiliser la phase β .

Les figures 2.1 et 2.2 montrent les échantillons obtenus. L'emploi de deux géométries impliquant deux procédés de mise en forme, au delà d'un intérêt évident pour étudier une forme

1. Dans tout le document, en l'absence de précision, les concentrations seront données en pourcentage atomique

2. Un séjour au Brésil était prévu pour la réalisation des échantillons. Il n'a pas pu se faire pour cause de pandémie de Covid.



FIGURE 2.1 • Échantillons provenant du LEM3



(a) Éprouvettes bandes



(b) Éprouvettes structures

FIGURE 2.2 • Échantillons provenant du DEMAR

de reproductibilité des mécanismes, permet d'observer l'impact de la texture et de la structure sur le comportement du matériau.

1.2 Composition chimique

1.2.1 L'analyseur élémentaire

Un analyseur élémentaire est un appareil d'analyse de composition chimique dédié à l'oxygène et l'azote. Ces deux éléments étant souvent en très faible quantité, leur quantification par les méthodes classiques, type EDS (spectroscopie à dispersion d'énergie), induit souvent des erreurs. Le principe de l'analyseur est le suivant : un morceau d'échantillon est introduit dans un creuset en graphite puis placé dans un four à impulsion balayé sous hélium. Cela permet de chauffer l'échantillon à haute température (jusqu'à 3000 degrés dans le cas présent). L'oxygène va alors réagir avec le graphite pour former du CO qui va ensuite réagir avec un oxyde de cuivre pour former du CO₂. La concentration d'oxygène est alors mesurée par deux détecteurs infrarouges non dispersifs (NDIR) à partir des teneurs en CO et CO₂ dans l'atmosphère. L'azote va quant à lui former du N₂ et sa concentration est mesurée grâce à un détecteur à conductivité thermique (TCD).

1.2.2 Résultats

Les caractérisations ont été réalisées à Air Liquide par Achraf OUADDI sur une machine EMGA-820 de chez Horiba. Les résultats sont répertoriés dans le tableau 2.1.

Laboratoire d'élaboration	Concentration en oxygène	Concentration en azote
LEM3	0,14±0,01	0,095±0,008
DEMAR	0,21±0,03	0,012±0,002

Tableau 2.1 • Concentrations obtenues par l'analyseur élémentaire, les données sont en wt%

En pourcentage atomique, on obtient donc les compositions suivantes : (25,76)Nb-(73,32)Ti-(0,52)O-(0,4)N pour les échantillons produits au LEM3 et (25,79)Nb-(73,39)Ti-(0,78)O-(0,05)N pour ceux produits au DEMAR. Les concentrations en niobium et titane sont obtenues sous hypothèse que le rapport 26/74 est conservé. Ainsi, connaissant les masses molaires des différents atomes, il est possible de remonter aux différentes concentrations.

Les concentrations en oxygène sont relativement faibles mais suffisantes pour qu'on observe un impact sur le comportement du matériau. La concentration étant supérieure pour les échantillons du DEMAR, on s'attend à un effet plus important de l'oxygène pour ces derniers que pour les échantillons du LEM3.

Dans le cas de l'azote, les concentrations restent faibles, en particulier pour les échantillons du DEMAR. Pour ces derniers, on s'attend à un effet pratiquement nul sur le comportement du matériau. Dans le cas des échantillons du LEM3, on s'attend à une réduction importante de l'allongement à rupture et une augmentation de la limite élastique comme le rapporte [RAMAROLAHY et al., 2012](#).

L'impact combiné de l'oxygène et de l'azote n'a pas été étudié, il est donc difficile d'évaluer complètement les conséquences de ces concentrations sur le comportement des matériaux.

1.3 État cristallographique

Il est important de connaître la structure cristallographique des matériaux avant toute sollicitation. Pour le caractériser, nous avons utilisé deux techniques : la diffraction des rayons X et la microscopie électronique.

1.3.1 La Diffraction des Rayons X (DRX)

La DRX ou diffraction des rayons X est un moyen simple pour identifier les phases présentes dans un matériau mais aussi pour déterminer les structures cristallographiques associées. Le principe est le suivant : la source à rayons X (anticathode) émet des photons monochromatiques de longueur d'onde λ qui sont projetés selon un angle θ sur l'échantillon. Le faisceau incident interagit alors avec les différentes familles de plans cristallins. Les plans $\{hkl\}$ dont la distance interatomique d_{hkl} et l'angle formé avec le rayon incident θ sont en condition de Bragg d'ordre n :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin(\theta) \quad (2.1)$$

seront diffractés et renvoyés vers le détecteur. Cela permet d'observer sur le détecteur des raies dont l'intensité et la position sont fonction des plans diffractants. Le schéma 2.3 illustre cette situation.

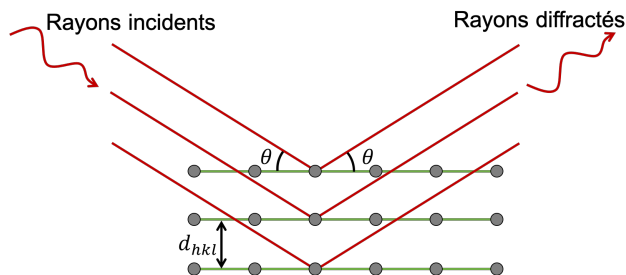


FIGURE 2.3 • Schéma de principe de la DRX

Remarque : Au cours de l'étude, des anticathodes cobalt et cuivre ont été utilisées. Par souci de cohérence, tous les résultats sont recalculés et présentés comme s'ils avaient été réalisés avec une anticathode de cuivre émettant un faisceau de longueur d'onde $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$.

1.3.2 Le Microscope Électronique à Balayage (MEB)

Un microscope électronique à balayage ou MEB est un appareil capable de réaliser des images haute résolution d'une surface d'un échantillon grâce au principe d'interaction électron-matière. Dans le cas présent, nous utiliserons un microscope Hitachi S-3400N à filament tungstène. Sous tension le filament émet un faisceau d'électrons dirigé vers la surface étudiée. Les électrons vont alors interagir avec la matière générant ainsi différentes sources de rayonnement.

Les électrons secondaires ou électrons éjectés (en anglais Secondary Electrons) sont créés grâce au choc entre l'électron incident et les électrons entourant le noyau des atomes de l'échantillon. L'électron peut alors ioniser l'atome générant ainsi l'éjection d'un ou plusieurs électrons de faible énergie. Ces interactions ont en général lieu proche de la surface (quelques nanomètres de profondeur), la captation de ces électrons renseigne donc principalement sur la topographie de la surface (**imagerie SE**).

Les électrons rétrodiffusés (en anglais Back-Scattered Electrons) correspondent aux électrons primaires qui ressortent de l'échantillon suite à des interactions élastiques ou quasi-élastiques avec le noyau des atomes. De ce fait, l'énergie perdue par ces électrons est très faible, on parle alors d'électrons à haute énergie, de l'ordre de l'énergie initiale d'accélération pouvant atteindre jusqu'à 30 keV. Ainsi, la profondeur de pénétration est plus importante mais la largeur de l'interaction est également plus grande. La résolution spatiale des images est donc détériorée comparativement aux images obtenues avec les électrons secondaires. De plus, la quantité et l'orientation du faisceau des électrons rétrodiffusés dépendent du numéro atomique des atomes avec lesquels ils interagissent ainsi que de l'orientation des

cristaux. L'étude de ces images (**imagerie BSE**) permet ainsi d'obtenir des informations sur la composition chimique du matériau et sur l'orientation relative des grains de l'échantillon.

Il est également possible d'étudier la diffraction des électrons rétrodiffusés ; c'est ce qu'on appelle l'**imagerie par EBSD** (Electron Back-Scattered Diffraction). Tout arrangement cristallin peut être décrit comme un ensemble de familles de plans réticulaires. Lorsque les plans et la trajectoire de sortie des électrons rétrodiffusés vérifient la loi de Bragg, ces derniers sont diffractés, enregistrés par une caméra et forment ce qu'on appelle des figures de Kikuchi. C'est à partir de ces figures que l'on est capable de retrouver l'orientation locale du cristal ainsi que son arrangement atomique. La cartographie par EBSD nous renseigne ainsi sur l'orientation, l'arrangement cristallin et finalement sur la texture de la surface étudiée.

L'interaction électron-matière conduit à d'autres rayonnements que nous ne citerons pas puisqu'ils n'ont pas été utilisés au cours de l'étude.

1.3.3 Résultats

Les résultats de l'analyse DRX des deux matériaux sont présentés à la figure 2.4.

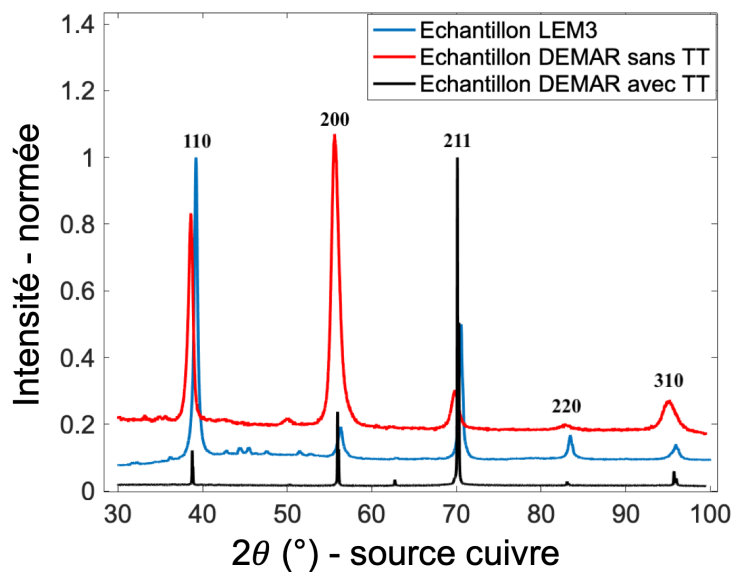


FIGURE 2.4 • Diffractogrammes obtenus pour les différents échantillons

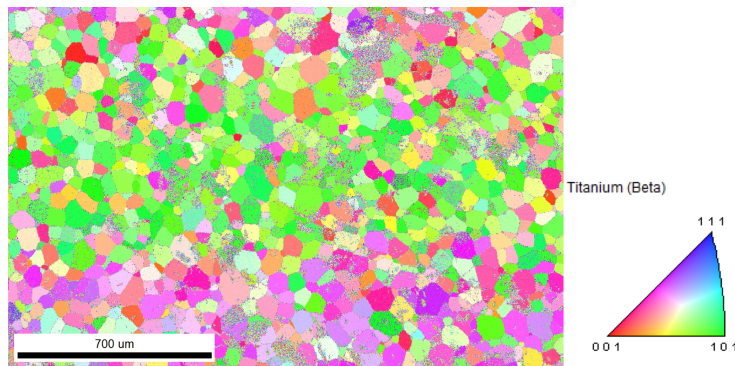
Les échantillons avant mise en solution (échantillon DEMAR sans TT) présentent une structure $\beta+\alpha''$ et des pics larges synonymes d'un taux d'écrouissage important. Avant la dernière trempe, on s'attend à ce type de structure puisque le laminage à froid déforme fortement le matériau générant de fortes contraintes internes permettant la création de martensite. La DRX réalisée sur les échantillons après mise en solution met bien en évidence la diminution de l'écrouissage du fait de la recristallisation des grains et la disparition de la martensite. Les

deux échantillons après traitement thermique présentent donc bien une structure β cubique centrée.

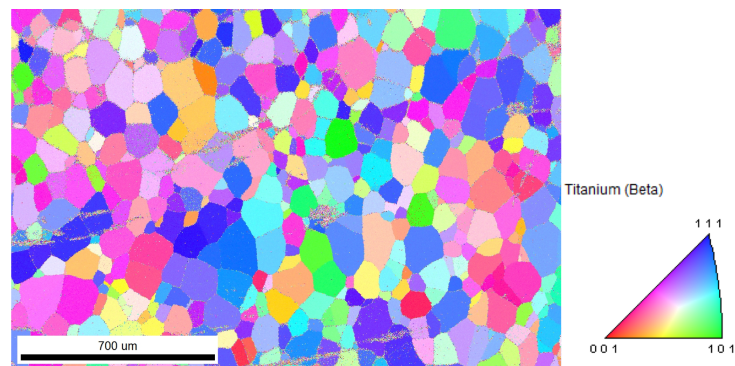
Remarque : Les résultats obtenus pour les échantillons du DEMAR sont légèrement décalés par rapport à ceux du LEM3. Cela est simplement dû au fait que les trois DRX n'ont pas été réalisées sur la même machine. Un léger écart de réglage peut expliquer ces déviations.

Remarque : Les échantillons du LEM3 possèdent des pics plus larges, synonymes d'un possible écrouissage résiduel au sein du matériau. Les pics secondaires ne sont pas des pics associés au matériau mais correspondent aux pics de diffraction de la colle thermique utilisée lors de la réalisation de la DRX.

L'observation de la texture a été réalisée à l'aide d'un microscope MEB - S-3400N de chez Hitachi. Les échantillons ont été polis miroir (polissage mécanique jusqu'au grain 4000 suivi d'un électropolissage à l'électrolyte A3 de chez Struers, pendant 60 secondes à 35V). Des cartes EBSD ont été réalisées sur les deux groupes d'échantillons et sont reportées en la figure 2.5.



(a) échantillons du LEM3 - observation effectuée sur l'une des faces longitudinales



(b) échantillons du DEMAR - observation effectuée sur la face principale (longitudinal)

FIGURE 2.5 • IPF (Inverse Pole Figure) obtenue par rapport à la direction RD

Comme le montrent les figures 2.5 et 2.6, les deux séries présentent des structures fortement texturées, légèrement différentes du fait de la différence de procédé de mise en forme.

Les fils présentent une texture isotrope transverse d'axe $\langle 110 \rangle$ dans la direction de tréfilage avec une taille moyenne de grains de $62 \mu\text{m}$. Dans le cas des plaques, nous avons pu identifier une texture classique de fibre $\theta+\gamma$ (plans $\{100\}$ et $\{111\}$) avec des grains légèrement plus gros que précédemment de diamètre moyen $130 \mu\text{m}$.

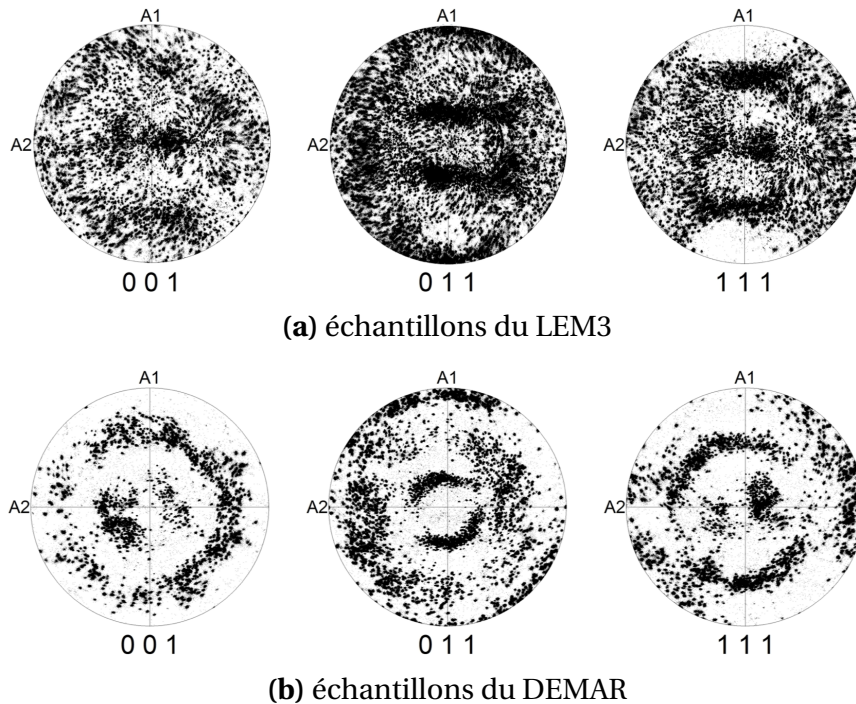


FIGURE 2.6 • Figures de pôles

Remarque : Figure 2.6, A1 représente la direction de tréfilage pour les échantillons du LEM3 et de laminage pour ceux du DEMAR. A2 est une direction perpendiculaire à A1.

2 Étude sous chargement thermique

2.1 Caractérisation par calorimétrie différentielle (DSC)

Le comportement des alliages à mémoire de forme est dominé par un changement de phase du premier ordre. De fait, la transformation s'accompagne généralement d'une émission ou d'une absorption de chaleur selon son sens. Ceci rend son identification expérimentale relativement simple via la technique de DSC (Differential Scanning Calorimetry).

2.1.1 Détail de la technique

L'appareil est constitué d'une enceinte thermo-régulée sous atmosphère contrôlée (argon ou azote). La suppression de l'oxygène dans l'enceinte permet d'éviter les phénomènes d'oxydation. À l'intérieur de l'enceinte se trouvent deux plots sur lesquels on place les creusets; l'un

Chapitre 2. Caractérisation du NbTi

vide, servant de référence, l'autre contenant un morceau de l'échantillon à analyser (quelques milligrammes). L'ensemble subit alors une suite de cycles thermiques au cours desquels le calorimètre mesure la différence de flux thermique entre la référence et l'échantillon, supprimant ainsi les variations de flux qui seraient dues au creuset.

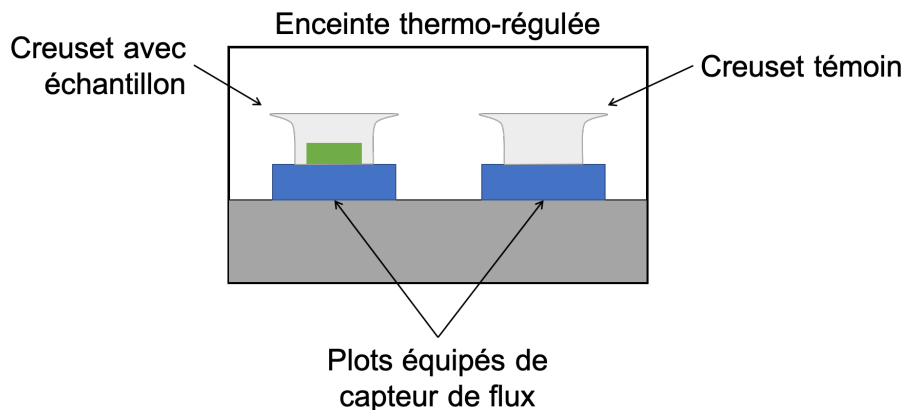


FIGURE 2.7 • Schéma de principe de la DSC

Classiquement, on obtient une courbe de flux comme ci-dessous :

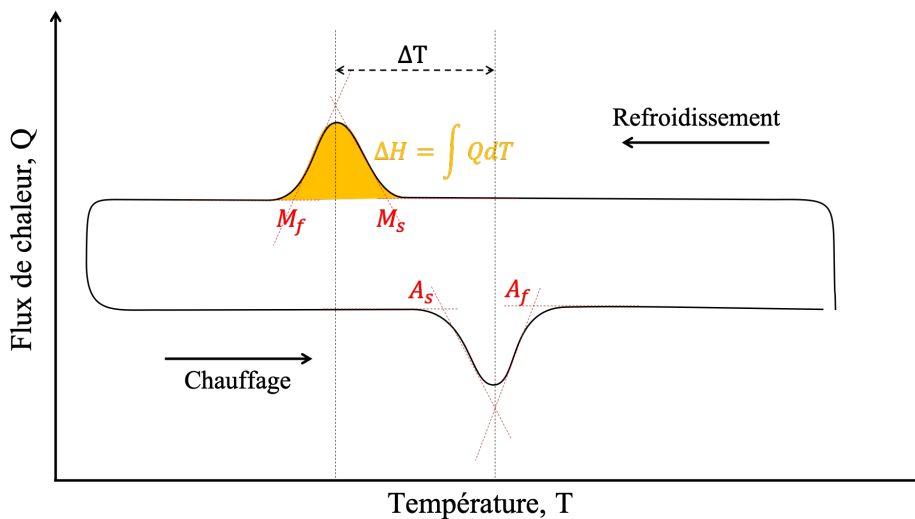


FIGURE 2.8 • Courbe de DSC schématique d'un AMF

Sur cette courbe, on peut remarquer l'hystéresis du flux avec le chargement thermique. Cette hystéresis est caractéristique de la capacité calorifique du matériau et le flux observé correspond au flux de tout matériau (avec ou sans changement de phase). En théorie, cette hystéresis est centrée autour de la valeur $Q = 0$. Dans les faits, on observe généralement un décalage du centre du fait de la machine utilisée. Ainsi, connaissant également le flux de chaleur au chauffage ($Q_{chauffe}$) et au refroidissement ($Q_{refroidissement}$) (hors pics), ainsi que les

vitesse de chargement associées ($V_{chauffe}$ et $V_{refroidissement}$ respectivement), on est capable de remonter à la capacité calorifique :

$$C_p = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{Q_{chauffe}}{V_{chauffe}} + \frac{Q_{refroidissement}}{V_{refroidissement}} \right) \quad (2.2)$$

La présence des deux pics est symptomatique d'une transition thermodynamique du premier ordre (changement d'état ou changement de phase), et donc pour nous caractéristique du changement de phase des alliages à mémoire de forme sous chargement thermique. La transformation est exothermique au refroidissement et endothermique au chauffage. Le flux de chaleur étant proportionnel au taux de température, dT/dt , il est alors possible de caractériser le changement de phase à partir de l'étude de ces deux pics. Par la méthode des tangentes, on a accès aux températures de transition de phases; M_s et M_f représentent respectivement les températures de début et de fin de transformation de l'austénite en martensite, au-delà de M_f toute l'austénite est transformée en martensite et A_s et A_f représentent respectivement les températures de début et de fin de la transformation inverse, de la même manière, au-delà de A_f , toute la martensite transformable est redevenue austénitique. Ainsi dans le cas d'une transformation parfaitement réversible, l'aire du pic au refroidissement et au chauffage doit être la même puisqu'elle est proportionnelle à l'enthalpie de changement de phase ($\Delta H = H_m - H_a$) pour une transformation complète. L'entropie de changement de phase est finalement obtenue via l'équation : $\Delta S = S_a - S_m = -\frac{\Delta H}{T_0}$. T_0 est une température moyenne de transition (moyenne des M_s et M_f ; ou moyenne des A_s et A_f , ou moyenne des 4 températures en fonction du sens qu'on souhaite donner à la variation d'entropie).

2.1.2 Résultats

Pour les caractérisations, nous avons utilisé une machine (TA instrument) DSC Q20 avec régulation en température et atmosphère à l'argon permettant un balayage de -100°C à $+600^\circ\text{C}$. On s'attend à observer deux pics de transformation : un pic exothermique pour la transformation austénite vers martensite lors du refroidissement et un pic endothermique pour la transformation inverse lors du chauffage. Connaissant les difficultés mises en évidence dans la littérature (TAHARA et al., 2011, ELMAY, 2013, TAHARA et al., 2014, PELTIER et al., 2020), plusieurs essais ont été réalisés pour différentes masses, vitesses de balayage et plages de températures. Les paramètres des différents essais sont répertoriés dans le tableau ci-dessous.

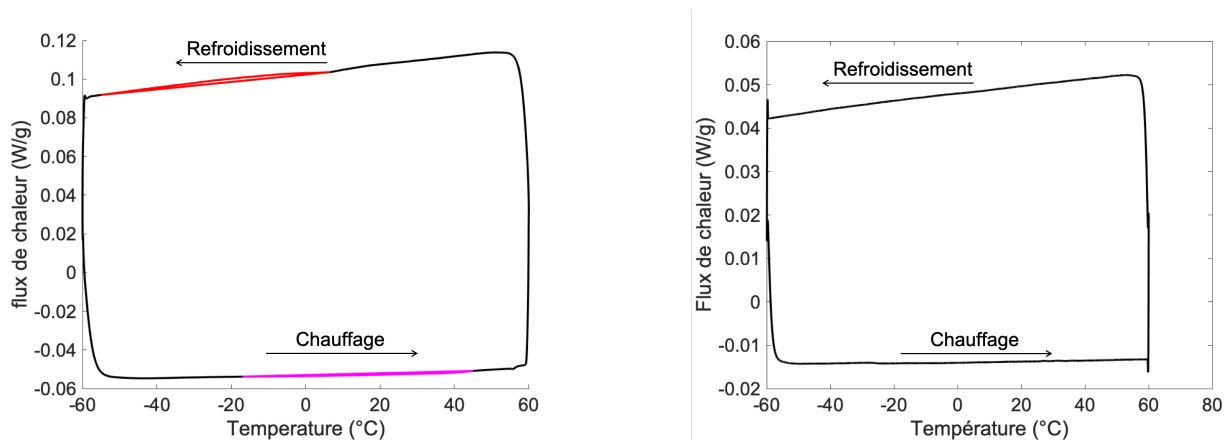
ID	méthode de mise en forme	masse	gamme	vitesse montée	vitesse descente
1	tréfilé	7,2 mg	[-50; 50] °C	5 K/min	5 K/min
2	tréfilé	16,5 mg	[-50; 50] °C	5 K/min	5 K/min
3	tréfilé	16,5 mg	[-50; 250] °C	10 K/min	5 K/min
4	tréfilé	16,5 mg	[-60; 60] °C	10 K/min	10 K/min
5	laminé	27,6 mg	[-60; 60] °C	5 K/min	5 K/min

Tableau 2.2 • Paramètres des DSC réalisées

ELMAY, 2013 rapporte, pour un alliage de 26Nb-Ti, les températures suivantes : $M_s = -8^\circ\text{C}$, $M_f = -23^\circ\text{C}$ et $A_s = -1^\circ\text{C}$ et $A_f = 17^\circ\text{C}$ pour une teneur en oxygène et azote de 0,37% et 0,08% respectivement. Ces quantités sont relativement proches des nôtres, on s'attend donc à avoir des températures de changements de phase du même ordre de grandeur. Néanmoins, ces données n'ont pas été obtenues par DSC mais via un essai thermo-mécanique, la question se pose donc de savoir si l'activation des mécanismes suite à un chargement mécanique est transposable à leur activation suite à un chargement thermique et donc si les températures obtenues sont réellement les températures de changement de phase. C'est pour cette raison que la gamme choisie reste centrée autour de 0°C mais a été étendue.

Remarque : Une seule DSC a été lancée sur les échantillons du DEMAR. Les compositions chimiques étant proches, on ne s'attend pas à une grande différence avec ceux du LEM3.

Le résultat obtenu pour les expériences n°4 et 5 sont tracés en la figure 2.9.



(a) Résultat DSC obtenu pour l'échantillon n°4 de 16,5 mg

(b) Résultat DSC obtenu pour l'échantillon n°5 de 27,6 mg

FIGURE 2.9 • Résultats obtenus pour les deux séries d'échantillons (LEM3 à gauche, DEMAR à droite)

Comme illustré à la figure 2.9, on n'observe manifestement pas ou très peu d'émission de chaleur au cours des cycles thermiques (les résultats obtenus pour les échantillons du DEMAR ne présentent d'ailleurs aucun pic). L'identification des températures de transitions de phase est en particulier difficile du fait de l'absence de rupture de pente nette. Ainsi, la faible valeur des pics observés nous a amené à nous questionner sur la quantité de martensite créée sous chargement thermique et sur l'enthalpie associée à cette dernière.

Les différents paramètres identifiés sont répertoriés dans le tableau 2.3.

Ces données sont donc à prendre avec précaution. Elle supposent en effet que la transformation a lieu de manière totale, ce qui n'est probablement pas le cas.

échantillon	M_s (°C)	M_f (°C)	A_s (°C)	A_f (°C)	ΔH (J/m ³)	ΔS (J/m ³ /K)	C_p (J/kg/K)
LEM3	7,5±3	-39±15	-23±7	42±5	(2,03±0,8)e7	-(5,11±2,79)e5	397±100
DEMAR	∅	∅	∅	∅	∅	∅	365,8

Tableau 2.3 • Résultats obtenus par DSC

2.2 Caractérisation par DRX

La réalisation d'une diffraction par rayons X sous chargement thermique des matériaux peut permettre de répondre à la question de l'existence ou non d'une transformation de phase dans la gamme de température testée. Les essais ont été effectués à l'ICMPE (Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est) par Olivier ROULEAU. Nous avons utilisé une DRX équipée d'une anticathode de cuivre permettant d'émettre un faisceau de longueur d'onde $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$, reliée à un circuit de refroidissement à l'azote liquide permettant de refroidir jusqu'à -200°C . Nous avons donc réalisé une série de DRX sous chargement thermique, depuis la température ambiante (20°C) jusqu'à -60°C par pas de 10°C avant de remonter jusqu'à -30°C et de prendre une mesure tous les 10°C jusqu'à 70°C . Une dernière DRX a été réalisée à 20°C après chargement thermique afin de vérifier l'absence de transformation résiduelle. Les essais ont été effectués uniquement pour le matériau fourni par le LEM3. L'objet testé a été réalisé à partir de la juxtaposition de quatre brins de 1cm de long, issus d'un des fils fournis par le LEM3. Les résultats à 20°C (DRX initiale), -60°C et 70°C sont présentés à la figure 2.10.

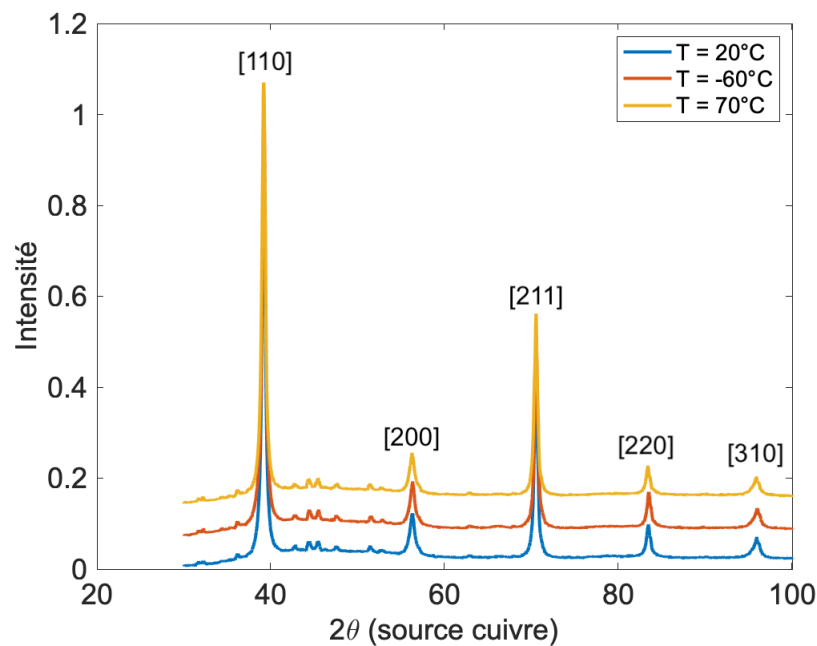


FIGURE 2.10 • Résultats des DRX obtenus sous chargement thermique

Remarque : Les pics de faible intensité entre $2.\theta=30^\circ\text{C}$ et $2.\theta=60^\circ\text{C}$ correspondent aux pics de diffraction de la colle thermique utilisée pour garantir le contact thermique entre la source

de température et l'échantillon.

Finalement, quelle que soit la température, les pics de diffraction obtenus sont les mêmes, signifiant par conséquent que sous chargement thermique les échantillons à notre disposition ne transforment pas ou dans des proportions tellement faibles qu'on ne peut pas les quantifier.

2.3 Conclusion

L'étude des échantillons sous chargement thermique nous a permis de retrouver en partie les résultats de la littérature. En effet les alliages de NbTi ont un comportement fortement dépendant de leur procédé de fabrication mais également du taux d'oxygène capté par le matériau au cours des différents traitements thermiques. Il semble que ce dernier bloque la transformation martensitique sous chargement thermique, voir [J. I. KIM et al., 2005](#), [TAHARA et al., 2011](#).

Certaines études ont utilisé d'autres moyens pour déterminer les températures de transition de phase ainsi que l'enthalpie associée, le lecteur pourra se référer par exemple à [ELMAY et al., 2013](#) ou [H. Y. KIM et al., 2004](#).

Les difficultés liées à l'identification du changement de phase nous amènent à nous questionner sur les capacités pseudo-élastiques et l'existence d'un effet mémoire de forme pour les matériaux étudiés.

3 Étude sous chargement mécanique

3.1 Comportement macroscopique 1D

Nous avons soumis les matériaux à deux types d'essais de traction : un essai de charge/décharge incrémental, puis un essai de traction monotone jusqu'à rupture. Les essais ont été réalisés sur une machine uni-axiale hydraulique MTS utilisant une cellule d'effort de 100 kN. Les différents paramètres d'essais sont répertoriés dans le tableau ci-dessous.

échantillon	T (°C)	section (mm ²)	v (µm/s)
LEM3	21±0,1	4,41±0,05	3
DEMAR	ambiante	1,69±0,04	3

Tableau 2.4 • Paramètres d'essais (v indique la vitesse de déplacement du vérin hydraulique)

3.1.1 Mesure des déformations locales

Les échantillons à notre disposition étant de faibles dimensions (largeur et épaisseur), la détermination des déformations s'est faite de deux manières.

Mesure des déformations par extensomètre

Dans le cas des petites déformations et pour une éprouvette suffisamment rigide, il est possible d'utiliser un extensomètre pour obtenir les déformations d'un matériau. L'extensomètre est un appareil de mesure disposant de deux couteaux fixés à l'échantillon (dont l'écartement initial définit la longueur utile L_0) et d'une jauge de déformation collée sur un corps d'épreuve très souple par rapport à l'éprouvette et qui se déforme en même temps que celle-ci.

La mesure par extensomètre donne accès aux déformations conventionnelles : $e = \frac{\Delta L}{L_0}$ (ΔL figure le déplacement des points de contact des couteaux). On peut directement retrouver les déformations rationnelles par la formule : $\varepsilon_e = \ln(1 + e)$. Enfin, connaissant la force F agissant sur l'éprouvette et sa section initiale S_0 , il est possible de remonter à la raideur de l'éprouvette, K_e (vérifiant $K_e = F/\Delta L$) et à son module d'Young (vérifiant $E = F/(S_0 \cdot e)$).

Estimation des déformations par correction de raideur

Dans le cas des essais à rupture, les déformations étant grandes, l'utilisation d'une technique classique d'extensométrie n'est pas possible au risque d'endommager le capteur.

La grande majorité des machines dispose d'un capteur de déplacement au niveau de leur actionneur. On peut donc, sous hypothèse d'élasticité linéaire, modéliser le comportement {éprouvette + machine} par deux ressorts en série (voir le schéma à la figure 2.11).

On a alors :

$$F = K \cdot u = K_e \cdot u_e = K_m \cdot u_m \quad (2.3)$$

Avec F l'effort mesuré par la cellule d'effort, u le déplacement imposé, K_e , K_m et K les raideurs de l'éprouvette, de la machine et de l'ensemble {éprouvette + machine} respectivement et u_e et u_m les déplacements éprouvette et machine.

On identifie K comme étant la pente à l'origine de la courbe $F = f(u)$, u est le déplacement du vérin et $K_e = \frac{E \cdot S_0}{L_0}$ est obtenu en fonction des dimensions de l'éprouvette (la section S_0 et la longueur entre mors L_0) et en supposant le module d'Young connu.

On trouve alors :

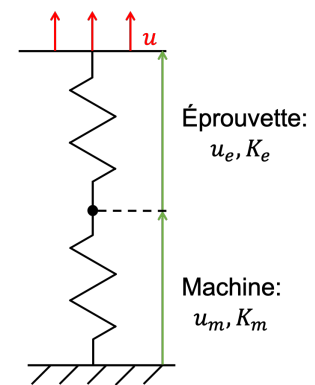


FIGURE 2.11 • Modèle rhéologique utilisé

$$u_e = \frac{K}{K_e} \cdot u \quad (2.4)$$

On définit les déformations rationnelles de la façon suivante : $\varepsilon_e = \ln \left(1 + \frac{u_e}{L_0} \right)$.

Cette méthode de calcul sera systématiquement utilisée en l'absence d'autre moyen de mesure.

3.1.2 Réponse sous chargement alterné incrémental

L'objectif de cette étude est de déterminer la raideur du matériau, nécessaire pour l'étude sous chargement jusqu'à rupture, et d'observer les retours élastiques pour différentes valeurs de déformations données. Les résultats pour les deux familles d'échantillons sont présentés à la figure 2.12.

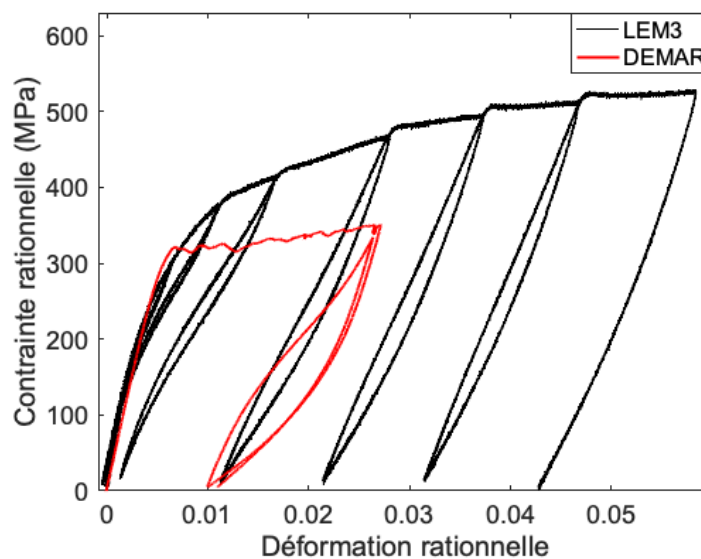


FIGURE 2.12 • Courbes de traction issues des essais sous chargement de traction/décharge alterné

Les déformations ont été mesurées par extensomètre. Les contraintes rationnelles sont calculées à partir de la relation suivante, sous hypothèse de conservation du volume : $\sigma = \frac{F}{S_0} \cdot \exp(\varepsilon)$.

Les deux matériaux présentent des modules de Young proches, de l'ordre de $62,5 \pm 5$ GPa. Une fois le régime élastique passé, leur comportement diffère.

L'échantillon du DEMAR montre la présence d'un plateau présentant des instabilités de la contrainte. À la décharge, le comportement est non linéaire et hystérétique et permet de retrouver $1,65 \pm 0,05\%$ de déformation.

Dans le cas de l'échantillon du LEM3, l'enveloppe du comportement se rapproche de celle d'un métal classique, type acier. À la décharge, on observe un comportement similaire à celui observé sur l'échantillon du DEMAR. La déformation recouvrée est légèrement plus faible et leur hystérésis (aire de la boucle de charge-décharge) est pratiquement identique : 8900 Pa pour celle du DEMAR et 6920 Pa pour celle du LEM3. Elle a été calculée pour les boucles entre 2,7% et 1% de déformation.

La présence de ces retours est liée à la présence d'un ou plusieurs mécanismes de déformation réversibles. Pour les deux éprouvettes, les déformations recouvrées étant proches, on peut supposer que les mécanismes sont identiques et se développent dans les mêmes proportions.

Remarque : Il est important de noter que l'échantillon du DEMAR testé a une section presque trois fois plus faible que l'échantillon du LEM3. Les instabilités mécaniques observées peuvent s'expliquer par un rapport taille de grain sur section efficace beaucoup plus grand pour l'échantillon du DEMAR que pour celui du LEM3.

3.1.3 Réponse sous chargement monotone à rupture

Les déformations ont été obtenues après correction de raideur. Les résultats sont présentés à la figure 2.13.

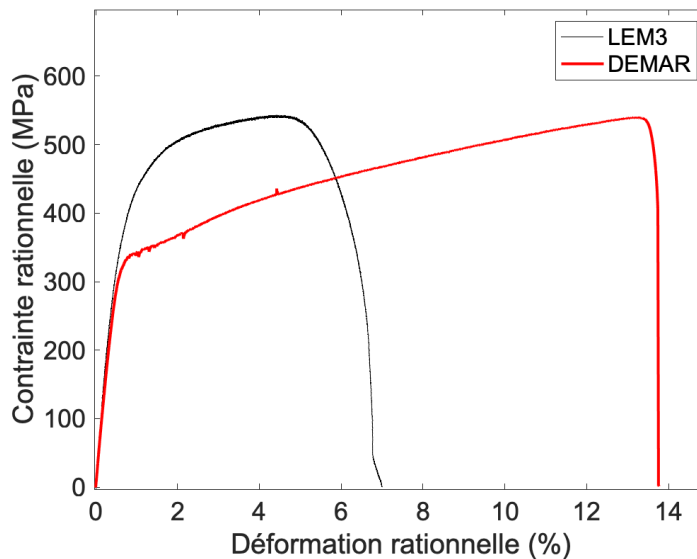


FIGURE 2.13 • Courbes de traction pour les essais à rupture

L'échantillon du LEM3 présente une limite d'élasticité relativement haute, autour de 496 ± 10 MPa, tandis que celle identifiée pour l'échantillon du DEMAR est plus classique : 398 ± 19 MPa. De cet écart résulte la forte diminution de l'allongement à rupture avec un facteur 2 entre les deux matériaux.

Ces résultats sont cohérents avec les études menées entre autres par MIYAZAKI et al., 2006, J. I. KIM et al., 2005, TAHARA et al., 2011, RAMAROLAHY et al., 2012. L'effet de l'azote est particulièrement marqué (augmentation de la limite d'élasticité et diminution de l'allongement à rupture). Couplé à l'oxygène, on perd complètement le plateau qui est observé sur les échantillons du DEMAR. Pour rappel, le taux d'oxygène mesuré était de 0,52% et 0,78% pour les échantillons du LEM3 et du DEMAR respectivement et le taux d'azote était de 0,4% et de 0,05% respectivement.

Remarque : Le pic visible autour de 5° sur la courbe en rouge est dû à une erreur de manipulation.

3.1.4 Observations Post-Mortem

Une étude DRX comparative a ensuite été menée sur les matériaux après déformation. Dans le cas de l'échantillon du LEM3, la DRX a été réalisée sur l'échantillon ayant subi l'essai incrémental de charges/décharges tandis que dans le cas de l'échantillon du DEMAR, la DRX a été réalisée sur l'échantillon ayant subi l'essai monotone. L'objectif ici est simplement d'observer ou non la présence de martensite résiduelle. Il ne s'agit pas d'une étude quantitative. Les résultats sont présentés en la figure 2.14

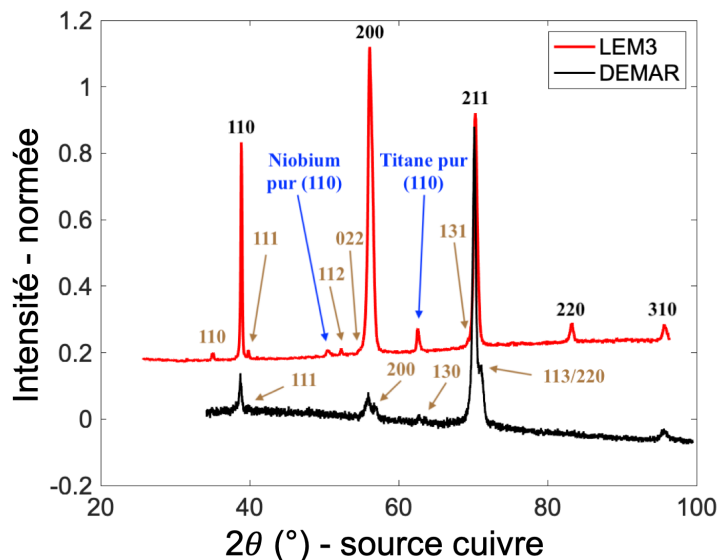


FIGURE 2.14 • Diffractogrammes obtenus pour les deux échantillons - en noir les pics d'austénite et en marron les pics de martensite

Il ressort de ces mesures que la martensite α'' est bien présente (on observe quelques pics caractéristiques). Les deux matériaux se trouvent dans un état biphasé. Il semble néanmoins que, compte tenu du fort contraste de taille de pics, la quantité de martensite est probable-

ment faible.

Nous avons ensuite réalisé des observations EBSD des deux matériaux après chargement alterné. Les figures 2.15 et 2.16 montrent les figures de pôle inverse (IPF) en prenant la direction normale (ND) au plan d'observation comme référence.

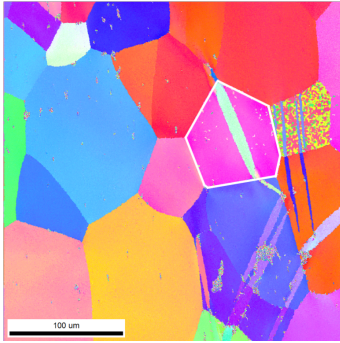


FIGURE 2.15 • IPF obtenue en surface de l'échantillon du LEM3 après le chargement alterné

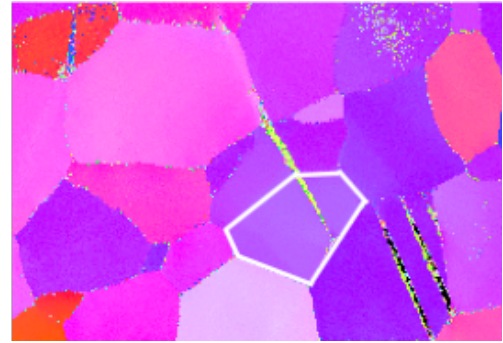


FIGURE 2.16 • IPF obtenue en surface de l'échantillon du DEMAR après le chargement alterné

Ces figures permettent d'observer quelques fines bandes allant généralement d'un joint de grain à l'autre. Les bandes sont indexées signifiant qu'il s'agit bien d'austénite et non de martensite. La martensite n'a d'ailleurs jamais pu être observée de manière significative (à l'exception de certaines zones proches des joints de grains) malgré des mesures répétées.

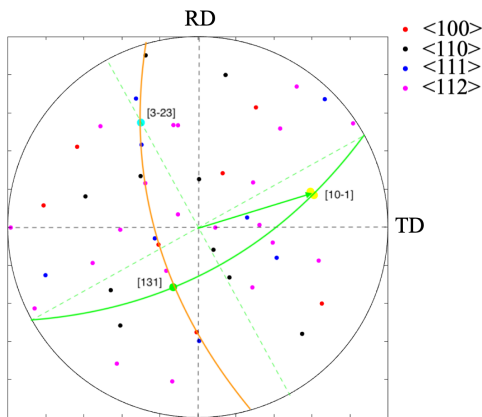


FIGURE 2.17 • Identification du système de macle du grain encadré en blanc à la figure 2.15

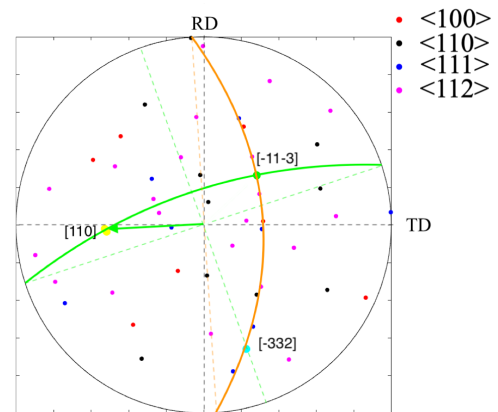


FIGURE 2.18 • Identification du système de macle du grain encadré en blanc à la figure 2.16

Remarque : L'axe horizontal de l'EBSD correspond à la direction de traction.

Les figures 2.17 et 2.18 montrent les figures de pôles (limitées aux axes $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ et $\langle 112 \rangle$) de part et d'autre d'un plan séparant le grain d'une bande adjacente. On y observe une distribution symétrique des pôles (symétrie miroir) correspondant à une macle. Les macles sont indexées (l'opération est répétée à plusieurs reprises sur les macles visibles et lors d'autres observations). On y retrouve à chaque fois un système de macle $\{332\}\langle 11\bar{3} \rangle$.

3.1.5 Conclusion

Au cours de cette étude, nous avons pu observer le comportement en traction et traction/décharge incrémentale des deux matériaux. La forte non-linéarité à la décharge avec recouvrement partiel de la déformation et la présence d'un cycle significatif trahissent un comportement pseudo-élastique. La transformation de phase austénite-martensite par ailleurs identifiée grâce aux mesures DRX pourrait l'expliquer. Les pics caractéristiques de la martensite sont cependant faibles et elle n'a pas pu être observée par EBSD. Il est possible que la martensite disparaisse en grande partie au cours de la décharge. Nous avons pu en revanche observer la mise en place d'un système de macles participant également à la déformation du milieu. Ces observations sont incomplètes. La réalisation d'essais in situ avec suivi des mécanismes semble nécessaire pour comprendre la cinétique des phénomènes.

3.2 Essais mécaniques uniaxiaux in-situ

L'objectif de cette partie est d'identifier les différents mécanismes de déformations. La littérature rapporte pour ce type de matériau la présence concomitante de changement de phase, de maillage et de plasticité. Il semble important d'identifier comment cette concomitance s'opère pour nos deux matériaux. Traditionnellement, les mécanismes de changement de phase sont activés à plus faible contrainte que les mécanismes de maillage et plasticité. Nous avons donc réalisé deux essais in situ de traction limités en déformation (faible et moyenne) sur deux échantillons du LEM3. Ils sont réalisés dans un MEB et suivis par imagerie SE et BSE.

3.2.1 Essai à faible déformation

L'essai a nécessité l'utilisation d'une machine de traction mécanique Kammrath & Weiss équipée d'une cellule d'effort de 500 N. Afin de respecter l'effort maximum admissible, nous avons réduit la section du fil par polissage mécanique afin d'obtenir un fil d'épaisseur $e = 580 \mu\text{m}$ et de largeur $l = 980 \mu\text{m}$ définissant une section de $S = 0,57 \text{ mm}^2$ (voir la figure 2.19). La surface observée a ensuite été polie miroir (polissage mécanique jusqu'à un grain 4000 suivi d'un électropolissage à l'électrolyte A3 de chez Struers, pendant 60 secondes à 35V) afin de permettre une observation des grains par imagerie BSE. La machine de traction est ensuite introduite dans le microscope électronique à balayage (MEB - S-3400N, Hitachi à filament de tungstène). L'échantillon est soumis à une série de charges/décharges incrémentales en traction à une vitesse de $1 \mu\text{m/s}$ jusqu'à une déformation apparente de 1%. Nous pensons ainsi

limiter l'activation du maillage et de la plasticité.

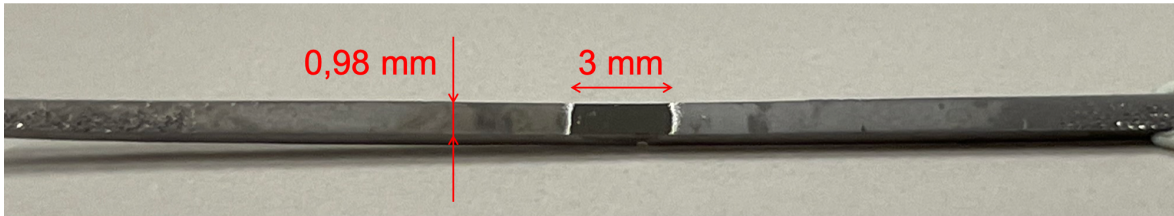


FIGURE 2.19 • Éprouvette de traction fabriquée pour l'essai in situ à faible déformation

La mesure des déformations n'étant pas possible par jauge de déformation ou corrélation d'images, nous avons mesuré le déplacement de la machine et corrigé le résultat par prise en compte de la raideur de la machine. Le déplacement de la machine est mesuré par codeur incrémental au niveau du moteur électrique. La transmission du mouvement se fait par roue crantée et vis à bille, il y a donc à chaque changement de direction du chargement un jeu qui s'ajoute au déplacement. Ce jeu a été estimé à $1,3 \mu\text{m}$ et a donc été soustrait au déplacement total. On peut ensuite modéliser l'ensemble {éprouvette + machine} comme deux ressorts en série. Les déformations sont donc obtenues comme décrit en section 3.1.1. Les contraintes sont ensuite calculées en rapportant la force à la section effective (voir définition précédente).

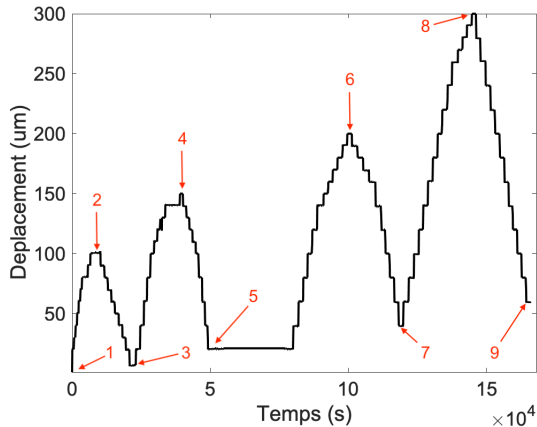


FIGURE 2.20 • Commande en déplacement en fonction du temps

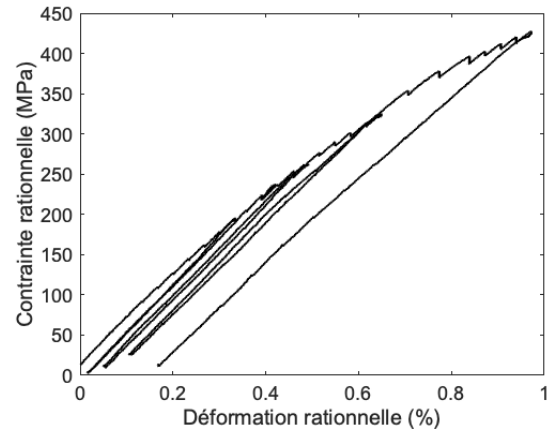


FIGURE 2.21 • Courbe de traction obtenue lors de l'essai in situ

La figure 2.20 montre la commande en déplacement. Les chiffres en rouge indiquent les instants de prise des images présentées à la figure 2.22. La figure 2.22a montre le champ d'étude à l'état initial. Pour plus de facilité d'observation, deux zones intéressantes sont isolées dans la figure 2.22b. Nous suivons ensuite ces deux zones au cours du chargement.

La courbe de traction obtenue est tracée à la figure 2.21. Bien qu'aucun cycle pseudo-élastique ne semble visible, le niveau de contrainte est suffisamment élevé pour s'assurer de l'existence de mécanismes de transformation (ou de maillage). La déformation résiduelle

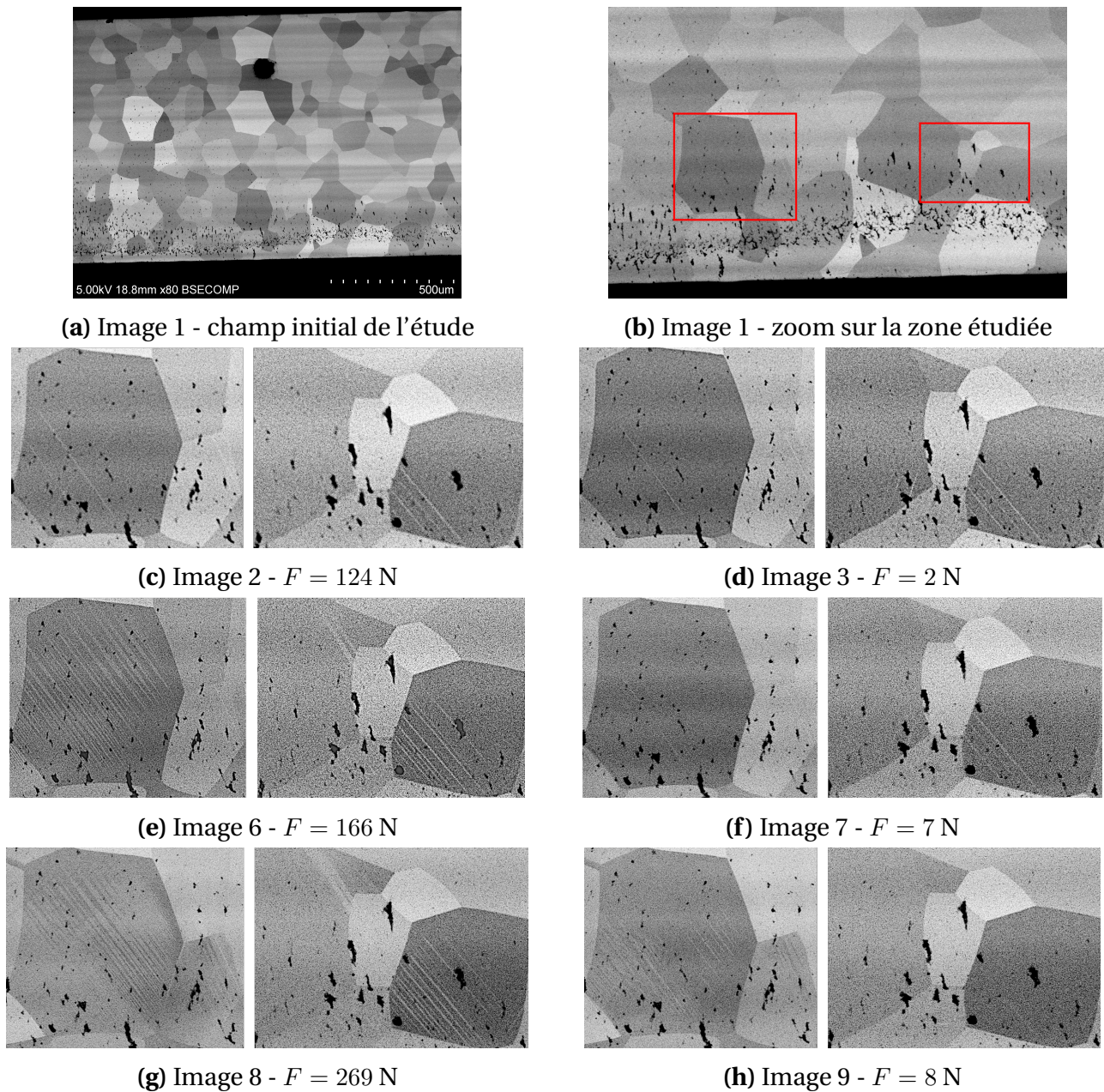


FIGURE 2.22 • Images BSE issues de l'essai in situ

observée n'est pas forcément significative. Elle devrait a priori être nulle (si on se réfère au comportement déjà tracé sur la figure 2.12). Elle pourrait être le résultat d'irrégularités résiduelles du système mécanique de chargement.

Les images présentées en la figure 2.22 montrent clairement l'apparition et la disparition de bandes dans les grains suivant les charges et les décharges. La réversibilité de ces bandes nous permet d'affirmer qu'il ne s'agit pas de bandes de plasticité. Elles semblent d'autre part trop fines pour correspondre à des macles. Il s'agit donc probablement de variantes de martensite qui nucléent, se propagent et disparaissent à la décharge. On remarque également que les premières bandes apparaissent très tôt, dès 200 MPa et ne sont pas nécessairement toutes

orientées dans la même direction. Néanmoins, au fur et à mesure de l'augmentation du chargement, de plus en plus de bandes unidirectionnelles se développent et s'élargissent jusqu'à remplir la quasi-totalité de certains grains. Le changement de phase paraît d'autre part fortement hétérogène : il paraît très présent dans certains grains alors que d'autres restent vierges. Il est cependant nécessaire de considérer ces résultats avec précaution. En effet, l'état mécanique en surface peut être très différent de l'état dans le matériau. Il semble donc difficile de réaliser un suivi quantitatif de la fraction de martensite par cette technique. Enfin, certaines bandes ne disparaissent pas totalement, elles ont donc été étudiées par EBSD après extraction de l'éprouvette car nous pensions pouvoir identifier de manière incontestable la martensite. Leur faible largeur n'a cependant pas permis une indexation correcte et nous n'avons pas pu statuer formellement sur leur nature. Une analyse DRX post-mortem a également été réalisée sur l'échantillon, là encore, aucune martensite n'a été détectée. Cela n'est cependant pas illogique puisqu'on s'attend à sa disparition après décharge, l'érouissage du matériau étant quasi-nul, il n'y a pas de raison que la martensite reste bloquée en proportion quantifiable.

3.2.2 Essai à déformation moyenne

Pour cette étude, nous avons utilisé la même machine de traction et le même microscope que présentés précédemment. La section de l'éprouvette a de nouveau dû être adaptée ; afin de favoriser une activation des phénomènes dans la zone d'observation, nous avons choisi d'amincir uniquement la zone au centre de l'éprouvette (voir la figure 2.23). L'inconvénient de cette technique est que la zone étudiée n'est pas soumise à un mode de traction simple mais à un chargement en réalité légèrement plus complexe.

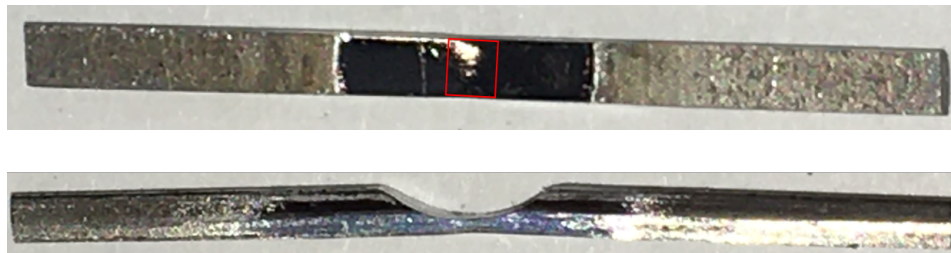


FIGURE 2.23 • Éprouvette utilisée pour l'essai in situ - la zone rouge correspond à la zone d'observation

Pour l'essai, nous avons chargé l'éprouvette à $1 \mu\text{m/s}$ de sorte à travailler en quasi-statique. L'observation en temps réel de l'évolution de la microstructure se fait par imagerie BSE. En plus de cette observation, des images haute résolution nécessitant un temps de pause de 80 s sont prises à différents moments du chargement (voir la figure 2.24).

Les contraintes et les déformations ont été obtenues de la même manière que précédemment et correspondent aux définitions rationnelles.

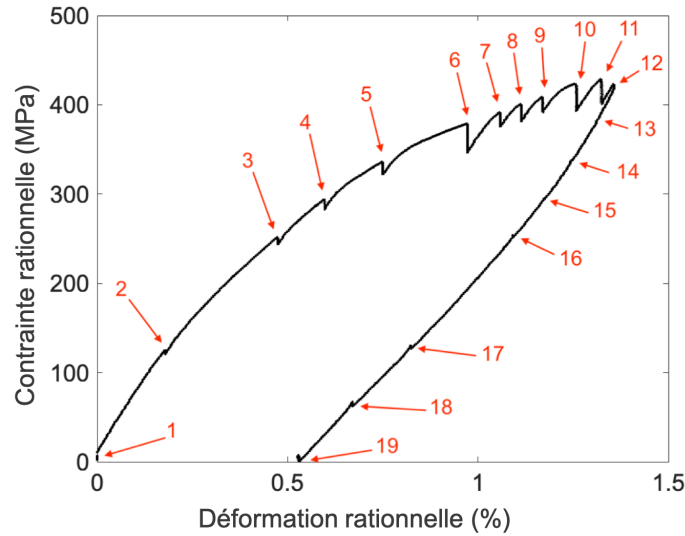
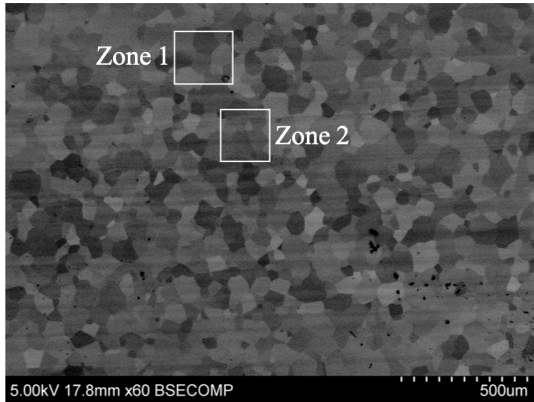


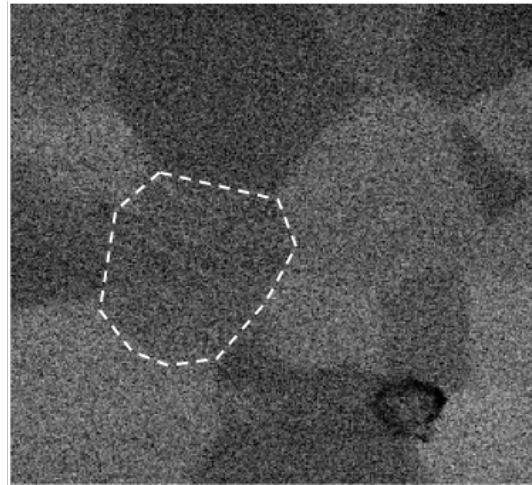
FIGURE 2.24 • Courbe de traction obtenue suite à l'essai in situ - les numéros sur la figure correspondent aux différentes photos prises

La première chose que l'on peut noter sur la figure 2.24 est la cohérence de l'allure de la courbe de traction/décharge avec les précédentes. On remarque également la présence à la charge et à la décharge d'une relaxation de l'effort. Cette relaxation est un phénomène classique observé avec les AMF. Au cours d'un essai à déplacement imposé, l'arrêt du chargement stoppe la transformation (exo ou endo-thermique). La température de l'éprouvette entreprend un retour à l'ambiante par échange avec l'environnement : elle décroît lors des arrêts durant la charge, elle croît lors des arrêts durant la décharge. Cette variation de température conduit, du fait du couplage, à une variation de contrainte (qui diminue lors des arrêts en charge et augmente lors des arrêts en décharge). On remarque qu'à la charge, le phénomène est bien plus marqué qu'à la décharge. Cela est dû au fait qu'il s'additionne à la relaxation de la machine sous chargement en traction. La faible amplitude de la relaxation à la décharge nous indique donc que l'élévation de température est très faible, ce qui valide l'hypothèse d'un chargement quasistatique. Il se peut également que la transformation soit incomplète, en accord avec l'existence d'une déformation résiduelle et avec les observations microscopiques précédentes.

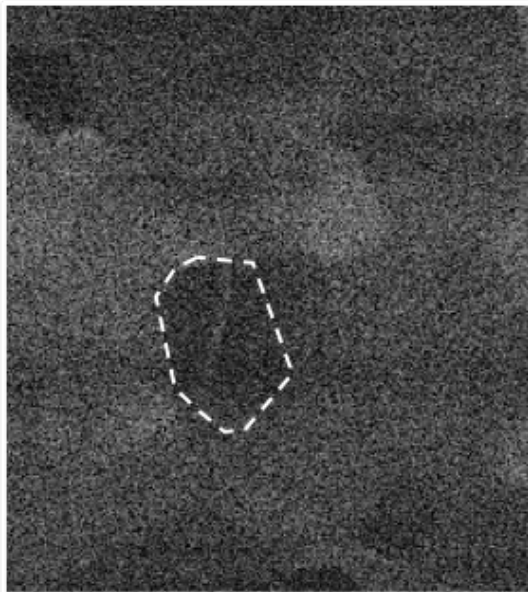
La figure 2.25 regroupe les premières images où on observe la création de quelques bandes. La zone étudiée étant relativement étendue, la qualité s'en trouve dégradée. Les joints de grain des grains d'intérêt ont donc été surlignés en pointillés blancs. L'image 2.25b met en évidence l'apparition de bandes fines et d'autres plus larges. Les bandes fines ont été identifiées dès l'image 2. Leur apparition si tôt dans le chargement ainsi que leur finesse nous permet de penser raisonnablement qu'il s'agit de bandes de martensite. La bande large a une orientation différente par rapport aux fines. L'étude précédente ayant montré que les bandes de martensite se développent selon une direction privilégiée, il est donc probable que la bande plus large soit une macelle. Ce second type de bande apparaît également très tôt dans l'histoire



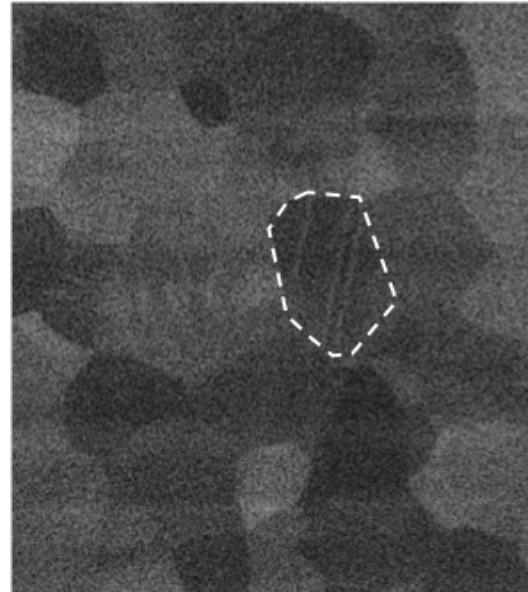
(a) Image 1 - $\sigma = 0$ MPa



(b) Image 3 - $\sigma = 250$ MPa - zone 1



(c) Image 4 - $\sigma = 290$ MPa - zone 2



(d) Image 5 - $\sigma = 330$ MPa - zone 2

FIGURE 2.25 • Images BSE issues de l'essai in situ

du chargement : dès $\sigma = 250$ MPa, en dessous de la limite d'élasticité macroscopique apparente.

Les figures 2.25c et 2.25d montrent le même grain pour deux états de contrainte différents. À $\sigma = 290$ MPa on n'observe qu'une seule bande large tandis qu'à $\sigma = 330$ MPa, le grain présente trois bandes distinctes. La largeur significative des bandes nous amène à penser qu'il s'agit là encore de macles.

Après l'essai, nous avons réalisé une image plus précise de la zone regroupant les deux grains étudiés dans la figure 2.25. La figure 2.26 montre le résultat de cette observation. Sur l'ensemble de l'image, on remarque que les bandes ne sont pas équiréparties mais se pré-

sentent plutôt sous forme de paquets. On remarque 4 types de zones :

- les zones sans bandes, composées de grains mono-couleur (pas de déformation ou élastique uniquement) et/ou à faible gradient de couleurs (caractéristique d'une déformation plastique).
- les zones à bandes larges (zone 3), caractéristiques des macles, certains grains montrant des signes de déformation plastique (zones présentant un faible gradient de nuances de gris) en particulier proche des différents joints de grains.
- les zones à bandes fines (zone 2) : on observe dans cette zone la présence de nombreuses bandes fines de différentes orientations.
- la zone 1 est une zone mixte avec cohabitation des phénomènes de plasticité, de bandes minces et plus larges.

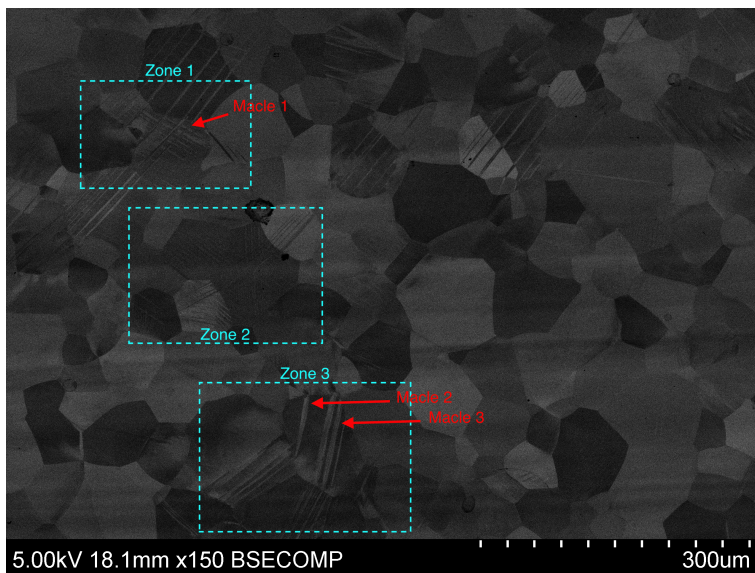


FIGURE 2.26 • Image BSE à $\sigma = 0$ MPa après chargement

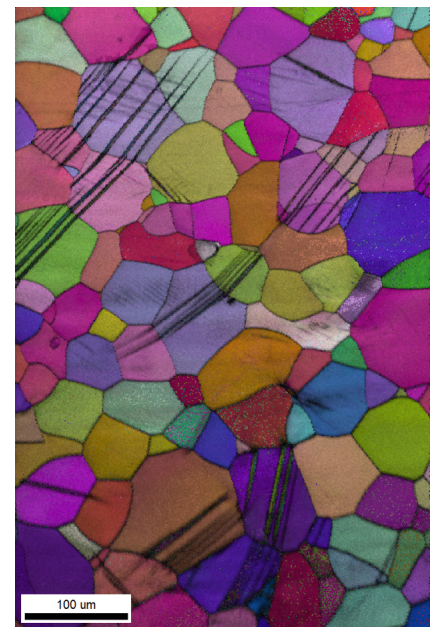


FIGURE 2.27 • EBSD réalisé sur la zone d'étude (Inverse Pole Figure, IPF and index quality, IQ) - pas de 1 μm

Une étude EBSD a ensuite été réalisée afin d'identifier les différentes phases en présence (voir la figure 2.27). La zone balayée regroupe l'ensemble des trois zones identifiées dans la figure 2.26.

Étude de la zone 2 : Les bandes dans cette zone apparaissent a priori à l'image 6, donc avant une contrainte de 400 MPa. Elles sont très fines, on estime leur largeur entre 250 nm pour les plus fines et 1 μm pour les plus larges ce qui explique pourquoi entre l'image BSE et les figures de pôles inverses certaines ne sont pas retrouvées. Dans tous les cas, l'analyse EBSD n'a pas permis de les identifier en tant que martensite. Plusieurs explications sont alors possibles :

- à la décharge, la martensite disparaît, ne laissant qu'une modification de surface, son indexation n'est donc pas possible
- les mailles d'austénite et de martensite sont proches et certaines orientations peuvent générer les mêmes figures de Kikuchi, rendant l'analyse difficile
- au fur et à mesure de la déformation du matériau, son écrouissage augmente et sa surface se modifie (perte de planéité), rendant plus difficile l'indexation des cristaux; bandes et modification de surface allant de pair, l'indexation est impossible dans le cas des bandes fines.

Dans tous les cas, l'apparition de ces bandes à faible contrainte nous indique qu'il s'agit plutôt de martensite. L'analyse EBSD ne nous permet cependant pas de conclure de manière définitive.

Étude des zones 1 et 3 : Nous nous sommes concentrés sur deux grains dont les figures de pôles inverses sont tracées figures 2.28 et 2.29. Ces grains ne sont pas dans la même zone.

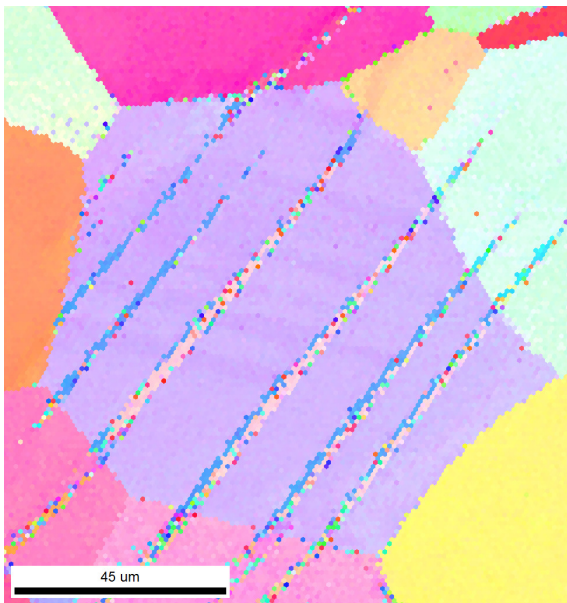


FIGURE 2.28 • Grain issu de la zone 1

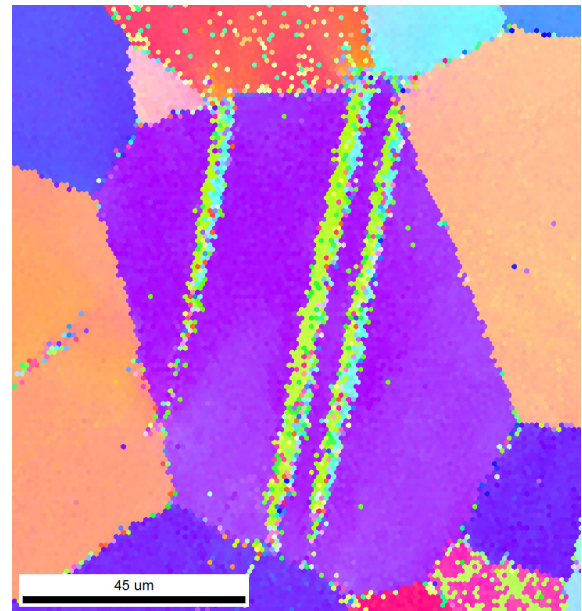


FIGURE 2.29 • grain issu de la zone 3

On y observe une alternance de macles et phase mère. En regardant de plus près, on s'aperçoit de la présence de deux orientations différentes dans les macles de la figure 2.28 (l'une bleue, l'autre beige). Nous avons tracé figures 2.30 et 2.31 les figures de pôles correspondant à deux points de mesure situés de part et d'autre d'une interface (macle beige vs phase mère pour la figure 2.30 et macle bleue vs macle beige pour la figure 2.31). Ce tracé et les symétries observées indiquent qu'il s'agit dans le premier cas d'une macle $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$. Dans le deuxième cas, une identification est proposée sur la figure 2.31, on trouve le système $\{111\}\langle 11\bar{2}\rangle$. Néanmoins, les symétries en jeu ne permettent pas une identification sûre du système de macles. Des études approfondies par TEM seraient nécessaires pour valider ou non cette identification.

Les deux systèmes identifiés sont cohérents avec ceux identifiés dans la littérature (SHIN et al., 2018, HANADA et al., 1985, ELMAY, 2013). On retrouve la connexion entre ces deux systèmes de maillage pour les alliages de titane-molybdène également selon J. ZHANG et al., 2017. N'ayant jamais été ré-observé, l'activation du système $\{111\}\langle 11\bar{2}\rangle$ ne sera pas prise en compte dans la suite.

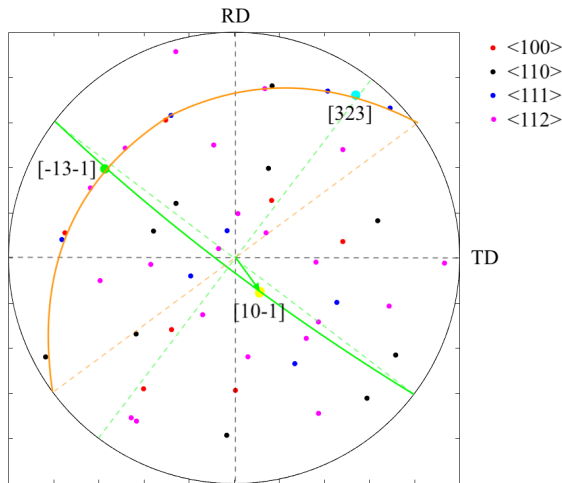


FIGURE 2.30 • Identification du système de la macle bleue, figure 2.28

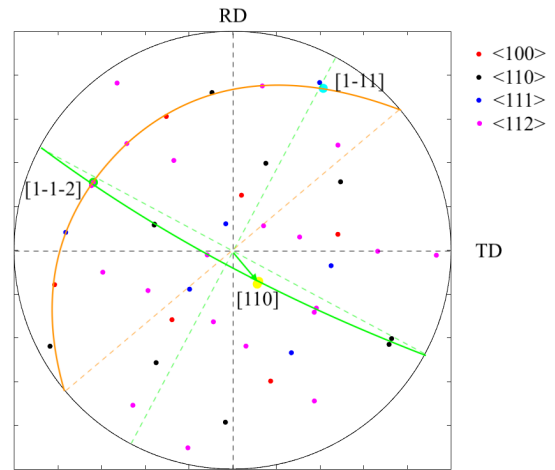


FIGURE 2.31 • Identification du système de la macle beige, figure 2.28

Finalement, l'observation de la zone 3 met en évidence deux phénomènes. D'une part la plasticité du grain seule (grain tout à gauche de la zone 3, figure 2.26) et d'autre part, la plasticité du grain induite par les macles (nuances de gris entre les joints de grains et les macles, figure 2.26). On remarque au niveau des joints de grains que des zones de déformations plastiques d'un grain naissent à l'extrémité des macles du grain voisin, zones de fortes contraintes.

Comme pour la zone 2, les bandes de faibles largeurs de la zone 1 ne sont pas visibles sur la figure de pôles inverse alors qu'elles sont bien présentes sur l'image BSE. Leur apparition dès la deuxième image semble cependant indiquer qu'il s'agit de bandes de martensite. À l'état déchargé, leur nature cristallographique ne peut cependant pas être déterminée. Cela montre qu'il est possible d'avoir concomitance de transformation de phase, plasticité et maillage. L'étude de ces interactions nécessiterait un projet complet et les investigations n'ont pas été poussées plus avant.

3.2.3 Conclusion

Les deux études réalisées in-situ nous ont permis d'une part de consolider (sans pouvoir l'affirmer cependant) l'hypothèse de la présence de changement de phase réversible sous chargement mécanique et d'autre part, d'observer l'activation des phénomènes de maillage

dont l'identification des systèmes a pu être réalisée. Chronologiquement parlant, le changement de phase semble être le premier mécanisme à s'activer suivi ensuite du maclage et de la plasticité par écrouissage et bandes de glissement. La seconde étude à l'échelle microscopique a néanmoins montré que le maclage se déclenche tôt dans l'histoire du chargement. Pour rappel, les échantillons du LEM3 ne présentent pas de plateau de déformation (voir section 3.1), l'activation du changement de phase demande un niveau de contrainte plus élevé que pour les échantillons du DEMAR (et beaucoup plus élevé que dans les travaux de [ELMAY, 2013](#)). Il semble normal d'observer une concomitance des phénomènes à ce niveau si élevé.

Ces essais ont été réalisés uniquement sur les échantillons du LEM3. Néanmoins, du fait de la proximité des comportements, les conclusions semblent pouvoir être étendues aux échantillons du DEMAR. La présence d'un plateau de transformation dans ce second cas laisse à supposer que l'activation du changement de phase pourrait être distincte de celle du maclage.

3.3 Comportement macroscopique 2D

La mise en évidence du changement de phase sous chargement mécanique nous amène à nous interroger sur ses modes de déformation et en particulier sur la capacité ou non de ces matériaux à autoriser la formation de bandes de déformation.

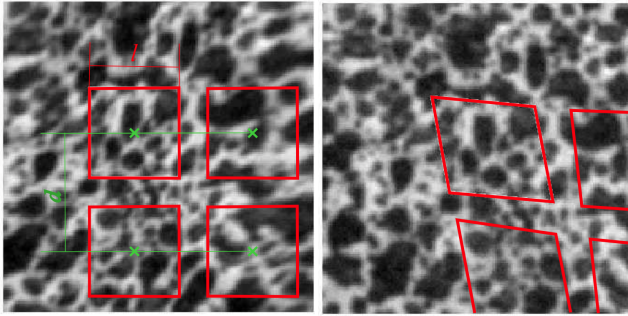
3.3.1 Mesure des champs de déformation

L'étude des bandes de déformation nécessite l'utilisation des méthodes de mesure de champs et en particulier des méthodes de corrélation d'images. L'avantage est qu'elles donnent accès à toutes les composantes planes du tenseur de déformation. Il s'agit d'une mesure de champ de déformation multiaxiale et non d'une mesure moyenne unidirectionnelle.

On distingue deux grandes méthodes de Corrélation d'Images Numériques (CIN) :

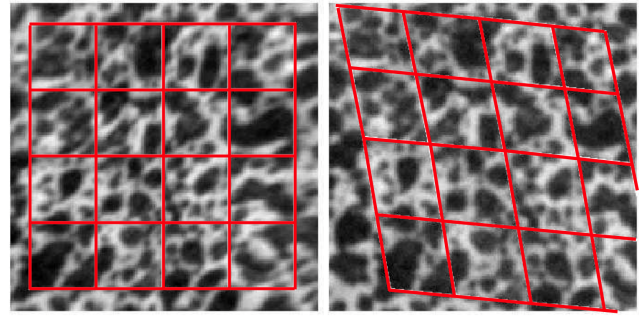
- la corrélation d'images locale; cette méthode consiste à découper les images en sous-images et à suivre le déplacement de chaque image indépendamment. Cette méthode nécessite fréquemment un filtrage du champ de déplacement global \mathbf{u} du fait de l'absence de corrélation entre deux sous-images; ce filtrage est souvent mathématique, sans sens physique [SUTTON et al., 2009](#). Elle demande cependant un temps de calcul faible contrairement aux autres méthodes.
- la corrélation d'images globale; au lieu de rechercher les déplacements des sous-images de façon indépendantes les unes des autres, on choisit d'utiliser un formalisme de type éléments finis pour décrire le champ de déplacement. Un maillage 2D (dont les éléments peuvent être Q4 ou TRI3 ou plus riches) est alors placé sur l'image, les inconnues recherchées deviennent alors les déplacements des nœuds du maillage. Cette méthode régularise naturellement le déplacement mesuré puisque le formalisme de description est nativement celui d'un milieu continu. Cette dernière méthode étant

celle utilisée, elle est détaillée ci-après.



(a) image de référence (b) image déformée

FIGURE 2.32 • Illustration du principe de corrélation d'images locale, MAYNADIER, 2012, avec en rouge les images avant et après déformation



(a) image de référence (b) image déformée

FIGURE 2.33 • Illustration du principe de corrélation d'image globale, MAYNADIER, 2012, avec en rouge le maillage avant et après déformation

Le LMPS dispose de son propre code de corrélation d'images : Correli 3.0. C'est donc celui qui a été utilisé pour les essais suivants et qui va être présenté. Pour plus de détails sur la méthode globale et sur les différentes étapes présentées ci-dessous, le lecteur pourra se reporter aux références SUTTON et al., 2009, TOMICEVIC et al., 2013 et SCIUTI et al., 2021.

On définit donc une région d'intérêt (ROI - Region Of Interest) à laquelle on va associer un maillage.

On définit $f(\mathbf{x})$ l'image de référence où \mathbf{x} représente la position du pixel courant et $g(\mathbf{x})$ l'image courante déformée. Ainsi, en supposant la conservation des niveaux de gris, les écarts entre g et f sont dûs uniquement aux déplacements notés $\mathbf{u}(\mathbf{x}, t)$. En posant $g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}, t))$ l'image déformée corrigée des déplacements, on doit alors obtenir :

$$f(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}, t)) \quad (2.5)$$

Dans les faits, les bruits et erreurs de mesures rendent la détermination de \mathbf{u}_{exact} impossible. On définit donc la fonctionnelle :

$$\eta_{DIC}(t) = \int_{ROI} |g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}, t)) - f(\mathbf{x})|^2 dx \quad (2.6)$$

Le problème revient alors à la minimisation suivante :

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}, t) = argmin(\eta_{DIC}(t)) \quad (2.7)$$

Le problème est cependant mal posé et la minimisation non linéaire. On choisit donc de discrétiser \mathbf{u} dans le formalisme éléments finis du maillage choisi :

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}, t) = \sum_n \psi_n(\mathbf{x}) \cdot \mathbf{u}_n(t) \quad (2.8)$$

où les $\psi_n(\mathbf{x})$ sont les fonctions de formes choisies, \mathbf{u}_n le déplacement au nœud. On peut alors linéariser le problème, la correction de déplacement est alors solution du problème suivant :

$$[\mathbf{M}] \{\mathbf{du}\} = \{\mathbf{b}\} \quad (2.9)$$

$$\begin{aligned} \text{où } M_{nm} &= \int_{ROI} (\psi_n(\mathbf{x}) \cdot \nabla^t f(\mathbf{x})) (\psi_m(\mathbf{x}) \cdot \nabla f(\mathbf{x})) d\mathbf{x} \\ \text{et } b_n &= \int_{ROI} (\psi_n(\mathbf{x}) \cdot \nabla^t f(\mathbf{x})) (f(\mathbf{x}) - g(\mathbf{x} + \mathbf{u}^i(\mathbf{x}))) d\mathbf{x}. \end{aligned}$$

On peut alors utiliser les méthodes de maillage et de résolution déjà développées pour les calculs par éléments finis. Ce problème est résolu itérativement selon un algorithme à descente de gradient de type Newton-Raphson, \mathbf{u}^i représente le déplacement à l'itération i , le déplacement au pas $i + 1$ est donc obtenu selon :

$$\mathbf{u}^{i+1} = \mathbf{u}^i + \mathbf{du}^i \quad (2.10)$$

L'avantage de cette formulation est que la matrice $[\mathbf{M}]$ est unique et ne nécessite pas d'être inversée à chaque itération, réduisant ainsi fortement le temps de calcul. Cependant, le caractère mal posé peut introduire des problèmes de convergence vers des minima locaux non physiques, d'autant plus que l'on cherche une bonne résolution spatiale du champ de déplacement, soit pour des éléments petits vis-à-vis de la résolution des images ou du mouchetis (i.e. comportant peu de pixels ou dont le gradient de niveau de gris est faible). La manière la plus simple de corriger ce défaut est d'introduire une régularisation.

Dans la suite nous distinguerons deux types de régularisations : la régularisation mécanique et la régularisation d'Hadamard.

Régularisation mécanique

La méthode utilisée repose sur les travaux de [TOMICEVIC et al., 2013](#). Cette régularisation repose sur le respect de l'équilibre mécanique, sous hypothèse d'élasticité linéaire, donné par :

$$[\mathbf{K}] \{\mathbf{u}\} = \{\mathbf{f}\} \quad (2.11)$$

où $[\mathbf{K}]$ représente la matrice de raideur et $\{\mathbf{f}\}$ le vecteur des forces nodales. Comme précédemment, le vecteur $\{\mathbf{u}\}$ ne correspond pas à la solution exacte, de même pour la matrice de raideur. Le respect de l'équilibre mécanique revient donc à la minimisation de la fonctionnelle suivante :

$$\Phi_m^2 = \{\mathbf{u}\}^t [\mathbf{K}]^t [\mathbf{K}] \{\mathbf{u}\} \quad (2.12)$$

Une attention particulière est portée sur les bords, puisque dans le cas des bords libres $\Phi_m^2 = 0$ quel que soit le champ de déplacement puisque $\{\mathbf{f}\}$ est nul. Une seconde minimisation est alors introduite :

$$\Phi_b^2 = \{\mathbf{u}\}^t [\mathbf{L}]^t [\mathbf{L}] \{\mathbf{u}\} \quad (2.13)$$

où $[\mathbf{L}]$ est définie de sorte à n'agir que sur les bords.

La détermination du champ $\mathbf{u}(\mathbf{x}, t)$ revient alors à minimiser le résidu total, Φ_t^2 , défini par :

$$(1 + w_m + w_b)\Phi_t^2 = \tilde{\Phi}_c^2 + w_m \tilde{\Phi}_m^2 + w_b \tilde{\Phi}_b^2 \quad (2.14)$$

où Φ_c^2 est le résidu de corrélation sans régularisation, w_m et w_b sont des poids associés aux résidus de régularisation tels que :

$$w_m = (2\pi|\mathbf{k}|l_m)^4 \quad w_b = (2\pi|\mathbf{k}|l_b)^4 \quad (2.15)$$

avec l_m et l_b les longueurs de régularisation et \mathbf{k} le vecteur d'onde.

Le $\tilde{\cdot}$ représente la normalisation du résidu, définie par :

$$\tilde{\Phi}_c^2 = \frac{\Phi_c^2}{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{M}] \{\mathbf{v}\}} \quad \tilde{\Phi}_m^2 = \frac{\Phi_m^2}{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{K}]^t [\mathbf{K}] \{\mathbf{v}\}} \quad \tilde{\Phi}_b^2 = \frac{\Phi_b^2}{\{\mathbf{v}\}^t [\mathbf{L}]^t [\mathbf{L}] \{\mathbf{v}\}} \quad (2.16)$$

avec $\{\mathbf{v}\}$ le champ de déplacement nodal associé au déplacement : $\mathbf{v}(\mathbf{x}) = \mathbf{v}_0 \exp(i\mathbf{k}\cdot\mathbf{x})$ et \mathbf{v}_0 l'amplitude du déplacement.

Cette régularisation agit comme un filtre passe bas, ce qui offre au code une meilleure convergence. Cependant, dans le cas de déformations très localisées ou discontinues (rupture ou transformations par bande), l'hypothèse d'élasticité linéaire n'est plus vérifiée et la régularisation a pour conséquence de lisser le déplacement conduisant à d'importantes erreurs de corrélation. Ces erreurs seront visibles sur le champ de résidu. Certaines études l'utilisent d'ailleurs pour détecter la progression de fissures ou la détection de défauts, voir par exemple [HILD et al., 2015](#). De plus, le bon déroulement de l'algorithme repose sur l'hypothèse de la conservation des niveaux de gris. Cette hypothèse n'est cependant pas toujours vérifiée, notamment pour les essais de longue durée ou dans les cas de détérioration du mouchetis. Ainsi, afin d'avoir un code plus robuste, une correction de brillance et contraste a été introduite récemment et est présentée dans l'article [SCIUTI et al., 2021](#).

Régularisation de Hadamard

Remarque : La méthode présentée ci-dessous a été implémentée dans le code de CIN globale et est détaillée dans l'article [CHANG et al., p. d.](#), en cours de publication.

La régularisation de Hadamard est utilisée pour les champs de déformation se développant sous formes de bandes. Le champ de déplacement n'est plus continu dans le repère

classique image (\vec{e}_x, \vec{e}_y) .

Afin de simplifier la démarche, on se place dans le cas 2D. La figure 2.34 illustre la méthode utilisée.

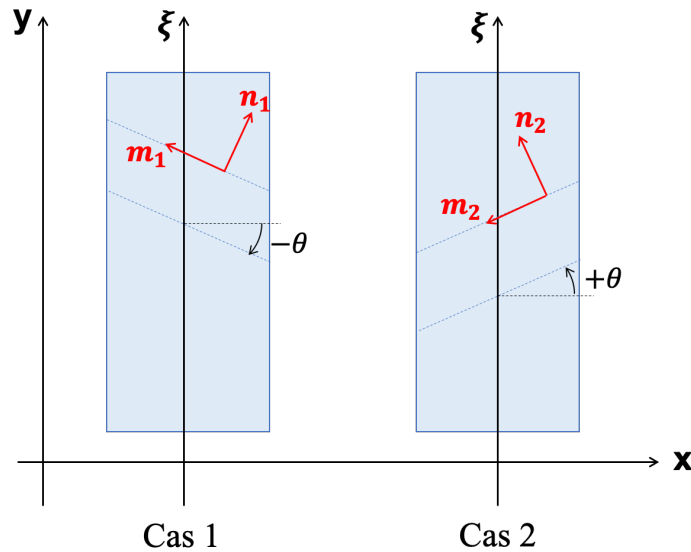


FIGURE 2.34 • Schéma des bandes de cisaillement et des notations utilisées

Soit une bande de cisaillement i se développant dans l'éprouvette. On note θ l'angle formé entre la bande de cisaillement et l'axe horizontal (y sur la figure 2.34), \mathbf{n}_i la direction normale au glissement et \mathbf{m}_i la direction de glissement, parallèle au bord de la bande. Les déformations transportées par la bande sont alors définies par :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_i = \epsilon \cdot (\mathbf{m}_i \otimes \mathbf{n}_i)^s \quad (2.17)$$

où \cdot^s représente la partie symétrique du tenseur et ϵ une constante.

L'unique champ de déplacement \mathbf{u} continu dont peuvent dériver ces déformations est un champ de déplacement parallèle et homogène dans la direction \mathbf{m}_i . Il suffit donc de rechercher les déplacements le long d'une ligne verticale (parallèle à x), qui coupe les frontières des bandes. On choisit une ligne verticale de coordonnée que l'on notera ξ , voir la figure 2.34.

Une bande de cisaillement pouvant se développer selon un angle de $\pm\theta$, on définit une nouvelle base de recherche définie par $(\mathbf{m}_1, \mathbf{m}_2)$. On note ξ_1 et ξ_2 les coordonnées associées (voir la figure 2.35).

Le champ de déplacement est alors décrit de la manière suivante :

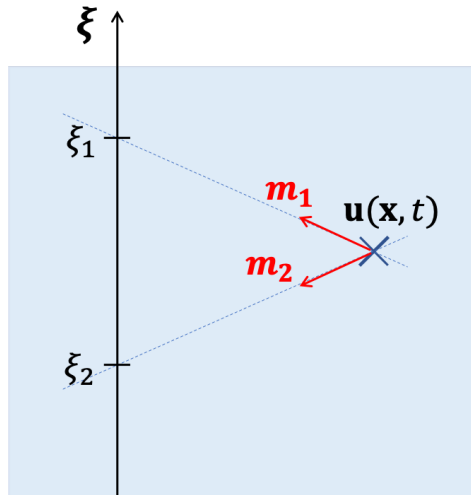


FIGURE 2.35 • Définition de la base de recherche

$$\mathbf{u}(\xi_1, \xi_2) = u_1(\xi_1, \xi_2) \cdot \mathbf{m}_1 + u_2(\xi_1, \xi_2) \cdot \mathbf{m}_2 \quad (2.18)$$

La méthode de résolution est alors identique à celle présentée ci-dessus. Après discrétisation du problème, on peut écrire :

$$[\mathbf{H}]^{Had} \cdot \{\mathbf{u}\} = \{\mathbf{b}\}^{Had} \quad (2.19)$$

avec $[\mathbf{H}]^{Had}$ la matrice Hessienne modifiée au sens d'Hadamard et $\{\mathbf{b}\}^{Had}$ le second membre associé.

Dans le cas 3D, du fait de la vision 2D des images, une partie de l'information est perdue.

Comme le montre la figure 2.36, la normale réelle de la bande de cisaillement, notée \mathbf{n}_{reel} possède généralement trois composantes non nulles. Ainsi, la normale apparente en 2D, $\mathbf{n}_{apparent}$, ne correspond pas nécessairement à la normale réelle projetée dans le plan 2D, $\mathbf{n}_{projete}$. On introduit donc l'angle de dilatance η qui est l'angle formé entre $\mathbf{n}_{apparent}$ et $\mathbf{n}_{projete}$.

Dans toute la suite, on choisira $\theta = 54,73^\circ$ et $\eta = 19,5^\circ$, les valeurs théoriques rapportées dans l'article [CHANG et al., p. d.](#)

Dans les deux cas, les déformations sont calculées au sens de Green-Lagrange.

3.3.2 Résultats

Les échantillons du LEM3 ayant une largeur de 2 mm, l'étude des bandes sur ce matériau est impossible. Les essais par CIN ont donc uniquement été effectués sur les échantillons du DEMAR. Nous avons réalisé un essai sur une bande de section $13,6 \pm 0,2 \text{ mm}^2$ et de longueur

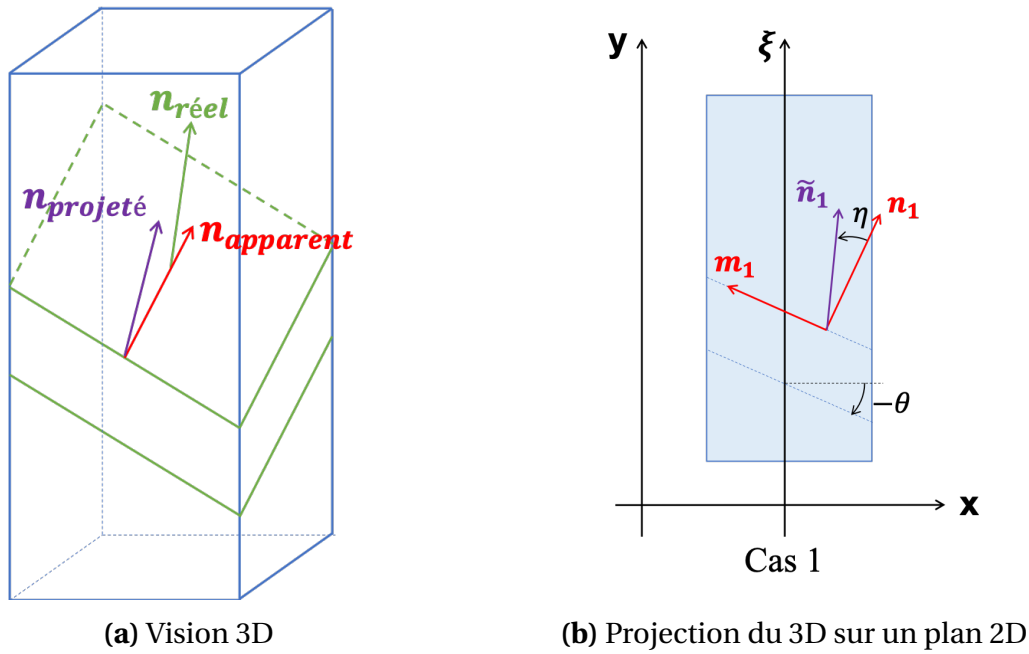


FIGURE 2.36 • Illustration de la perte d'information entre les visions 2D et 3D

entre mors 25 ± 2 mm. L'échantillon a subi un chargement de traction/décharge incrémentale quasi-statique ($3 \mu\text{m/s}$) suivant l'axe y et nous considérons plusieurs états de déformation à température ambiante ($21,4^\circ\text{C}$). Les deux faces de l'éprouvette ont été peintes. D'un côté, un mouchetis pour corrélation d'images a été réalisé. L'autre face a été recouverte d'une peinture haute température, adaptée pour l'imagerie infra-rouge, nous y reviendrons dans la section suivante. Les deux méthodes de régularisation ont été testées afin de choisir la plus adaptée pour les alliages étudiés.

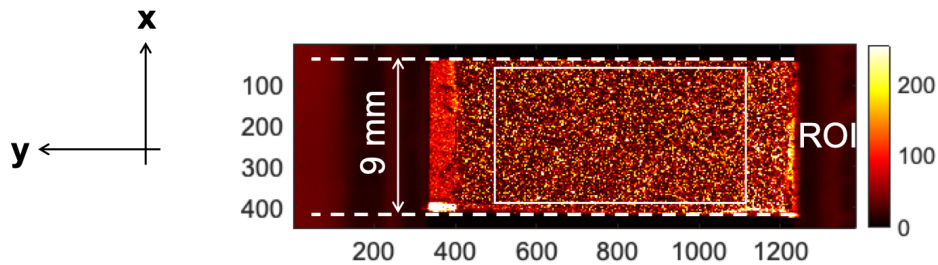


FIGURE 2.37 • Image de référence utilisée pour la CIN, l'échelle correspond à la plage des niveaux de gris

Les essais ont été réalisés sur une machine de traction hydraulique MTS possédant une cellule d'effort de 100 kN. La figure 2.37 présente l'image de référence, le repère et la ROI définis pour la CIN. La taille de maille utilisée est de 11 px. La régularisation mécanique est initialisée à 400 px puis relaxée jusqu'à 50 px. La fréquence d'acquisition des images est de 1 Hz.

Étude des résidus

L'étude des résidus de corrélation nous renseigne sur la qualité du calcul. À une bonne corrélation correspond un champ de résidus homogène et de norme faible. Une mauvaise corrélation peut indiquer des problèmes optiques (variation de la brillance, des niveaux de gris), des hypothèses fortes (champ de déplacement homogène, continu), ou encore des problèmes numériques. Leur étude préalable est donc indispensable afin de s'assurer des résultats obtenus.

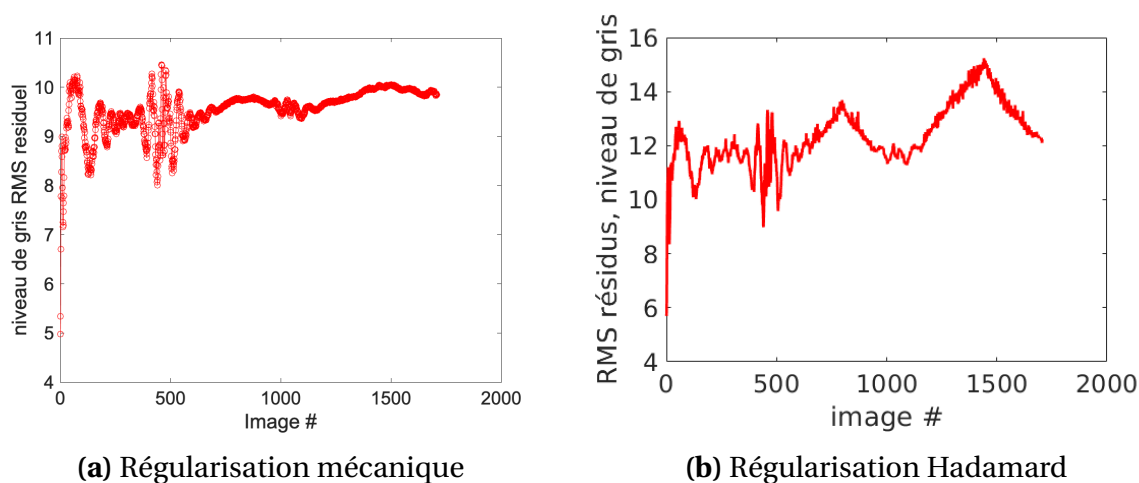


FIGURE 2.38 • Comparaison des résidus RMS de corrélation d'images

Comme l'illustre la figure 2.38, la régularisation mécanique conduit à un résidu, au sens de la norme RMS, plus faible que la régularisation de Hadamard, suggérant une meilleure corrélation. Dans les deux cas, la norme du résidu reste faible au fil des images. L'étude des champs de résidus (figure 2.39) nous permet de conclure sur le bon comportement des corrélations.

Dans les deux cas, les champs sont relativement homogènes. On trouve une bande plus rouge que le reste au bas de l'image qui est simplement due à un reflet de lumière. Néanmoins, si on s'intéresse de manière plus approfondie aux deux champs, on remarque que le champ de résidus est plus hétérogène avec la méthode de Hadamard. Il est important de noter que le code avec régularisation Hadamard ne dispose pas de correction de brillance contraste ce qui joue sur la convergence du code et peut expliquer en partie ces hétérogénéités.

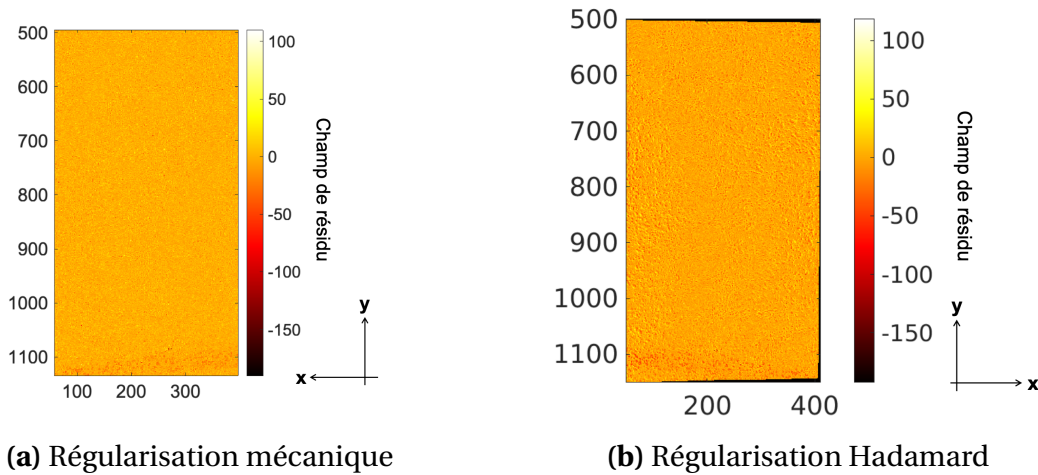


FIGURE 2.39 • Comparaison des résidus de corrélation d'images pour l'image 799

Comportement macroscopique

La courbe de traction est présentée à la figure 2.40. Les contraintes sont définies selon la définition rationnelle et les déformations ont été calculées par corrélation d'images avec régularisation mécanique. La courbe obtenue section 3.1.2 a été reportée en rouge sur le graphe.

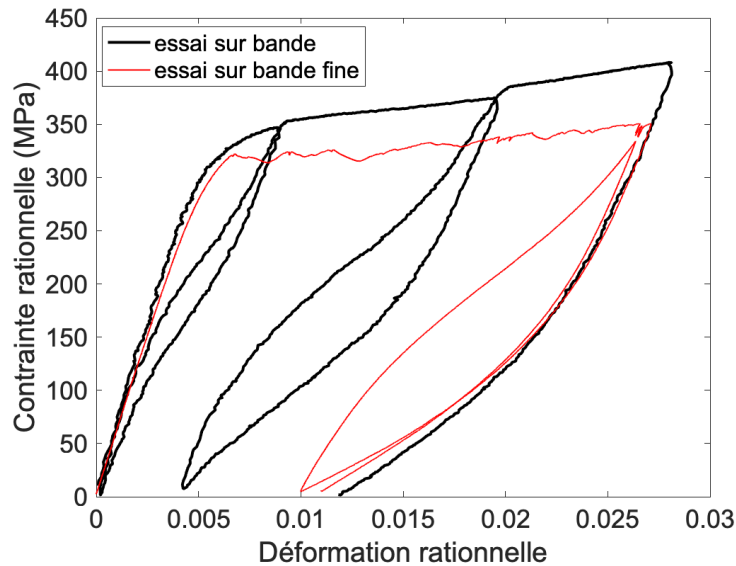


FIGURE 2.40 • Courbe de traction avec la déformation axiale ε_{yy} obtenue par corrélation d'images - en noir

Les résultats sont proches. Les modules d'Young sont les mêmes, la contrainte seuil est proche, et la forme des cycles et le retour pseudo-élastique sont très comparables. L'évolution de la contrainte après le seuil diffère cependant : le comportement mécanique de l'éprouvette précédente présente des oscillations et une forme de plateau que l'on ne retrouve pas dans

le nouvel essai. Ces différences peuvent s'expliquer par l'écart des sections. Le premier essai est un essai de traction 1D sur un fil laminé de $1,7 \text{ mm}^2$ de section tandis que l'essai actuel est effectué sur une plaque laminée de $13,7 \text{ mm}^2$. Dans le premier cas, nous avons donc un matériau plutôt multicristallin que polycristallin. Il est sensible aux orientations locales des grains. Le deuxième essai sollicite un volume et donc un nombre de grains beaucoup plus élevé. Le caractère discret des mécanismes de transformation de phase, maclage ou plasticité se trouve donc lissé. L'éprouvette étant plus massive, la diffusion de la chaleur est par ailleurs plus difficile, ce qui peut conduire à une augmentation des contraintes d'activation par effet de couplage thermomécanique. L'analyse thermique qui suit permettra entre autres de tester cette hypothèse.

Remarque : La mesure de champ permet l'obtention de la déformation transversale. Le rapport de la déformation transversale ε_{xx} moyenne sur la déformation longitudinale ε_{yy} moyenne donne accès au coefficient de Poisson dans le domaine élastique. On évalue $\nu = 0,36$.

Comparaison des champs de déformation

Les champs de déformation obtenus par les deux méthodes de corrélation d'images sont présentés figures 2.41 et 2.42.

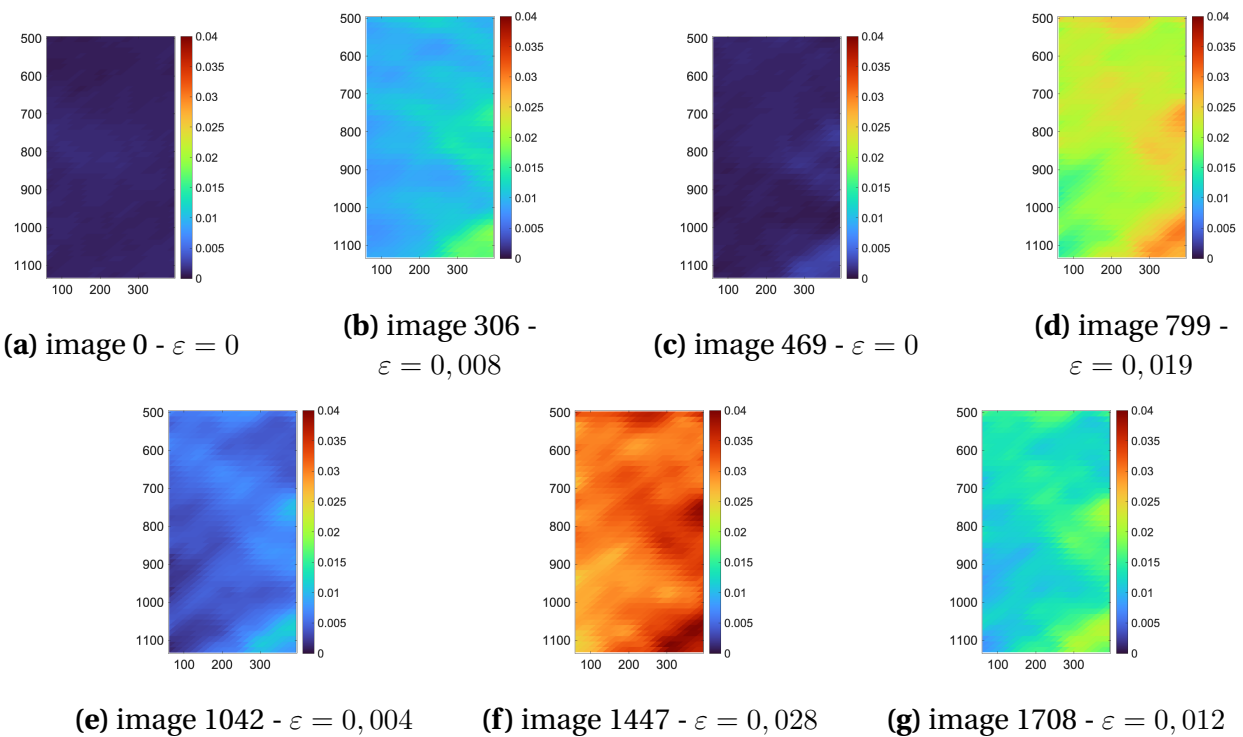


FIGURE 2.41 • Champ de déformation ε_{yy} calculé par corrélation d'images avec régularisation mécanique et correction de brillance-contraste, ε correspond à la déformation moyenne sur l'image i

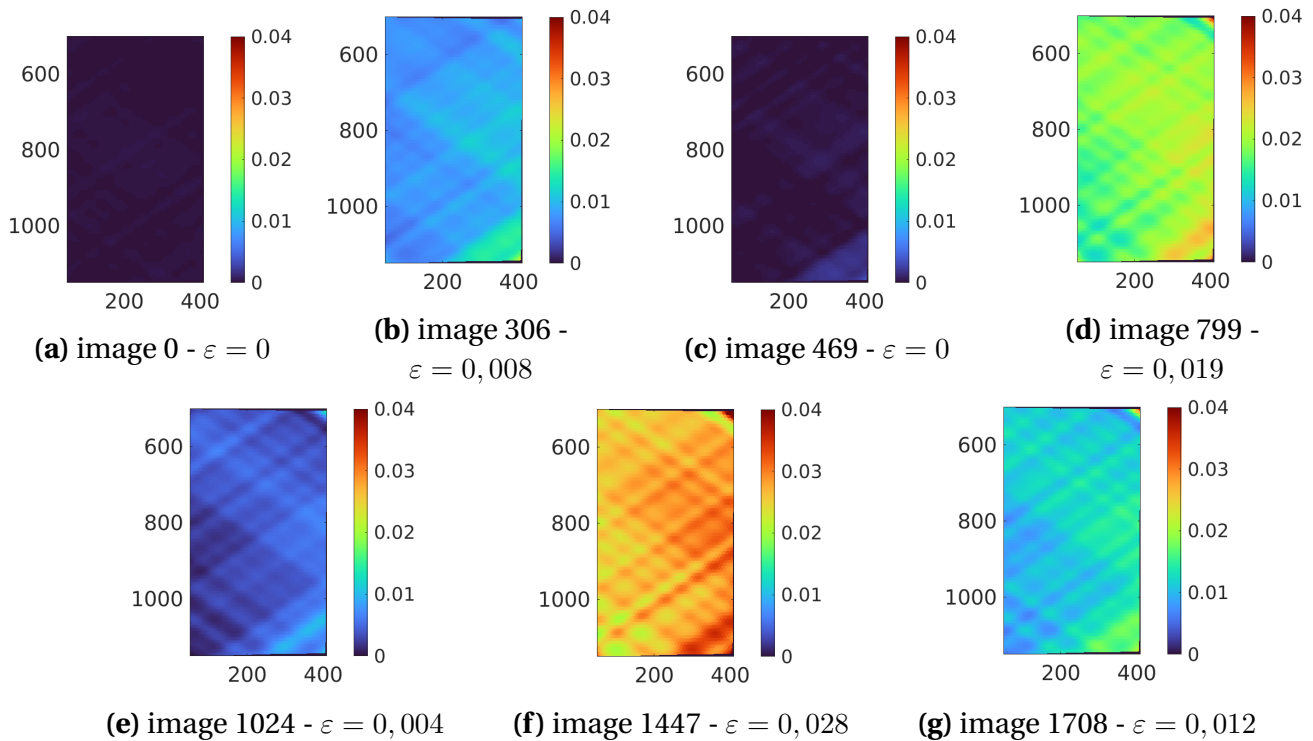


FIGURE 2.42 • Champ de déformation ε_{yy} calculé par corrélation d'images avec régularisation de Hadamard, ε correspond à la déformation moyenne sur l'image i

Les niveaux moyens sont naturellement cohérents, mais la régularisation de Hadamard conduit à une bien meilleure définition des bandes de localisation qu'on distingue parfois à peine quand on utilise la régularisation mécanique.

Les premières bandes de localisation apparaissent dès le changement de pente visible à la figure 2.40. D'après les études menées jusqu'ici, ces bandes sont la transcription de l'activation du changement de phase au sein du matériau. Les premières localisations visibles sur les images 2.41b et 2.42b ne se résorbent pas totalement à la décharge puisqu'elles restent visibles sur les images 2.41c et 2.42c à déformation moyenne nulle. Les images illustrent bien le caractère partiellement réversible des transformations de phase et expliquent pourquoi, à la charge suivante, les premières localisations se développent toujours au même endroit. Ensuite, au fur et à mesure du chargement, les bandes vont se propager jusqu'à tendre vers un champ de déformation homogène. Les premières zones de localisation restent néanmoins celles de plus forte déformation. L'essai ayant été arrêté avant la plasticité macroscopique, il n'est pas possible de savoir si les différences finissent par être gommées ou non.

3.3.3 Conclusion

Les résultats obtenus lors des essais précédents ont été retrouvés en grande partie dans cette étude. Nous avons pu mettre en évidence l'importance de l'effet de volume sur la ré-

ponse du matériau. L'utilisation de la corrélation d'images pour l'obtention des champs de déformation a permis de mettre en évidence la présence de bandes de localisations au sein du matériau. Les déformations restent néanmoins relativement homogènes ne justifiant pas la nécessité de l'utilisation de la régularisation d'Hadamard pour la suite. Cependant, il faut également prendre en compte le fait que le matériau a été sollicité en quasi-statique et que pour le moment, aucune étude thermomécanique ou cinétique n'a été réalisée. Il est donc tout à fait possible, qu'à vitesse de sollicitation plus élevée, le matériau se déforme de manière plus localisée, ce qui justifierait alors l'utilisation de la régularisation d'Hadamard.

4 Étude thermique sous chargement mécanique

Jusque là, aucune étude n'a mis en évidence le couplage thermo-chimique pour les alliages de niobium-titane à taux d'oxygène élevé, l'oxygène ayant la réputation de réduire la capacité du matériau à se transformer. Comme nous l'avons vu précédemment, sous chargement thermique, le changement de phase ne s'active pas, la caractérisation du couplage thermo-chimique doit donc se faire sous chargement mécanique.

L'objectif de cette partie est de présenter les résultats de mesure de champs de température obtenus au cours de l'essai de traction/décharge incrémentale présenté dans la sous section précédente.

4.1 L'imagerie Infra-Rouge (IR)

Il existe de nombreux appareils de mesure de température, parmi lesquels les thermocouples ou les cellules infra-rouges (IR). Nous nous intéresserons ici à des mesures de champs de température nécessitant l'emploi d'une caméra infra-rouge.

Le fonctionnement des caméras IR repose sur les méthodes de thermographie infra-rouge (voir schéma 2.43). Tout corps émet et absorbe un rayonnement électromagnétique du fait de l'agitation moléculaire. Une augmentation de l'activité moléculaire induisant une élévation de la température, on est capable d'associer le rayonnement d'un corps à sa température. Cependant le rayonnement reçu par une caméra, R_p , dépend d'une part du rayonnement du corps, Φ_{emis} , pondéré par son émissivité, ε_c , comprise entre 0 et 1, et du rayonnement de l'environnement, $\Phi_{reflechi}$, qui se réfléchit sur le corps, pondéré par le complément de l'émissivité et s'écrit :

$$R_p = \varepsilon_c \cdot \Phi_{emis} + (1 - \varepsilon_c) \cdot \Phi_{reflechi} \quad (2.20)$$

Les deux rayonnements suivent la loi de Stefan-Boltzmann :

$$\Phi_{emis} = \sigma_{SB} \cdot T_c^4 \quad \text{et} \quad \Phi_{reflechi} = \sum_i \sigma_{SB} \cdot \varepsilon_{ext,i} \cdot T_{ext,i}^4 \quad (2.21)$$

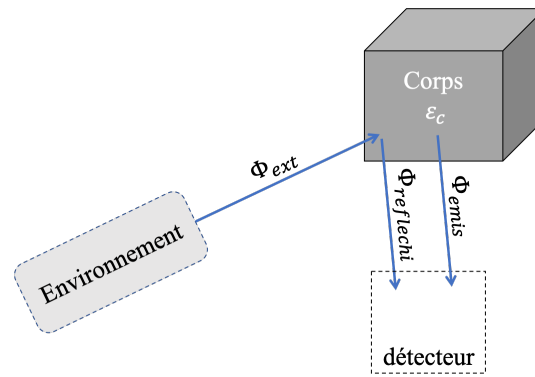


FIGURE 2.43 • Schéma explicatif du rayonnement perçu d'un corps

où σ_{SB} est la constante de Stefan-Boltzmann, T_c et $T_{ext,i}$ sont les températures du corps étudié et du corps extérieur i respectivement et $\varepsilon_{ext,i}$ l'émissivité de ce dernier.

Dans le cas d'un corps parfaitement noir (sans réflexion), ε_c vaut 1, le rayonnement reçu est donc directement le rayonnement de l'objet. L'objectif est donc par dépôt d'ajouter un revêtement se rapprochant au maximum de cette propriété.

Les caméras récentes sont dotées de détecteurs matriciels (matrice 1024x1024 dans le cas présent) associés à un circuit de lecture de type CMOS. Les détecteurs permettent de transformer le photon reçu en tension par effet photo-électrique et leur association aux lecteurs CMOS permet de grandes vitesses de balayage. Ils nécessitent néanmoins d'être refroidis à 80K tout au long de l'utilisation. Leur fonctionnement est assez simple ; durant le temps d'exposition, appelé temps d'intégration, un pixel va recevoir une quantité de photons. Ainsi, plus le temps est long, plus cette quantité est importante, le capteur photo-électrique permet de convertir l'énergie des photons reçue par le capteur en tension. Un convertisseur permet ensuite un codage de cette tension sur 14 bits, permettant de coder la température entre 0 et 16000 DL (degré numérique, Digital Level). Ainsi, le réglage du temps d'intégration permet de s'adapter à la plage de température de l'étude et de choisir la bonne gamme afin de diminuer l'erreur de mesure. Chaque capteur ayant ses caractéristiques propres, les caméras infrarouges subissent régulièrement une NUC (Non Uniformity Correction) permettant de conserver une lecture homogène au cours de l'utilisation.

Finalement, une conversion entre degré numérique et degré celsius est ensuite nécessaire. Cette conversion utilise d'une part la relation de Stefan-Boltzmann et d'autre part les caractéristiques du capteur de la caméra. Pour ce faire, on réalise une calibration a priori afin d'obtenir la loi de passage entre DL et °C à partir d'un corps noir régulé en température. Ce corps noir est imagé à différentes températures (au moins 5) ce qui permet l'identification d'une fonction de calibration non linéaire (polynôme d'ordre 4).

4.2 Réponse thermique

L'objectif va donc être de savoir s'il y a d'une part augmentation de la température lors d'un essai de traction sur le NbTi et d'autre part s'il y a corrélation entre les champs de déformation et de température. Les mesures de températures sont réalisées à partir d'une caméra IR FLIR X8501sc qui permet une mesure de champ. Les images ont été réalisées sur l'éprouvette présentée section 3.3. Les mesures par IR nécessitant un revêtement homogène imperméable aux rayons infra rouges, nous avons utilisé une peinture noire haute température possédant une émissivité proche de 1 ($\varepsilon \approx 0,96$) pour recouvrir la seconde face de l'éprouvette. Pour rappel, la première a été recouverte d'un mouchetis permettant un suivi par CIN des déformations.

La figure 2.44 présente la ROI définie sur le logiciel de la caméra infra-rouge ainsi que la direction de traction. Le mors le plus chaud est le mors mobile, mors du bas dans le cas présent.

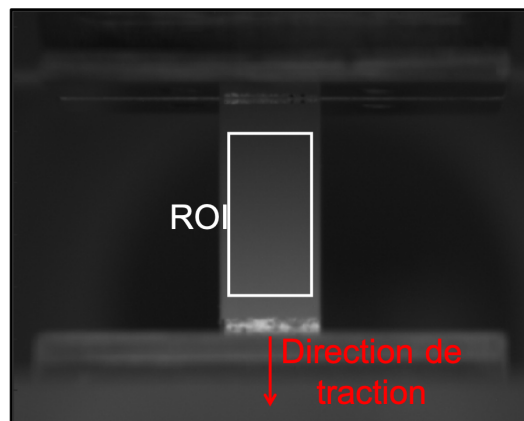


FIGURE 2.44 • Définition de la zone d'étude du logiciel

Les températures ont été extraites du logiciel d'acquisition de la caméra puis converties en degrés à partir du polynôme de calibration déterminé avant l'essai. Les valeurs des contraintes sont issues de l'essai détaillé en section 3.3.

Comme le montre la figure 2.45, la courbe de température présente deux types de variations de températures; des variations de petite longueur d'onde et de grandes longueurs d'onde. Celles de plus faible longueur d'onde sont indépendantes du chargement et paraissent aléatoires. Elles sont dues au fait que l'essai a été réalisé dans une halle avec des aérations générant des flux d'air. Les variations de grandes longueurs d'ondes évoluent quant à elles avec le chargement. La figure 2.46 présente l'évolution de la température avec la contrainte appliquée. À la charge, le matériau montre un échauffement. Ces élévations restent faibles, allant de quelques dizaines de millidegrés au degré, mais sont trop élevées pour être associées aux échauffements élastiques (thermoélasticité) et plastiques qui tournent généralement autour de quelques millidegrés. De plus, dès lors que l'on décharge, le matériau montre une chute de température, phénomène ne pouvant être lié à l'élasto-plasticité. Ces variations de tem-

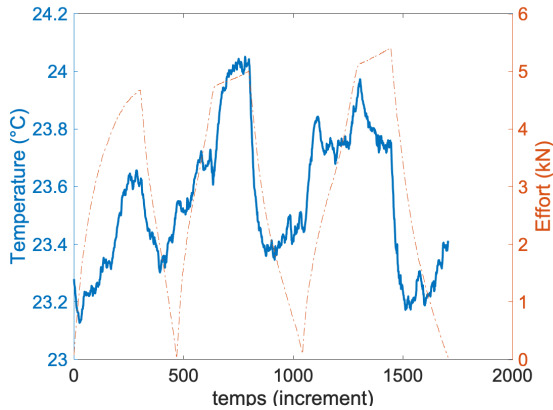


FIGURE 2.45 • Évolution de la température moyenne sur la ROI en fonction du temps et mise en parallèle avec l'évolution de l'effort au cours du temps

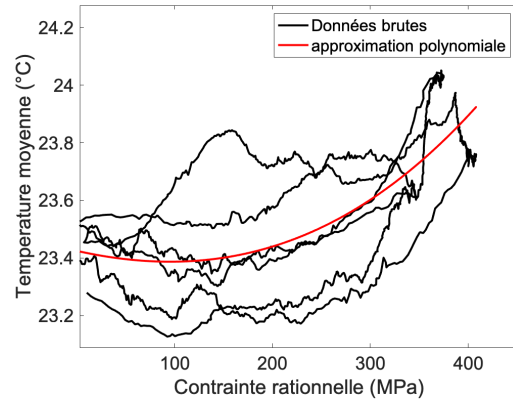


FIGURE 2.46 • Évolution de la température en fonction de la contrainte appliquée

pératures sont donc dues aux changements de phase avec une émission de chaleur pour la transformation austénite vers martensite puis une absorption de chaleur lors de la transformation inverse.

4.3 Optimisation de l'étude thermique

L'étude du champ de déformation a montré la présence de quelques bandes de localisations. Nous souhaitons maintenant corréler le champ de température avec le champ de déformation. Lors de l'essai, les deux caméras, visible et IR, ont été synchronisées de sorte à ce que chaque image visible possède son double infra-rouge.

On a donc pris comme hypothèse que l'éprouvette est suffisamment fine ($e = 1,5 \text{ mm}$) pour considérer les déplacements identiques sur les deux faces. Ainsi, connaissant le champ de déplacement, on peut travailler directement sur les images IR.

Notons $f_0(\mathbf{x})$ l'image de référence, $g(\mathbf{x})$ l'image déformée. D'après l'hypothèse précédente, l'image corrigée des déplacements est donc $g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}))$ avec $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ le déplacement obtenu par CIN. Ainsi, on obtient :

$$g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) - f_0(\mathbf{x}) = \eta_{DIC} + \eta_{IR} \quad (2.22)$$

η_{DIC} et η_{IR} correspondent respectivement aux résidus de corrélation (mécanique) et aux résidus thermiques (variation du niveau de gris d'origine thermique).

Ainsi, en supposant le résidu de corrélation négligeable, la différence des deux images correspond directement au résidu thermique. Or, en imagerie IR, la variation des niveaux de gris

est directement liée à la température. Le résidu entre $g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}))$ et $f_0(\mathbf{x})$ correspond donc directement à la différence de température entre les deux images. Ainsi la température en \mathbf{x} est obtenue par :

$$T(\mathbf{x}) = \Delta T(\mathbf{x}) + f_0(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \quad (2.23)$$

Cela revient finalement à effectuer une corrélation d'images sur les images IR en initialisant les déplacements avec ceux obtenus par DIC et en n'autorisant aucune itération. Le schéma, figure 2.47, résume les étapes présentées ci-dessus.

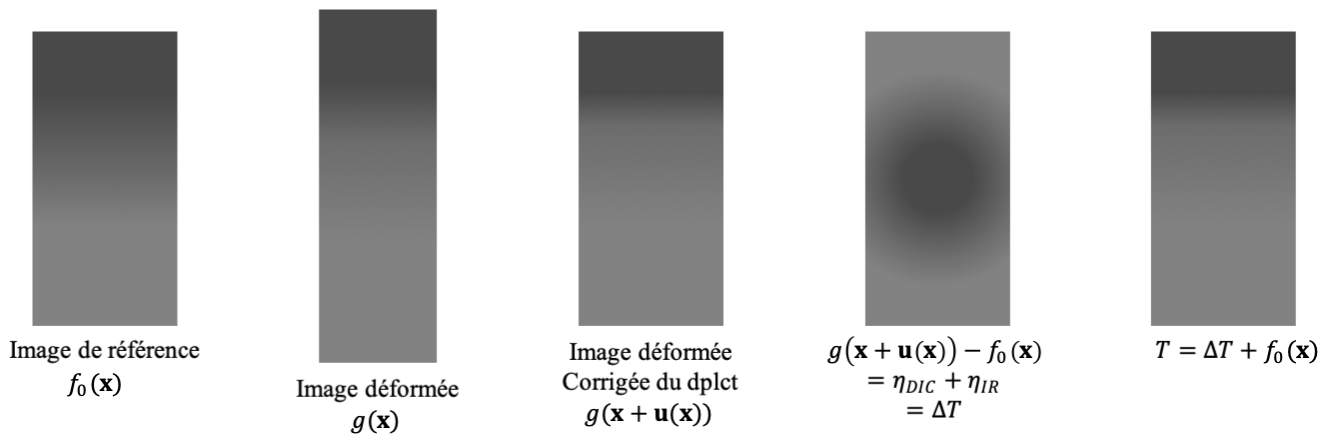


FIGURE 2.47 • Schéma explicatif de la méthode de corrélation du champ de température

Cette méthode a été appliquée à la série d'images de l'essai. Les champs de température ont ensuite été moyennés sur la ROI définie pour la CIN (figure 2.37) et comparés aux résultats directement issus du logiciel de caméra infra-rouge. Ils sont présentés à la figure 2.50.

La zone d'étude sur logiciel a été placée en cohérence avec la région d'intérêt de la corrélation d'images. Néanmoins il est important de noter que le logiciel fournit un champ lagrangien de la température (la zone d'étude est fixe) tandis que la corrélation d'images donne accès à un champ eulérien. Cette différence de vision ne change rien dans le cas où la température de l'éprouvette est homogène. Or, il est connu que dans les machines hydrauliques, le mors mobile, du fait de la circulation de l'huile, chauffe ce qui va créer un gradient de température sur les éprouvettes.

La figure 2.48 montre le champ de température de l'image de référence $f_0(\mathbf{x})$. Sur cette image, on définit deux zones de longueur l et $l + u_{max}$ respectivement et de largeur h . u_{max} correspond au déplacement maximum mesuré par corrélation d'images. On choisit d'appliquer ce déplacement afin de maximiser l'erreur possible entre les deux visions.

La partie droite étant encastrée dans le mors fixe, on suppose que le bord droit des ROI restera fixe également. Ainsi, en moyennant la température sur les deux zones et mesurant la

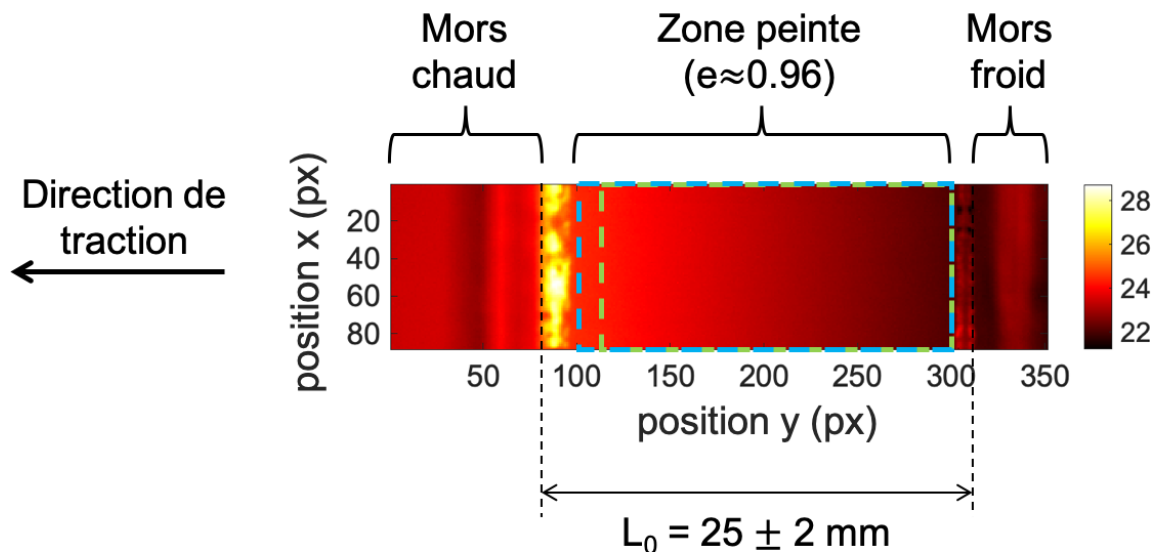


FIGURE 2.48 • Positionnement des deux régions d'intérêt

différence, on obtient l'erreur due à la différence de formulation, illustrée en la figure 2.49.

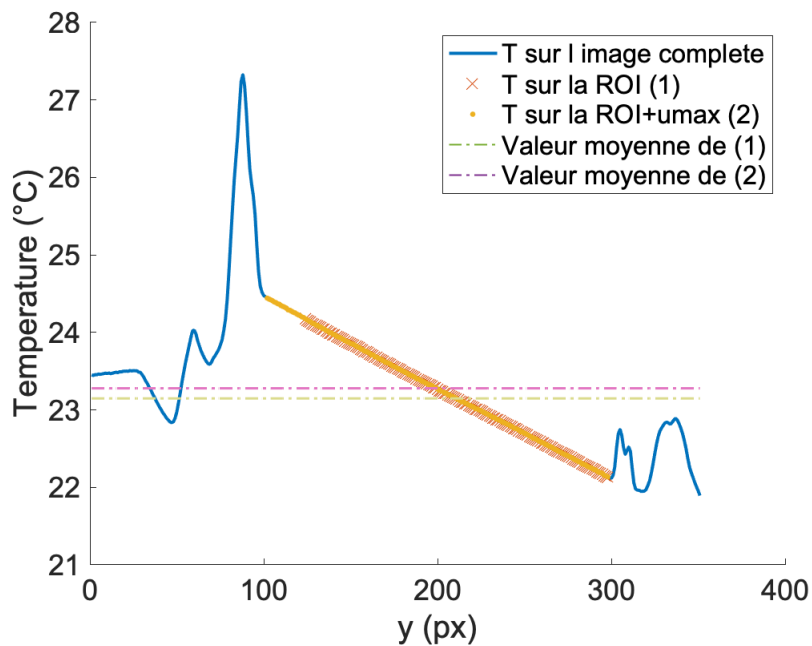


FIGURE 2.49 • Évolution de la température sur la longueur de l'éprouvette

On trouve un écart de $e = 0,13$ °C. Cet écart est non négligeable puisqu'il est de l'ordre de grandeur des variations mesurées. Une étude doit donc être réalisée au préalable afin d'estimer les écarts entre ces deux formulations.

On note ROI_{DIC} la région d'intérêt associée à la corrélation d'images et ROI_{log} celle associée au logiciel caméra, on a alors :

$$ROI_{DIC} = ROI_{log} + d \quad (2.24)$$

où d représente le déplacement du bord gauche de la ROI.

Si on note T la moyenne de la température sur ROI_{DIC} , alors :

$$T = T(ROI_{DIC}) = T(ROI_{log} + d) \quad (2.25)$$

Ainsi, en supposant le gradient de température linéaire, on peut linéariser l'équation ci-dessus :

$$T = T(ROI_{DIC}) = T(ROI_{log}) + T(d) \quad (2.26)$$

Autrement dit, l'erreur entre les visions eulérienne et lagrangienne vérifie la relation suivante :

$$e = T(ROI_{DIC}) - T(ROI_{log}) = T(d) \quad (2.27)$$

On peut donc finalement conclure que, dans le cadre linéaire, cette erreur est directement proportionnelle au déplacement de l'éprouvette :

$$e \propto d \quad (2.28)$$

Finalement, la différence entre les deux visions ne doit pas excéder $e = 0,13$ °C et doit évoluer relativement linéairement avec le déplacement. La présence des sources de chaleur remet en cause les hypothèses de linéarité faites au-dessus. Néanmoins les élévations restant faibles et les champs de déformations présentant peu de localisation, on ne devrait pas être trop éloigné de ce cadre. L'évolution de la température en fonction du temps pour les deux visions a été tracée à la figure 2.50.

Les résultats obtenus montrent bien une cohérence entre les deux visions, on retrouve les mêmes variations ce qui valide dans un premier temps la méthode d'obtention du champ de température par la méthode présentée précédemment. Les températures obtenues par corrélation sont plus élevées que celles obtenues par le logiciel de la caméra. C'est un résultat attendu puisque la zone la plus chaude (celle encadrée dans le mors mobile) va peu à peu s'éloigner de la zone d'étude définie sur le logiciel.

Les figures 2.51 et 2.52 montrent une évolution spatio-temporelle de la température le long de la ligne moyenne (axe vertical) en fonction du temps (numéro d'image, axe horizontal, fréquence d'acquisition de 1Hz). Elles permettent d'avoir une vision globale du champ de température. Les données brutes sont tracées à gauche, illustrant le gradient de température engendré par l'échauffement du mors mobile. Les variations de température étant faibles, ce gradient cache une grande partie des informations et notamment celles liées à la localisation des sources de températures. Une seconde carte est donc présentée à droite après correction de ce gradient. Le régime transitoire étant passé, la température du mors est constante,

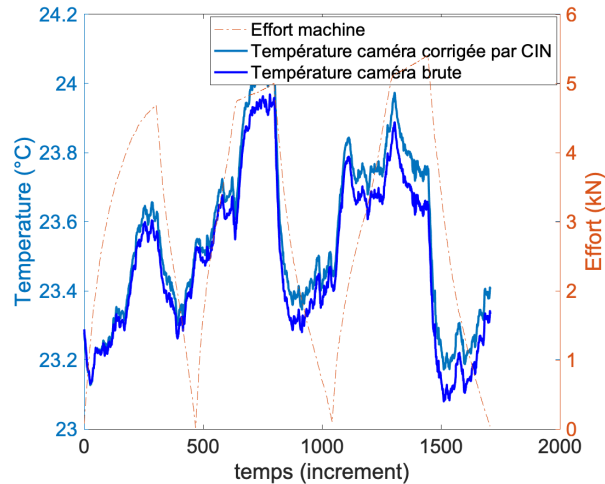


FIGURE 2.50 • Comparaison entre les résultats issus de la corrélation des images infra-rouges et de ceux directement issus du logiciel de la caméra

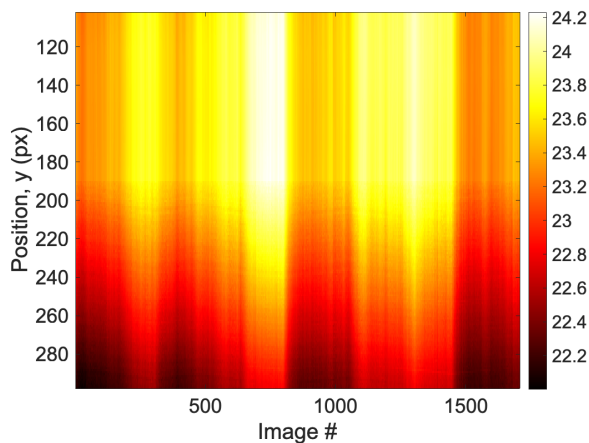


FIGURE 2.51 • Carte spatio-temporelle de l'évolution de la température dans la longueur de l'éprouvette

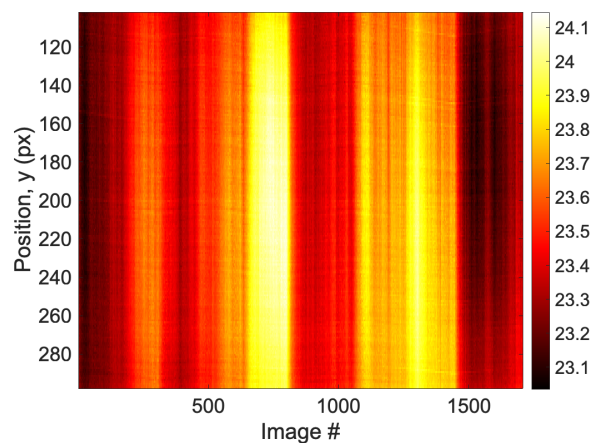


FIGURE 2.52 • Carte spatio-temporelle de l'évolution de la température dans la longueur de l'éprouvette avec correction du gradient dû à l'échauffement du mors

par conséquent le gradient qu'il engendre l'est aussi. Cette seconde carte nous permet de conclure que la température est relativement homogène sur l'ensemble de l'éprouvette et ne présente pas de localisation forte. Plusieurs raisons peuvent l'expliquer. La première est que la variation de température entre deux images est faible (de l'ordre de $0,1^{\circ}\text{C}$). Elles sont par conséquent difficiles à mesurer. De plus, nous ne disposons que d'un seul objectif permettant d'observer une zone large (entre 30 et 50 cm). Nos éprouvettes étant petites par rapport à ces dimensions, la résolution spatiale de la caméra est réduite à une surface de $0,2 \times 0,2 \text{ mm}^2$. Enfin, ces résultats suggèrent également que le matériau possède une grande conductivité thermique permettant une évacuation rapide de la chaleur.

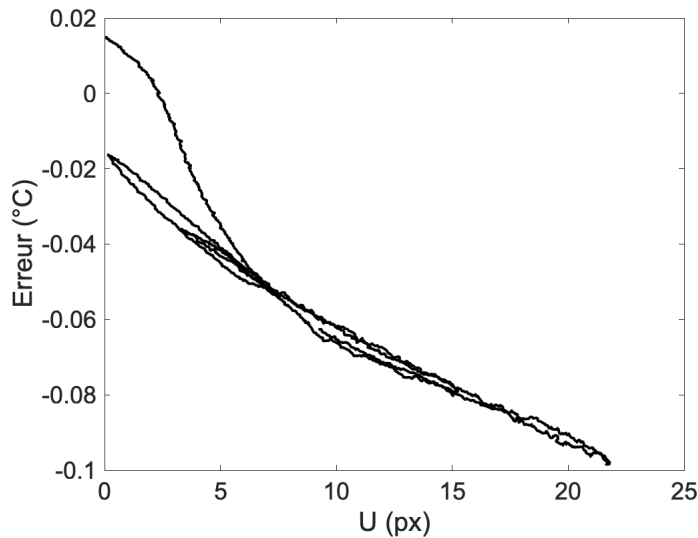


FIGURE 2.53 • Évolution de l'écart entre vision lagrangienne et eulérienne en fonction du déplacement

La température variant peu relativement au gradient, on retrouve le résultat prédit précédemment, on observe, figure 2.53, que l'erreur entre la vision eulérienne et lagrangienne est proportionnelle au déplacement vu par l'éprouvette. Le déplacement U est calculé par CIN à partir de la différence entre le déplacement moyen du bord gauche de la ROI et celui sur le bord droit. La proportionnalité entre l'erreur et le déplacement n'est pas totalement vérifiée, cela est simplement dû au fait que le gradient de température n'est pas complètement linéaire du fait des changements de phase. De plus, l'erreur obtenue n'excède pas les 0,13 °C estimés précédemment validant la méthode utilisée pour calculer les champs de température.

4.4 Conclusion

Cet essai nous a permis de mettre en avant la capacité du matériau à émettre et absorber de la chaleur sous chargement mécanique.

Bien qu'ayant présenté un comportement avec localisation des déformations (figure 2.54), ces dernières ne sont pas retrouvées sur le champ thermique (figure 2.55) suggérant un couple enthalpie de changement de phase / fraction de phase produite faible et une forte capacité à diffuser la chaleur.

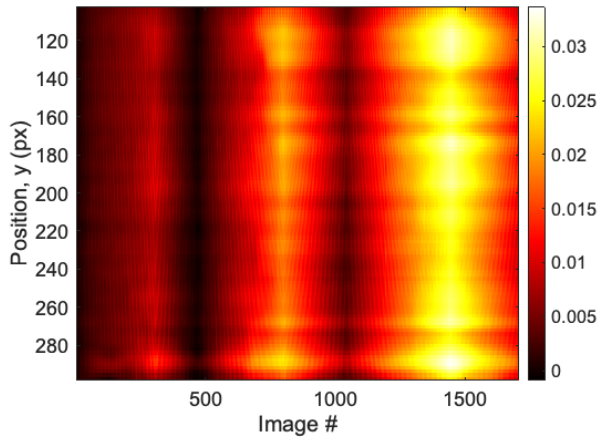


FIGURE 2.54 • Carte spatio-temporelle de l'évolution de la déformation axiale dans la longueur de l'éprouvette

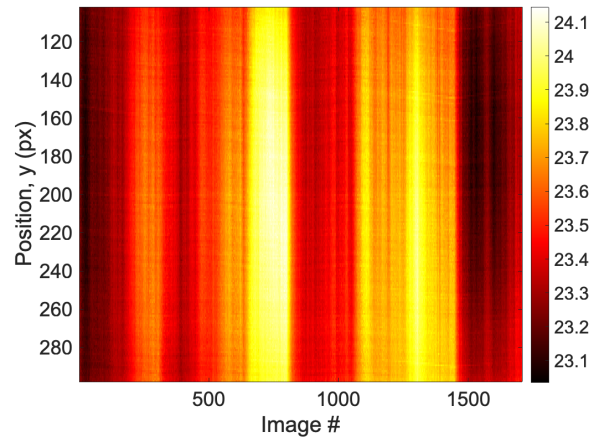


FIGURE 2.55 • Carte spatio-temporelle de l'évolution de la température dans la longueur de l'éprouvette avec correction du gradient dû à l'échauffement du mors

5 Évolution de la fraction de macles sous chargement mécanique

Jusqu'à présent, nous avons mis en évidence que sous chargement mécanique, les alliages de niobium-titane sont sujets aux phénomènes de changements de phase, entraînant une modification de leur température, et au maclage. Néanmoins, aucune cinétique des phénomènes n'a pour le moment été établie alors même que de nombreux exemples dans la littérature [DE COOMAN et al., 2018](#), [RENARD et JACQUES, 2012](#), montrent que les mécanismes de maclage saturent à une fraction donnée et que cette évolution serait fortement liée au taux d'écoulement. Ces saturations sont souvent liées à la densité de dislocations et à leur mobilité dans le matériau.

L'objectif va donc être de concevoir une éprouvette capable de développer un gradient de déformation naturel suffisant pour obtenir un premier lien entre déformation et microstructure.

5.1 Dimensionnement de l'éprouvette sablier

Pour concevoir l'essai, une géométrie 2D a été modélisée dans Abaqus (cf figure 2.56). Le comportement élasto-plastique du matériau a été estimé à partir des données du 26at%Nb-Ti présentées section 3.3 (figure 2.57). Ce comportement est complété avec un critère de von Mises pour la prédiction de l'élastoplasticité multiaxiale. L'objectif est d'avoir une géométrie qui garantit la localisation au centre de l'éprouvette tout en assurant l'uniaxialité de la contrainte sur la plus grande zone possible.

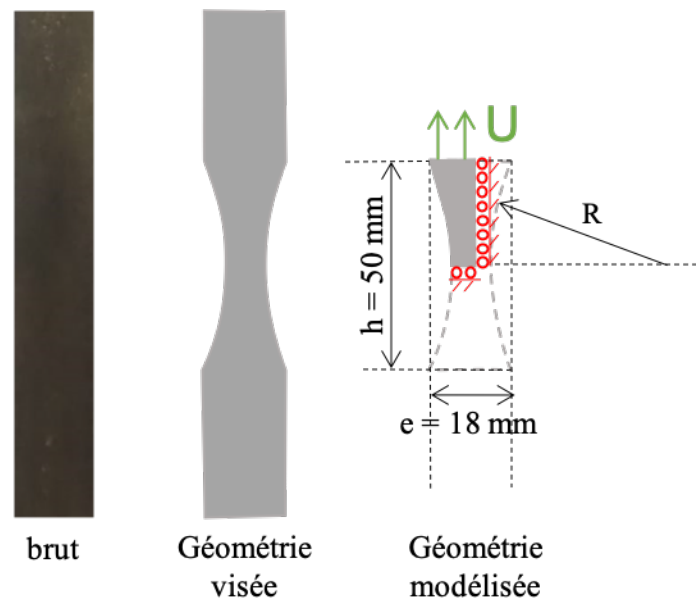


FIGURE 2.56 • Géométrie souhaitée de l'éprouvette sablier et paramètres géométriques

Nous avons donc testé trois rayons de courbure différents : 75 mm, 135 mm et 150 mm permettant d'obtenir une largeur d'éprouvette au centre de 9,4 mm, 13,4 mm et 13,8 mm respectivement.

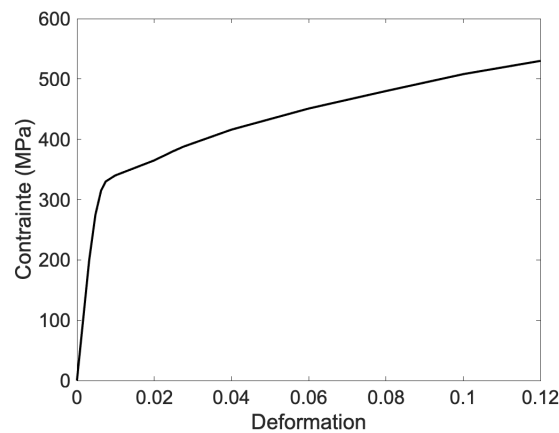


FIGURE 2.57 • Comportement implémenté dans Abaqus

L'étude du taux de triaxialité donne une indication sur la répartition des contraintes dans l'éprouvette. Pour rappel, il est obtenu par la formule suivante :

$$\eta_{triax} = \frac{\frac{1}{3}tr(\underline{\underline{\sigma}})}{\sigma_{VM}} \quad (2.29)$$

On se basera donc sur ce critère pour choisir la géométrie de l'éprouvette, sachant que l'on souhaite solliciter le matériau en traction simple.

Nous avons donc comparé le taux de triaxialité moyen dans l'éprouvette en fonction du déplacement imposé (figure 2.58) et étudié sa répartition spatiale (figure 2.59).

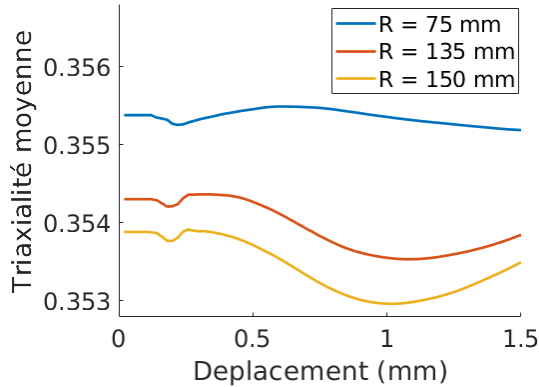


FIGURE 2.58 • Évolution du taux de triaxialité dans l'éprouvette en fonction du déplacement imposé

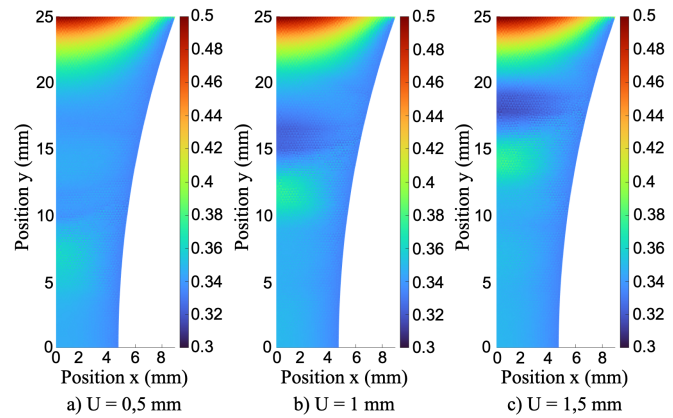


FIGURE 2.59 • Carte spatiale du taux de triaxialité dans l'éprouvette pour différentes valeurs de déplacement pour R = 75 mm

Le taux de triaxialité moyen varie peu d'une éprouvette à l'autre, il est supérieur à 0,33 indiquant la présence de contraintes en dehors de la direction du chargement mais reste proche (écart $\leq 8\%$). L'étude spatiale nous indique que ce taux est constant et proche du taux moyen sur une hauteur d'environ 10 mm (2*5 mm).

Finalement, la géométrie possédant le taux de triaxialité le plus faible est naturellement celle pour le rayon le plus élevé (R = 150 mm). Néanmoins, la géométrie de rayon R = 75 mm a été choisie puisqu'elle offre un taux pratiquement constant sur la gamme de déplacement prévue. De plus, c'est la géométrie qui offre l'étendue de déformation la plus importante.

Les figures 2.60 et 2.61 présentent le comportement macroscopique et le gradient de déformation prédits par Abaqus pour un déplacement imposé maximum de 1,5 mm.

5.2 Comportement thermo-mécanique macroscopique

Les deux faces de l'éprouvette ont été recouvertes, l'une d'un mouchetis et l'autre de peinture noire haute température pour un suivi par corrélation d'images et caméra infra-rouge respectivement. L'éprouvette a ensuite été montée dans une machine de traction hydraulique de capacité 100 kN. L'éprouvette a alors subi un chargement en traction monotone à 5 $\mu\text{m/s}$ à température ambiante (21,8°C).

La figure 2.62 montre la ROI définie pour la CIN cinématique et thermique ainsi que le maillage utilisé et les quatres lignes d'intérêt. La taille du maillage utilisé est de 11 px, la lon-

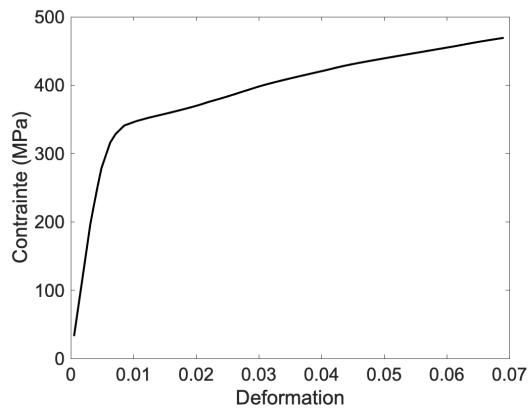


FIGURE 2.60 • Comportement en traction attendu pour la géométrie choisie

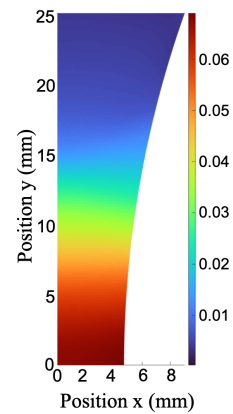


FIGURE 2.61 • Gradient de déformation attendu pour $U = 1,5$ mm

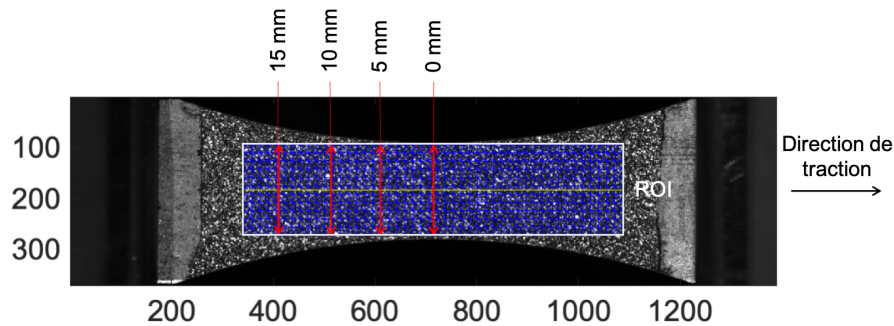


FIGURE 2.62 • Définition de la ROI

gueur de régularisation est initialisée à 400 px et réduite itérativement jusqu'à 50 px. La fréquence d'acquisition des images est de 1 Hz.

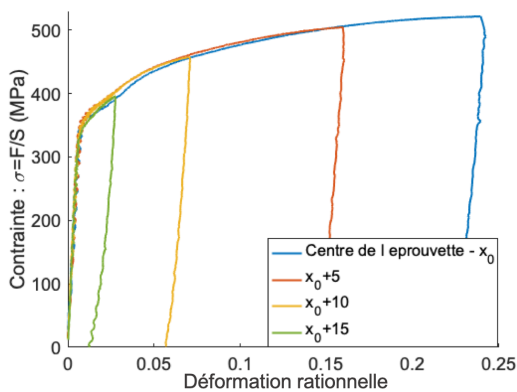


FIGURE 2.63 • Courbe de traction obtenue à partir de l'étude par CIN et les données de la cellule d'effort

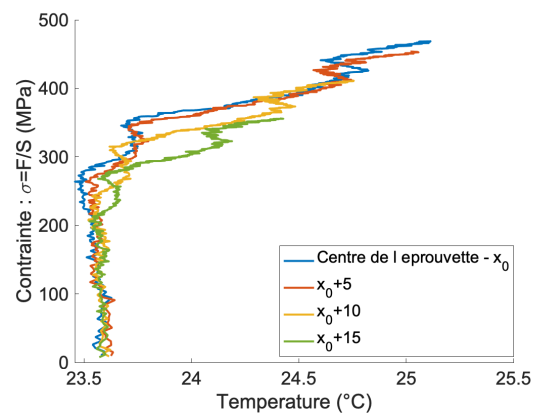


FIGURE 2.64 • Évolution de la contrainte en fonction de la température

5. Évolution de la fraction de macles sous chargement mécanique

La figure 2.63 présente le comportement mécanique pour les quatre points de l'éprouvette définis précédemment : le premier au centre puis à 5, 10 et 15 mm de celui-ci. Les déformations ont été moyennées sur la largeur de la ROI (définie à la figure 2.62). En parallèle l'évolution de la température en fonction de la contrainte est tracée pour ces quatre mêmes points. Les déformations ont été obtenues par corrélation d'images. Les contraintes ont été obtenues à partir des données de la cellule d'effort et de la section de l'éprouvette au point i . Les cartes spatio-temporelles des champs de températures et déformations sont données figures 2.65 et 2.66.

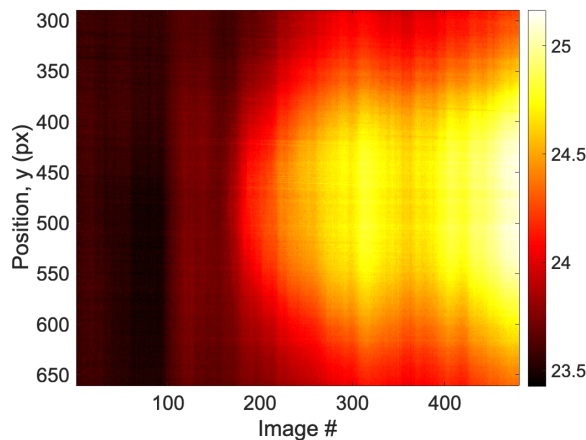


FIGURE 2.65 • Carte spatio-temporelle de l'évolution de la température le long de la ligne moyenne (en jaune sur la figure 2.62) avec correction du gradient dû à l'échauffement du mors

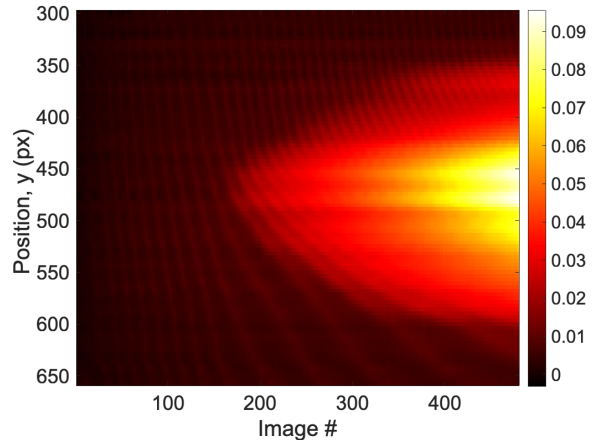


FIGURE 2.66 • Carte spatio-temporelle de l'évolution de la déformation (ϵ_{yy}) le long de la ligne moyenne (en jaune sur la figure 2.62)

La vitesse de traction choisie permet un taux de déformation moyen de $\dot{\epsilon} = 1,0 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$, pour une étendue allant de $2 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ au centre à $0,1 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ en fin de congé. Ces valeurs sont relativement proches de celle utilisée lors de l'étude 2D (section 3.3), les effets de vitesse seront probablement négligeables et les différences observées principalement dues à la géométrie.

Le comportement retrouvé au centre de l'éprouvette correspond bien à celui prédit par la simulation Abaqus. On retrouve le plateau entre 0,5% et 2% de déformation. Il tend néanmoins à disparaître au fur et à mesure que l'on s'éloigne du centre. La contrainte seuil à partir de laquelle la température augmente reste constante dans l'éprouvette, mettant en lumière un effet négligeable de l'élévation de température sur la transformation martensitique. Les cartes spatio-temporelles 2.65 et 2.66 montrent bien une corrélation du champ de température avec celui de déformation. Le premier est néanmoins bien plus diffus que le second confirmant la capacité du matériau à diffuser rapidement la chaleur.

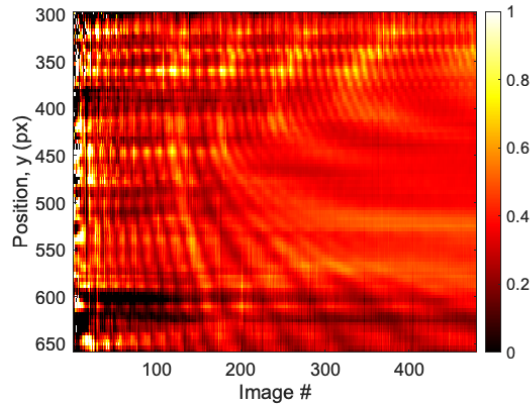


FIGURE 2.67 • Carte spatio-temporelle de l'évolution du rapport des déformations ($\varepsilon_{xx}/\varepsilon_{yy}$) le long de la ligne moyenne (en jaune sur la figure 2.62)

La figure 2.67 montre l'évolution spatio-temporelle du rapport entre les déformations ε_{xx} et ε_{yy} . L'axe a été borné entre 0 et 1 afin de ne pas prendre en compte les divergences du fait d'une déformation locale très petite et/ou très grande. De manière générale, les déformations ε_{yy} restent supérieures aux déformations ε_{xx} . Néanmoins, au centre de l'éprouvette, le rapport entre les deux est d'environ 37%. Les déformations ε_{xx} sont non négligeables et le taux de triaxialité potentiellement plus élevée que ce qui était attendu. Cette différence peut être due d'une part à un mauvais alignement de l'éprouvette avec l'axe de traction et d'autre part aux mécanismes de maclage et de changement de phase, mécanismes générateurs de cisaillement.

5.3 Étude de l'évolution de la fraction de macles

L'éprouvette sablier permet d'obtenir un gradient de déformation le long de l'éprouvette. Par des observations locales, il est possible d'obtenir l'évolution des macles en fonction de la déformation/contrainte à l'état chargé. Le détail de la démarche d'analyse est présenté en annexe A.

Pour ce faire, nous avons coupé l'éprouvette dans le sens de la longueur. L'éprouvette a été polie sur la tranche jusqu'à un grain 4000 puis électropolie à l'électrolyte A3 pendant 60 secondes à 35V afin d'obtenir un polissage miroir. On peut de cette manière réaliser une observation à cœur et associer un état mécanique (contrainte, déformation) à un état microstructural de manière assez précise.

L'échantillon a ensuite été introduit dans le MEB - S-3400N, Hitachi. Une série d'EBSD a été lancée sur la moitié de la longueur (de 0 à 16,85 mm du centre) en appliquant une tension de 20kV et un courant de 80/100 sur l'échelle du microscope. Un échantillon des cartes IPF est donné à la figure 2.70. Elles ont été réalisées sur une surface de $500 \times 450 \mu\text{m}^2$.

Les fractions de macles par image ont été estimées à partir du logiciel GIMP, l'analyse

5. Évolution de la fraction de macles sous chargement mécanique

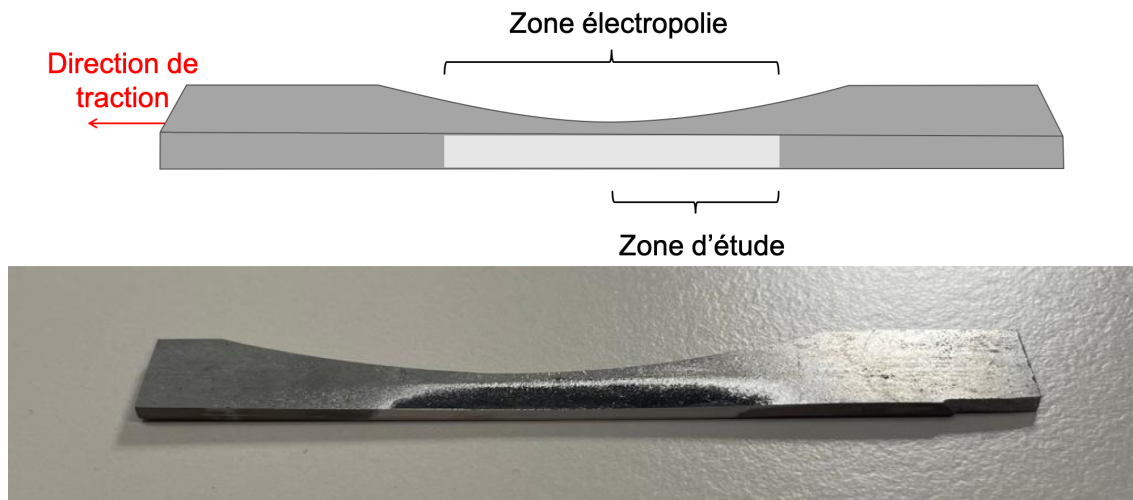


FIGURE 2.68 • Éprouvette sablier préparée pour l'étude par EBSD et schéma de la zone d'étude

est réalisée sur une quarantaine d'images réparties sur toute la longueur utile. La corrélation d'images nous donne par ailleurs une dynamique moyenne en fonction de la position eulérienne. La figure 2.69 montre l'évolution de la fraction de macles en fonction de la déformation.

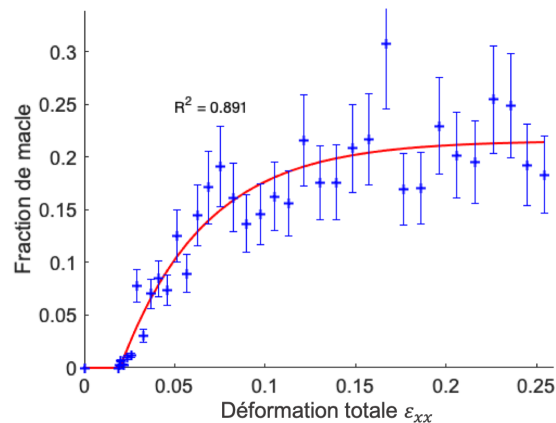


FIGURE 2.69 • Évolution de la fraction de macles en fonction de la déformation locale

L'erreur de mesure est très grande. En effet, on estime que l'erreur due uniquement à l'extraction de la fraction de macle est de l'ordre de 10%. De plus, les grains étant gros par rapport à la taille de la carte ($500 \times 450 \mu\text{m}^2$ pour des grains d'environ $130 \mu\text{m}$) la dispersion entre deux images peut être élevée. Le grand nombre d'EBSD réalisé permet néanmoins de déduire une relation empirique (en rouge sur la figure) entre la fraction de macles et la déformation.

On observe une saturation de la quantité de macles à mesure de l'augmentation de la déformation, en accord avec les résultats de DE COOMAN et al., 2018 et RENARD et JACQUES, 2012. Nous avons ensuite tracé sur la figure 2.71 l'évolution de la fraction de macles en fonction de la contrainte macroscopique locale.

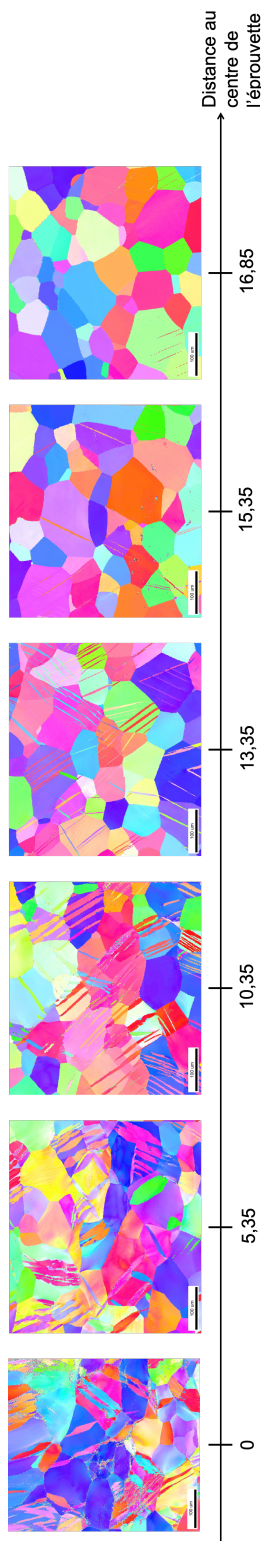


FIGURE 2.70 • Résultats IPF obtenus en différents points de l'éprouvette

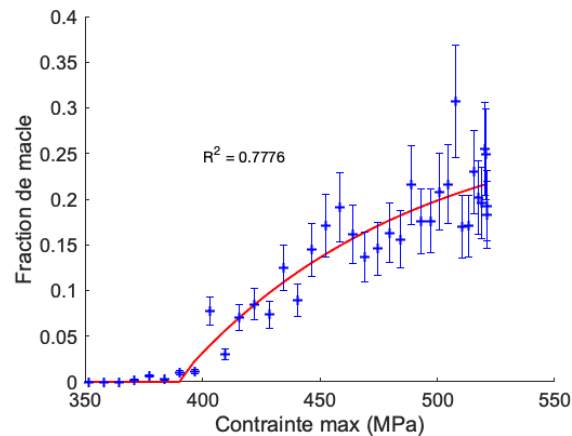


FIGURE 2.71 • Évolution de la fraction de macles en fonction de la contrainte locale

La figure ne met pas en évidence une saturation de la fraction de macles aussi franche qu'avec le tracé en déformation. On observe cependant plus clairement une forme de seuil de déclenchement en contrainte. On peut l'identifier aux alentours de 390MPa, une valeur finalement assez proche de la valeur de seuil de changement de phase (350MPa). Cela renforce l'idée d'une concomitance des deux mécanismes. À forte déformation, la fraction de macles sature. Cette saturation est souvent expliquée par l'augmentation de la densité de défauts (dislocations, débris, amas) rendant de plus en plus difficile le basculement du réseau.

Les images obtenues nous renseignent également sur l'évolution de la forme des macles. Alors qu'elles s'initient sous forme de bandes droites, ces dernières grossissent et tendent vers une forme oblongue à mesure que la déformation augmente. Leur forme devient finalement de plus en plus chaotique suggérant l'influence d'autres mécanismes comme des bandes de glissement plastique. L'hétérogénéité domine cependant : la quantité de macles par grain est très variable; une analyse du facteur de Schmid n'aboutit à aucune conclusion a priori rationnelle. Ceci met en évidence notre méconnaissance des contraintes locales en jeu dès que les mécanismes de maclage et de transformation de phase sont activés.

5. Évolution de la fraction de macles sous chargement mécanique

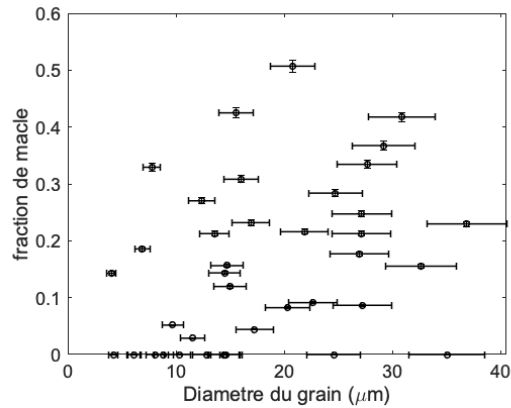


FIGURE 2.72 • Évolution de la fraction surfacique de macles en fonction de la taille du grain - déformation $\varepsilon = 7\%$

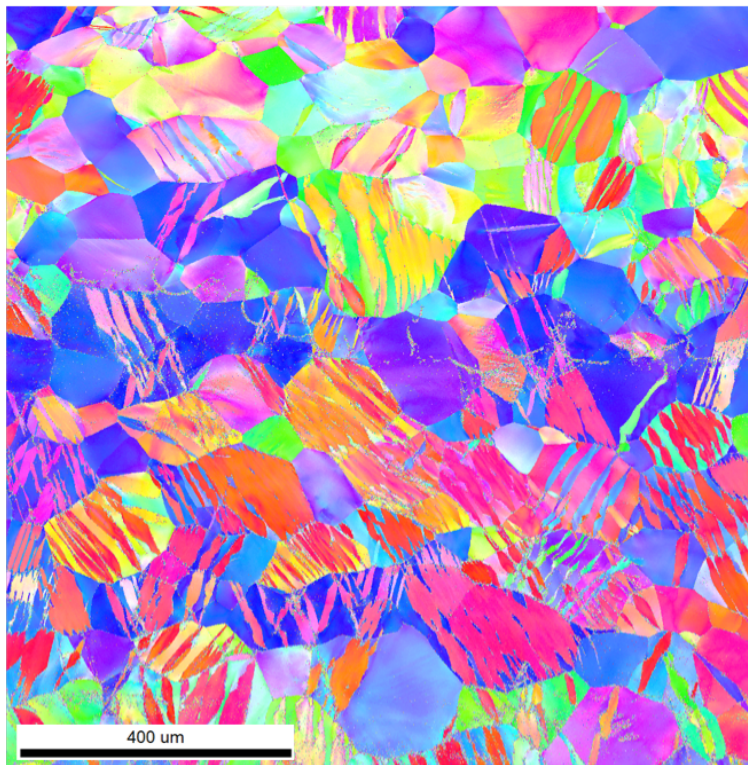


FIGURE 2.73 • IPF dans la direction ND - déformation $\varepsilon = 25\%$

Certaines études suggèrent un lien entre la taille des grains et la quantité de macle par grain (RENARD et JACQUES, 2012, DE COOMAN et al., 2018). La figure 2.72 montre l'évolution de la fraction de macles en fonction du diamètre du grain pour une déformation de 7%. Elle ne montre pas de corrélation particulière. De plus, si l'on observe l'EBS (figure 2.73), on remarque que certains grains sont maclés pratiquement à 100% tandis que d'autres, de taille équivalente, ne le sont pas du tout. Cette grande disparité s'explique par un probable état mécanique fortement hétérogène. Même deux grains de même orientation comptent des fractions de macles différentes.

5.4 Conclusion

Cette étude nous a permis de proposer une géométrie permettant l'application d'un gradient de déformation sous chargement quasi-uniaxial. Les premiers résultats ont montré un bon accord avec la simulation éléments finis. En effet, l'essai étant quasi-statique, les émissions de chaleur, de l'ordre du degré, ne sont pas suffisantes pour avoir une influence sur le comportement macroscopique.

L'étude de la cinétique des macles a permis de mettre en avant la saturation du phénomène avec la déformation et la contrainte. Microscopiquement, on explique cette évolution par l'augmentation progressive de la densité de dislocations qui bloquent les mouvements cristallins. Il a été également noté une forte disparité des fractions de macles d'un grain à l'autre, sans cohérence avec leur taille ou orientation. L'état de contrainte microscopique joue donc également un rôle majeur dans l'activation des mécanismes.

Finalement, l'activation du maillage à un niveau de contrainte proche de la contrainte seuil associée à la martensite met en avant la possibilité d'avoir concomitance des phénomènes. Néanmoins, la martensite se développant en faible quantité et tendant à disparaître à la décharge, nous n'avons pas pu observer de changement de phase sur l'éprouvette déchargée.

6 Essai sur structure - état de contrainte multiaxial

L'objectif de cette dernière étude expérimentale est double. Il s'agit d'une part d'enrichir notre connaissance du comportement du matériau en observant l'influence de chargements plus complexes qu'une simple traction (en terme de relation contrainte/déformation mais également en terme d'évolution de la microstructure); il s'agit d'autre part de réaliser un essai sur structure (essai hétérogène) dont les résultats seraient à même d'être comparés à un modèle numérique alimenté par une loi de comportement prenant en compte l'ensemble des mécanismes.

6.1 Dimensionnement de l'éprouvette

Nous avons à disposition une bande de 120 mm de long et 18 mm de large pour 1,5 mm d'épaisseur produite par le DEMAR. Il a donc été choisi d'usiner une éprouvette capable d'offrir une forte hétérogénéité des champs mécaniques à partir de l'actionneur et du système de liaisons d'une machine uniaxiale et permettant si possible la constitution d'une zone de cisaillement pur localisée. [CHEMISKY et al., 2015](#) ont déjà proposé une géométrie qui pourrait s'adapter. Celle-ci conduit à un développement du cisaillement depuis les bords de l'éprouvette jusqu'au cœur. L'inconvénient d'une telle géométrie est que la zone cisillée évolue avec le chargement. De plus, les bords amènent des effets supplémentaires pouvant altérer

la forme du chargement. Nous avons donc fait le choix de la géométrie présentée à la figure 2.74 permettant de développer un cisaillement au centre de l'éprouvette et générant de nombreux autres états mécaniques complexes.

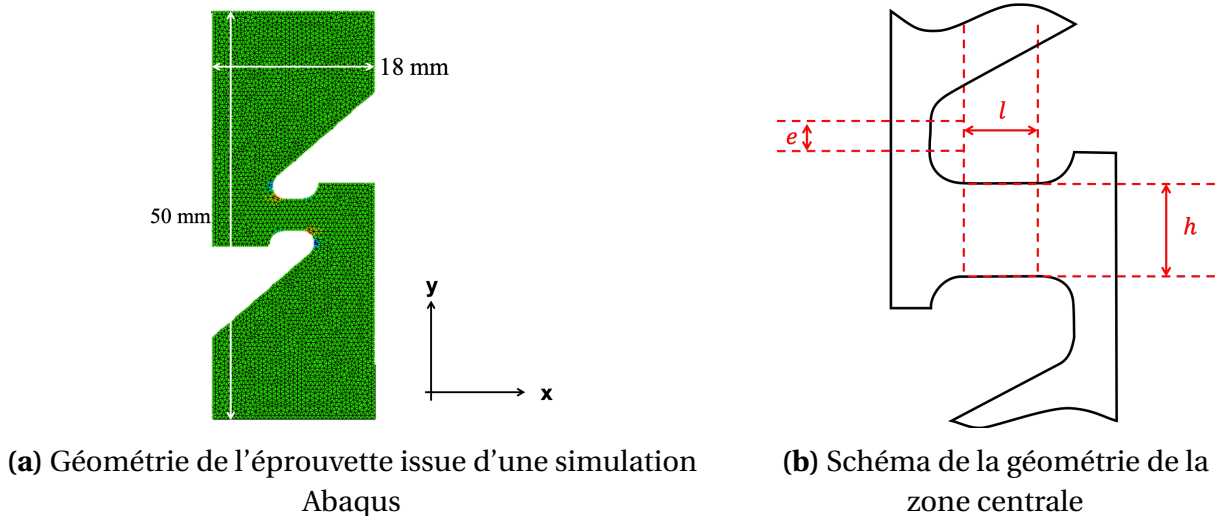


FIGURE 2.74 • Géométrie adoptée pour l'éprouvette de structure

L'optimisation de la géométrie a été réalisée sur Abaqus, en 2D sous hypothèse de contraintes planes. Le comportement mécanique implémenté correspond à l'approximation point par point du comportement en traction obtenu lors de l'essai présenté en section 3.3.

Les rayons de courbures ont été optimisés lors d'une étude préliminaire afin de limiter la localisation de la contrainte sur les bords. L'influence du paramètre e a été étudiée sur une étendue allant de 0 à 1 mm, celle des paramètres l et h sur des plages allant de 1,5 à 2 mm et de 3 à 4 mm respectivement. Le paramétrage est donc optimisé afin d'obtenir une zone la plus étendue possible à taux de triaxialité nul (c'est à dire $\sigma_I = -\sigma_{II}$ dans le repère principal). Les bords de l'éprouvette seront toujours soumis à des chargements complexes, on ne regardera dans un premier temps que le comportement sur la zone au centre de l'éprouvette définie à la figure 2.75.

Par souci de synthèse, seuls les résultats obtenus pour la géométrie choisie sont présentés, soit pour $e = 0,5$ mm, $l = 1,5$ mm et $h = 4$ mm.

La figure 2.76 montre que le taux de triaxialité moyen (en rouge) varie entre 0,05 et 0, ce qui correspond à un état mécanique proche du cisaillement pur, certains points ont un taux proche de $\pm 0,2$ et tendent donc vers le mode de sollicitation en traction; les nœuds concernés sont les plus proches des bords arrondis. Néanmoins, à partir de 100-150 MPa, ce taux chute et la dispersion est comprise entre $\pm 0,05$. Une étude complémentaire de la répartition des contraintes est nécessaire.

La figure 2.77 trace l'évolution des trois composantes du tenseur des contraintes en fonc-

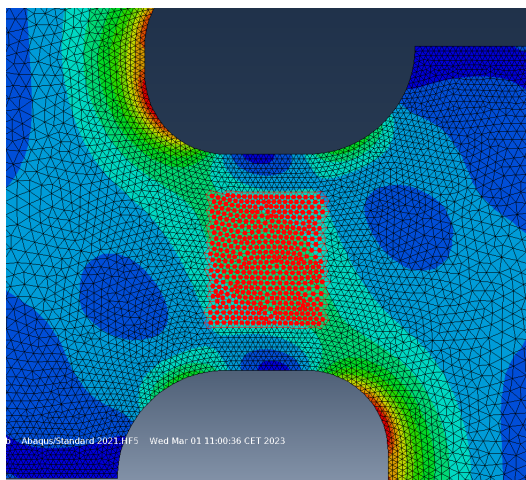


FIGURE 2.75 • Définition de la zone d'étude : nœuds en rouge sur la figure

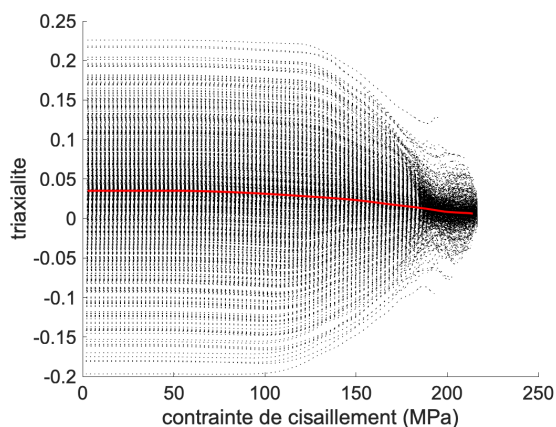


FIGURE 2.76 • Évolution du taux de triaxialité dans la zone centrale au cours du temps

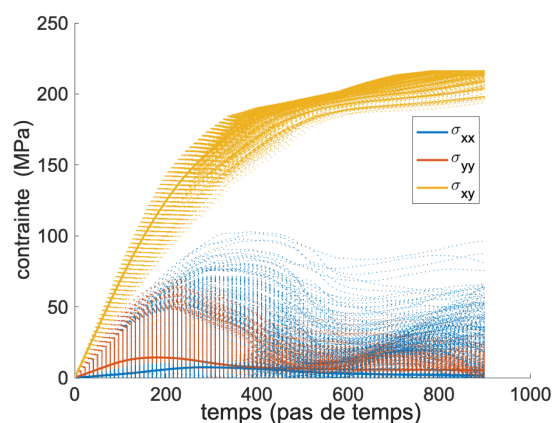


FIGURE 2.77 • Évolution des différentes composantes de la contrainte au cours du temps

tion du temps. On remarque d'une part que les contraintes σ_{xx} et σ_{yy} ne dépassent pas les 100 MPa. D'autre part, le taux de triaxialité élevé correspond au régime élastique. En effet, dès qu'on atteint le plateau, la dispersion du taux de triaxialité chute. Ces résultats encourageants justifient ce choix de géométrie.

6.2 Comportement mécanique macroscopique

L'essai a été effectué dans une machine de traction hydraulique MTS équipée d'une cellule d'effort de 100 kN. L'éprouvette est soumise à une charge de traction jusqu'à atteindre un déplacement de 1500 μm puis est déchargée, le tout à une vitesse de 1 $\mu\text{m/s}$ à température ambiante (21,2°C). La courbe force/déplacement est présentée à la figure 2.78.

La mesure des déformations a été réalisée par CIN. L'éprouvette a été mouchetée sur les deux faces afin de permettre l'étude à la fois de la structure complète et de la zone cisailée

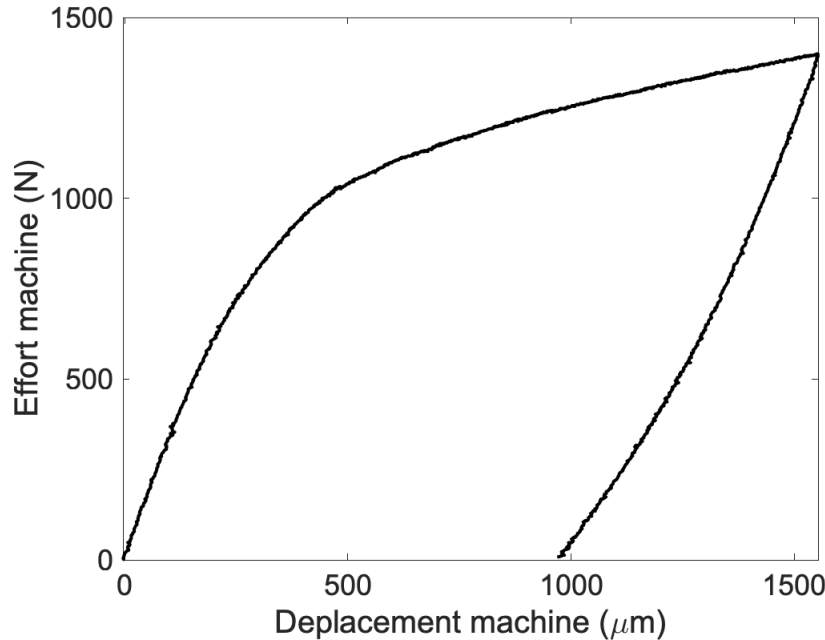


FIGURE 2.78 • Évolution de l'effort vu par l'éprouvette en fonction du déplacement imposé par la machine

seule.

6.2.1 Étude des champs de déformation de la zone centrale

Les résultats ont été obtenus par CIN avec une régularisation mécanique de 50 px. La figure 2.79 présente les champs ε_{xx} , ε_{yy} et γ_{xy} à deux niveaux de déplacements imposés : 350 μm (début de la non-linéarité) et 1500 μm (déplacement maximum).

Pour un déplacement de 350 μm (figure 2.79 à gauche), les trois champs sont homogènes sur la zone. Les zones proches des rayons de raccordement montrent une localisation des déformations qui était attendue du fait de la géométrie. La zone au centre reste bien en cisaillement avec une déformation moyenne γ_{xy} de 0,41% tandis que les autres composantes mesurables du tenseur des déformations sont nulles.

Au déplacement maximum (figure 2.79 à droite), l'influence des rayons de raccordement sur la déformation augmente sans affecter le cisaillement. On observe une déformation transverse moyenne ε_{yy} de 1,4% pour une déformation en cisaillement de 5,3%.

Afin de mieux quantifier ces écarts, nous avons tracé sur la figure 2.80 le chemin du chargement de cinq points le long de la ligne $x = 820$ px (ligne verticale au centre de la zone d'intérêt).

Même dans le cas le plus défavorable, les déformations de cisaillement sont quatre fois

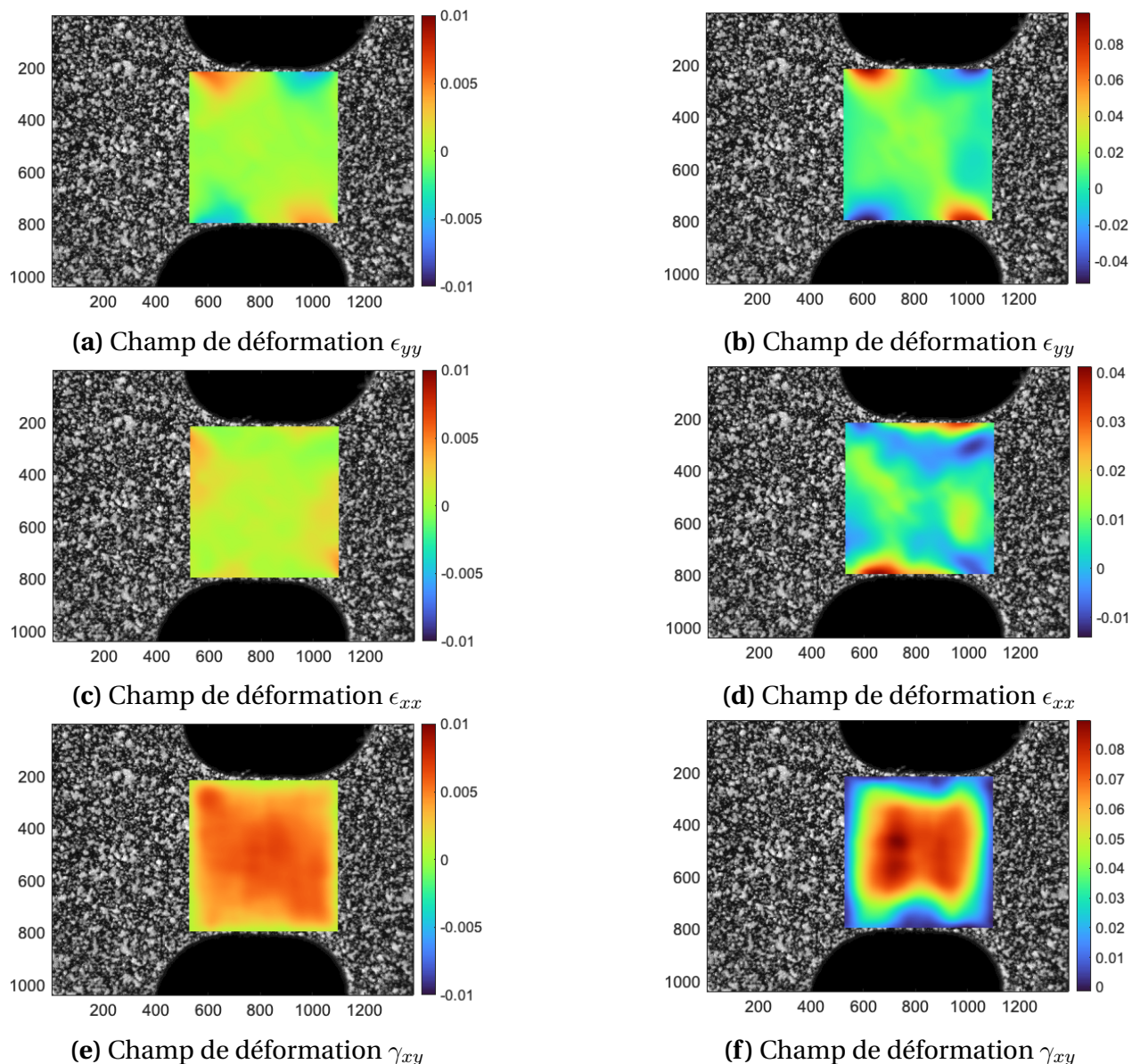
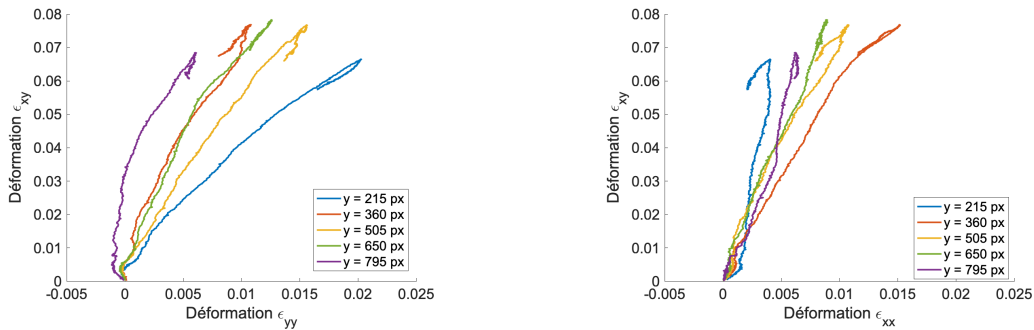


FIGURE 2.79 • Comparaison des champs de déformation obtenus par corrélation d'images sur la zone centrale pour $U = 350 \mu\text{m}$ (à gauche) et $U = 1500 \mu\text{m}$ (à droite)

supérieures aux déformations transversales et longitudinales. De plus, en cisaillement, les contraintes doivent respecter : $\sigma_{yy} = -\sigma_{xx}$. En 2D, cette relation est transposable aux déformations qui doivent donc vérifier : $\epsilon_{yy} = -\epsilon_{xx}$. C'est effectivement le cas presque parfaitement jusqu'à l'image 400 ($\gamma_{xy} = 0,75\%$), à partir de laquelle on s'en éloigne. Ce point est juste à la limite de la localisation, cet écart était donc attendu. Néanmoins, l'écart sur γ_{xy} n'excède pas 3,3% au centre de la zone, ce qui permet de valider le dimensionnement de l'éprouvette et confirmer que le matériau est bien sollicité en cisaillement quasi-pur. Le repère principal tourne cependant au cours de l'essai ce qu'il conviendrait de prendre en compte.



(a) Déformation de cisaillement γ_{xy} en fonction de la déformation longitudinale ϵ_{yy} (b) Déformation de cisaillement γ_{xy} en fonction de la déformation transversale ϵ_{xx}

FIGURE 2.80 • Chemin des déformations pour 5 points de la ROI

6.2.2 Comportement global

L'étude du comportement global a pour but de comparer les résultats Abaqus et de CIN afin de déterminer les contraintes vues par le matériau au centre et ainsi en déduire son comportement macroscopique en cisaillement.

Une CIN a donc été effectuée sur la structure. La géométrie complexe de l'éprouvette n'a pas permis d'utiliser les méthodes de maillage habituelles. En effet, pour avoir un maillage adapté, nous avons utilisé celui des simulations Abaqus. La corrélation d'images a ensuite été effectuée à partir du code Correli 3.0 avec une régularisation mécanique de 100 px. Les résultats obtenus pour les deux amplitudes de déplacement sont présentés figures 2.81 et 2.82.

Remarque : La même échelle est utilisée pour Abaqus et Matlab. Néanmoins, la colorimétrie est légèrement différente.

L'étude des deux champs nous montre que les résultats expérimentaux et numériques sont très proches dans la zone centrale. On remarque cependant qu'au déplacement maximum, les déformations obtenues expérimentalement semblent moins localisées que numériquement. Cela peut à la fois être dû à la régularisation mécanique qui a pour effet de lisser les hétérogénéités ou à une déviation entre le comportement modélisé et réel; pour rappel, le comportement implémenté correspond à celui en traction uniquement.

La figure 2.83 compare l'évolution du déplacement imposé en fonction de la déformation γ_{xy} dans la zone en cisaillement.

Sur cette figure, on peut noter que jusqu'à $U = 350 \mu\text{m}$, le comportement Abaqus est élastique linéaire. On remarque qu'expérimentalement, le matériau reste élastique jusqu'à $U = 430 \mu\text{m}$. Ensuite, jusqu'à 1mm de déplacement, les résultats numériques et expérimentaux sont très proches (écart de déformation relatif inférieur à 10% et absolu inférieur à $3 \cdot 10^{-3}$). On estime donc que jusqu'à un déplacement de 1mm, le modèle Abaqus est représentatif du

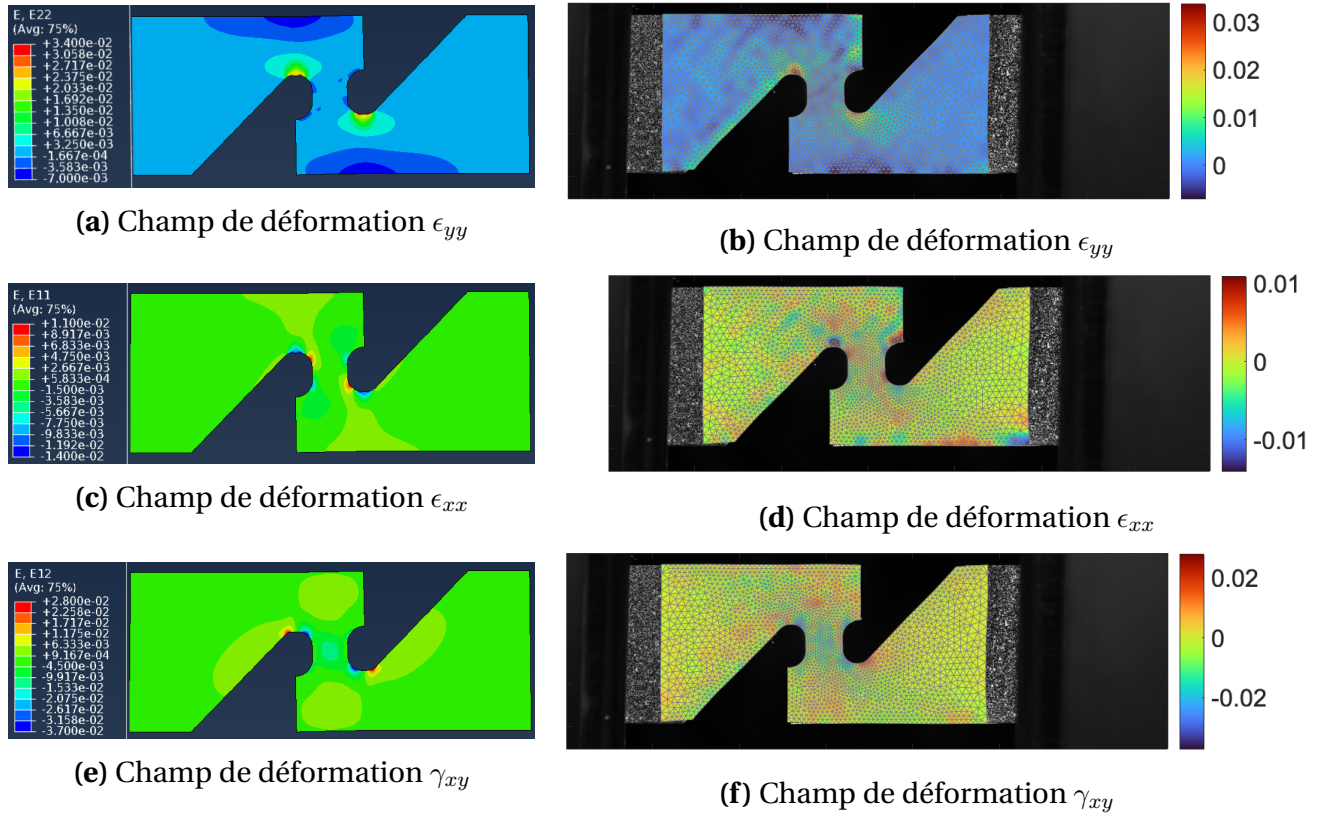


FIGURE 2.81 • Comparaison des champs de déformation obtenus par simulation Abaqus (à gauche) et corrélation d'images (à droite) à la limite de l'élasticité (déplacement imposé de 350 μm)

comportement du matériau. Ceci nous autorise à utiliser le champ de contrainte prévu par Abaqus et à l'associer au champ de déformation mesuré par CIN.

Nous avons extrait les données des nœuds au centre de l'éprouvette sur la zone définie à la figure 2.84. Les contraintes de cisaillement τ_{xy} ont ensuite été moyennées sur l'ensemble des nœuds afin d'obtenir la contrainte moyenne. La déformation de cisaillement expérimentale qu'on lui associe est une moyenne des déformations sur la zone centrale restreinte à la zone définie en la figure 2.84.

La figure 2.85 montre l'évolution de la contrainte de cisaillement moyenne calculée par Abaqus en fonction de la déformation de cisaillement moyenne mesurée par CIN. Le domaine élastique se caractérise par un module de Coulomb de 19 500 MPa. Ce résultat est proche d'une estimation isotrope du module de Coulomb qu'on peut calculer à partir du module d'Young et du coefficient de Poisson du matériau mesurés expérimentalement ($G = E/(2(1 + \nu)) = 23\,162$ MPa). On sort de la zone élastique à partir d'une contrainte de cisaillement d'environ 180 MPa. Cette valeur conduit à une limite d'élasticité de 311 MPa en traction si on suit le critère de Von Mises, de 360 MPa à partir du critère de Tresca. Ce second critère semble donc mieux correspondre aux résultats expérimentaux. La partie inélastique du

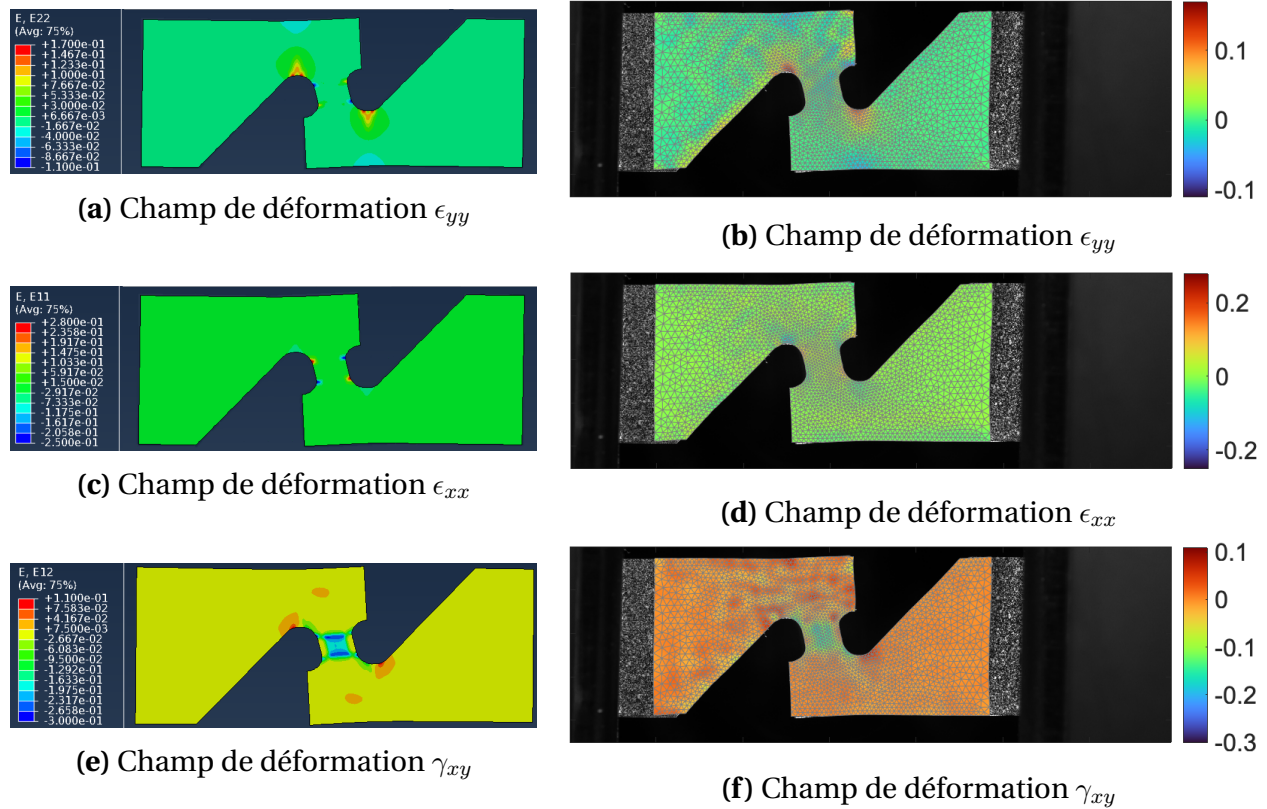


FIGURE 2.82 • Comparaison des champs de déformation obtenus par simulation Abaqus (à gauche) et corrélation d'images (à droite) au maximum du déplacement

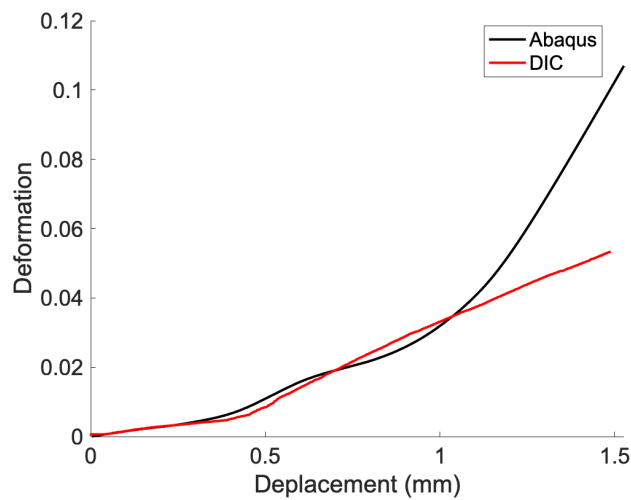


FIGURE 2.83 • Évolution de γ_{xy} au centre de l'éprouvette en fonction du déplacement imposé

comportement semble définir deux temps : on observe un premier plateau qui pourrait correspondre aux mécanismes de transformation de phase et/ou maclage; le deuxième temps pourrait correspondre au domaine plastique.

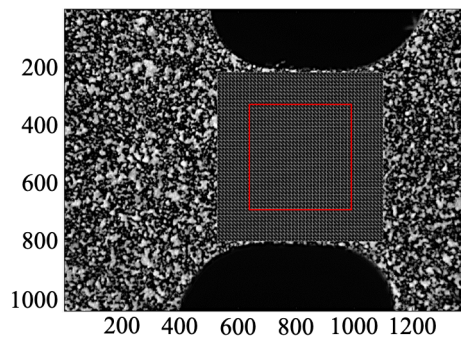


FIGURE 2.84 • Zone en cisaillement quasi-pur

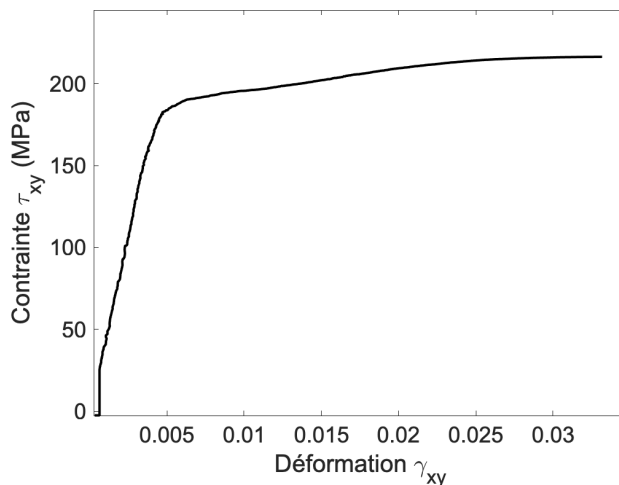


FIGURE 2.85 • Courbe de comportement en cisaillement

6.3 Étude du maillage sous cisaillement

Une fois le comportement macroscopique établi, deux études post-mortem ont été réalisées. La figure 2.86 présente les deux échantillons extraits pour l'étude DRX et l'étude EBSD.

Dans les deux cas, les observations sont réalisées sur la tranche. Les deux échantillons ont été extraits par découpe à fil diamanté. Pour la cartographie EBSD, la surface a été polie miroir selon le même procédé que précédemment. La figure 2.87 montre l'éprouvette obtenue ainsi que la zone observée sous microscope MEB - S-3400N, Hitachi. La DRX ne nécessitant pas une surface polie miroir, la tranche a simplement été polie mécaniquement jusqu'à un grain de 1000 afin de diminuer la rugosité de surface.

Comme le montre la figure 2.88, le matériau est fortement maclé. On mesure une fraction de macles de 19,5% pour une déformation équivalente (au sens de Tresca) de 6,6%. Après chargement uniaxial de l'éprouvette sablier, cette fraction ne dépasse pas 16% au même niveau de déformation.

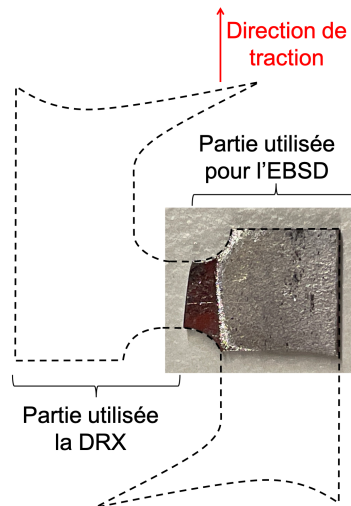


FIGURE 2.86 • Zones extraites pour réaliser les études post mortem

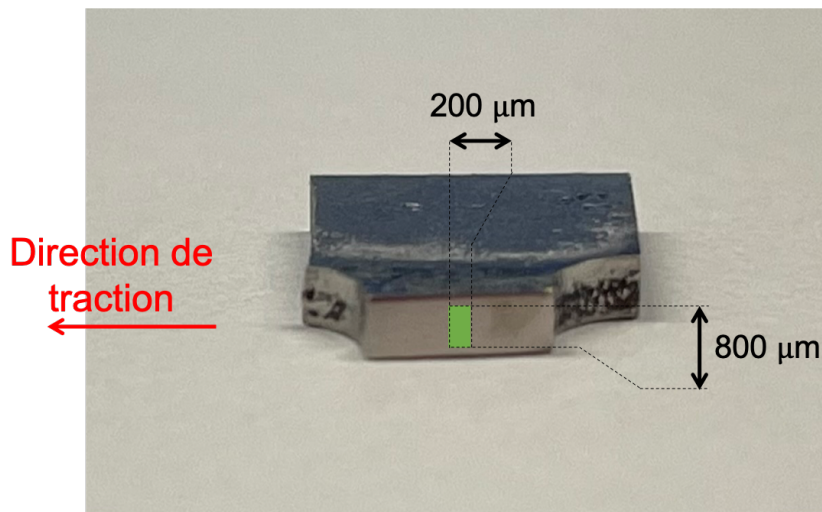


FIGURE 2.87 • Éprouvette polie miroir pour observation EBSD

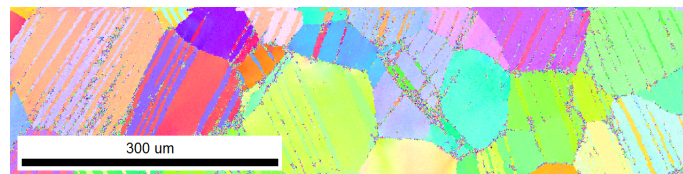


FIGURE 2.88 • Carte EBSD 800x200 μm² réalisée sur la tranche sollicitée (pas de 1 μm)

Afin d'obtenir une statistique suffisante, l'orientation des macles sur 10 grains a été étudiée. L'identification est illustrée à la figure 2.89, on retrouve le système $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ déjà observé en traction.

Les résultats de DRX présentés à la figure 2.90 montrent la présence d'un unique pic de martensite, de faible intensité. L'échantillon est fortement texturé et de faible épaisseur, il n'a pas été possible d'utiliser les techniques permettant de s'affranchir de la texture. Certains pics

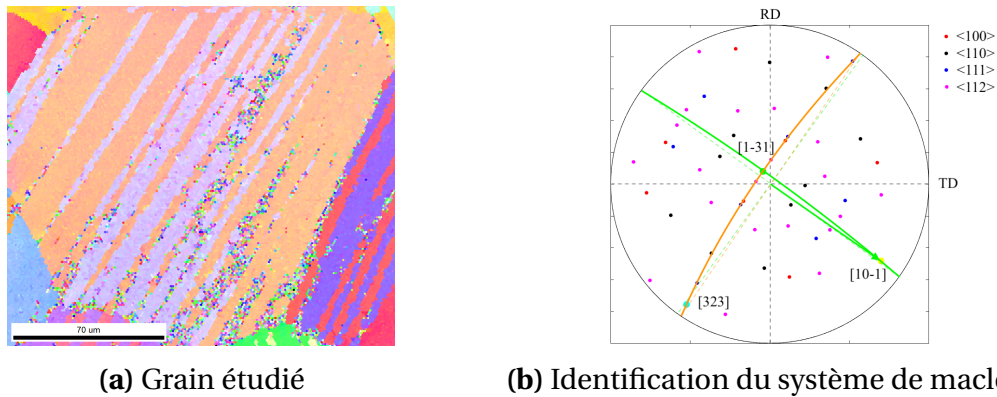


FIGURE 2.89 • Illustration de l'identification des systèmes de macles

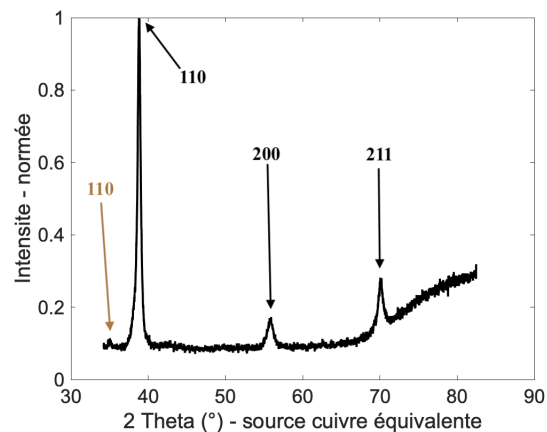


FIGURE 2.90 • Diffractogramme obtenu suite à la DRX effectuée sur la tranche de l'éprouvette sollicitée en cisaillement - en marron sont indexés les pics de martensite et en noir ceux d'austénite

sont probablement masqués du fait de la texture. La présence de ce pic confirme néanmoins l'existence d'un changement de phase sous cisaillement.

6.4 Conclusion

Finalement, l'essai sur structure a permis d'établir la réponse mécanique du matériau en cisaillement. De plus, les études microscopiques post-mortem ont mis en évidence la présence de martensite, toujours en faible quantité, et l'activation du système de maillage $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ en de plus grandes proportions que ce qui a été observé jusque là. Cela peut suggérer une prédominance du maillage sur le changement de phase pour ce type de sollicitation.

Des études in situ sous chargement mécanique pourraient être menées afin de conclure sur la quantité de martensite créée en cisaillement ainsi que sur les critères et la chronologie des mécanismes.

7 Conclusion

Au cours de ce chapitre, nous avons étudié conjointement deux alliages de titane niobium. Les deux matériaux présentent un taux d'oxygène important. Leur capacité à créer de la martensite était donc à vérifier, puisqu'absente sous chargement thermique. Leur étude sous chargement mécanique uniaxial a montré la présence de retours élastiques de plus de 1,5%, avec la présence d'un plateau dans le cas des échantillons du DEMAR. Les études DRX et EBSD effectuées en post mortem nous ont permis de mettre en évidence la présence de martensite résiduelle et d'identifier l'activation des systèmes de macles $\{332\}\langle 11\bar{3}\rangle$ et parfois $\{112\}\langle 11\bar{1}\rangle$. Suite à cela, les études in situ ont permis de confirmer la chronologie des phénomènes avec l'activation du changement de phase, en faible quantité, suivi du maclage.

Une étude thermomécanique nous a également permis de montrer la capacité du matériau à émettre de la chaleur et en absorber et ce, en corrélation avec le champ de déformation. Ces élévations restent néanmoins très faibles, en accord avec les faibles quantités de martensite observées. L'étude des champs de déformation a également révélé la présence de localisations dans le matériau. Le phénomène reste néanmoins peu marqué.

Un essai sur éprouvette sablier nous a par ailleurs permis d'observer l'évolution de la fraction maclée en fonction de la déformation et de la contrainte. Le mécanisme de maclage semble saturer à déformation importante ce qui pourrait s'expliquer par une augmentation des défauts cristallins en lien avec une plasticité généralisée. Aucune corrélation n'a été observée entre la fraction de macles et la taille des grains ou leur orientation. Ce résultat souligne la domination de l'effet des contraintes locales sur le développement des mécanismes et sur leur hétérogénéité.

La réalisation d'un essai sur structure, couplant analyse CIN et calcul EF a permis d'établir le comportement du matériau en cisaillement. Les analyses EBSD et DRX réalisées post-mortem semblent montrer que les mécanismes de maclage se développent plus largement. Cependant, la dimension de la zone d'étude est peut-être trop proche de la taille des grains. Des études plus approfondies devront donc être menées pour améliorer la compréhension du comportement en cisaillement.

Chapitre 3

Modélisation du comportement à l'échelle du VER

Dans ce troisième chapitre, nous proposons de mettre en place une modélisation du comportement thermo-mécanique multi-échelle du NbTi.

Cette modélisation doit tenir compte à la fois du caractère polycristallin du matériau, de l'existence d'une transformation de phase ponctuelle, sous chargement mécanique ou thermique, de l'existence d'un mécanisme de maclage sous chargement mécanique et des mécanismes de plasticité.

Nous nous basons pour cela sur un modèle existant développé à l'origine pour les matériaux magnétiques puis pour les AMF. L'extension de ce modèle au maclage et à la plasticité fait l'objet des principaux développements originaux.

Table des matières

1	Motivations	103
2	État de l'art	103
2.1	Modèles d'AMF	103
2.2	Modèles de maclage	106
2.3	Modèles de plasticité	107
2.4	La stratégie utilisée	107
3	Modèle micro-macro	109
3.1	Comportement à l'échelle du grain	109
3.2	Du monocristal au polycristal	113
3.3	Déformations libres de transformation de phase et de maclage	116
3.4	Plasticité micro-cristalline	118
4	Application au NbTi	120
4.1	Identification des paramètres	120
5	Comparaison modèle/essais	133

Chapitre 3. Modélisation du comportement à l'échelle du VER

5.1	Comportement d'un monocristal	133
5.2	Comportement d'un polycristal	139
5.3	Comportement sous chargement réel	142
5.4	Étude des surfaces seuils	146
5.5	Conclusion	148
6	Conclusion	149

Notations

Paramètres généraux

ρ	masse volumique
c_p	capacité calorifique massique
g	grain
d	diamètre du grain g
φ	phase (austénite : A ou martensite : M)
ϕ	variante de martensite (ϕ_v) ou macle (ϕ_m)
ϕ_0	variante/macle de référence
f_ϕ	fraction volumique de la variante de phase ϕ
g_ϕ	énergie massique de Gibbs de la variante de phase ϕ
g_ϕ^c	énergie chimique massique de Gibbs de la variante de phase ϕ
g_ϕ^σ	énergie mécanique massique de Gibbs de la variante de phase ϕ

Paramètres cristallographiques

\underline{U}	matrice de Bain associée au changement de phase ou au maillage
a_0	paramètre de maille de l'austénite
a', b', c'	paramètres de maille de la martensite

Paramètres thermiques

T	Température
h_ϕ	enthalpie massique de la variante de phase ϕ
s_ϕ	entropie massique de la variante de phase ϕ
L_ϕ	chaleur latente massique de transformation

Paramètres mécaniques

E	module d'Young
ν	coefficient de Poisson
$\underline{\underline{\sigma}}$	tenseur des contraintes
$\underline{\underline{\Sigma}}$	tenseur macroscopique des contraintes
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	tenseur des déformations
$\underline{\underline{E}}$	tenseur macroscopique des déformations
\mathbb{C}	tenseur d'élasticité d'ordre 4
\mathbb{C}^*	tenseur d'influence de Hill
\mathbb{S}_E	tenseur d'Eshelby

Paramètres associés à la plasticité

γ_g^s	taux de déformation du système s dans le grain g
$\underline{\underline{R}}_g^s$	tenseur de Schmid du système s dans le grain g
$\underline{\underline{H}}_{rs}$	matrice d'interactions entre les systèmes de glissements
τ_g	contrainte de cisaillement du grain g
τ_{yg}	limite élastique en cisaillement sur un système de glissement du grain g
P_c	coefficient d'écroutissage
σ_g^c	contrainte seuil en traction du grain g
σ_0 et k	paramètres de Hall & Petch

1 Motivations

Comme nous l'avons montré aux chapitres 1 et 2, les AMF β -métastables ont un comportement à multimécanismes et multiphysique. La modélisation de leur comportement passe par la prise en compte de phénomènes intervenant depuis l'échelle locale intragranulaire.

Au cours des 20 dernières années, le maclage était souvent ignoré ou négligé dans les modèles d'AMF. L'intérêt croissant pour les alliages de type pseudo-élastique et TWIP (TWining Induced Plasticity) pousse aujourd'hui les chercheurs à s'y intéresser de plus près. On retrouve très peu de modèles alliant transformation martensitique, maclage et plasticité. Au cours de sa thèse [ISKOUNEN, 2021](#) propose une modélisation des deux premiers mécanismes. Le modèle repose néanmoins sur des lois mathématiques basées sur des paramètres sans sens physique, optimisés pour représenter au mieux les résultats expérimentaux. Aucune interaction entre les phénomènes n'est prise en compte, puisque comme le souligne [HAMMA, 2020](#), la quantification de ces interactions est très difficile. La modélisation des changements de phase et du maclage pris séparément est déjà suffisamment complexe.

2 État de l'art

2.1 Modèles d'AMF

2.1.1 Modélisation à l'échelle locale

On appelle modèle de micromécanique tout modèle traitant de phénomènes qui ont lieu à l'échelle intragranulaire. L'échelle est suffisamment locale pour que les effets de bords soient négligés. Selon les modélisations, une vision discrète (modèles de dynamique moléculaire) ou continue (modèles cristallographiques) est adoptée. Ces modèles ne sont pas spécifiques aux alliages à mémoire de forme mais concernent tous les matériaux et demandent uniquement de connaître les structures cristallines en jeu. Dans le cas des changements de phase, l'apparition de martensite est vue comme une transformation locale du réseau.

Dans le cas des modèles de dynamique moléculaire, on voit le matériau comme un ensemble discret d'atomes qui vont interagir entre eux. C'est la manière dont on décrit les interactions qui pilote le comportement du matériau ([VIGNERON, 2009](#)). L'avantage de ces modèles est qu'ils permettent une modélisation très fine du comportement. Ils permettent notamment de modéliser l'impact des défauts et/ou inclusions au sein de la matière. L'inconvénient est leur temps de calcul très important qui limite le nombre d'atomes étudiés et par conséquent empêche leur implémentation dans des modèles à grande échelle.

Les modèles cristallographiques s'intéressent généralement à la description des structures cristallines associées à chaque phase. Le matériau est vu comme un milieu continu et le changement de phase est modélisé par une transformation du réseau, comme en mécanique classique : si on note \mathbf{b} un vecteur de la phase mère et \mathbf{b}' sa transformation dans la phase fille,

alors on peut écrire la relation suivante : $\mathbf{b}' = \underline{\underline{F}} \cdot \mathbf{b}$ où $\underline{\underline{F}}$ représente le tenseur de transformation. Ce tenseur peut être décomposé en le produit d'une matrice de Bain ($\underline{\underline{U}}$) et un tenseur de rotation ($\underline{\underline{R}}$), tous deux dépendant des phases et de leur symétrie. Ces modèles servent généralement de base pour la modélisation à l'échelle du monocristal.

2.1.2 Modélisation à l'échelle du monocristal

Ces modèles s'intéressent au comportement du grain et se basent sur les théories thermodynamiques. Ils associent à chaque phase une énergie libre ou énergie de Gibbs en accord avec l'équilibre thermomécanique (PATOOR et al., 2006) :

$$- [\Delta S]^{A \rightarrow M} \cdot \Delta T - [\Delta \underline{\underline{\varepsilon}}]^{A \rightarrow M} : \Delta \underline{\underline{\sigma}} = 0 \quad (3.1)$$

où $[\Delta S]^{A \rightarrow M}$ correspond à la différence d'entropie entre l'austénite et la martensite, $[\Delta \underline{\underline{\varepsilon}}]^{A \rightarrow M}$ le saut de déformation associé au changement de phase, T et $\underline{\underline{\sigma}}$ correspondent à la température et la contrainte macroscopique respectivement.

La formule 3.1 provient de la décomposition de l'énergie libre en deux parties : une composante chimique, qui dépend des entropies, enthalpies des phases et de la température et une composante mécanique qui dépend des déformations de transformation, des interactions entre les phases et de l'état de chargement mécanique. Les modèles varient ainsi en fonction de la façon dont l'énergie d'interaction entre les phases est définie. Cette énergie caractérise l'hétérogénéité du champ de contrainte et donc la capacité du matériau à s'accommoder soit élastiquement, soit par nucléation d'une variante compatible ou encore plastiquement. On distingue alors trois catégories de modèles :

- la première catégorie voit la martensite comme une inclusion, la forme de l'énergie est obtenue à partir des solutions proposées par Hill et Eshelby (HILL, 1965, HILL, 1967, ESHELBY, 1956), elle dépend principalement de la géométrie des variantes,
- une deuxième stratégie repose sur l'introduction d'une matrice de compatibilité entre les variantes, soit en les considérant toutes indépendantes comme le propose SIREDEY et al., 1999 ou PATOOR et al., 1996, soit en les groupant par twins, ce qui limite les incompatibilités et réduit la taille de la matrice d'interaction comme le propose NICLAEYS et al., 2002
- la dernière possibilité est de négliger cette énergie, cela revient à supposer un champ de contrainte homogène dans le grain (GAO et BRINSON, 2002)

Dans les trois cas, la définition de l'énergie d'interaction repose sur des hypothèses et des paramètres non quantifiables expérimentalement ce qui rend la modélisation des AMF particulièrement complexe. PATOOR et al., 2006 ont notamment proposé une revue des modèles monocristalins existants. Ils précisent les différents choix de modélisation de l'énergie d'interaction.

Il est important de noter que malgré les différences de stratégies adoptées, les modèles à l'échelle du grain conduisent généralement à une bonne représentation du comportement

d'un monocristal. Le respect des conditions thermodynamiques est le gage d'une bonne capture des effets du chargement thermique ou mécanique sur le changement de phase. Cependant, du fait de l'échelle de modélisation, les couplages sont souvent traités de manière faible : les effets endo- ou exothermique du changement de phase ne sont pas considérés (sauf à se placer en situation adiabatique).

2.1.3 Modélisation à l'échelle du polycristal

Deux grandes catégories de modèles permettent la modélisation de polycristaux : les modèles phénoménologiques et les modèles multi-échelles.

La modélisation phénoménologique repose sur l'hypothèse d'un VER (Volume Élémentaire Représentatif) homogène dont le comportement satisfait la thermodynamique mais sans influence des phénomènes aux échelles inférieures. Ainsi, dans la plupart des cas, les chercheurs vont choisir de modéliser son comportement à partir des formulations d'énergies libres de Gibbs (piloté en contrainte) ou de Helmholtz (piloté en déformation) (voir BRINSON, 1993, LECLERCQ et LEXCELLENT, 1996, QIDWAI et LAGOUDAS, 2000, CHEMISKY et al., 2011). Les paramètres sont donc macroscopiques ce qui rend leur identification simple puisqu'ils sont déterminables via des essais classiques. Ces modèles offrent également l'avantage d'être facilement implémentables dans des codes de structures puisque peu coûteux en temps de calcul (voir SEDLÁK et al., 2012 et PEULTIER et al., 2006 par exemple). Néanmoins, du fait de leur caractère macroscopique, certains phénomènes ne sont pas toujours bien retranscrits, comme l'anisotropie, la dissymétrie, les effets multi-axiaux ou alors leur prise en compte nécessite l'ajout d'un certain nombre d'heuristiques dont l'identification ajoute à la complexité.

Dans le cas des modèles multi-échelles, le VER est considéré comme un ensemble de monocristaux désorientés. Le comportement macroscopique dépend de phénomènes locaux (voir sections précédentes). Leur modélisation nécessite la mise en place de différentes stratégies de localisation et d'homogénéisation lors des différents changements d'échelles. On peut y inclure les deux méthodes classiques qui supposent soit que les grains sont arrangés en série les uns par rapport aux autres, les contraintes sont donc homogènes dans le VER, soit le polycristal est vu comme un arrangement de grains disposés en parallèle supposant ainsi un état de déformations homogènes au sein du VER (dans un cadre d'élasticité linéaire, ces deux méthodes conduisent aux bornes de Voigt et Reuss). Les modèles auto-cohérents permettent d'aboutir à des solutions intermédiaires. Ils s'inspirent des approches de plasticité micro-cristalline en considérant la déformation de transformation comme une déformation libre (BERVEILLER et ZAOUÏ, 1978, HILL, 1965). Le modèle de PATOOR et al., 1996 fait partie de cette famille. Au cours de leur thèse, MAYNADIER, 2012 et CHANG, 2020 ont participé à l'élaboration d'un code multi-échelle reposant sur une vision probabiliste du VER. CHANG, 2020 a d'ailleurs implémenté une forme stochastique permettant une modélisation de l'hystérésis sans seuil et la prise en compte de l'effet mémoire. Alors qu'ils offrent une modélisation précise du comportement des AMF, le temps de calcul conséquent qu'ils supposent limite

leur usage à des modélisations de VER. Ils ne sont pas adaptés à une implémentation dans des calculs de structures. Ils peuvent en revanche être utilisés comme machine virtuelle et permettre ainsi de prévoir la réponse d'un matériau à une sollicitation très difficile à réaliser expérimentalement.

2.2 Modèles de maclage

Le maclage est un mécanisme très étudié dans les aciers, ou les alliages de titane. Entre les années 2000 et 2010, la majorité des études sur les alliages β -métastables consiste à optimiser les propriétés du matériau en jouant sur les différentes compositions chimiques et traitements thermiques. À partir des années 2010, une caractérisation approfondie des mécanismes de maclage commence mais peu de modèles sont développés.

Dans le cas des aciers TWIPs, les travaux lient le maclage au taux d'écrouissage et en particulier au libre parcours moyen des dislocations. Les approches sont diverses du fait de l'absence de consensus sur l'origine et les interactions des phénomènes. Les échelles modélisées sont souvent petites puisque les modèles se concentrent sur la modélisation de ces interactions et non sur la propagation des macles. Les modèles sont décrits par des fonctions non physiques dont les paramètres sont optimisés sur les résultats des campagnes expérimentales. Le lecteur pourra se référer aux auteurs suivants : [ESTRIN et MECKING, 1984](#), [SHIEKHEL SOUK et al., 2009](#), [BEYERLEIN et TOMÉ, 2010](#) [J. KIM et al., 2013](#), [KANG et al., 2016](#). Cette liste de modèles n'est pas exhaustive mais offre une vision générale des différentes approches.

Dans le cas des alliages β -métastables, les chercheurs se sont appuyés sur les approches par champs de phases déjà utilisées pour la transformation martensitique ([ARTEMEV et al., 2001](#), [LEVITAS et al., 2010](#)). Cette approche permet de décrire l'évolution des phénomènes par un ensemble d'équations thermodynamiques : les équations de Ginzburg-Landau pour les paramètres d'ordre. La définition des paramètres d'ordre varie d'un modèle à l'autre (densités de dislocations pour [HU et al., 2010](#) ou [GU et al., 2013](#), variant de macle pour [HAMMA, 2020](#) ou tenseur de déformation associé au maclage pour [LAFOURCADE et al., 2019](#) par exemple). L'activation d'un variant de macle est donc le produit d'une minimisation des potentiels énergétiques établis. L'évolution de la microstructure dépend des cinétiques choisies. Les cinétiques sont généralement optimisées à partir des résultats expérimentaux ou de modèles de dynamique moléculaire. Bien qu'utilisant le formalisme de l'élasticité linéaire, les premiers modèles offrent déjà une très bonne description des phénomènes suivants : nucléation, propagation et interaction des différentes variantes.

L'utilisation des champs de phases a ensuite été étendue par [CLAYTON et KNAP, 2011a](#). Les études menées ensuite ont permis de démontrer l'intérêt de travailler en grandes déformations ([CLAYTON et KNAP, 2011b](#)), notamment pour la prise en compte de la plasticité et son interaction avec le maclage ([LIU et al., 2018](#) ou [KONDO et al., 2014](#)). Ces modèles sont néanmoins souvent développés pour de très petites échelles (monocristal infini ou non ou

polycristal de quelques grains).

2.3 Modèles de plasticité

La plasticité des cristaux est due à la création et au mouvement de dislocations à l'échelle atomique. L'activation des dislocations va se répercuter sur le comportement macroscopique du matériau via un adoucissement (ou écrouissage) jusqu'à provoquer sa rupture. C'est donc naturellement que les modèles ont été construits aux différentes échelles.

À l'échelle locale, on trouve les modèles de dynamique moléculaire ou de dynamique des dislocations discrètes. Ces modèles du fait de leur temps de calcul important ne sont pas utilisés pour la modélisation de polycristaux mais plutôt pour étudier les mécanismes à petite échelle ou caractériser les interactions en jeu, notamment entre les systèmes de glissements (MADEC et al., 2003 ou BERTIN et al., 2014). Ils sont alors utilisés comme base pour construire les modèles polycristallins ou comme donnée d'entrée.

À l'échelle mésoscopique, on retrouve les modèles de plasticité microcristalline. Ces modèles ne considèrent plus les dislocations mais un taux de glissement plastique moyen par grain dépendant du système de glissement considéré. L'activation d'un système de glissement est généralement régie par la loi de Schmid et l'évolution dépend ensuite de la fonction choisie (loi d'évolution, paramètres de la matrice d'écrouissage). Cette vision permet leur utilisation dans les modèles de VER. La première approche a été proposée par TAYLOR, 1938, et le développement des modèles auto-cohérents par KRÖNER, 1961 pour l'élasticité pure a ensuite ouvert la voie à des modèles plus complets. On retrouve notamment HILL, 1965 qui propose alors un modèle général dans lequel les interactions sont traitées de manière incrémentale. Dans la suite, on retrouve le modèle proposé par BERVEILLER et ZAOUÏ, 1978. Ce modèle, plus simple à implémenter, adapte la méthode auto-cohérente proposée par KRÖNER, 1961 à la plasticité. Ce type d'approche suppose un champ de contrainte homogène par grain (ou fraction de grain) et les effets de voisinage ne sont pas considérés. Cela permet un temps de calcul relativement raisonnable et ainsi la modélisation de VER de plusieurs milliers de grains. La prise en compte des effets de texture est dès lors possible.

Enfin, à l'échelle macroscopique, on retrouve les modèles phénoménologiques. Les systèmes de glissements ne sont alors plus considérés. La plasticité est macroscopique et décrite à partir d'une loi d'évolution 1D ou 3D. On pourra citer notamment la loi de Voce ou Armstrong-Frederick (LEMAITRE et al., 2020). Comme pour l'application aux AMF, ces modèles sont généralement utilisés pour les modèles de structures et ne permettent pas toujours de retranscrire l'ensemble des mécanismes observés.

2.4 La stratégie utilisée

Le modèle que nous avons enrichi et utilisé repose sur les travaux de MAYNADIER, 2012 et FALL, 2017. MAYNADIER, 2012 a d'abord proposé un modèle adapté aux alliages de NiTi bipha-

siques. Ce modèle ne prend en compte que les mécanismes de changements de phase. FALL, 2017 a ensuite étendu le modèle à la prise en compte du magnétisme pour l'application aux AMF magnétiques. Elle a également montré que celui-ci pouvait directement être utilisé pour les NiTi tri-phasiques. Dans le cas présent, l'étude sera restreinte à la modélisation thermo-mécanique uniquement.

Le modèle repose sur une description de la matière sur quatre échelles comme présentée à la figure 3.1.

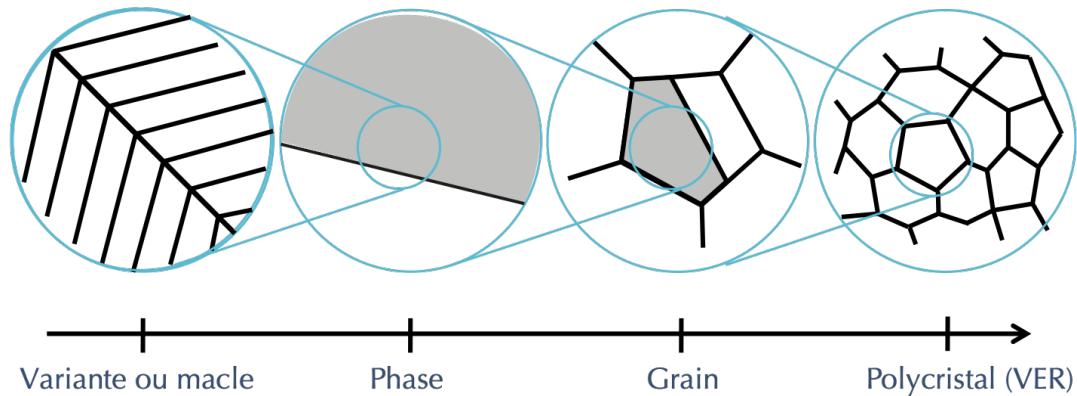


FIGURE 3.1 • Décomposition des échelles utilisées dans la modélisation

À l'échelle locale, on définit les variantes d'austénite (orientation mère ou macle) et de martensite (variantes d'orientations différentes). À cette échelle, on supposera les déformations homogènes.

L'association de ces variantes permet de définir la phase. L'assemblage des phases définit ensuite le grain. La modélisation à cette échelle correspond à la modélisation d'un monocristal d'orientation donnée. Les déformations sont alors hétérogènes.

Enfin, on appelle VER un agrégat de monocristaux d'orientations différentes, sans organisation spatiale des uns par rapport aux autres. Le VER doit être suffisamment petit pour supposer une température homogène sur le volume. La désorientation des cristaux conduit à une nouvelle source d'hétérogénéité.

Le modèle permettra donc la modélisation du comportement élastique, chimique par la prise en compte du changement de phase et mécanique par la modélisation du maillage. La plasticité sera également introduite en utilisant les développements de BERVEILLER et ZAOUÏ, 1978 et l'effet Hall & Petch.

3 Modèle micro-macro

3.1 Comportement à l'échelle du grain

Dans toute cette partie, on se place à l'échelle du grain, que l'on notera g . On suppose un grain composé de plusieurs phases φ ; austénite ou martensite et chaque phase est constituée de variantes ϕ pouvant se développer selon sa symétrie. ϕ sera également utilisé pour désigner les macles d'austénite, et on notera ϕ_m une macle d'austénite et ϕ_v une variante de martensite. L'orientation de référence sera représentée par la grandeur ϕ_0 . L'organisation des échelles est illustrée à la figure 3.1, depuis le VER jusqu'à l'échelle des variantes/macles.

On considère les grains suffisamment petits pour supposer les champs de température et de contraintes comme homogènes ce qui permettra de simplifier l'écriture des énergies. Les développements présentés ci-après ont déjà été détaillés dans [CARUEL et al., 2022](#).

3.1.1 Energie libre de Gibbs

L'activation d'une variante ou d'une macle repose sur le principe de minimisation de l'énergie. Il est donc nécessaire de construire une fonction d'énergie à l'échelle d'une variante/macle.

D'après le premier principe, la densité d'énergie totale (J/m^3), décomposable en une densité d'énergie cinétique et une densité d'énergie interne, ne peut être modifiée que suite à l'action du travail extérieur et de la puissance calorifique. Notons u_ϕ la densité d'énergie interne à l'échelle d'une variante/macle. L'énergie cinétique étant constante à vitesse constante, il est possible d'écrire une relation directe entre la variation de la densité d'énergie interne et les sources d'énergie :

$$du_\phi = dh_\phi + T_\phi ds_\phi + \underline{\underline{\sigma}}_\phi : d\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi \quad (3.2)$$

Cette expression est composée de :

- dh_ϕ , qui symbolise la variation d'énergie chimique ou variation d'énergie de liaison d'une variante/macle à l'autre;
- $\underline{\underline{\sigma}}_\phi : d\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi$, la variation d'énergie mécanique (ou puissance mécanique), fonction de la variation de déformation $d\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi$ et de la contrainte locale $\underline{\underline{\sigma}}_\phi$.
- $dq_\phi = T_\phi ds_\phi$, variation de la quantité de chaleur (puissance thermique), fonction de la variation d'entropie ds_ϕ (second principe) et de la température locale T_ϕ ; cette expression s'applique dans un cadre réversible.

On introduit alors l'énergie libre d'Helmholtz $\psi_\phi = u_\phi - T_\phi s_\phi$ (première transformée de Legendre), cela nous permet de définir la variation de l'énergie en fonction de la variation de température et de s'affranchir ainsi de la variation d'entropie. On peut ensuite écrire l'énergie libre de Gibbs (ou enthalpie libre) $g_\phi = \psi_\phi - \underline{\underline{\sigma}}_\phi : \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi$ (deuxième transformée de Legendre) afin de définir la variation d'énergie en fonction de la variation de la contrainte et non de la variation de la déformation. La variation de l'énergie libre de Gibbs s'écrit donc selon :

$$d\mathbf{g}_\phi = dh_\phi - s_\phi dT_\phi - \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi : d\underline{\underline{\sigma}}_\phi \quad (3.3)$$

Puisqu'une variante/macle ϕ appartient à une phase, la variation d'énergie chimique est nulle conduisant à :

$$d\mathbf{g}_\phi = -s_\phi dT_\phi - \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi : d\underline{\underline{\sigma}}_\phi \quad (3.4)$$

La densité d'entropie et la déformation dérivent finalement de la fonction d'énergie libre de Gibbs selon :

$$s_\phi = - \left. \frac{\partial \mathbf{g}_\phi}{\partial T_\phi} \right|_{\underline{\underline{\sigma}}_\phi} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi = - \left. \frac{\partial \mathbf{g}_\phi}{\partial \underline{\underline{\sigma}}_\phi} \right|_{T_\phi} \quad (3.5)$$

En écrivant le développement de Taylor associé à l'entropie et en intégrant la capacité calorifique c_{p_ϕ} , on retrouve l'expression classique :

$$s_\phi = s_\phi^0 + \rho_\phi c_{p_\phi} \ln \left(\frac{T_\phi}{T_\phi^0} \right) \quad (3.6)$$

où s_ϕ^0 est l'entropie de référence à la température de référence T_ϕ^0 et ρ_ϕ est la masse volumique. On définit alors la partie chimique de l'énergie libre de Gibbs comme :

$$\mathbf{g}_\phi^c = h_\phi - T_\phi s_\phi(T) = h_\phi - T_\phi s_\phi^0 + \rho_\phi c_{p_\phi} \left[T_\phi - T_\phi^0 - T_\phi \ln \left(\frac{T_\phi}{T_\phi^0} \right) \right] \quad (3.7)$$

Dans le cadre des petites déformations, on peut écrire la déformation totale $\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi$ comme la somme des différentes contributions. Cela permet de définir des couplages entre la mécanique et d'autres physiques. Dans le cas présent, on retrouve les déformations classiques élastique $\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^e$, plastique $\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^p$, thermique $\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^T$ et la déformation libre $\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^L$ associée au maillage ($\underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_m}^L$) ou à la transformation de phase ($\underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_v}^L$). On obtient alors :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi = \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^e + \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^T + \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^p + \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^L = \mathbb{C}_\phi^{-1} : \underline{\underline{\sigma}}_\phi + \frac{\alpha_\phi}{3} (T_\phi - T_\phi^0) \underline{\underline{I}} + \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^p + \underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_m}^L + \underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_v}^L \quad (3.8)$$

\mathbb{C}_ϕ est le tenseur d'élasticité d'ordre 4, α_ϕ est le coefficient de dilatation volumétrique et $\underline{\underline{I}}$ le tenseur identité du second ordre. En supposant la déformation libre indépendante des contraintes (hypothèse classique à cette échelle), et les déformations plastiques homogènes sur le grain, une dérivation simple de la partie mécanique de l'énergie libre de Gibbs est possible, aboutissant à (à une constante près) :

$$\mathbf{g}_\phi^\sigma = - \int_0^{\underline{\underline{\sigma}}_\phi} \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi d\underline{\underline{\sigma}}_\phi = - \frac{1}{2} \underline{\underline{\sigma}}_\phi : \mathbb{C}_\phi^{-1} : \underline{\underline{\sigma}}_\phi - \underline{\underline{\sigma}}_\phi : (\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^T + \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^p + \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi^L) \quad (3.9)$$

Dans toute la suite, on retiendra les simplifications suivantes :

- le champ de contrainte est homogène à l'échelle du grain : $\underline{\underline{\sigma}}_\phi = \underline{\underline{\sigma}}_g$ (1);
- on se place dans le cadre de l'élasticité homogène $\mathbb{C}_\phi = \mathbb{C}_g$ (2);
- le champ de température est homogène sur le volume : $T_\phi = T_g = T$ (3);
- le coefficient de dilatation thermique est homogène et constant : $\alpha_\phi = \alpha_g$ (4);

- la capacité calorifique est supposée constante, on a donc : $c_{pM} = c_{pA} = c_p$ (5);
- la plasticité est supposée homogène par grain, elle n'a donc pas d'influence sur la sélection de variante/macle (6).

La combinaison des deux premières hypothèses permet donc de ne pas considérer le terme $-\frac{1}{2}\underline{\underline{\sigma}}_\phi : \mathbb{C}_\phi : \underline{\underline{\sigma}}_\phi$ dans le bilan d'énergie puisqu'il est le même pour toutes les variantes et les macles. La combinaison des hypothèses (3) et (4) permet de ne pas considérer la contribution de la déformation thermique dans le bilan d'énergie.

Une attention particulière est nécessaire afin de stabiliser la phase de référence ϕ_0 par rapport aux macles ϕ_m . Ainsi, et bien qu'il s'agisse d'un même composé chimique, on considérera la densité d'enthalpie de cette phase différente de celle des macles ($h_{\phi_m} \neq h_{\phi_0}$). Sa densité d'entropie est en revanche la même car la formation de macle est supposée indépendante de la température.

L'énergie libre de Gibbs pour les variantes, les macles et le matériau de référence est alors définie selon :

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathfrak{g}_{\phi_m} = h_{\phi_m} - T s_{\phi_m}(T) - \underline{\underline{\sigma}}_g : \underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_m}^L \\ \mathfrak{g}_{\phi_v} = h_{\phi_v} - T s_{\phi_v}(T) - \underline{\underline{\sigma}}_g : \underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_v}^L \\ \mathfrak{g}_{\phi_0} = h_{\phi_0} - T s_{\phi_m}(T) \end{array} \right. \quad (3.10)$$

3.1.2 Hystérésis

Les énergies établies ne permettent pas, en l'état, de retranscrire le caractère hystérétique de la transformation de phase et du maclage. Les mécanismes de maclage et de changements de phase sont décrits comme soudains avec des vitesses de propagation de l'ordre de celle du son. On va donc considérer ces deux mécanismes comme des phénomènes catastrophiques. Autrement dit, le mécanisme ne peut se déclencher tant qu'on ne lui a pas apporté l'énergie nécessaire, mais dès que celui-ci nucléée, sa propagation est totale. Cela revient à définir une énergie latente de transformation pour chaque variante ou macle. L'enthalpie est donc donnée par :

$$h_{\phi_m} = h_{\phi_m}^0 \pm L_{\phi_m} \quad \text{et} \quad h_{\phi_v} = h_{\phi_v}^0 \pm L_{\phi_v} \quad (3.11)$$

Le passage d'un niveau à l'autre est piloté par les deux fractions critiques $f_m^{critique}$ ou $f_v^{critique}$.

3.1.3 Lois de comportement

À chaque variante/macle ϕ , il est possible d'associer une fraction volumique f_ϕ qui représente les variables internes du modèle. Leur détermination suit une approche stochastique "à l'équilibre" et les différentes fractions sont définies par une fonction de Boltzmann. Ces approches ont été développées dans le cadre des modèles magnéto-mécaniques avec notamment les travaux de [BUIRON et al., 1999](#) et [DANIEL et al., 2008](#). Elle a ensuite été adaptée aux

alliages à mémoire de forme NiTi par MAYNADIER, 2012 puis étendue aux AMF magnétiques et AMF triphasiques par FALL, 2017. Les travaux les plus récents sont présentés dans CHANG et al., 2020 et QUILLERY, 2021. L'expression des fractions volumiques f_ϕ est alors donnée par :

$$f_\phi = \frac{\exp(-A \mathbf{g}_\phi)}{\sum_\phi \exp(-A \mathbf{g}_\phi)} \quad (3.12)$$

où A est un paramètre d'ajustement donné par : $A = \frac{V_0}{k.T}$ où V_0 désigne un volume statistique, k la constante de Boltzmann ($k = 1,38064853 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$).

Cette formulation ne permet cependant pas de traduire une différence de cinétique entre création de variantes de martensite ou de macles. Si l'on considère un milieu complètement austénitique et capable de macler, d'après la loi de Boltzmann, la fraction de la variante de macle ϕ_m est donnée par :

$$f_{\phi_m} = \frac{\exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m})}{\sum_{\phi_m} \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})} \quad (3.13)$$

De même, la fraction d'austénite de référence est obtenue par :

$$f_{\phi_0} = \frac{\exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})}{\sum_{\phi_m} \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})} \quad (3.14)$$

Avec B un paramètre d'ajustement tel que : $B = \frac{V'_0}{k.T}$ où V'_0 désigne un deuxième volume statistique.

À présent, de manière complètement analogue, si l'on se place dans un milieu complètement martensite, la fraction de la variante de martensite ϕ_v suit la loi suivante :

$$f_{\phi_v} = \frac{\exp(-C \mathbf{g}_{\phi_v})}{\sum_{\phi_v} \exp(-C \mathbf{g}_{\phi_v})} \quad (3.15)$$

Avec C tel que : $C = \frac{V''_0}{k.T}$ où V''_0 désigne un troisième volume statistique.

Dans le cas présent, le milieu considéré est biphasique, austénite/martensite. Ainsi, la fraction des variantes de macles évolue entre 0 et la quantité totale d'austénite, soit :

$$f_{\phi_m} = \frac{\sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0})}{\exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0}) + \sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})} \frac{\exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m})}{\sum_{\phi_m} \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})} \quad (3.16)$$

Cela revient à considérer un volume statistique différent pour chaque mécanisme, les fractions de variantes sont ainsi obtenues :

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{\phi_0} = \frac{\sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0})}{\exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0}) + \sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})} \frac{\exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})}{\sum_{\phi_m} \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})} \\ f_{\phi_m} = \frac{\sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0})}{\exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0}) + \sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})} \frac{\exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m})}{\sum_{\phi_m} \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})} \\ f_{\phi_v} = \frac{\sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})}{\exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0}) + \sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})} \frac{\exp(-C \mathbf{g}_{\phi_v})}{\sum_{\phi_v} \exp(-C \mathbf{g}_{\phi_v})} \end{array} \right. \quad (3.17)$$

assurant ainsi : $f_{\phi_0} + \sum_{\phi_v} f_{\phi_v} + \sum_{\phi_m} f_{\phi_m} = 1$. Dans le cas $A = B = C$, on retrouve l'équation (3.12).

Les fractions des phases et des "zones maclées" correspondent directement à la contribution des différentes variantes et sont données par : $f_g^M = \sum_{\phi_v} f_{\phi_v}$, $f_g^m = \sum_{\phi_m} f_{\phi_m}$ et $f_g^A = f_{\phi_0}$. Sous hypothèse des contraintes homogènes, les déformations sont obtenues par moyenne pondérée :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_g = \underline{\underline{\varepsilon}}_g^e + \underline{\underline{\varepsilon}}_g^p + \underline{\underline{\varepsilon}}_g^T + \underline{\underline{\varepsilon}}_g^L = \mathbb{C}_g^{-1} : \underline{\underline{\sigma}}_g + \underline{\underline{\varepsilon}}_g^p + \underline{\underline{\varepsilon}}_g^T + \sum_{\phi_m} f_{\phi_m} \underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_m}^L + \sum_{\phi_v} f_{\phi_v} \underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_v}^L \quad (3.18)$$

Remarque : Les déformations thermiques étant faibles devant les autres déformations en jeu, elles seront négligées dans la suite.

3.2 Du monocristal au polycristal

On s'intéresse à présent à la modélisation d'un polycristal. Des procédures de localisation et homogénéisation doivent être mises en place afin de passer d'une échelle à l'autre.

3.2.1 Organisation du polycristal

Selon la manière dont est décrite l'organisation de la matière, les procédures de changement d'échelles changent. Dans notre cas, on considérera le polycristal comme un amas de grains désorientés dont l'orientation et la taille sont connues. Nous ne faisons pas d'hypothèse sur l'organisation des grains des uns par rapport aux autres il n'y a donc aucune notion de voisin. De fait, les interactions entre deux grains sont négligées.

On supposera que le polycristal est inclus dans une structure plus grande, suffisamment loin des bords pour en négliger les effets. Il est donc possible de voir le polycristal soit comme un amas déterminé de grains, soit comme un VER dont la statistique d'orientation et de taille de grains permet dans son ensemble d'être représentatif du matériau (hors effets de bords).

3.2.2 Stratégie de changement d'échelle

On trouve classiquement trois stratégies de changement d'échelles :

- l'hypothèse de Voigt : on suppose les déformations homogènes, le tenseur de raideur est donc directement obtenu par $\mathbb{C}_{eff} = \langle \mathbb{C}_g \rangle$; cette hypothèse forte conduit à sur-estimer les contraintes par grain. Un calcul itératif est nécessaire pour sa mise en place.
- l'hypothèse de Reuss : on se place dans le cadre des contraintes homogènes, le tenseur de raideur est donné par $\mathbb{C}_{eff}^{-1} = \langle \mathbb{C}_g^{-1} \rangle$; de nouveau, cette hypothèse est forte, mais présente l'avantage d'éviter un calcul itératif ce qui conduit à un gain de temps non-négligeable.
- la méthode auto-cohérente : le milieu est vu comme un milieu homogène équivalent et l'écriture du tenseur de raideur repose sur le problème d'inclusion traité par Eshelby, [ESHELBY, 1956](#); cette méthode étant celle utilisée, elle est détaillée ci-après.

La méthode auto-cohérente

La méthode auto-cohérente consiste à rechercher un milieu homogène équivalent du matériau étudié. Pour cela, on voit le grain comme une inclusion noyée dans une matrice infinie de module \mathbb{C}_{eff} . Dans le cadre de l'élasticité linéaire, le problème d'inclusion conduit à la relation suivante :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \langle \mathbb{C}_g : [(\mathbb{C}_g + \mathbb{C}^*)^{-1} : (\mathbb{C}_{eff} + \mathbb{C}^*)] \rangle : \underline{\underline{E}} \quad (3.19)$$

avec $\underline{\underline{\Sigma}}$ et $\underline{\underline{E}}$ les tenseurs de contrainte et déformation macroscopiques, \mathbb{C}^* le tenseur de Hill donné par : $\mathbb{C}^* = \mathbb{C}^0 : (\mathbb{S}_E^{-1} - \mathbb{I})$ avec \mathbb{S}_E le tenseur d'Eshelby et \mathbb{C}^0 le module d'élasticité de référence.

Finalement, on a $\mathbb{C}_{eff} = \langle \mathbb{C}_g : [(\mathbb{C}_g + \mathbb{C}^*)^{-1} : (\mathbb{C}_{eff} + \mathbb{C}^*)] \rangle$. Cette méthode d'estimation du module d'élasticité nécessite un schéma itératif.

Stratégie de localisation en présence d'une déformation libre

La détermination de $\underline{\underline{\sigma}}_g$ nécessite l'utilisation d'une méthode de localisation, on s'inspire de la méthode proposée par [DANIEL et al., 2008](#). La contrainte à l'échelle du grain $\underline{\underline{\sigma}}_g$ dépend de la contrainte macroscopique $\underline{\underline{\Sigma}}$, du tenseur de concentration de contrainte \mathbb{B}_g , d'un tenseur d'accommodation \mathbb{C}_g^{acc} et du contraste entre le tenseur de déformation libre macroscopique $\underline{\underline{E}}^L$ et microscopique $\underline{\underline{\varepsilon}}_g^L$ (somme des déformations de transformation, de maillage et de plasticité à l'échelle du grain) :

$$\underline{\underline{\sigma}}_g = \mathbb{B}_g : \underline{\underline{\Sigma}} + \mathbb{C}_{acc} : (\underline{\underline{E}}^L - \underline{\underline{\varepsilon}}_g^L) \quad (3.20)$$

où \mathbb{C}_{acc} est donné par : $\mathbb{C}_{acc} = \mathbb{C}_{eff} : (\mathbb{I} - \mathbb{S}_E)$ avec \mathbb{S}_E le tenseur d'Eshelby et $\mathbb{B}_g = \mathbb{I}$ puisque le comportement du matériau est supposé isotrope.

L'équation 3.20 suppose que l'accommodation du matériau à la déformation inélastique est purement élastique. Sa validité est donc limitée aux cas où peu de grains sont transformés,

maclés ou déformés plastiquement. **BERVEILLER et ZAOUÏ, 1978** proposent l'introduction d'un facteur d'accommodation inélastique δ dans le cadre de la plasticité isotrope. Il est possible de l'adapter directement au cas présent. On définit alors δ le facteur d'accommodation inélastique selon :

$$\delta = \frac{1}{1 + \frac{3}{2} G \frac{\underline{\underline{E}}^L}{\underline{\underline{\Sigma}}^L}} \quad (3.21)$$

où G désigne le module de cisaillement et $\underline{\underline{E}}^L$ et $\underline{\underline{\Sigma}}^L$ désignent la déformation inélastique et la contrainte équivalentes au sens de von Mises.

Finalement, les contraintes localisées sont obtenues via :

$$\underline{\underline{\sigma}}_g = \mathbb{B}_g : \underline{\underline{\Sigma}} + \delta \mathbb{C}_{acc} : (\underline{\underline{E}}^L - \underline{\underline{\varepsilon}}_g^L) \quad (3.22)$$

Stratégie d'homogénéisation

L'homogénéisation est une opération qui consiste à définir une quantité à l'échelle supérieure (celle du VER) à partir de la connaissance de cette quantité à l'échelle inférieure (celle du grain). Elle peut s'appliquer aux quantités scalaires comme les fractions de phase ou encore la fraction maclée. Elle s'applique également aux quantités mécaniques comme les contraintes ou déformations. La formule générale est la suivante :

$$\langle \cdot \rangle = \frac{1}{V_{VER}} \int_{VER} {}^t L_g(\cdot)_g dv = \langle {}^t L_g(\cdot)_g \rangle \quad (3.23)$$

Avec $\langle \cdot \rangle$ la quantité à moyenner et ${}^t L_g$ un opérateur de concentration transposé.

Le VER est discrétisé en n grains de volume V_g , on peut donc réécrire la moyenne selon :

$$\langle \cdot \rangle = \frac{1}{V_{VER}} \sum_{VER} V_g {}^t L_g(\cdot)_g = \langle {}^t L_g(\cdot)_g \rangle \quad (3.24)$$

Les grains n'ayant pas tous la même taille, on les supposera sphériques, tout comme le VER. Le rapport de volume s'écrit donc : $\frac{V_g}{V_{VER}} = \frac{D_g^3}{\sum_g D_g^3}$.

Appliqué aux fractions de phases et fraction maclée, l'opérateur de concentration vaut 1, et on obtient :

$$F^M = \frac{1}{\sum_g D_g^3} \sum_{VER} D_g^3 f_g^M \quad F^m = \frac{1}{\sum_g D_g^3} \sum_{VER} D_g^3 f_g^m \quad F^A = \frac{1}{\sum_g D_g^3} \sum_{VER} D_g^3 f_g^A \quad (3.25)$$

Et la déformation totale est calculée par :

$$\underline{\underline{E}} = \langle \underline{\underline{\varepsilon}}_g \rangle \quad (3.26)$$

Sous hypothèse des petites déformations, on a d'ailleurs $\underline{\underline{E}} = \underline{\underline{E}}^e + \underline{\underline{E}}^m + \underline{\underline{E}}^v + \underline{\underline{E}}^p$ et chaque contribution est calculée par :

$$\underline{\underline{E}}^e = \mathbb{C}_{eff}^{-1} \cdot \underline{\underline{\Sigma}} \quad \text{et} \quad \underline{\underline{E}}^k = \langle {}^t\mathbb{B}_g : \underline{\underline{\varepsilon}}_g^k \rangle \quad (3.27)$$

avec $k = m, v$ ou p représentent les déformations associées au maillage, à la transformation de phase ou à la plasticité.

3.3 Déformations libres de transformation de phase et de maillage

3.3.1 Transformation de phase

La distorsion du réseau due à la transformation de phase peut être décrite par une matrice de transformation $\underline{\underline{F}}$. On note \mathbf{e}_i^M le vecteur i du réseau associé à la variante de martensite et \mathbf{e}_j^A le vecteur j du réseau associé à l'austénite, on obtient alors la relation suivante :

$$\mathbf{e}_i^M = \underline{\underline{F}} \mathbf{e}_j^A \quad (3.28)$$

où $\underline{\underline{F}} = \underline{\underline{R}} \cdot \underline{\underline{U}}$. $\underline{\underline{R}}$ décrit les rotations, c'est la partie antisymétrique du tenseur $\underline{\underline{F}}$ et $\underline{\underline{U}}$ sa partie symétrique. La matrice $\underline{\underline{U}}$ est appelée matrice de Bain. Elle dépend des structures cristallines des mailles mère et fille. Les variantes sont donc directement liées à la symétrie de la matrice et chacune est obtenue par des opérations de permutation d'axes et de symétries planes.

Dans le cas du NbTi, six variantes de martensite peuvent coexister. Pour plus de détails sur la détermination des matrices, le lecteur pourra se reporter au livre [BHATTACHARYA, 2003](#).

Les déformations associées à la transformation sont alors définies au sens de Green-Lagrange et les matrices sont présentées dans le tableau 3.1 :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{\phi_v}^L = \frac{1}{2} \cdot \left(\underline{\underline{U}}_{\phi_v}^T \cdot \underline{\underline{U}}_{\phi_v} - \underline{\underline{I}} \right) \quad (3.29)$$

$$\begin{array}{cc}
 \begin{bmatrix} \alpha^M & 0 & \gamma^M \\ 0 & \beta^M & 0 \\ \gamma^M & 0 & \alpha^M \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \alpha^M & 0 & -\gamma^M \\ 0 & \beta^M & 0 \\ -\gamma^M & 0 & \alpha^M \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{bmatrix} \alpha^M & \gamma^M & 0 \\ \gamma^M & \alpha^M & 0 \\ 0 & 0 & \beta^M \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \alpha^M & -\gamma^M & 0 \\ -\gamma^M & \alpha^M & 0 \\ 0 & 0 & \beta^M \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{bmatrix} \beta^M & 0 & 0 \\ 0 & \alpha^M & \gamma^M \\ 0 & \gamma^M & \alpha^M \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \beta^M & 0 & 0 \\ 0 & \alpha^M & -\gamma^M \\ 0 & -\gamma^M & \alpha^M \end{bmatrix}
 \end{array}$$

Tableau 3.1 • Matrices de déformation associées aux 6 variantes de martensite

avec $\alpha^M = 0,0143$, $\beta^M = -0,0276$ et $\gamma^M = 0,0162$ dans le cas du 26at%NbTi. Ces paramètres sont obtenus à partir des paramètres de mailles identifiés par [ELMAY, 2013](#) ($a_0 = 0,3828$ nm, $a' = 0,318$ nm, $b' = 0,4818$ nm et $c' = 0,464$ nm).

On supposera le matériau austénitique par défaut. Sa matrice de Bain \underline{U}_0 vérifie $\underline{U}_0 = \underline{I}$. Les déformations transportées sont donc nulles

L'utilisation de cette formulation revient à travailler sous l'hypothèse des petites perturbations. Cela permet une expression simplifiée de l'énergie élastique, mais pose néanmoins question dès lors que l'on travaille sur des alliages capables de transporter plusieurs pourcents de déformation par changement de phase. C'est une faiblesse de la modélisation.

3.3.2 Maclage

Le maclage correspond à une rotation locale du cristal. Comme pour le changement de phase, il est possible de lui associer une matrice de transformation \underline{F} vérifiant :

$$\mathbf{e}_\phi = \underline{F}\mathbf{e}_0 \quad (3.30)$$

Cette opération permet le passage de l'orientation du grain 0 à celle de la macle ϕ . Ce faisant, et de la même manière que pour la martensite, on peut définir le tenseur des déformations transportées par une macle ϕ de la manière suivante :

$$\underline{\varepsilon}_{\phi_m}^L = \frac{1}{2} \cdot \left(\underline{U}_{\phi}^T \cdot \underline{U}_{\phi} - \underline{I} \right) \quad (3.31)$$

Nous avons choisi de ne modéliser que le système de maclage $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$, principal système observé expérimentalement. À partir de la connaissance du plan de macle, de la direction de maclage et du taux de cisaillement (définis dans la partie introductive, tableau 1.1), il est possible de construire le tenseur de déformation associé à un premier système (voir formalisme adopté pour la plasticité dans le paragraphe suivant). Les systèmes $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$

sont au nombre de 12. Les tenseurs de déformation associés sont regroupés dans le tableau 3.2.

$$\begin{array}{ccc}
 \begin{bmatrix} -\alpha^m & -\alpha^m & \beta^m \\ -\alpha^m & -\alpha^m & \beta^m \\ \beta^m & \beta^m & \gamma^m \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha^m & \beta^m & -\alpha^m \\ \beta^m & \gamma^m & \beta^m \\ -\alpha^m & \beta^m & -\alpha^m \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \gamma^m & \beta^m & \beta^m \\ \beta^m & -\alpha^m & -\alpha^m \\ \beta^m & -\alpha^m & -\alpha^m \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{bmatrix} -\alpha^m & \alpha^m & -\beta^m \\ \alpha^m & -\alpha^m & \beta^m \\ -\beta^m & \beta^m & \gamma^m \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha^m & -\beta^m & \alpha^m \\ -\beta^m & \gamma^m & \beta^m \\ \alpha^m & \beta^m & -\alpha^m \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \gamma^m & -\beta^m & \beta^m \\ -\beta^m & -\alpha^m & \alpha^m \\ \beta^m & \alpha^m & -\alpha^m \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{bmatrix} -\alpha^m & \alpha^m & \beta^m \\ \alpha^m & -\alpha^m & -\beta^m \\ \beta^m & -\beta^m & \gamma^m \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha^m & \beta^m & \alpha^m \\ \beta^m & \gamma^m & -\beta^m \\ \alpha^m & -\beta^m & -\alpha^m \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \gamma^m & \beta^m & -\beta^m \\ \beta^m & -\alpha^m & \alpha^m \\ -\beta^m & \alpha^m & -\alpha^m \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{bmatrix} -\alpha^m & -\alpha^m & -\beta^m \\ -\alpha^m & -\alpha^m & -\beta^m \\ -\beta^m & -\beta^m & \gamma^m \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha^m & -\beta^m & -\alpha^m \\ -\beta^m & \gamma^m & -\beta^m \\ -\alpha^m & -\beta^m & -\alpha^m \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \gamma^m & -\beta^m & -\beta^m \\ -\beta^m & -\alpha^m & -\alpha^m \\ -\beta^m & -\alpha^m & -\alpha^m \end{bmatrix}
 \end{array}$$

Tableau 3.2 • Tenseurs de déformation associés aux 12 systèmes de maillage

Avec $\alpha^m = 0,0682$, $\beta^m = 0,0795$ et $\gamma^m = 0,1364$.

3.4 Plasticité micro-cristalline

L'activation des mécanismes de maillage et changement de phase induisent la création de dislocations qui vont permettre au cristal d'adapter localement les déformations transportées. L'approche que nous proposons restera néanmoins mésoscopique. Nous considérons une plasticité généralisée par grain qui affecte indépendamment la martensite et l'austénite (maclée ou non). Nous avons donc choisi d'utiliser la méthode initialement proposée par KRÖNER, 1961 et HILL, 1965 puis adaptée par BERVEILLER et ZAOUÏ, 1978 afin de proposer la mise en place d'une plasticité cristalline dans un schéma auto-cohérent.

On note $\underline{\underline{\sigma}}_g$ l'état de contrainte dans le grain g . Le taux de cisssion associé au système s est alors calculé par :

$$\tau_g^s = \underline{\underline{R}}_g^s : \underline{\underline{\sigma}}_g \quad (3.32)$$

où $\underline{\underline{R}}_g^s$ représente la partie symétrique du tenseur de Schmid définie telle que :

$$\underline{\underline{R}}_g^s = \frac{1}{2} (\mathbf{n}^s \otimes \mathbf{t}^s + \mathbf{t}^s \otimes \mathbf{n}^s) \quad (3.33)$$

avec \mathbf{n}^s la normale au plan de glissement associée au système s et \mathbf{t}^s la direction de glissement. Nous considérons le système classique suivant pour les matériaux cubiques centrés : $\{110\} \langle 1\bar{1}1 \rangle$. Cette combinaison définit 12 systèmes de glissement.

On considère qu'un système de glissement s est activé lorsque la cission résolue τ_g^s du système s dans le grain g est supérieure à la limite d'élasticité τ_{yg}^s de ce dernier. De nombreux exemples dans la littérature font état d'un lien entre la contrainte nécessaire au mouvement des dislocations et la taille du grain (HALL, 1951, PETCH, 1953, LI et al., 2016). En effet, plus ces derniers sont petits, plus réduit est le libre parcours moyen des dislocations. La contrainte nécessaire pour atteindre un certain niveau de déformation est donc plus grande. À supposer qu'on connaisse le diamètre D_g d'un grain, la limite d'élasticité en cisaillement suit une loi de Hall & Petch définie par :

$$\tau_{yg} = \tau_0 + \frac{k}{\sqrt{D_g}} \quad (3.34)$$

où τ_0 désigne la contrainte de cisaillement théorique pour une taille de grain infinie et k la constante de Hall & Petch. Cette limite est indépendante du système s considéré.

Le vecteur taux de déformation associé aux différents systèmes de glissements est alors défini à partir de l'équation suivante :

$$\underline{\underline{\gamma}}_g = \underline{\underline{H}}^{-1}(\underline{\underline{\tau}}_g - \underline{\underline{\tau}}_{yg}) \quad (3.35)$$

avec $\underline{\underline{H}}$ la matrice d'interaction entre les systèmes, $\underline{\underline{\tau}}_g$ le vecteur taux de cission de l'ensemble des systèmes dans le grain g et $\underline{\underline{\tau}}_{yg}$ le vecteur limite d'élasticité du grain g . Si $|\tau_g^s - \tau_{yg}^s| < 0$ alors $\gamma_g^s = 0$.

La matrice $\underline{\underline{H}}$ permet de définir la prédominance d'un système ou l'autre et les interactions entre les systèmes. Ne disposant pas de justification pour privilégier un système ou définir leurs interactions, il a été choisi de définir la matrice comme une matrice diagonale :

$$\underline{\underline{H}} = P_c \cdot \underline{\underline{I}} \quad (3.36)$$

avec P_c un coefficient d'écroutissage. Ce type de matrice suppose qu'il n'existe pas d'interaction entre les systèmes de glissements.

On note $\underline{\underline{\varepsilon}}_g^{ps}$ la déformation plastique associée au système s dans le grain g .

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_g^{ps} = \gamma_g^s \underline{\underline{R}}_g^s \quad (3.37)$$

Les tenseurs de déformation associés sont présentés dans le tableau 3.3.

$$\begin{array}{ccc}
 \begin{bmatrix} \alpha^p & 0 & \beta^p \\ 0 & -\alpha^p & \beta^p \\ \beta^p & \beta^p & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha^p & 0 & \beta^p \\ 0 & \alpha^p & \beta^p \\ \beta^p & \beta^p & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha^p & 0 & \beta^p \\ 0 & \alpha^p & -\beta^p \\ \beta^p & -\beta^p & 0 \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{bmatrix} \alpha^p & 0 & \beta^p \\ 0 & -\alpha^p & -\beta^p \\ \beta^p & -\beta^p & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & \beta^p & \beta^p \\ \beta^p & -\alpha^p & 0 \\ \beta^p & 0 & \alpha^p \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & \beta^p & \beta^p \\ \beta^p & \alpha^p & 0 \\ \beta^p & 0 & -\alpha^p \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{bmatrix} 0 & \beta^p & -\beta^p \\ \beta^p & \alpha^p & 0 \\ -\beta^p & 0 & -\alpha^p \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 0 & \beta^p & -\beta^p \\ \beta^p & -\alpha^p & 0 \\ -\beta^p & 0 & \alpha^p \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha^p & \beta^p & 0 \\ \beta^p & 0 & \beta^p \\ 0 & \beta^p & \alpha^p \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{bmatrix} \alpha^p & \beta^p & 0 \\ \beta^p & 0 & \beta^p \\ 0 & \beta^p & -\alpha^p \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \alpha^p & \beta^p & 0 \\ \beta^p & 0 & -\beta^p \\ 0 & -\beta^p & -\alpha^p \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha^p & \beta^p & 0 \\ \beta^p & 0 & -\beta^p \\ 0 & -\beta^p & \alpha^p \end{bmatrix}
 \end{array}$$

Tableau 3.3 • Tenseurs de déformation associés aux 12 systèmes de glissement

Avec $\alpha^p = 0,408 \cdot \gamma_g^s$ et $\beta^p = \alpha^p/2$.

Finalement, sur l'ensemble des systèmes, la déformation plastique est obtenue en superposant l'ensemble des contributions des systèmes :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_g^p = \sum_s \underline{\underline{\varepsilon}}_g^{ps} = \sum_s \gamma_g^s \underline{\underline{R}}_g^s \quad (3.38)$$

4 Application au NbTi

Finalement, le modèle utilise un grand nombre de paramètres (voir tableau 3.4) qu'il convient d'identifier.

4.1 Identification des paramètres

L'identification sera effectuée uniquement sur les échantillons produits au DEMAR et se basera à la fois sur les résultats des essais présentés chapitre 2 et sur l'utilisation de quelques simulations.

Au cours du chapitre 2, nous avons pu identifier un module d'Young de 63000 MPa et un coefficient de Poisson de 0,36. Les tenseurs de déformation associés à la transformation martensitique et au maclage sont présentés section 3.3.1 et 3.3.2.

symbole	nom
ρ	masse volumique (kg/m ³)
c_p	capacité calorifique (J/kg/K)
T_o	température de transformation réversible (K)
L_{ϕ_m}	énergie latente associée au maclage (J/m ³)
Δh_{ϕ_v0}	variation d'enthalpie entre l'austénite et la martensite (J/m ³)
L_{ϕ_v}	énergie latente associée au changement de phase (J/m ³)
Δs_{ϕ_v0}	variation d'entropie entre l'austénite et la martensite (J/m ³ /K)
$A, B \text{ \& } C$	constantes des distributions de Boltzmann (m ³ /J)
$\alpha^M, \beta^M \text{ et } \gamma^M$	paramètres associés aux tenseurs de déformations de changement de phase
$\alpha^m, \beta^m \text{ et } \gamma^m$	paramètres associés aux tenseurs de déformations de maclage
α^p, β^p	paramètres associés aux tenseurs de déformations plastique
E	module d'Young (MPa)
ν	coefficient de Poisson
τ_0	limite d'élasticité de référence des systèmes de glissement (MPa)
k	coefficient de Hall&Petch (MPa/m ^{-1/2})
$f^{critique}$	fraction critique de changement d'enthalpie
P_c	coefficient d'érouissage (MPa ⁻¹)
Φ_1, Ψ, Φ_2	angles d'euler associés à l'orientation du cristal
μ, σ	paramètres de la loi de distribution des tailles de grains

Tableau 3.4 • Paramètres de simulation

À partir des cycles de DSC, nous avons estimé la capacité calorifique du matériau à $c_p = 454 \text{ J/kg/K}$. La masse volumique a été mesurée et vaut $\rho = 5462 \text{ kg/m}^3$.

Enfin, ayant choisi de modéliser les changements de phase et le maclage comme des phénomènes catastrophiques, les paramètres A , B et C n'ont pas d'influence sur la réponse du matériau sous chargement mécanique. Habituellement, ces paramètres sont identifiés par DSC, dans le cas d'un changement de phase, à partir de la formule suivante, [FALL et al., 2016](#) :

$$A = \frac{4 \cdot Q_m}{V \cdot \Delta s \cdot \Delta h} \quad (3.39)$$

Où Q_m est le flux maximal d'émission de chaleur (corrigé de la ligne de base), V représente le volume de l'échantillon testé pour la DSC et Δs et Δh sont les variations de densité d'entropie et d'enthalpie de transformation.

Les DSC ne mettant pas en évidence de pics de transformation, ces paramètres ont été fixés arbitrairement à $1, 4 \cdot 10^{-6}$, valeur issue de la thèse [FALL, 2017](#). Nous reviendrons sur la conséquence du choix de cette valeur dans la suite.

La fraction critique de changement d'enthalpie $f^{critique}$ est supposée indépendante du mé-

canisme et fixée à 0,01. Ce dernier choix est complètement arbitraire. Plus cette valeur est faible, plus la contrainte seuil de transformation ou de maclage sera faible. Cette valeur a donc été choisie afin de ne pas déclencher le mécanisme trop tôt.

Les orientations et les tailles de grains sont issues de résultats expérimentaux. Les orientations sont choisies de manière à conserver la texture du matériau (distribution spatiale régulière et filtrage par indice de confiance, qui est un paramètre de sortie de l'EBS). Pour les tailles de grains, nous utilisons une fonction gaussienne, représentative de la répartition obtenue expérimentalement.

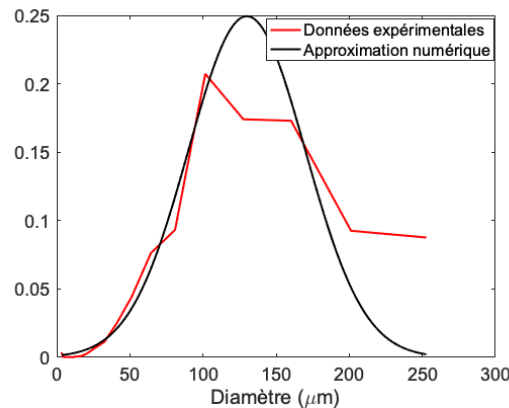


FIGURE 3.2 • Évolution de la densité de taille de grains

La figure 3.2 présente l'évolution de la taille des grains. Cela nous permet d'identifier les paramètres de la fonction gaussienne. On trouve $\mu = 130 \mu\text{m}$ et $\sigma = 40 \mu\text{m}$.

4.1.1 Identification de l'enthalpie de changement de phase

Usuellement, l'enthalpie est identifiée à partir d'essais de DSC (voir section 2.1.1, chapitre 2). Les résultats obtenus pour les matériaux étudiés ne permettent pas une mesure de cette quantité. La raison en est simple. Les essais mécaniques nous indiquent un seuil de transformation d'environ 350 MPa, environ trois fois plus élevé qu'attendu. Par application de la relation thermodynamique (équation 3.1), la variation de température amenant à cette transformation est donc trois fois plus élevée que prévu également, portant la température de transition à des valeurs inatteignables par DSC (autour de 100 K pour une variation d'entropie de l'ordre de celle observée pour les NiTi). L'identification de l'enthalpie de changement de phase nécessite la mise en place d'essais mécaniques et thermiques supplémentaires.

L'émission de chaleur du matériau est directement liée aux conditions d'essais (convection dans l'air, conduction dans les mors, vitesse de chargement), du matériau (capacité calorifique, conduction thermique), de la quantité de martensite créée et de l'enthalpie de changement de phase.

Deux essais ont donc été réalisés :

- un essai sous chargement thermique pur dont l'objectif est d'identifier les conditions d'essais (convection dans l'air, conduction dans les mors) et les caractéristiques thermiques du matériau (conduction thermique)
- un essai sous chargement mécanique (traction/décharge incrémentale) avec suivi par caméra IR dont l'objectif est d'estimer la quantité de martensite créée ainsi que les élévations de chaleur associées lors du chargement.

Étude de la diffusion thermique sur le NbTi

Pour déterminer les paramètres d'essais ainsi que les propriétés thermiques du matériau, on étudie un cycle de refroidissement. Pour cela, on recouvre une éprouvette bande de peinture haute température (émissivité de 0,96). Les dimensions sont notées dans le tableau 3.5. L'éprouvette est ensuite positionnée dans une machine de traction MTS - 10 tonnes, mors serrés afin de se placer dans les mêmes conditions d'essai que lors des essais de traction précédents. L'éprouvette est ensuite chauffée jusqu'à 65°C et le refroidissement est filmé à l'aide de la caméra IR FLIR X8501sc. Un code de diffusion thermique 1D a été développé sous Matlab (différences finies implicites) afin de permettre la simulation de l'essai de refroidissement ainsi que l'identification des paramètres thermiques. Le détail de ce code est présenté en annexe B.

L_o (mm)	S_o (mm ²)	e (mm)
50	13,7	1,45

Tableau 3.5 • Dimensions de l'éprouvette

On note h le coefficient de convection thermique entre l'air et l'échantillon, h_c le coefficient de conduction thermique entre l'échantillon et les mors et λ la conductivité thermique de la phase austénite du matériau.

Les résultats sont ensuite moyennés sur l'ensemble de la surface et comparés avec les résultats du code thermique qui permet une étude de sensibilité des différents paramètres présentés ci-dessus. L'optimisation numérique nous amène aux valeurs suivantes : $h = 16$ W/m²/K, $h_c = 1000$ W/m²/K, $\lambda = 20$ W/m/K, et l'ensemble des résultats sont présentés dans la figure 3.3.

Les paramètres choisis permettent une très bonne corrélation entre expérimental et numérique. La conductivité thermique du matériau influence très peu la réponse thermique du modèle. Elle sera donc considérée constante tout au long du chargement mécanique. Le paramètre avec le plus d'influence est naturellement le coefficient de convection thermique entre l'air et l'échantillon du fait de l'importante surface d'échange. Il a été choisi à $h = 16$ W/m²/K. Ce résultat signifie que l'air autour de l'échantillon est statique, ce qui est cohérent

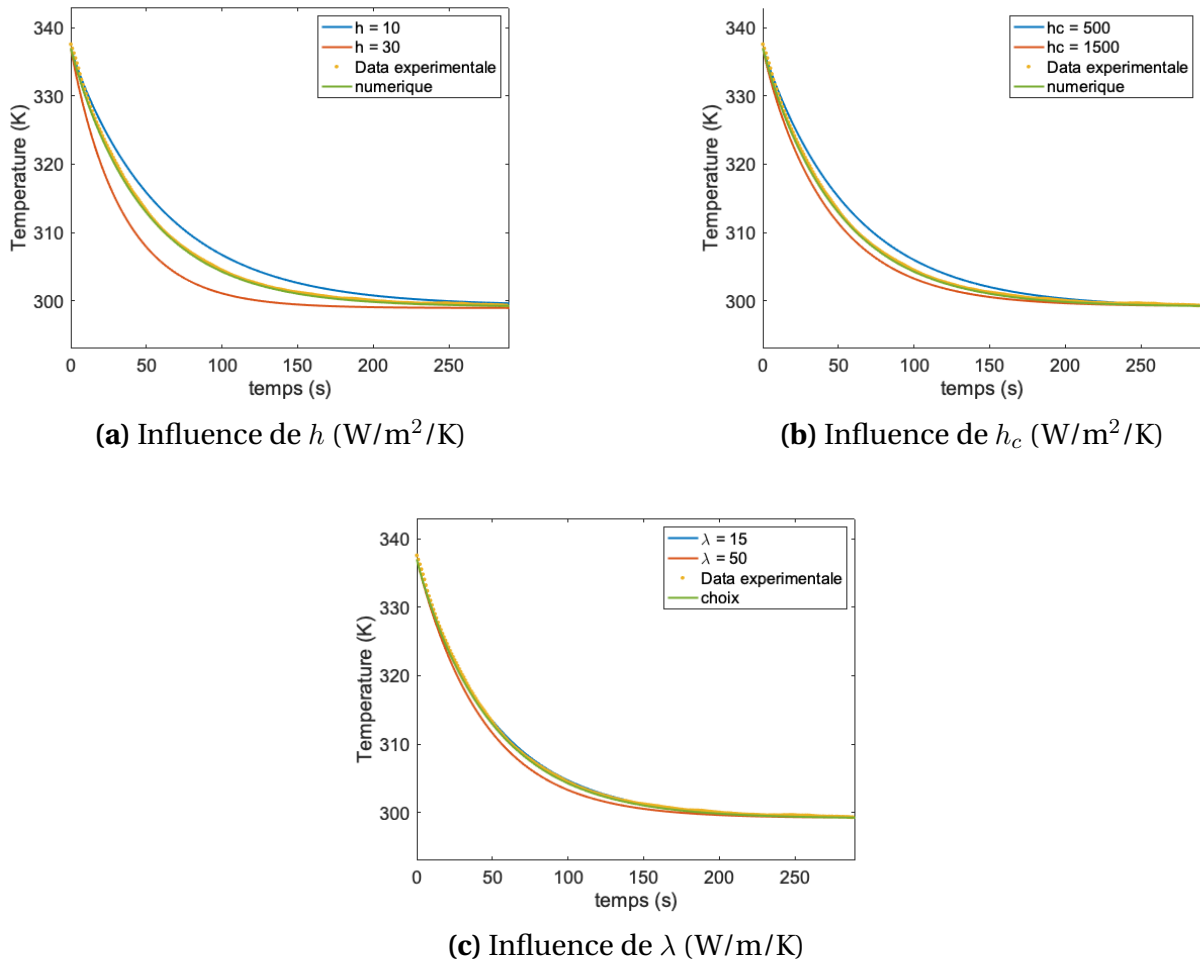


FIGURE 3.3 • Résultat de l'étude de sensibilité des différents paramètres et comparaison avec les résultats expérimentaux et la combinaison choisie

avec l'essai réalisé puisqu'aucune ventilation n'a été mise en place à proximité de l'échantillon (en dehors de la ventilation de la salle). Enfin, le coefficient de conduction thermique entre l'échantillon et les mors joue également sur la réponse thermique. On le fixe à $h_c = 1000$ $W/m^2/K$, le contact entre les mors et l'échantillon étant métal/métal, cette valeur élevée est classique.

Estimation de la quantité de martensite créée

La martensite tendant à disparaître lors des décharges mécaniques et se développant en quantité limitée, il n'a pas été possible lors des essais présentés au chapitre 2 d'identifier une loi d'évolution de la fraction de phase en fonction des déformations ou des contraintes.

Le modèle VER présenté précédemment permet, pour un chargement donné d'obtenir la déformation associée à un changement de phase complet (en considérant que 100% de l'austénite a transformé). Les essais de traction charge/décharge incrémentale réalisés nous

permettent d'estimer la déformation maximale due au changement de phase.

On se place donc dans les conditions de chargement de l'essai. Le modèle a été simulé pour 700 grains (texture présentée à la figure 3.4), sous hypothèse des contraintes homogènes et sans prise en compte de la plasticité et du maillage. On applique une traction et on trace sur la figure 3.5 les déformations associées au changement de phase dans la direction de chargement. On trouve une déformation maximale de transformation de $\varepsilon_{max}^{tr} = 2,6\%$ pour un matériau transformé à 100%.

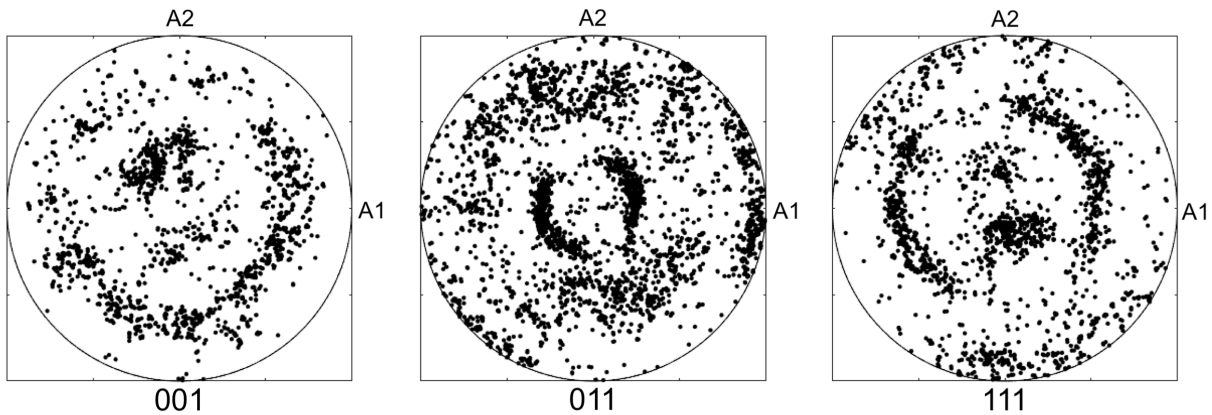


FIGURE 3.4 • Figure de pôle associée à la texture utilisée lors de la simulation d'un VER de 700 grains

Remarque : Figure 3.4, A1 représente la direction de laminage et A2 est une direction perpendiculaire à A1.

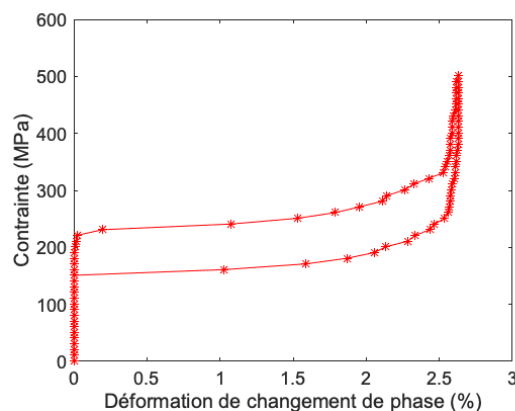


FIGURE 3.5 • Déformation de transformation obtenue par simulation numérique

La figure 3.6 présente par ailleurs les résultats obtenus expérimentalement et sur lesquels nous basons notre identification.

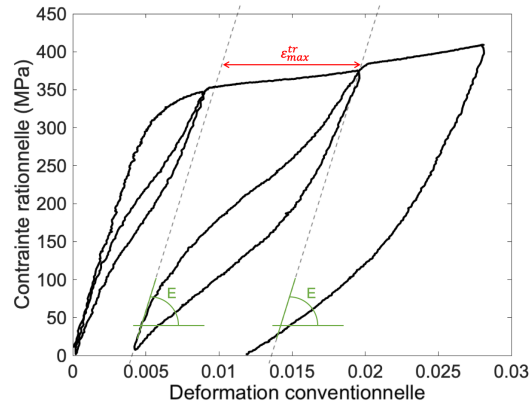


FIGURE 3.6 • Courbe de traction présentée section 3.3 du chapitre 2

S’agissant d’un début d’essai à faible déformation, et si l’on suppose que les boucles obtenues lors de la décharge puis recharge sont uniquement dues au changement de phase, on obtient directement la déformation de transformation de phase une fois la déformation élastique retranchée. Nous supposons également que la deuxième boucle se produit suffisamment tôt dans le chargement pour que la quantité de phase transformée ne soit pas réduite par la présence de macles ou de dislocations et suffisamment tard pour que la boucle soit représentative de la capacité maximale du matériau à transformer. On estime alors une déformation de transformation maximale expérimentale de $\varepsilon_{max}^{tr,exp} = 0,96\%$ associée au changement de phase.

Le rapport des deux déformations de transformation maximale (expérimentale et numérique) nous permet d’estimer une fraction maximale de transformation f_{max}^M de l’ordre de 36%.

Estimation de l’enthalpie de changement de phase

Le modèle VER ne permet pas de modéliser la diffusion et les échanges de chaleur tels qu’on peut les observer expérimentalement. L’identification de l’enthalpie de changement de phase passe donc par l’utilisation d’un code de structure 1D développé sous Matlab dont le détail est présenté annexe C.

La simulation numérique se propose de reproduire les conditions et géométries de l’essai détaillé section 5, chapitre 2 (éprouvette sablier). La figure 3.7 illustre le modèle géométrique simulé. La section de l’éprouvette est définie à partir de la formule : $S = 2.e.(R + l_0 - \sqrt{R^2 + y^2})$ avec $e = 1,45$ mm l’épaisseur, $R = 75$ mm, le rayon de courbure de l’éprouvette sablier, y la hauteur à

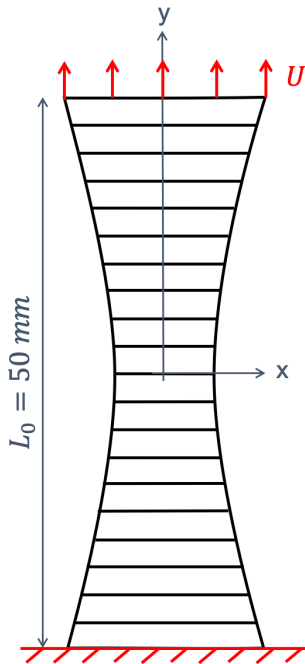


FIGURE 3.7 • Schéma 1D du modèle simulé

laquelle on se place, $y = 0$ étant au centre de l'éprouvette et l_0 la largeur de l'éprouvette en $y = 0$.

Afin de gagner en temps de calcul, on considère un VER composé d'un seul grain orienté dans la direction moyenne associée à la texture. On choisit une orientation moyenne du cristal définie par : $[\phi_1 \ \psi \ \phi_2] = [2, 2 \ 1, 6 \ 6, 2]$ radians. La notion de direction moyenne est développée dans LAZREG et HUBERT, 2011.

On se place dans les mêmes conditions expérimentales que l'essai, on impose donc $U_{max} = 1,5$ mm, $T_{ini} = 23,5$ °C, $v = 5$ $\mu\text{m/s}$ et $L_o = 50$ mm la longueur entre les mors. Enfin, on discrétise l'espace et le temps et on choisit $dx = 0,1$ mm et $dt = 0,3$ s.

Le maillage et la plasticité ne sont pas pris en compte. Le NbTi ne présentant pas de schéma de déformation par bande, nous n'avons pas pris en compte la partie du code qui permet leur développement.

Le code a donc été lancé avec les paramètres identifiés précédemment. Ne la connaissant pas encore, nous choisissons une valeur arbitraire de T_o , soit $T_o = 10,4$ °C. Cette valeur n'a pas d'influence sur la détermination de la variation d'enthalpie, $\Delta h_{\phi_v 0}$.

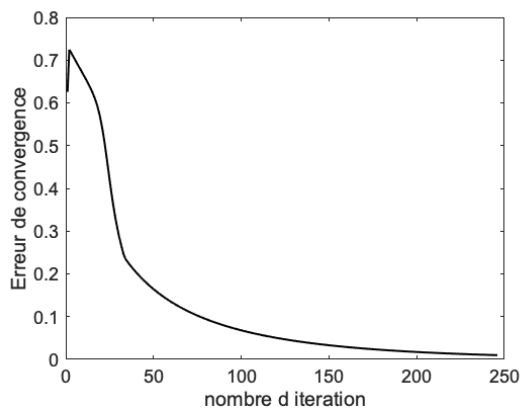


FIGURE 3.8 • Tracé de l'erreur de convergence en fonction de l'itération

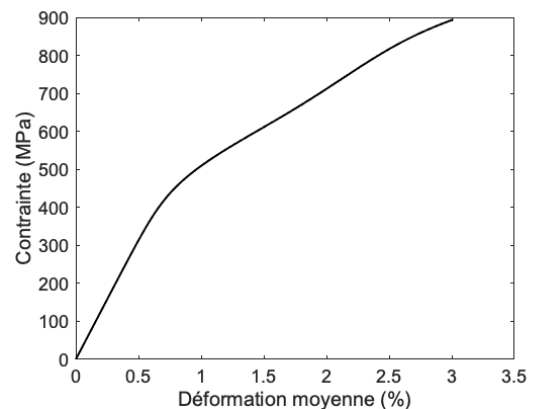


FIGURE 3.9 • Déformation de transformation obtenue par simulation numérique

Le code fonctionne avec un correcteur proportionnel afin de permettre sa stabilité. La figure 3.8 présente l'erreur de convergence en fonction de l'itération. La descente se fait progressivement ce qui permet d'affirmer qu'il y a eu une bonne convergence de ce dernier.

La figure 3.9 présente la courbe de traction obtenue. La déformation maximale est plus de deux fois plus faible que la déformation maximale expérimentale (3% numériquement contre presque 7% expérimentalement). Nous ne prenons pas en compte les mécanismes de maillage et plasticité, la pente observée après 1% de déformation est ainsi plus forte que celle

observée expérimentalement. Le fait que la contrainte seuil soit légèrement plus haute (350 MPa expérimentalement contre 450 MPa numériquement) n'est pas problématique à ce stade. Cela signifie simplement que la valeur choisie pour $T_o = 10,4\text{ °C}$ est trop élevée (cette valeur sera déterminée un peu plus loin).

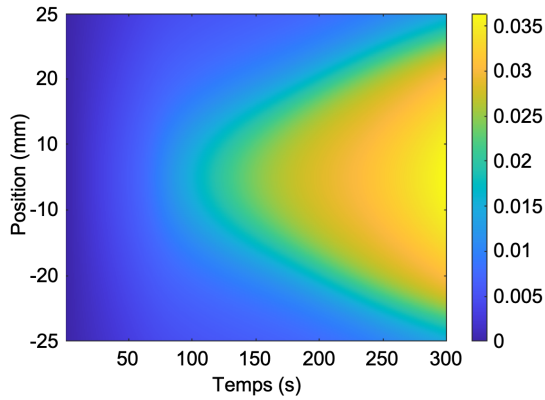


FIGURE 3.10 • Carte spatio-temporelle de la déformation axiale ($\varepsilon_{yy} = \varepsilon_{yy}^e + \varepsilon_{yy}^L$)

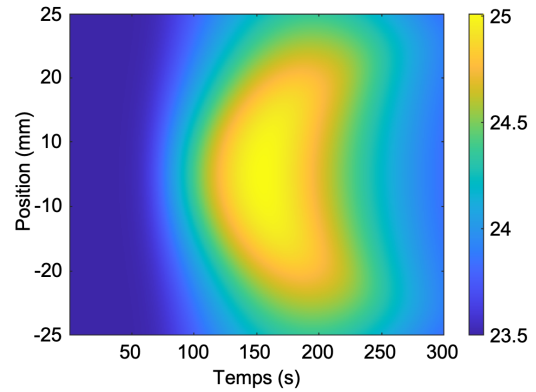
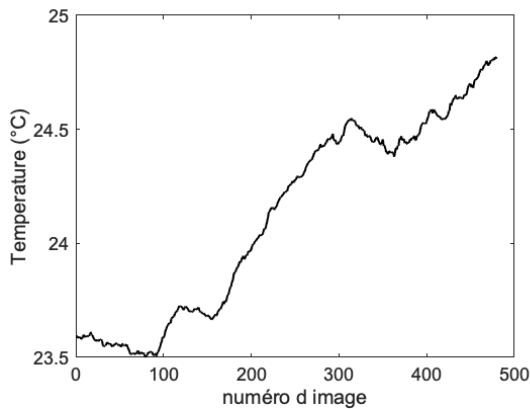
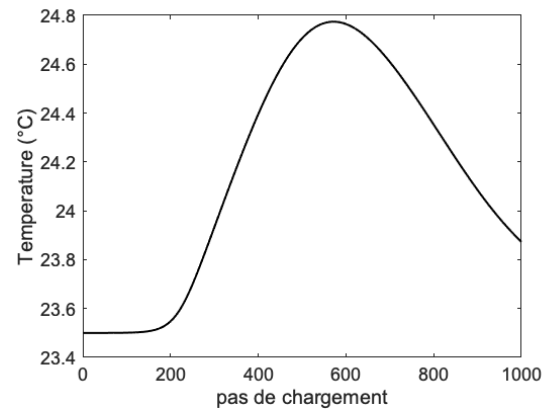


FIGURE 3.11 • Carte spatio-temporelle de la température

La figure 3.10 montre l'évolution de la déformation axiale dans l'éprouvette. On retrouve la forme triangulaire obtenue expérimentalement. La figure 3.11 présente l'évolution temporelle de la température dans l'éprouvette. Son évolution est cohérente, avec une élévation de la température plus forte au niveau du front de déformation.



(a) Résultat expérimental



(b) Résultat numérique

FIGURE 3.12 • Évolution de la température - la température est moyennée sur l'ensemble de l'éprouvette

La figure 3.12 présente l'évolution de la température obtenue numériquement et expérimentalement moyennée sur l'éprouvette en fonction du temps (après optimisation). Ces

deux évolutions nous ont paru suffisamment proches : on retrouve en particulier une variation de température maximale commune de $1,3^{\circ}\text{C}$.

Ces résultats ont été obtenus pour une variation d'enthalpie $\Delta h_{\phi_v,0}$ de 2952 kJ/m^3 . Ce résultat a été obtenu à partir de la méthode d'identification suivante : nous fixons une première valeur, nous réalisons ensuite une simulation de traction en observant en particulier l'élévation de température au centre. Si l'élévation de température paraît trop faible, l'enthalpie est augmentée. Si l'élévation de température paraît trop importante, l'enthalpie est diminuée. On procède ainsi à tâtons jusqu'à obtenir un champ de température et une élévation en accord avec l'expérience.

Identification de la chaleur latente de transformation

Une fois la martensite créée, cette dernière réapparaît toujours au même endroit et ce sont les lamelles les plus récentes qui disparaissent en premier à la décharge. Le code ne voit pas de différence de mécanisme entre la transformation martensitique et la transformation inverse. On ne prend par exemple pas en compte la mécanique des dislocations. La chaleur latente de transformation est directement liée à la différence entre la valeur de la contrainte en début de décharge et le début de la non-linéarité au retour. Estimer cette quantité est peu aisée puisque la transition au retour ne définit aucun seuil franc.

Nous nous sommes donc basés sur la supposition que la nucléation et la propagation de l'austénite suivent le même mécanisme que celles de la martensite, les pentes des plateaux de changement de phase à la charge et à la décharge doivent être identiques. Nous parvenons ainsi à identifier géométriquement la variation de contrainte $\Delta\sigma$ entre charge et décharge (voir la figure 3.13).

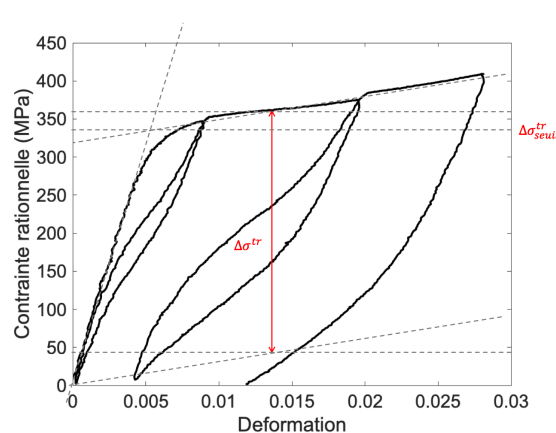


FIGURE 3.13 • Illustration de la méthode de détermination de la variation de contrainte associée à la chaleur latente de changement de phase

On trouve alors $\Delta\sigma = 317 \text{ MPa}$.

Via un processus d'essai/erreur à partir du modèle de VER à 700 grains, nous optimisons la valeur de L_{ϕ_v} pour aboutir à 15600 kJ/m³.

4.1.2 Identification de l'entropie de changement de phase

La variation d'entropie associée à une transformation de phase est habituellement calculée à partir de la formule :

$$\Delta s = \frac{\Delta h}{T_o} \quad (3.40)$$

où T_o est la température de changement de phase à l'équilibre (sans prise en compte de l'hystérésis). Cette température n'est cependant pas atteignable par DSC (aucun pic observé). Nous utilisons donc le même processus d'identification que pour la chaleur latente, par essai/erreur sur le modèle de VER jusqu'à obtenir un seuil mécanique et une allure générale de comportement en accord avec l'expérience.

Ce processus nous permet d'obtenir une température : $T_o = 121$ K, soit $T_o = -152$ °C et on déduit $\Delta s_{\phi_v,0} = 24,5$ kJ/m³/K. La température T_o est bien en dehors de nos capacités de mesure par DSC. Ce résultat est cohérent avec l'absence d'observation d'émission de chaleur au cours des mesures.

4.1.3 Identification des paramètres relatifs au maclage

Le mécanisme de maclage engendre de très faibles émissions de chaleur, elles seront donc négligées dans la suite. Il n'y a donc pas de variation d'enthalpie à identifier mais une simple différence d'énergie entre phase mère et macle, qu'on peut considérer comme une chaleur latente.

Son identification est finalement assez simple puisque nous avons pu clairement observer, à l'aide de l'éprouvette sablier, l'apparition des macles à partir d'une contrainte de 390 MPa. Nous fixons donc la chaleur latente de maclage de manière à observer le déclenchement du maclage à ce niveau de contrainte.

Il s'agit d'un processus itératif utilisant le modèle de VER simplifié où le changement de phase et la plasticité ne sont pas pris en compte. Ce processus permet d'identifier une valeur de chaleur latente de $L_{\phi_v} = 139,7 \cdot 10^3$ kJ/m³.

4.1.4 Identification des paramètres de la loi de Hall&Petch

Les échantillons du DEMAR et du LEM3 présentent des tailles de grains différentes. Les limites d'élasticité de ces matériaux sont également différentes. En faisant l'abstraction de la

légère différence de composition en azote et oxygène, on peut attribuer une part de cette différence de limite d'élasticité à la différence de taille de grains.

Les matériaux sont les mêmes par ailleurs (processus d'élaboration et traitements thermiques proches), l'utilisation d'un même jeu de paramètres d'une loi de Hall&Petch se justifie. On peut alors utiliser les limites élastiques pour identifier les paramètres de la loi Hall&Petch. Cette loi étant linéaire (en inverse de la racine de la taille de grains), deux points suffisent.

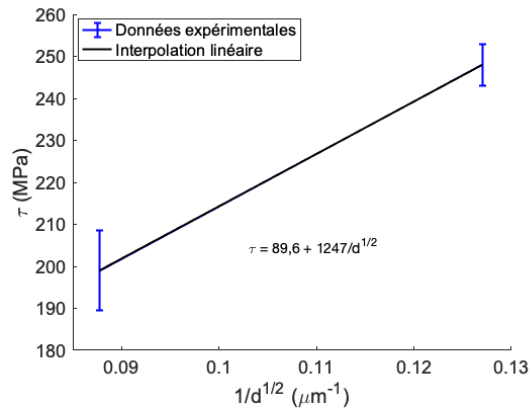


FIGURE 3.14 • Tracé de l'évolution de la contrainte d'écoulement τ en fonction du diamètre

La figure 3.14 place les deux points obtenus expérimentalement et montre l'interpolation linéaire déduite. On obtient donc une limite d'élasticité en cisaillement de référence $\tau_0 = 90$ MPa et un coefficient directeur $K = 1247$ MPa/ $\mu\text{m}^{1/2}$.

Cette loi, couplée à la distribution de taille de grains expérimentale permet de définir une limite d'élasticité en cisaillement différente d'un grain à l'autre.

4.1.5 Identification du coefficient de plasticité

Le modèle de plasticité nécessite l'identification du paramètre d'écrouissage P_c . Ce coefficient dicte l'évolution de la contrainte de cisaillement avec la déformation de cisaillement sur chaque système de glissement (auto-écrouissage). Il influence donc la pente de la courbe macroscopique de la plasticité (module tangent). Sachant que la déformation obtenue lors des essais est le résultat de la combinaison de plusieurs sources, l'identification de ce paramètre doit être faite en utilisant le modèle de VER complet.

On utilise l'essai de traction monotone à rupture reportée en la figure 3.15; cette courbe offre une vision du comportement jusqu'à presque 14% de déformation ce qui limite donc l'erreur d'identification.

Les autres paramètres du modèle étant fixés, seul P_c va jouer sur l'écrouissage dans le domaine plastique. On choisit donc un point suffisamment proche de l'allongement à rupture

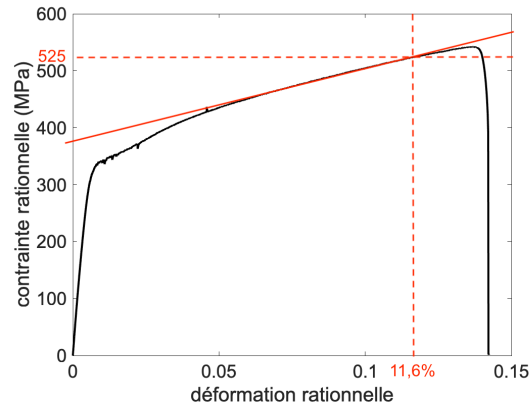


FIGURE 3.15 • Courbe de traction obtenue pour un échantillon laminé lors d'un essai sous traction monotone

mais suffisamment loin de la striction (symbolisé par les pointillés rouges sur la figure). Le modèle de VER est alors utilisé comme machine virtuelle (même texture que précédemment, l'histogramme des tailles de grains est présenté à la figure 3.16) et P_c adaptée jusqu'à ce que les taux d'écroutissage macroscopiques soient en accord à environ 11% de déformation. On identifie ainsi $P_c = 1410$ MPa.

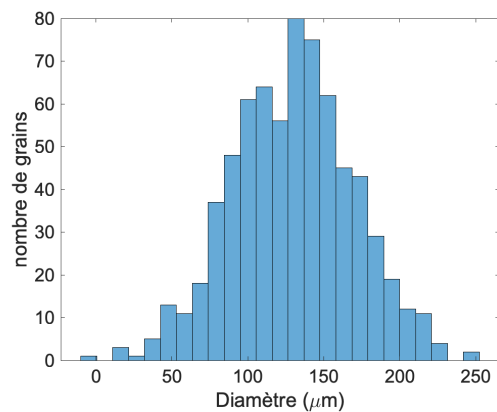


FIGURE 3.16 • Histogramme représentant la répartition des grains en fonction du diamètre

4.1.6 Conclusion

Le tableau 3.6 rassemble l'ensemble des paramètres du modèle.

Il compte finalement une vingtaine de paramètres. Ils possèdent généralement une signification physique et sont pour la plupart identifiables par de simples essais (DSC, DRX, traction à rupture, traction charge/décharge incrémentale). Le paramètre d'écroutissage fait exception, traduisant le fait que le modèle micro-mécanique de plasticité est rudimentaire.

symbole	valeur
ρ	5462 (kg/m ³)
c_p	454 (J/kg/K)
T_o	121 (K)
L_{Φ_m}	139,7.10 ⁶ (J/m ³)
$\Delta h_{\Phi_v,0}$	2952 (kJ/m ³)
L_{Φ_v}	15600 (kJ/m ³)
$\Delta s_{\Phi_v,0}$	24,5 (kJ/m ³ /K)
$A, B \text{ \& } C$	1,4.10 ⁻⁶ (m ³ /J)
$\alpha^M, \beta^M \text{ et } \gamma^M$	cf section 3.3.1
$\alpha^m, \beta^m \text{ et } \gamma^m$	cf section 3.3.2
α^p, β^p	cf section 3.4
E	63000 (MPa)
ν	0,36
τ_0	90 (MPa)
k	1247 (MPa/ $\mu\text{m}^{-1/2}$)
$f^{critique}$	0,01
P_c	1410
Φ_1, Ψ, Φ_2	texture expérimentale
μ, σ	130 (μm), 40 (μm)

Tableau 3.6 • Paramètres de simulation

5 Comparaison modèle/essais

Cette section a pour but d'illustrer dans un premier temps la modélisation des différents mécanismes pris séparément, à l'échelle du monocristal puis du polycristal. Les mécanismes sont ensuite tous activés, ce qui permet une modélisation de l'ensemble des essais présentés au chapitre 2.

5.1 Comportement d'un monocristal

On propose tout d'abord d'illustrer le comportement d'un monocristal sous chargement mécanique puis thermique.

5.1.1 Changement de phase

Dans toute cette section, le maillage et la plasticité ne sont pas modélisés.

Réponse sous chargement mécanique sans hystérésis ($L_{\Phi_v} = 0$)

Les paramètres utilisés sont ceux présentés dans le tableau 3.6. On se place dans un cadre non hystérétique. On choisit de modéliser un monocristal d'orientation $[\phi_1 \ \psi \ \phi_2] = [2, 2 \ 1, 6 \ 6, 2]$ radians et de $60\mu\text{m}$ de diamètre. Le chargement appliqué et illustré à la figure 3.17 est une traction dans la direction y et les résultats sont présentés et discutés ci-dessous.

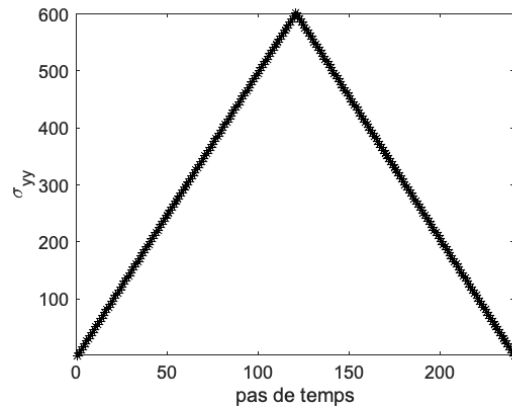


FIGURE 3.17 • Chargement mécanique appliqué au monocristal

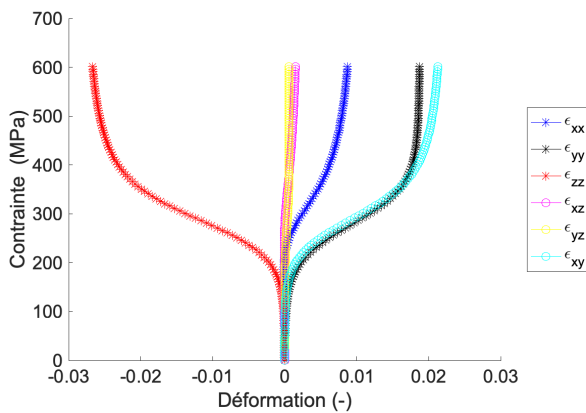


FIGURE 3.18 • Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction des déformations de transformation de phase

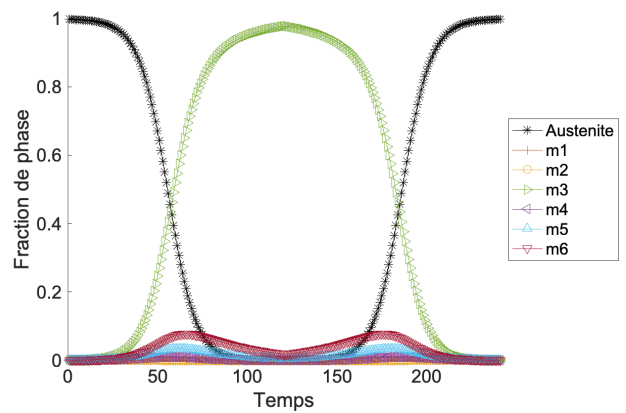


FIGURE 3.19 • Évolution de l'austénite et des variantes de martensite en fonction du temps

Les courbes contrainte/déformation de la figure 3.18, mettent en évidence trois domaines :
 — le domaine élastique de l'austénite; il est ici pratiquement inexistant puisque le changement de phase s'active dès les premiers pas de chargement;
 — le plateau de transformation de phase; caractérisé par un adoucissement du comportement;
 — le domaine élastique de la martensite; de nouveau, celui-ci est pratiquement inexistant puisque la transformation est tout juste complète.

La figure 3.19 montre l'évolution des différentes phases et variantes de phase avec le chargement. On observe clairement l'activation préférentielle d'une des variantes (m3) par rapport aux autres ainsi que le mécanisme de réorientation des variantes à contrainte élevée (la variante m6 croît d'abord légèrement avant de décroître à plus forte contrainte). Le comportement étant réversible; les courbes empruntent le même chemin à la décharge.

Réponse sous chargement mécanique avec hystérésis

On se place à présent dans le cadre hystérétique. Les paramètres de simulation et le chargement sont les mêmes que précédemment. Les résultats obtenus sont présentés ci après.

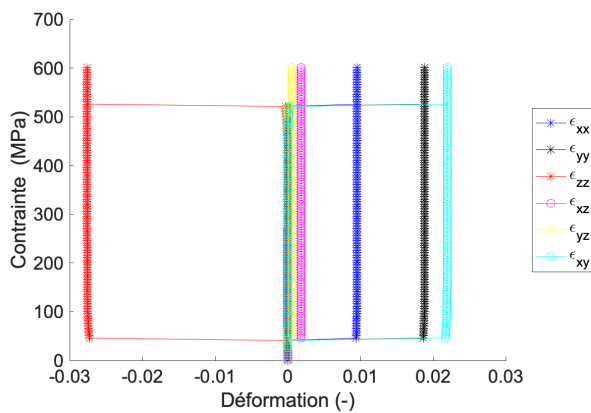


FIGURE 3.20 • Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction des déformations de transformations de phase

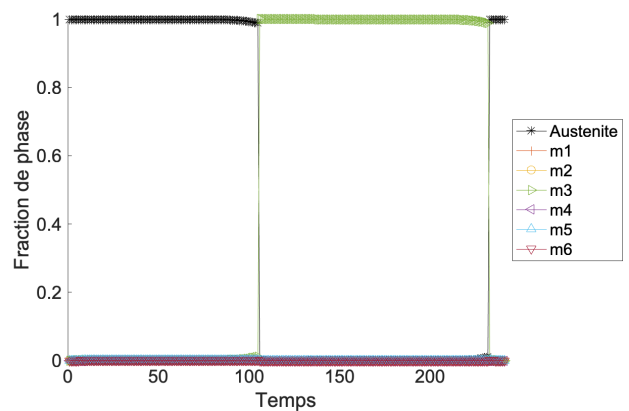


FIGURE 3.21 • Évolution de l'austénite et des variantes de martensite en fonction du temps

La transformation de phase est maintenant brutale et traduit l'existence de deux états stables (voir la figure 3.20); le premier à 0% de déformation et le second à déformation maximale. Le monocristal est parfait, les défauts de la matière (dislocations, vides, précipités...) ne sont pas pris en compte, et les contraintes sont supposées homogènes. Rien ne s'oppose donc à la transformation de phase.

La figure 3.21 met de nouveau en évidence le caractère brutal du changement de phase mais également la prédominance d'une variante unique sur toutes les autres. Ce résultat est cohérent avec les hypothèses.

Le choix de modélisation que nous avons fait conduit à l'impossibilité de stabiliser un monocristal dans un état intermédiaire.

Le modèle étant 3D, il est tout fait possible de travailler autant en traction qu'en compression. La figure 3.22 montre que l'on est tout à fait à même de retrouver la dissymétrie entre traction et compression, avec notamment la sélection de deux variantes différentes en trac-

tion et en compression (figure 3.23).

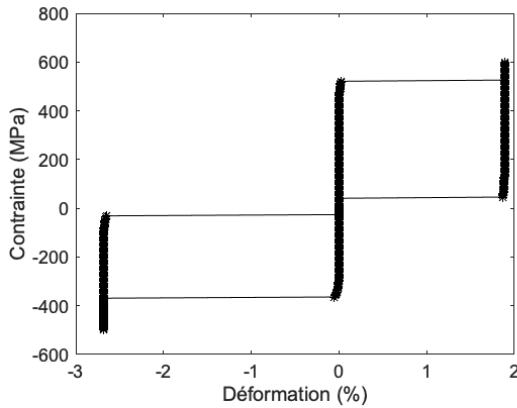


FIGURE 3.22 • Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction de ε_{yy}

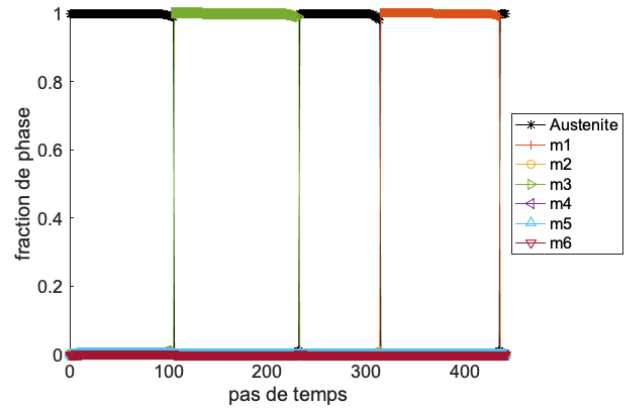


FIGURE 3.23 • Évolution des fractions de phase ou variante de phase en fonction du temps

Réponse sous chargement thermique sans hystérésis ($L_{\Phi_v} = 0$)

Le chargement est maintenant thermique, consistant en un refroidissement depuis 300°C jusqu'à -273°C puis un retour à 300°C (figure 3.24). En utilisant cette large amplitude, nous nous donnons toutes les chances pour observer un pic d'émission/absorption de chaleur au moment du changement de phase. Les paramètres de simulations sont identiques au cas précédent.

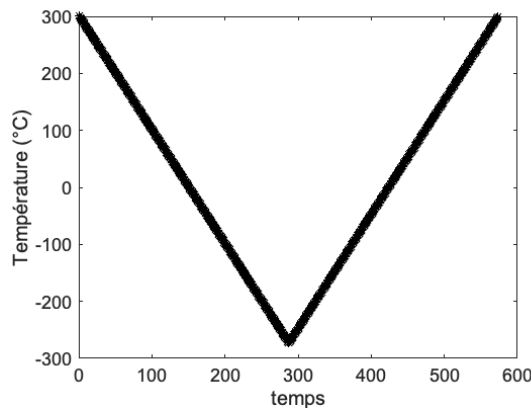


FIGURE 3.24 • Trajet de chargement thermique appliqué au monocristal

Les résultats, courbe de flux et évolution des fractions de phases, sont présentés aux figures 3.25 et 3.26 respectivement.

Comme le montre la figure 3.25, on détecte un faible pic au chauffage comme au refroidissement dû à la transformation de phase (figure 3.26). La vitesse de transformation est pilotée

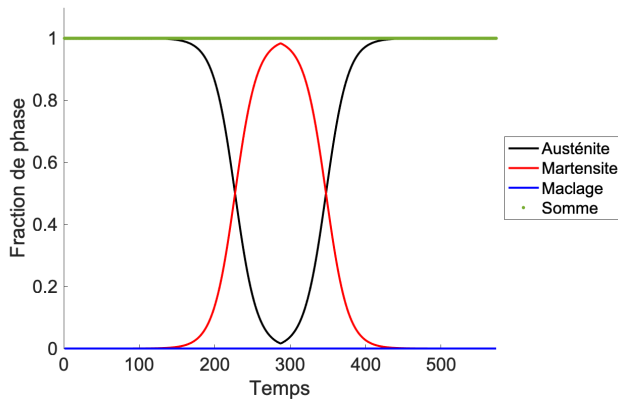


FIGURE 3.25 • Évolution des fractions de phases en fonction du temps

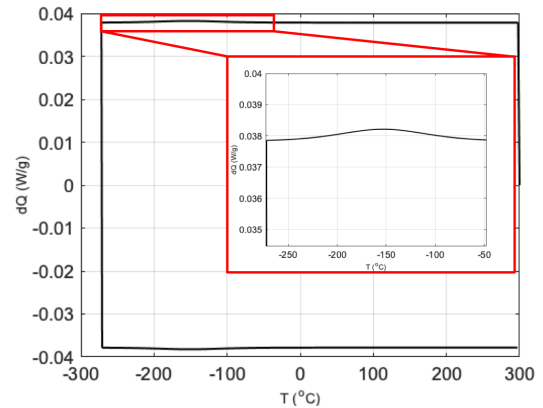


FIGURE 3.26 • Simulation d'une DSC sur un monocristal

par le paramètre A . Ayant choisi une valeur faible pour A , le pic est de fait très étalé, ce qui explique sa faible amplitude.

À titre de comparaison, pour cet alliage, nous avons identifié $\Delta h_{\Phi_{v,0}} = 2952 \text{ kJ/m}^3$ tandis que sur les alliages de NiTi, la variation d'enthalpie est d'environ 100000 kJ/m^3 (transformation phase R - martensite sur un NiTi tri-phasique, FALL, 2017).

Réponse sous chargement thermique avec hystérésis

On se place à présent dans le même cas que précédemment, en prenant en compte le caractère hystérétique du matériau. Le résultat obtenu est présenté à la figure 3.28 pour le trajet de chargement présenté à la figure 3.24.

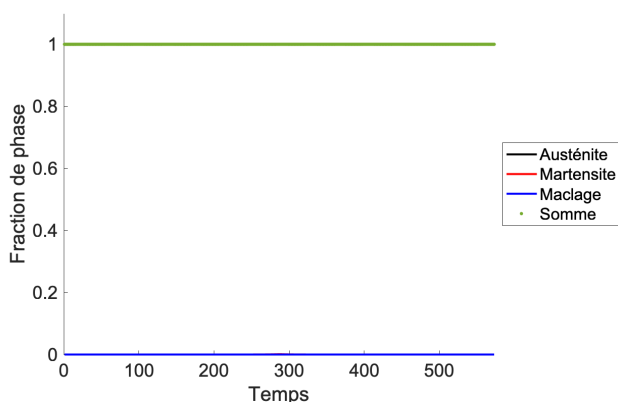


FIGURE 3.27 • Évolution des fractions de phases en fonction du temps

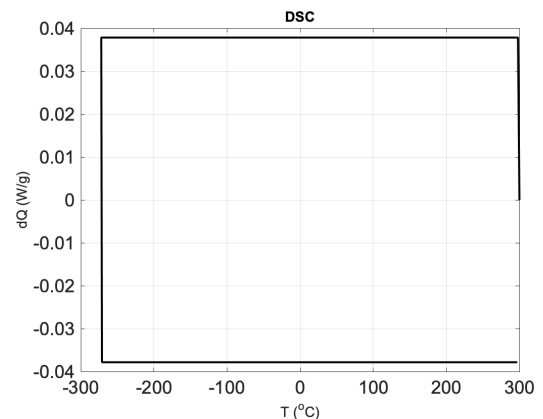


FIGURE 3.28 • Simulation d'une DSC sur un monocristal

Aucun pic n'est retrouvé sur la DSC. La figure 3.27 montre que la martensite ne se développe pas. L'austénite reste seule, stable (fraction de phase à 1) tout au long du chargement.

Ce résultat est cohérent avec les essais expérimentaux.

5.1.2 Maclage

On s'intéresse à présent à la modélisation du maclage seul. On se place dans les mêmes conditions que précédemment. Le chargement appliqué est celui présenté en la figure 3.17.

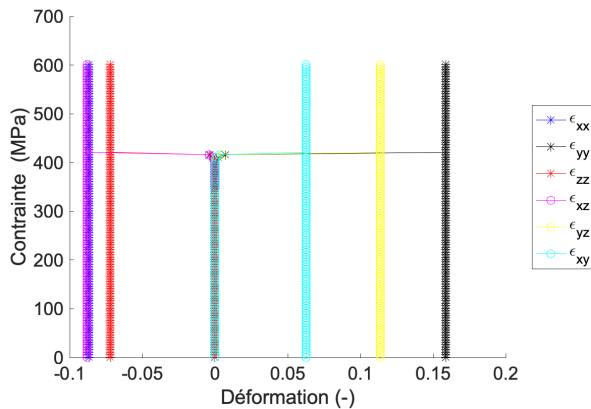


FIGURE 3.29 • Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction des déformations associées au maclage

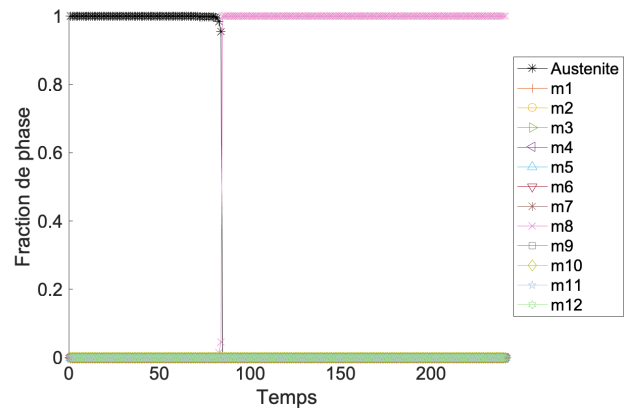


FIGURE 3.30 • Évolution des fractions de macles en fonction du temps

Le maclage étant modélisé de la même manière que le changement de phase, on retrouve les mêmes caractéristiques avec un comportement brutal et l'existence de deux états mécaniquement stables. Un unique système de macle est activé et ne démacle pas à la décharge. La sélection d'un seul système de maclage par grain semble effectivement la règle expérimentalement. Le maclage transporte beaucoup plus de déformation que le changement de phase. On trouve presque un facteur 10 entre les deux mécanismes.

5.1.3 Plasticité

La figure 3.31 montre l'évolution de la déformation plastique en fonction de la contrainte appliquée.

Le chargement appliqué est un chargement en traction monotone jusqu'à 700 MPa puis décharge jusqu'à contrainte nulle. Le comportement obtenu montre un seuil franc, un écrouissage qui diminue au fur et à mesure de l'activation des systèmes de glissement, de manière discrète puisqu'on s'intéresse ici à un grain unique.

5.1.4 Conclusion

La modélisation choisie pour un monocristal conduit au comportement attendu d'un cristal parfait. Lorsque les conditions sont réunies, les transformations de phase et le maclage sont activés de manière totale et immédiate.

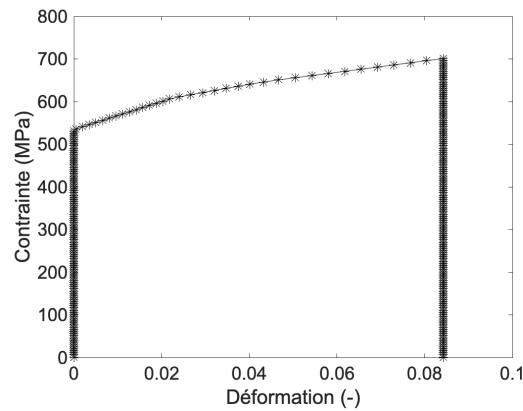


FIGURE 3.31 • Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction de ε_{yy}

5.2 Comportement d'un polycristal

L'idée est à présent d'étudier la réponse d'un polycristal pour les mêmes cas de chargements mécaniques que précédemment, c'est-à-dire des chargements simples, et d'observer chaque mécanisme séparément. On se place dans le cas d'un polycristal de 700 grains, dont les orientations sont données figure 3.32 et la distribution des tailles de grains est donnée dans la figure 3.33.

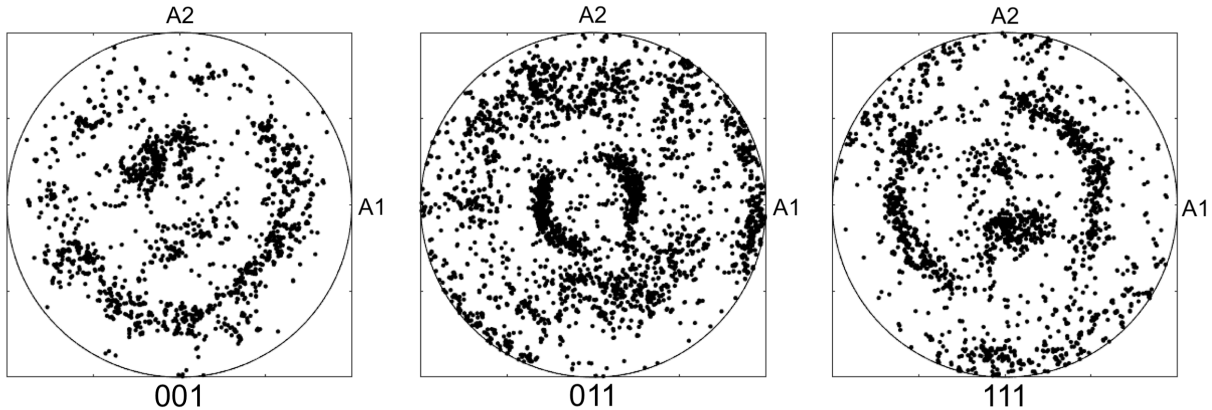


FIGURE 3.32 • Figure de pôle associée à la texture utilisée lors de la simulation d'un VER de 700 grains

Remarque : Figure 3.32, A1 représente la direction de laminage et A2 est une direction perpendiculaire à A1.

Nous utilisons pour toutes les simulations une hypothèse simplificatrice et déjà discutée de contraintes homogènes. Les paramètres utilisés sont les mêmes que pour les simulations sur monocristal.

L'amplitude des déformations en jeu ne permet pas au code auto-cohérent de conver-

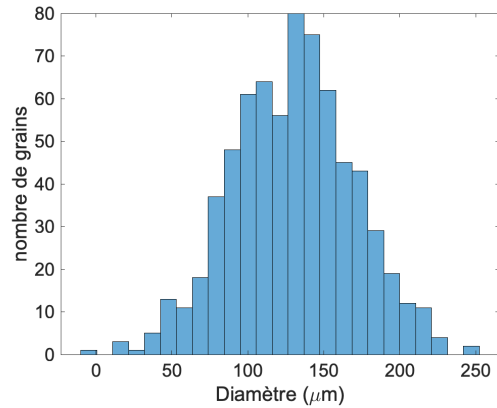


FIGURE 3.33 • Histogramme représentant la répartition des grains en fonction du diamètre

ger rapidement, au contraire. De plus, l'accommodation de ces déformations nécessite un nombre conséquent de grains afin de ne pas avoir de sur concentration des contraintes. Deux simulations ont été lancées. Une simulation a été lancée pour un VER de 50 grains issus de la même texture. Le modèle nécessite 40 heures de calcul sur un processeur 3,2 GHz avec 128 Go de mémoire. En interpolant le temps de calcul pour un VER de 700 grains, on estime que le temps de calcul en auto-cohérent pour ce VER est de plus de 22 jours. À titre de comparaison, le code tourne en 27 minutes (processeur 1,1 GHz, 8 Go de mémoire) si on se place en situation de contraintes homogènes.

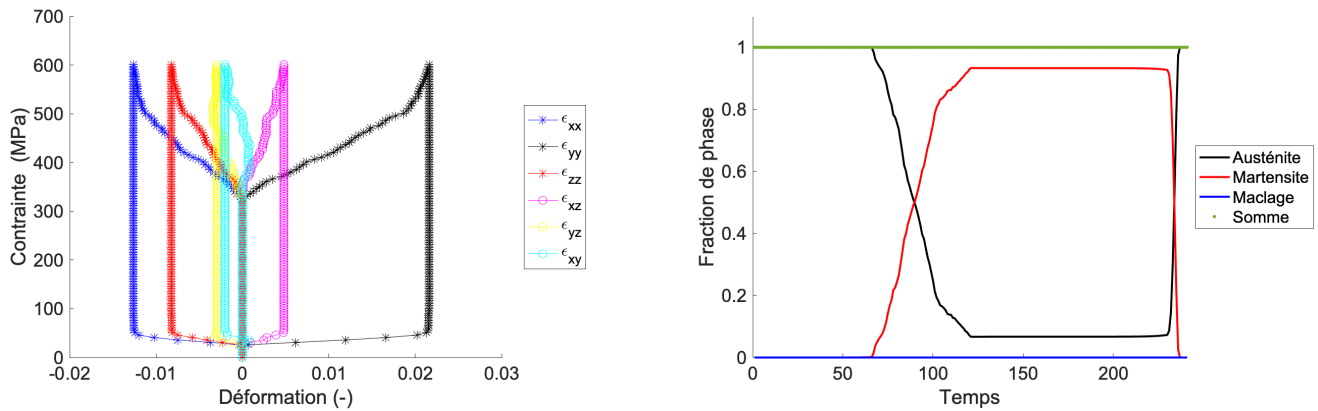
5.2.1 Changement de phase

La situation consistant à considérer un chargement purement thermique n'a aucun intérêt puisque le comportement d'un polycristal est exactement le même que celui d'un monocristal.

Nous considérons le chargement mécanique de la figure 3.17.

La figure 3.34a présente les déformations de changement de phase en fonction de la contrainte appliquée. On obtient un comportement beaucoup plus lisse que ce qui a été observé dans le cas du monocristal et on tend vers l'allure des comportements observés expérimentalement.

La figure 3.34b montre l'évolution des différentes phases au cours du temps. Ces données ont été obtenues en moyennant les variantes sur l'ensemble des grains. Le maclage n'était pas activé, la fraction de macle reste bien nulle. Avec l'augmentation du chargement, l'austénite se transforme peu à peu en martensite. Le chargement appliqué ne permet pas ici une transformation totale. La pente à la décharge est bien verticale avant d'atteindre le seuil de transformation inverse.



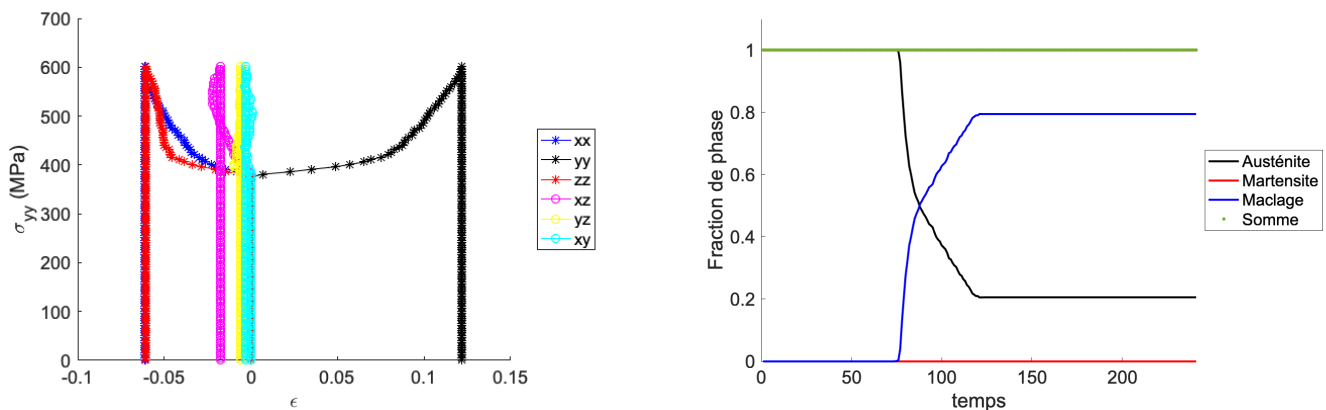
(a) Évolution des contraintes σ_{yy} en fonction des déformations de transformation de phase

(b) Évolution de la martensite, des macles d'austénite et de l'austénite de référence en fonction du temps

FIGURE 3.34 • Résultats obtenus pour 700 grains, sous contraintes homogènes (chargement présenté à la figure 3.17)

5.2.2 Maclage

De la même manière, on se propose de simuler le maclage sous chargement mécanique dans le cas d'un VER de 700 grains. Les résultats sont présentés dans la figure 3.35.



(a) Évolution des contraintes σ_{yy} en fonction des déformations de transformation de phase

(b) Évolution de la martensite, des macles d'austénite et de l'austénite de référence en fonction du temps

FIGURE 3.35 • Résultats obtenus pour 700 grains, sous contrainte homogène (chargement présenté à la figure 3.17)

De nouveau, on peut observer que le démaclage n'est pas possible. La transformation martensitique n'est pas activée et sa fraction reste nulle au cours du temps (figure 3.35b). Avec l'augmentation de la contrainte, les macles prennent peu à peu la place de l'austénite de référence. Le comportement n'est plus discret mais bien continu avec la contrainte.

5.2.3 Plasticité

On s'intéresse à présent à la réponse plastique du VER. L'évolution de la contrainte appliquée en fonction de la déformation correspondante est tracée sur la figure 3.36.

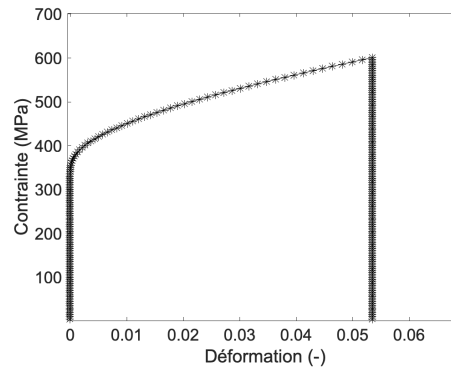


FIGURE 3.36 • Évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction de la déformation plastique ε_{yy}^p

Alors que dans le cas du monocristal le comportement était bi-linéaire, on observe ici une plasticité qui s'active progressivement, du fait de la désorientation et des différentes tailles de grains. C'est un comportement que l'on retrouve classiquement expérimentalement.

5.3 Comportement sous chargement réel

Cette partie permet d'illustrer le comportement simulé du matériau pour trois cas : une traction jusqu'à 540 MPa dont l'objectif est de se rapprocher de l'essai monotone réalisé sur une éprouvette bande du DEMAR (section 3.1.3, chapitre 2), une traction charge/décharge incrémentale jusqu'à 376 MPa afin de comparer le résultat obtenu avec l'essai présenté section 3.3, chapitre 2 et un essai multiaxial (chargement en cisaillement au centre de l'éprouvette ayant servi à l'essai sur structure).

5.3.1 Essai de traction monotone

La courbe de comportement obtenue expérimentalement est rappelée à la figure 3.37. Les résultats obtenus numériquement sont présentés en la figure 3.38.

La figure 3.38a montre l'évolution des fractions de martensite et maclage en fonction du temps. On peut remarquer que la martensite sature à 36% (valeur mesurée expérimentalement : 36,5%) suite à l'activation du maclage, sans ajout d'artifice numérique. De plus, le maclage se développe à partir de l'austénite et non pas de la martensite ce qui est en cohérence avec les phénomènes physiques. La fraction de macles atteint en revanche une valeur de 40% ce qui va au delà des observations réalisées (saturation observée à 23%). Rappelons là encore qu'aucune limite numérique n'a été fixée pour la quantité de macles : il ne s'agit que du résultat d'un jeu d'équilibre en énergie des différentes "phases". Il va de soi que l'ensemble des

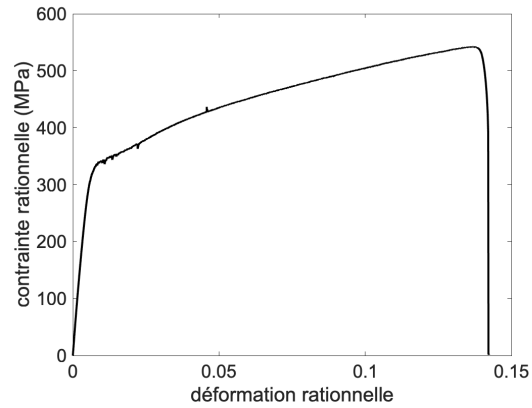
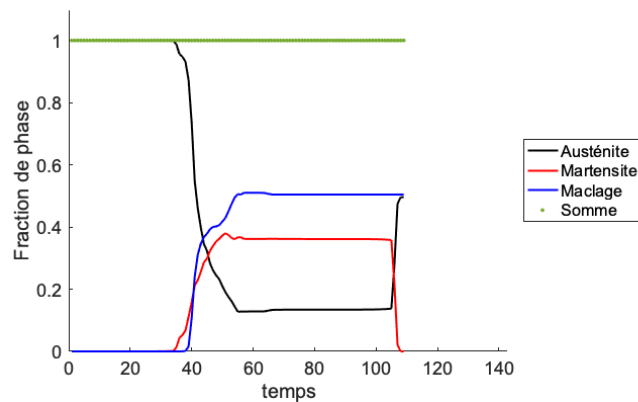
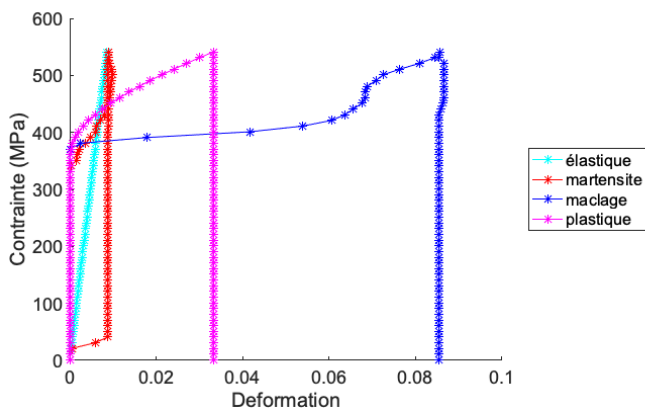


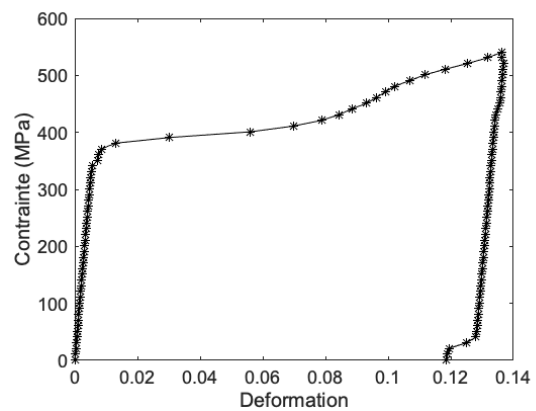
FIGURE 3.37 • Courbe de traction obtenue pour un échantillon laminé lors d'un essai sous traction monotone



(a) Évolution des fractions de phases moyennées sur l'ensemble du VER en fonction du temps



(b) Évolutions des déformations en fonction de la contrainte appliquée



(c) Courbe de comportement

FIGURE 3.38 • Résultats obtenus pour 700 grains, sous contraintes homogènes

hypothèses simplificatrices (dont l'hypothèse de contrainte homogène pour le calcul) sous estime l'énergie élastique emmagasinée et donc la quantité de macles (et de martensite pro-

blement) formée.

La figure 3.38b présente l'évolution des quatre sources de déformations avec la contrainte (élastique, plastique, transformation et maclage). Les comportements élastiques et plastiques sont classiques. Le comportement associé au changement de phase est cohérent avec les résultats présentés précédemment. La courbe de comportement associée au maclage présente deux plateaux. Cela est simplement dû à la compétition entre la création de martensite et de macles.

La figure 3.38c illustre le comportement numérique obtenu pour le matériau modélisé sous traction monotone. Cette courbe est à comparer avec la courbe présentée à la figure 3.37. Les différences entre les deux résultats résident principalement dans le fait que les interactions plasticité-maclage-changement de phase ne sont pas modélisées (ou de manière insuffisantes, uniquement en terme de différence d'énergie libre pour le maclage et le changement de phase, traité en "série" pour la déformation plastique). Par exemple, l'effet probable de l'augmentation de la densité de dislocation avec le chargement sur la propagation des bandes de maclage et de martensite n'est pas simulé. L'enveloppe générale reste néanmoins bien reproduite avec un premier plateau suivi d'une reprise de raideur.

5.3.2 Essai de traction charge/décharge incrémentale

Le chargement appliqué pour le modèle est présenté à la figure 3.39.

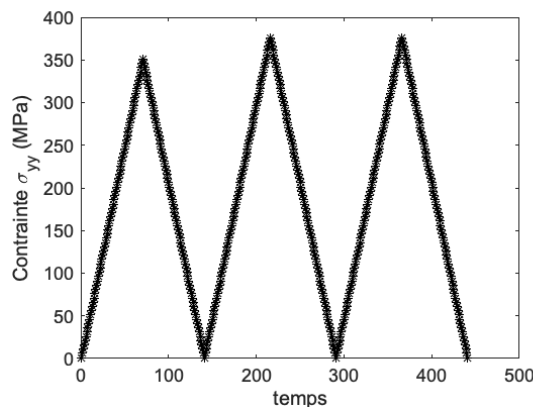


FIGURE 3.39 • Chargement appliqué au VER

Le résultat macroscopique de l'expérience est rappelé dans la figure 3.40.

Nous choisissons d'appliquer un chargement différent de l'essai expérimental puisque le maclage transporte beaucoup de déformation et présente un plateau beaucoup plus plat que ce qui est observé expérimentalement. Les résultats obtenus sont présentés à la figure 3.41

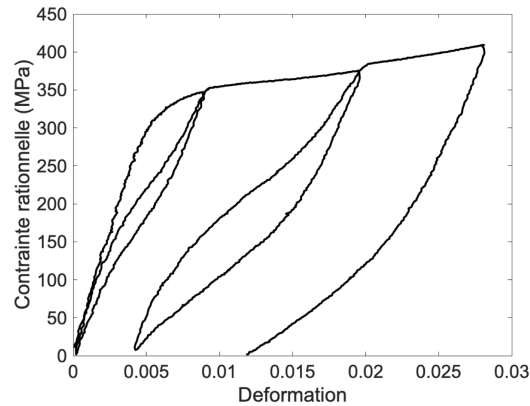
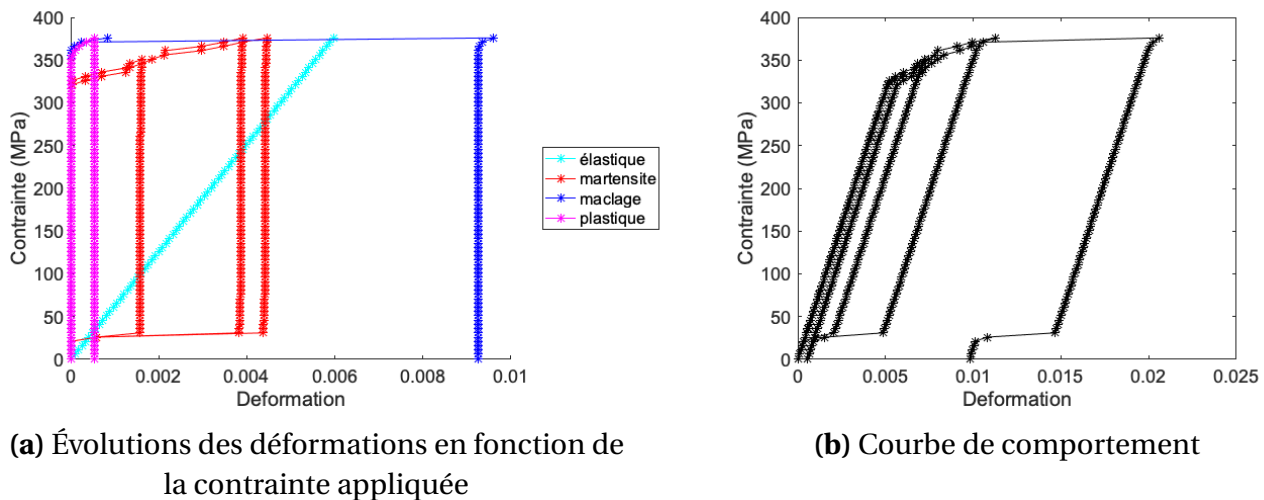


FIGURE 3.40 • Courbe de traction obtenue pour un échantillon du DEMAR lors d'un essai sous chargement cyclique



(a) Évolutions des déformations en fonction de la contrainte appliquée

(b) Courbe de comportement

FIGURE 3.41 • Résultats obtenus pour 700 grains, sous contraintes homogènes

La figure 3.41a montre que dès 350 MPa, la plasticité est activée. Ce niveau est plus bas que ce qui a été identifié (398 MPa) mais n'est néanmoins pas choquant puisque la modélisation est faite sur un VER et non sur une structure complète, en situation de contraintes homogènes alors que la nucléation de martensite va grandement influencer le champ de contrainte.

Si l'on compare les figures 3.41b et 3.40, on peut noter un certain nombre de similitudes. Le modèle est capable de reproduire le comportement partiellement réversible du matériau. L'amplitude des déformations est cohérente même si on peut noter une différence de pente des plateaux de déformation. Expérience et modèle diffèrent cependant à la décharge. Expérimentalement, on trouve que lorsque qu'une variante de martensite se développe, elle nucléée toujours au même endroit à plus faible niveau de contrainte. Cela est dû aux dislocations qui adaptent les déformations dues au changement de phase. Le modèle prend en compte la sélection de variantes mais pas l'impact des dislocations comme rappelé dans la section précédente.

5.3.3 Essai sur structure

L'ensemble des paramètres a été identifié sur des essais de traction. Il est donc important de vérifier le comportement du modèle lors de la simulation de l'essai sur structure. Ne disposant pas d'une implémentation du modèle de VER dans Abaqus, nous nous contentons de comparer les résultats observés dans la zone centrale (cisaillement pur) avec la prévision du modèle de VER qui peut autoriser ce chargement. Le VER a donc été chargé en cisaillement jusqu'à 221 MPa.

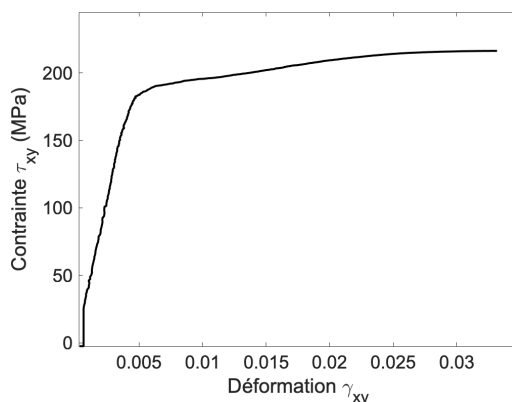


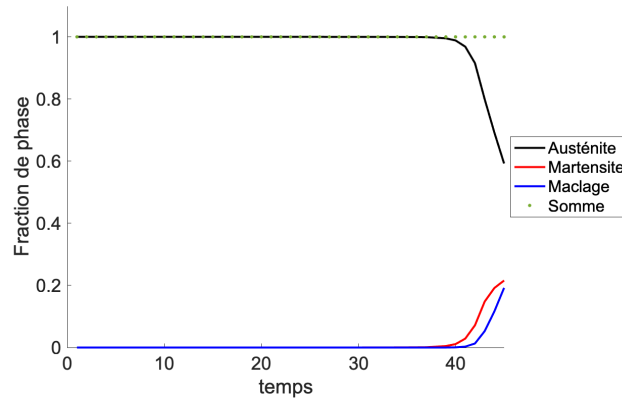
FIGURE 3.42 • Courbe de comportement obtenue expérimentalement

La figure 3.42 présente la courbe de comportement du matériau en cisaillement obtenue expérimentalement.

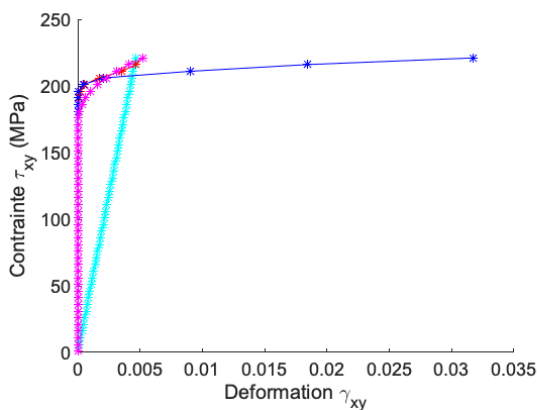
La figure 3.43 présente les principaux résultats numériques obtenus. On peut tout d'abord noter sur la figure 3.43a que la fraction de macle à l'état final est de 19,2% ce qui est très proche de la valeur obtenue expérimentalement qui était de 19,5%. Si on compare à présent les figures 3.43c et 3.42, le seuil du plateau (182 MPa), le module de cisaillement et la pente du plateau sont bien retrouvés. Numériquement, les déformations sont légèrement plus élevées qu'expérimentalement. N'ayant pas quantifié la quantité de martensite en cisaillement, il est possible que l'écart vienne de là. Le résultat est néanmoins de très bonne qualité malgré les nombreuses hypothèses faites.

5.4 Étude des surfaces seuils

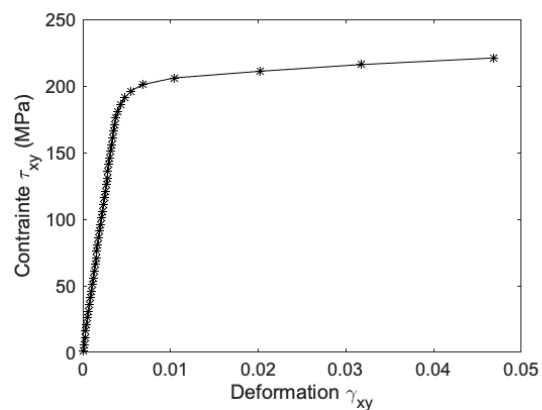
Nous disposons maintenant d'un modèle de VER du matériau offrant une prédiction satisfaisante de différentes sollicitations mécaniques. Il devient donc possible de s'en servir pour réaliser des "expériences numériques", en particulier des expériences très difficiles à réaliser dans la pratique. Les expériences multiaxiales en font partie. Il serait possible de présenter une multitude de résultats dans ce cadre. Nous nous contentons de proposer de "mesurer" la surface de charge 2D du matériau dans le plan des contraintes principales. Puisque nous avons accès à l'ensemble des quantités quel que soit le chargement, il est également possible



(a) Évolution des fractions de phases moyennées sur l'ensemble du VER en fonction du temps



(b) Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction des différentes sources de déformations de cisaillement



(c) Courbe de comportement obtenue numériquement

FIGURE 3.43 • Résultats obtenus pour 700 grains, sous contraintes homogènes

de déterminer une surface par mécanisme physique (changement de phase, maillage, plasticité) en choisissant un critère particulier parmi plusieurs possibilités. Pour cela, nous avons réalisé une trentaine de simulations (traction/compression, bi-traction/compression et cisaillement) en situation monotone. Deux figures sont présentées : la figure 3.44 correspond aux surfaces seuils associées au maillage et au changement de phase, le critère choisi est une fraction atteignant les 1% ; la figure 3.45 présente les surfaces associées aux trois mécanismes modélisés, le seuil est défini pour une déformation cumulée atteignant 0,2%.

Dans le cas de la surface seuil associée au maillage (figures 3.44 et 3.45), on retrouve la forme caractéristique associée au critère de Tresca, soulignant le fait que peu de systèmes de maillages sont activés par grain. Dans le cas de la fonction seuil associée au changement de phase (figures 3.44), on peut remarquer la dissymétrie entre bi-traction et bi-compression. Des résultats similaires ont été obtenus sur les AMF de NiTi ou de cuivre (MAYNADIER, 2012, BOUVET, 2001). De plus, on retrouve la concomitance des mécanismes de maillage et chan-

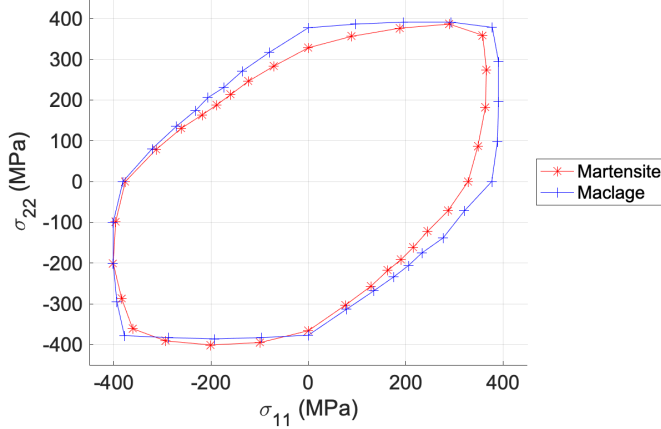


FIGURE 3.44 • Surfaces seuil associées au maillage et au changement de phase

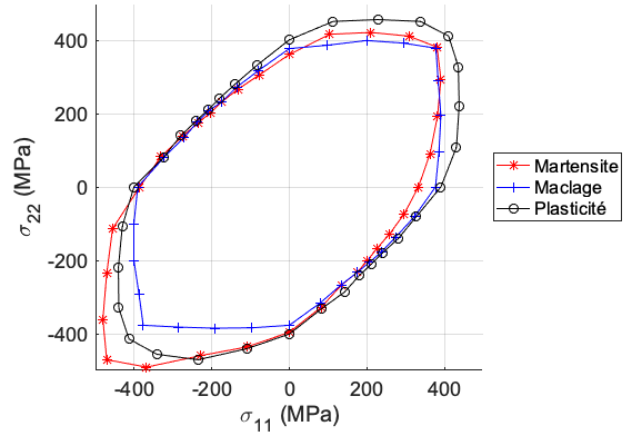


FIGURE 3.45 • Surfaces seuil associées au maillage, au changement de phase et à la plasticité

gement de phase en compression. Le maillage transportant plus de déformation que le changement de phase, on trouve logiquement une surface seuil associée au changement de phase beaucoup plus grande pour le critère en déformation. Enfin, dans le cas de la surface seuil associée à la plasticité, on s'éloigne de la forme caractéristique associée au critère de Tresca, forme qui est retrouvée dans le cas d'un critère en déformation de 0,02%. Cela est sans doute dû à la multiplicité du glissement par grain déjà atteint à ce niveau de déformation.

Finalement, dans le cas de ce matériau, la surface seuil ne peut être associée uniquement au changement de phase puisque comme le montre la figure 3.44, la chronologie des mécanismes change avec le chargement. Elle est donc définie par l'activation du premier mécanisme. On constate ainsi un rapprochement des surfaces seuil du maillage et du changement de phase en cisaillement (axe $\sigma_1 = -\sigma_2$). Ceci est cohérent avec le fait que la fraction de macles observée expérimentalement semble être plus importante en cisaillement qu'en traction à déformation égale.

5.5 Conclusion

Les grandes caractéristiques du comportement ont pu être reproduites. Le modèle de VER permet maintenant de simuler des situations difficiles à réaliser expérimentalement. Nous sommes également en mesure de prédire un séquençage des mécanismes. Il semble que l'impact des dislocations sur le comportement du matériau et notamment sur le développement des macles et de la martensite joue un rôle majeur. Cet aspect devra être pris en compte pour un futur modèle. Certains, comme celui proposé par SAINT-SULPICE et al., 2009, sont capables de reproduire l'évolution du comportement d'AMF sous chargement cyclique via l'introduction de déformations cumulées et l'utilisation de formalismes inspirés des modèles de plasticité. Une telle approche pourrait potentiellement être adaptée au modèle de VER actuel.

6 Conclusion

Nous avons proposé une modélisation multi-échelle 3D d'un VER dans un cadre thermodynamique probabiliste. L'évolution du changement de phase et du maillage est déterminée par la formulation d'énergies de Gibbs et l'utilisation des fonctions de Boltzmann. Cette vision permet de s'affranchir de l'arrangement spatial des variantes de martensite ou des macles, aucune interaction d'interface n'est donc prise en compte. L'introduction d'un modèle de plasticité cristalline permet la prise en compte des phénomènes plastiques et ouvre la voie à l'introduction d'une interaction entre les mécanismes précédents et la plasticité. Cette modélisation offre l'avantage de compter peu de paramètres, dont la grande majorité est identifiable expérimentalement grâce à des essais simples.

Les comportements observés expérimentalement ainsi que leurs évolutions ont pu être reproduits correctement. Le modèle est maintenant à même de servir de machine à "expérience numérique", comme la prédiction de la surface 2D a pu le montrer. L'interaction entre la plasticité d'une part et les mécanismes de changement de phase et de maillage d'autre part n'est cependant peu ou pas reproduite puisque nous nous contentions de superposer les déformations associées. C'est un point d'amélioration notable.

Les simulations ont été réalisées par ailleurs en situation de contrainte homogène. L'approche auto-cohérente est implémentée mais conduit à des temps de calculs prohibitifs. Une simplification du modèle sera sans aucun doute nécessaire si nous souhaitons à terme pouvoir l'implémenter dans un code de calcul. Les mesures de champs obtenues lors de l'essai sur structure ne peuvent ainsi pour le moment pas être comparées à leur pendant numérique.

Conclusion générale et perspectives

Depuis les années 60, les alliages à mémoire de forme fascinent les chercheurs. Leur potentiel d'utilisation est varié, mais ils restent pour le moment majoritairement utilisés dans le domaine médical. Le nickel-titane, principal candidat pour les applications sous forme d'outils ou d'implants du fait de ses capacités pseudo-élastiques et mémoire de forme impressionnantes, doit aujourd'hui être remplacé. De nombreuses études mettent en lumière le fort potentiel allergène du nickel et son rôle dans l'augmentation du risque de cancer chez l'homme. Les chercheurs se sont intéressés aux alliages dits parfaitement bio-compatibles (uniquement composés de métaux bio-compatibles) afin de proposer un candidat. Les alliages de niobium-titane font partie des plus étudiés. Utilisés à proportion de 25 à 27,5% de Nb, ils présentent à la fois la caractéristique pseudo-élastique et mémoire de forme. Dans cette thèse, nous avons cherché à caractériser et modéliser le comportement d'un alliage binaire de niobium-titane à 26% atomique de niobium.

L'étude expérimentale repose sur deux alliages de 26at%Nb-Ti; une série tréfilée et l'autre laminée. Les premières études thermiques ont confirmé l'impact de l'oxygène sur la transformation de phase puisqu'aucun changement de phase n'a pu être détecté lors de l'application d'un chargement thermique. Suite à cela, nous nous sommes intéressés au comportement thermo-mécanique du matériau. Les résultats obtenus ont permis de montrer qu'un changement de phase solide-solide a lieu au sein du matériau sous chargement mécanique. Les quantités transformées sont faibles et réparties de manière hétérogène au sein du matériau. Il a été montré également qu'à contrainte plus élevée le matériau est sujet au maclage, propriété qui lui confère une forte ductilité. Le maclage a donc été caractérisé. Le système actif dans ce matériau est le $\{332\} \langle 11\bar{3} \rangle$. De plus, alors qu'on s'attend à une saturation de la fraction de macles avec la déformation du fait de l'écrouissage du matériau, il a également été montré, sous chargement uni-axial, que le maclage sature avec la contrainte, signe de l'activation de nouveaux mécanismes. Les premières caractérisations du matériau sous chargement bi-axial ont été réalisées. Un essai sur structure a été mis en place permettant de développer un état de cisaillement pour une zone définie. Les premiers résultats ont notamment montré une augmentation du taux de macles à déformation égale, par rapport à un chargement uni-axial.

Un modèle de comportement du matériau a ensuite été proposé. Il s'agit d'un modèle de volume élémentaire représentatif 3D multi-échelle. La stratégie multi-échelle permet d'isoler chaque mécanisme et de définir des zones où les champs mécaniques et thermiques sont ho-

mogènes et peuvent être calculés. Cette stratégie permet une modélisation fine et rapide du comportement. Nous avons choisi de décrire la transformation martensitique et le maclage de la même manière. La sélection des mécanismes repose sur la minimisation de l'énergie libre de Gibbs : la phase ou variante de phase possédant la plus faible énergie est celle qui se développe et son évolution est déterminée à partir d'une statistique de Boltzmann. Les premiers résultats ont montré que le modèle permet de reproduire les comportements observés expérimentalement grâce à l'activation concomitante du changement de phase, du maclage et de la plasticité.

L'avantage de ce modèle repose sur son faible nombre de paramètres, tous identifiables expérimentalement avec des essais simples en faible nombre, malgré la modélisation de nombreux mécanismes. La prise en compte à la fois du changement de phase, du maclage et de la plasticité en fait son originalité. La modélisation auto-cohérente nécessite un temps de calcul très important. Une optimisation du modèle serait donc nécessaire afin de limiter le temps de calcul ce qui permettrait alors son implémentation dans un modèle de structure.

De nombreuses pistes restent aujourd'hui à explorer.

Expérimentalement, les investigations doivent se poursuivre afin d'approfondir la caractérisation de ce matériau. Des essais sous chargements mécaniques, thermo-mécaniques proportionnels ou non sont envisageables afin de tester le modèle sur des chargements plus complexes. À plus petite échelle, des essais in-situ sous microscope à transmission seront également nécessaires (sur éprouvette simple, traction/compression puis complexe, cisaillement) afin d'étudier le rôle des dislocations sur la propagation du maclage et de la martensite ainsi que les interactions entre les différents mécanismes de déformations. Ces observations permettront ensuite l'implémentation de lois et/ou d'interactions afin d'améliorer le modèle numérique.

Numériquement, l'utilisation du formalisme des densités d'énergies pour modéliser le maclage a ouvert la porte à son adaptabilité à d'autres mécanismes. Une réflexion est en cours afin de pouvoir éventuellement traiter la plasticité en utilisant le même formalisme, ce qui assurerait le couplage recherché. Le temps de calcul conséquent associé au modèle auto-cohérent limite son usage aux pré-calculs de VER, type machine d'essai virtuelle. Le développement de modèles de structures passe donc par la création de modèles simplifiés (type phénoménologiques) se basant sur ces essais virtuels. Les dernières avancées réalisées sur l'intelligence artificielle ouvrent également la voie à la création de modèles par apprentissage numérique ou reposant sur des bases de données (voir par exemple [XU et al., 2020](#)). Une des voies possible est l'emploi d'un modèle de monocristal équivalent. Cela reviendrait à n'utiliser qu'un seul grain (dont l'orientation doit être optimisée) au lieu des 700 requis dans nos simulations. Cette technique a pu montrer ses preuves dans d'autres domaines.

Enfin, bien que s'appuyant sur un matériau en particulier, le modèle proposé peut être adapté à d'autres AMF.

Annexe A

Présentation de la méthode d'analyse utilisée pour étudier la cinétique des macles

L'objectif de cette annexe est de présenter la méthode utilisée lors de l'étude cinétique des macles. Elle permet d'estimer l'évolution de la fraction surfacique de macles avec la déformation dans une zone choisie. La figure A.1 présente deux schémas. En haut, le schéma de l'éprouvette avec la zone électropolie et la zone d'étude. En bas, le schéma représente la surface électropolie uniquement et positionne la série d'EBSD réalisée pour cette étude.

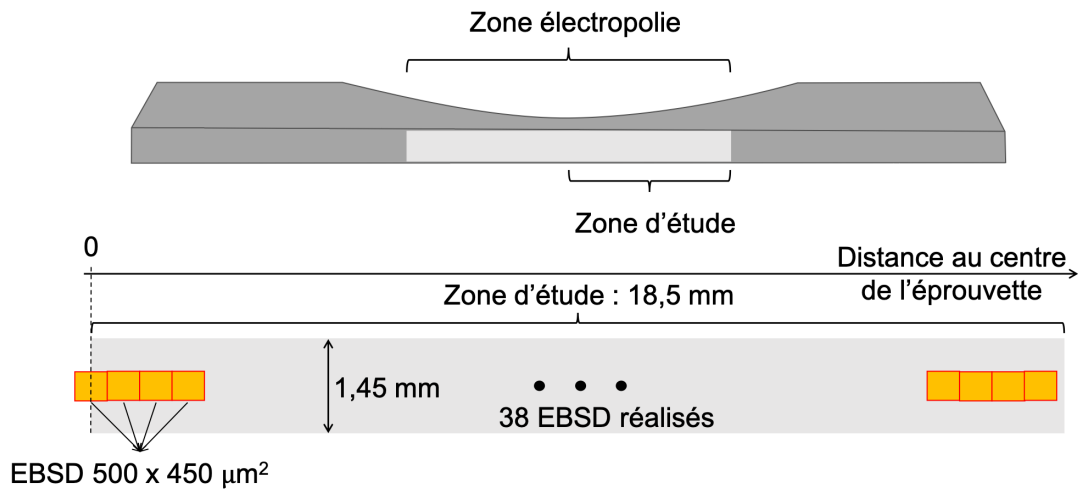


FIGURE A.1 • Schéma de l'éprouvette sablier et de l'emplacement des différents EBSD réalisés

38 EBSD ont été réalisés sur une surface de $500 \times 450 \mu\text{m}^2$. Chaque EBSD suit le précédent permettant d'avoir une vision continue de l'évolution de la taille et de la fraction surfacique des macles.

Annexe A. Présentation de la méthode d'analyse utilisée pour étudier la cinétique des macles

Pour illustrer la méthode, on utilise la carte EBSD obtenue à 10,35 mm du centre ($\varepsilon = 6,9\%$). La carte est présentée figure A.2.

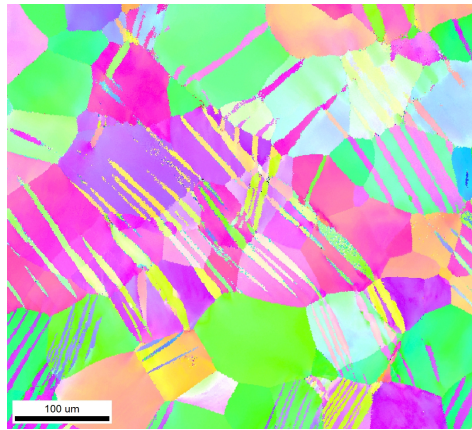
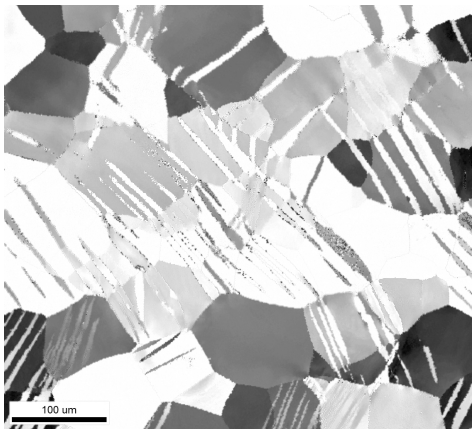
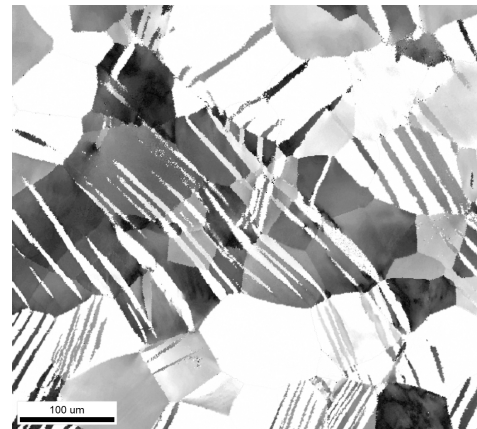


FIGURE A.2 • IPF dans la direction RD obtenue à 10,35 mm du centre de l'éprouvette

L'extraction des données se fait à partir du logiciel GIMP. Ce logiciel permet de décomposer l'image selon les trois couleurs primaires : rouge, vert et bleu. On a alors accès à trois images en niveaux de gris. Cette décomposition permet de mettre en évidence des couples d'orientations mère/macle plutôt que d'autres. L'ensemble des macles n'est pas identifiable sur la même image. La figure A.3 illustre l'intérêt de cette décomposition.



(a) partie rouge



(b) partie verte

FIGURE A.3 • Image extraite de la décomposition RGV

À partir de là, on sélectionne un groupe { orientation mère + macle }. Plus les niveaux de gris associés sont différents, plus il sera facile d'extraire la quantité de macles. Prenons pour exemple le groupe de grains présenté figure A.4.

On a alors accès à deux histogrammes. Le premier (figure A.5a) permet de modifier les nuances de gris associées à l'image. On peut alors associer aux macles et aux grains deux ni-

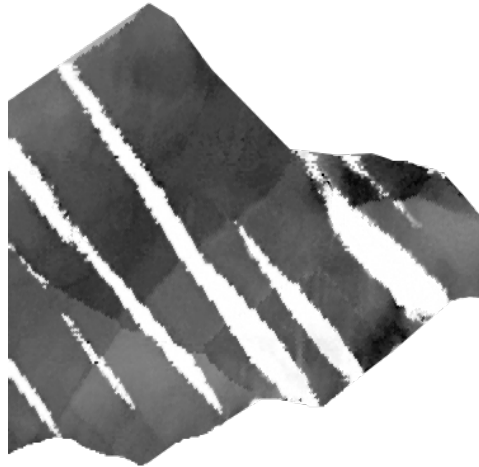
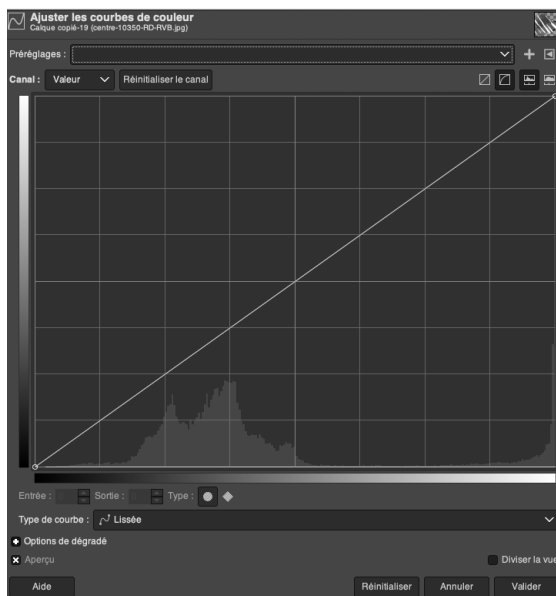
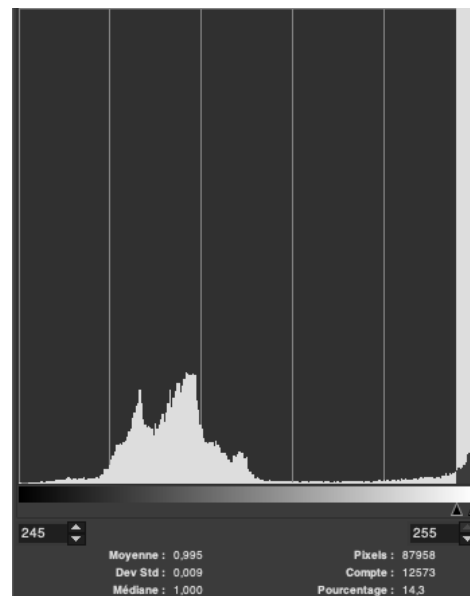


FIGURE A.4 • Groupe de grains { orientation mère + macle } extrait

veaux de gris : blanc et noir. Le second histogramme (figure A.5b) permet de sélectionner une gamme de niveaux de gris (ici fixée à 245-255). "Pixel" donne le nombre total de pixels du groupe sélectionné. "Compte" indique le nombre de pixels de l'image dont le niveau de gris appartient à la gamme spécifiée. Ainsi, on peut remonter à la fraction de macle de la zone sélectionnée.



(a)



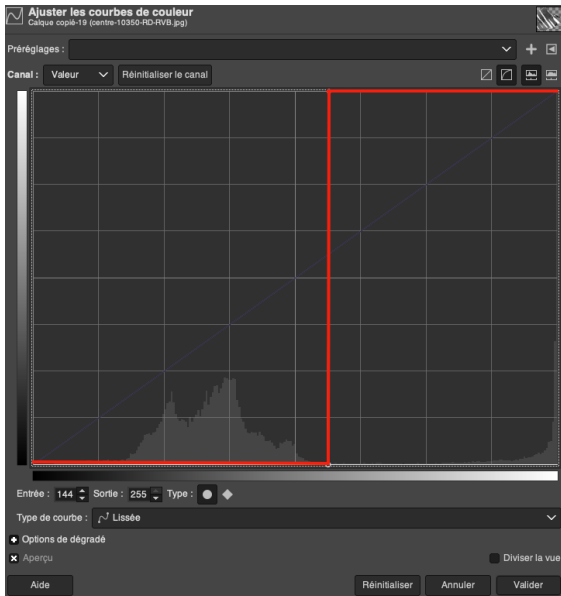
(b)

FIGURE A.5 • Image extraite de la décomposition RGV

Cette méthode est néanmoins peu précise. En effet, comme l'illustrent les deux cas ci-dessous, figures A.6 et A.7, en fonction de la manière donc on découpe l'histogramme pour séparer les macles et les grains sur deux niveaux, on peut obtenir des résultats très différents.

Annexe A. Présentation de la méthode d'analyse utilisée pour étudier la cinétique des macles

Dans le cas 1, on compte 12378 pixels pour les macles et 17513 pour le cas 2. L'écart entre ces résultats est de 30%. Ces deux cas ont été choisis comme cas extrêmes afin d'illustrer la difficulté de mise en œuvre de la méthode. Dans les faits, comme expliqué dans le manuscrit, l'erreur est évaluée à 10%.

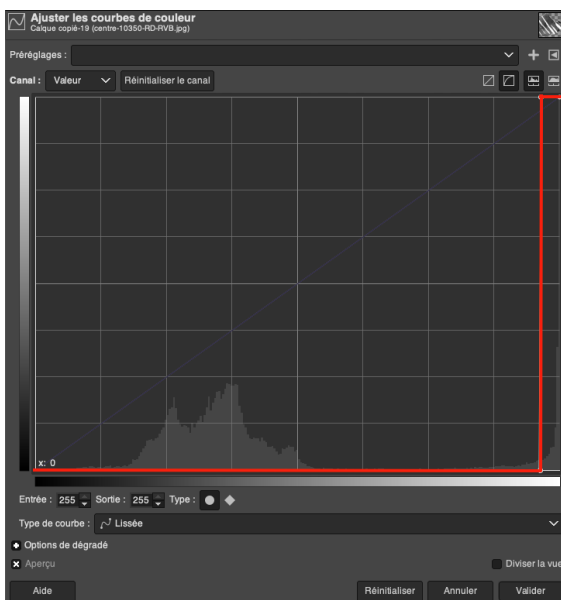


(a) Séparation de l'histogramme choisie



(b) Niveaux de gris obtenus sur la zone d'étude

FIGURE A.6 • Cas d'identification 1



(a) Séparation de l'histogramme choisie



(b) Niveaux de gris obtenus sur la zone d'étude

FIGURE A.7 • Cas d'identification 2

Enfin, une dernière difficulté vient s'ajouter à cela. Il arrive que les niveaux de gris macle/grain

soient très proches et ne puissent être distingués dans l'histogramme. L'extraction de la quantité de macles se fait alors à la main uniquement. Le grain est extrait de l'image puis les macles sont extraites une par une. La quantité de pixels liée aux macles est alors sommée et on retrouve la fraction surfacique associée.

Annexe B

Modélisation thermique d'une structure 1D

Le code présenté dans la suite a été développé sous Matlab pour étudier la diffusion de la chaleur dans une structure 1D. Il permet ainsi de déterminer les paramètres thermiques du matériau étudié et les conditions d'essais (échanges avec l'extérieur). Il se base sur le principe des différences finies.

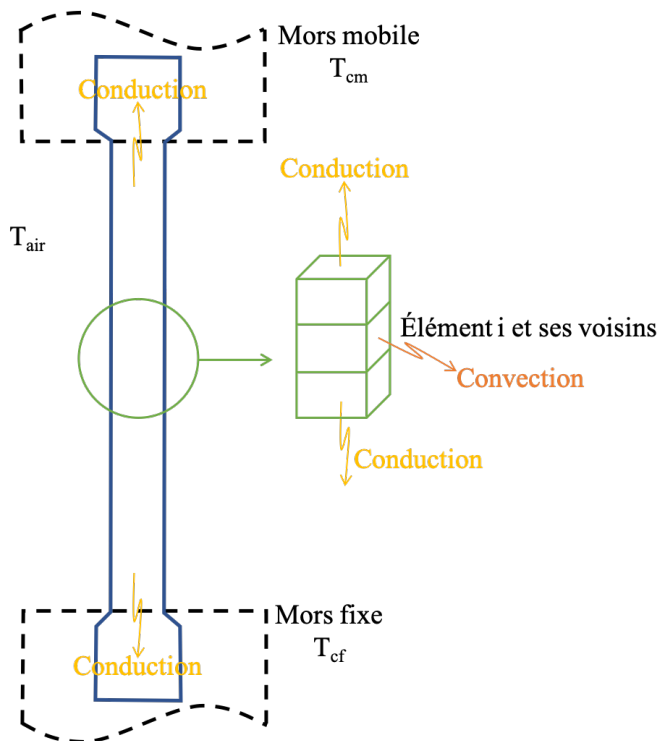


FIGURE B.1 • Schéma de la modélisation choisie

La figure B.1 illustre le choix de modélisation. On impose la température des mors, de l'air extérieur et de l'éprouvette. La température de l'éprouvette n'est pas nécessairement homogène, la prise en compte d'un gradient est possible. On résout ensuite l'équation de la chaleur sans terme source. Cela revient alors à résoudre le problème suivant :

$$\lambda \Delta T - \frac{h \cdot l}{S_o} (T - T_{air}) = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (\text{B.1})$$

avec pour conditions aux limites :

$$\begin{cases} -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_0 = h_c (T_{cm} - T(0, t)) \\ -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{L_o} = h_c (T(L_o, t) - T_{cf}) \end{cases} \quad (\text{B.2})$$

On utilise un schéma d'Euler inverse en différences finies pour discrétiser les équations. On note dx l'incrément en espace et dt celui en temps et on associe j à l'élément

Annexe B. Modélisation thermique d'une structure 1D

($j \in [1, m]$) et n au pas de temps ($n \in [1, N]$) où m et N représentent respectivement le nombre d'éléments dans l'espace et le temps. Le problème à résoudre est alors le suivant :

$$[M] \cdot \{T\}^{n+1} = \{T\}^n + \{F\} \quad (\text{B.3})$$

où $[M]$ est une matrice bloc définie par $[M] = \begin{bmatrix} C & B^t \\ B & 0 \end{bmatrix}$

C est une matrice quasi-tridiagonale, on note D les termes diagonaux, avec $D = 1 + \frac{h \Delta t}{S_0 \rho c_p}$ et D^h les termes hors diagonaux, tels que : $D^h = \frac{\lambda \Delta t}{\rho c_p \Delta x^2}$. Les termes C_{12} et $C_{m(m-1)}$ sont nuls.

B est une matrice colonne et vaut :

$$[B] = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 & \dots & 0 & \frac{-\lambda}{h_c \Delta x} & 1 + \frac{\lambda}{h_c \Delta x} \\ 1 + \frac{\lambda}{h_c \Delta x} & \frac{-\lambda}{h_c \Delta x} & 0 & \dots & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Enfin, $\{F\}$ traduit les échanges convectifs et $F_j = \frac{h \Delta t T_{air}}{S_0 \rho c_p}$.

Annexe C

Modélisation thermo-mécanique d'une structure 1D

Les alliages à mémoire de forme sont soumis à un fort couplage thermo-mécanique. Dans la majorité des cas, les modèles VER bien que thermo-mécaniques, ne prennent pas en compte ce couplage. Les modes de déformations par bandes sont des problématiques de structures et ne sont donc pas retranscrits par ce type de modèles. [DEPRIESTER et al., 2014](#) a proposé un modèle de structure 1D permettant de modéliser le comportement pseudo-élastique d'un alliage de NiTi soumis à un chargement en traction, piloté en déplacements. Le principal défaut de cette modélisation réside dans la description trop simplifiée de l'évolution des fractions de phases qui repose sur le diagramme de Clausius-Clapeyron :

$$\begin{cases} f_t = 0 & \text{si } \sigma < \sigma_s \\ f_t = \frac{\sigma - \sigma_s}{\sigma_f - \sigma_s} & \text{si } \sigma_s \leq \sigma \leq \sigma_f \\ f_t = 1 & \text{si } \sigma > \sigma_f \end{cases} \quad (\text{C.1})$$

où σ_s est la contrainte seuil de nucléation de la martensite et σ_f la contrainte de fin de transformation. Ces deux quantités dépendent linéairement de la température (pente de Clapeyron).

1 Modélisation proposée

Le comportement mécanique de chacune des phases du matériau est supposé élastique linéaire et un élément dx est vu comme un VER homogène, orienté. La température et la contrainte sont considérées homogènes dans le VER mais hétérogènes dans l'éprouvette. Afin de diminuer le temps de calcul, on ne considère pas l'échelle du grain, il n'y a donc plus de notion de poly- ou mono-cristal. La transformation de phase nécessite donc un seul changement d'échelle : de l'échelle de la variante (ou phase) à l'échelle du VER. La méthode de changement d'échelle est donc la même que celle présentée au chapitre 3 lors du changement d'échelle entre la variante et le grain. Les fractions de phases sont obtenues de la même

manière que précédemment. La grande différence avec le modèle présenté réside dans la gestion du changement d'enthalpie.

On considère que dès que la martensite nucléée, cette dernière est stabilisée et son enthalpie atteint le niveau bas. La définition de la nucléation est inspirée de celle utilisée par [DEPRIESTER et al., 2014](#) :

$$\begin{cases} N_M(x, t) = [f_m(x, t - dt) > f_{nm}] \cap [u_{target}(x, t - dt) > u_{target}(x, t - 2.dt)] \\ P_M(x, t) = [(N_M(x \pm dx, t) \cup P_M(x \pm dx, t - dt)) \cap f_m(x, t - dt) > f_{pm}] \end{cases} \quad (C.2)$$

Avec f_{pm} la fraction limite à partir de laquelle la martensite se propage et f_{nm} la fraction de nucléation. u_{target} désigne la commande en déplacement.

Il y a la possibilité d'ajouter une troisième phase en utilisant ce qui a été développé pour le maillage. Les équations sont identiques à celles présentées les paramètres seront simplement différents. On notera R la troisième phase.

La variation d'enthalpie de la martensite est alors définie par :

$$L_{\phi_v} = -1/2.L_{\phi_v}^0 + L_{\phi_v}^0.P_M(x, t) \quad (C.3)$$

Cette relation ne s'applique pas pour la phase R dans le cadre de cette étude.

La modélisation thermique utilisée est la même que celle présentée en annexe B. La prise en compte du changement de phase ajoute un terme source par phase :

$$\dot{q} = \rho \dot{f}_m \cdot \Delta H_m + \rho \dot{f}_r \cdot \Delta H_r \quad (C.4)$$

Le terme du second membre est donc modifié et devient :

$$F_j = \frac{h \, dt \, T_{air}}{S_0 \rho C_p} + \Delta H_m \cdot \frac{f_{mj}^n - f_{mj}^{n-1}}{C_p} + \Delta H_r \cdot \frac{f_{rj}^n - f_{rj}^{n-1}}{C_p} \quad (C.5)$$

Du fait de la compétition entre émissions de chaleur et augmentation de la contrainte, le code, sous chargement en déplacement, est instable. Afin de contourner la difficulté, on se place dans le cas d'un chargement sous contrainte et on ajoute un correcteur proportionnel afin de faire tendre la réponse en déplacement vers la commande souhaitée. On note u_{target} le déplacement souhaité, F l'effort appliqué. À la première itération, on impose F linéaire avec le temps. À la fin de l'itération, on calcule u à partir de l'ensemble des déformations :

$$u_j^n = u_j^{n-1} + \varepsilon_j^n \cdot dx \quad (C.6)$$

avec $\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^L$.

On calcule alors l'écart entre u et u_{target} et on corrige F tel que :

$$F^n = F^n - \frac{u^n - u_{target}^n}{L_0} \cdot E^n \cdot S_0 \cdot K; \quad (C.7)$$

où K est le coefficient de correction, E^n le module d'Young à l'instant t , L_0 la longueur initiale de l'éprouvette et S_0 la section moyenne de l'éprouvette.

La figure C.1 illustre l'algorithme de résolution utilisé.

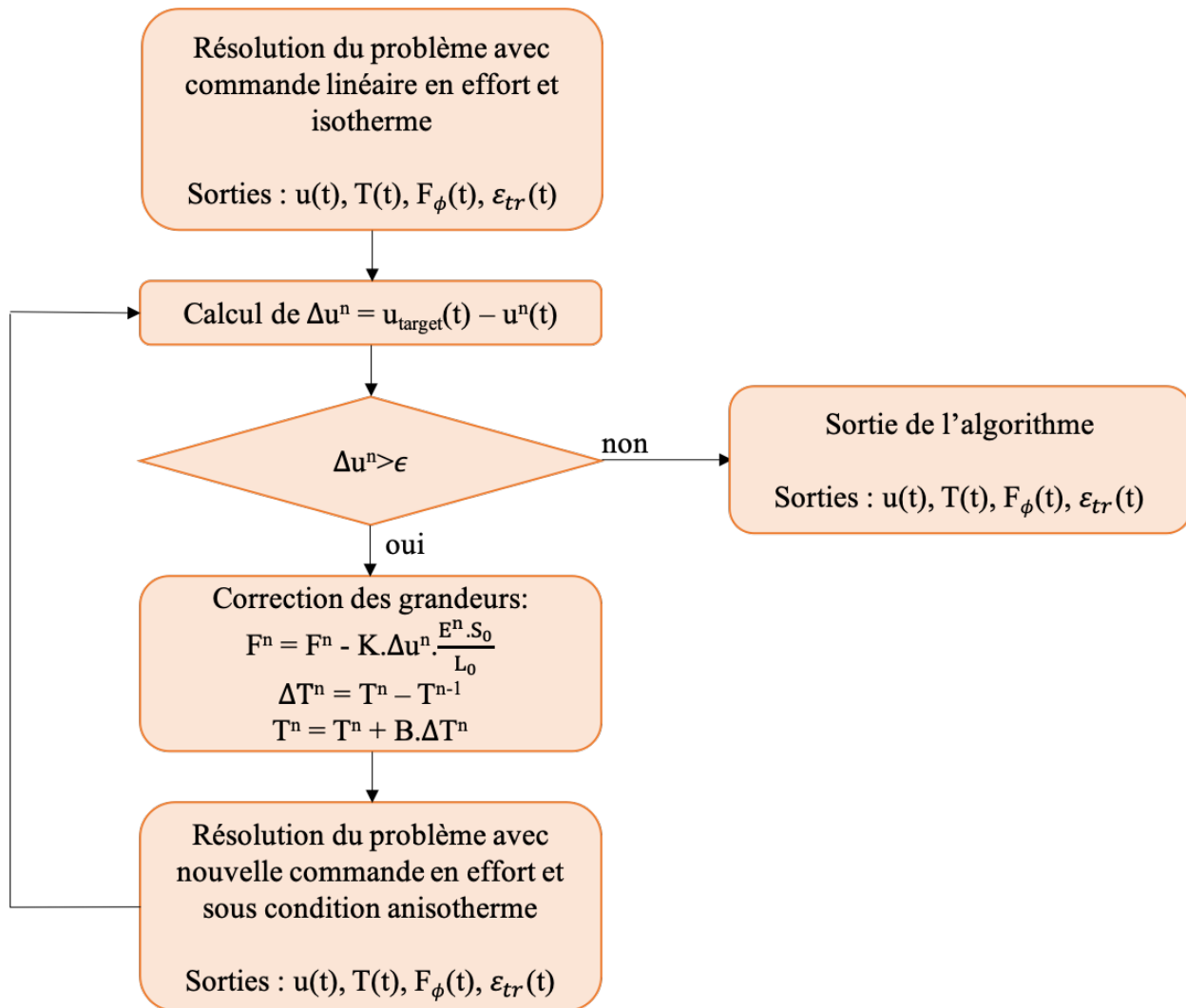


FIGURE C.1 • Schématisation de l'algorithme de résolution

2 Résultats

2.1 Paramètres du modèle

L'ensemble des paramètres est donné tableau C.1.

Paramètres thermiques			
Température extérieure	Température initiale	Coefficient de convection	conduction
$T_{air} = T_{mors}$ 300 K	T_{ini} 300 K	h 20 W/m ² /K	h_c 200 W/m ² /K
Paramètres géométriques			
longueur initiale	Section initiale	Périmètre	
L_0 120 mm	S_0 40 mm ²	l 44 mm	
Paramètres thermo-mécaniques généraux			
Capacité thermique	Enthalpie		Densité
C_p 322 K/kg/K	ΔH R : 7 000 J/kg M : 15 000 J/kg		ρ 6500 kg/m ³
Paramètres thermo-mécaniques de l'austenite et de la phase R			
conductivité thermique	expension thermique	module d'Young	
λ_A 18 W/m/K	α_A 11.10 ⁻⁶ k ⁻¹	E_A 32.5 GPa	
Paramètres thermo-mécaniques de la martensite			
conductivité thermique	expension thermique	module d'Young	Chaleur latente
λ_M 8.6 W/m/K	α_M 6.6 ⁻⁶ k ⁻¹	E_M 31.5 GPa	L_{ϕ_v} 15e6 J/m ³

Tableau C.1 • Paramètres de simulation

Les températures de transition de phases sont présentées tableau C.2.

Phase	Début de changement de phase	Fin de changement de phase
Austénite	25°C	0°C
R	20°C	5°C
Martensite	-38°C	-55°C

Tableau C.2 • Températures de changement de phase

On a retenu les fractions de nucléation et propagation suivantes :

f_{nm}	f_{pm}
0.05	0

Tableau C.3 • fractions de changement d'enthalpie retenues

Les paramètres de mailles sont donnés tableau suivant :

phase	paramètre(s) de maille	angle
Austénite	$a_0 = 3.015 \text{ \AA}$	90°
R	$a_0 = 3.015 \text{ \AA}$	91.5°
Martensite	$a = 2.889 \text{ \AA}$ $b = 4.120 \text{ \AA}$ $c = 4.622 \text{ \AA}$	96.8°

Tableau C.4 • paramètres de mailles

Les simulations ont été lancées pour 500 éléments et 1000 pas de temps.

2.2 Résultats

Nous avons simulé un essai de traction monotone jusqu'à 7% de déformation. Trois vitesses différentes ont été étudiées : 1 mm/s, 5 mm/s et 10 mm/s. Les résultats obtenus sont présentés ci-dessous.

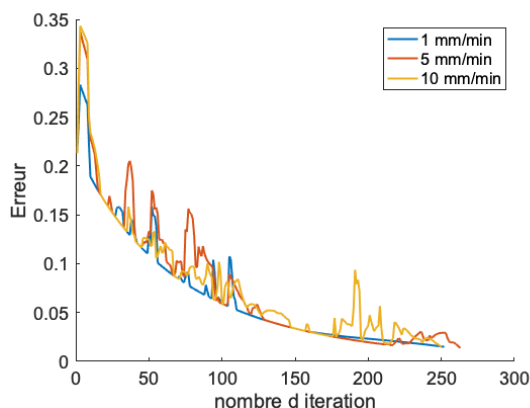


FIGURE C.2 • Erreur de convergence du modèle

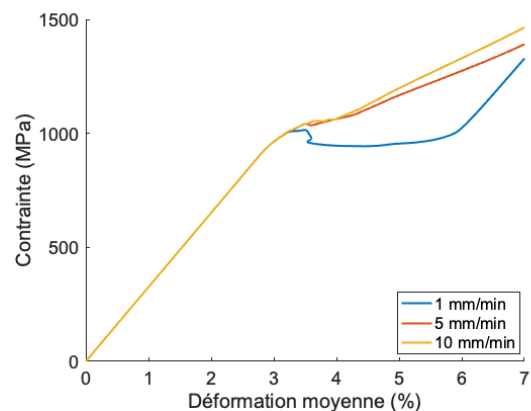


FIGURE C.3 • Courbes de tractions obtenues pour les différentes simulations

La figure C.2 montre l'évolution de l'erreur de convergence en fonction de l'itération. Globalement, les trois courbes convergent à la même vitesse pour atteindre le critère de convergence entre 250 et 260 itérations. Plus la vitesse est élevée, plus le modèle oscille. On s'attend

à ce résultat puisque les élévations de chaleur étant plus importantes, on tend à déstabiliser la martensite alors que la contrainte augmente.

Le comportement obtenu pour les trois vitesses de chargement, voir figure C.3, est cohérent avec les résultats expérimentaux présents dans la littérature. Le modèle est donc bien capable de reproduire le comportement d'un alliage à mémoire de forme de nickel-titane.

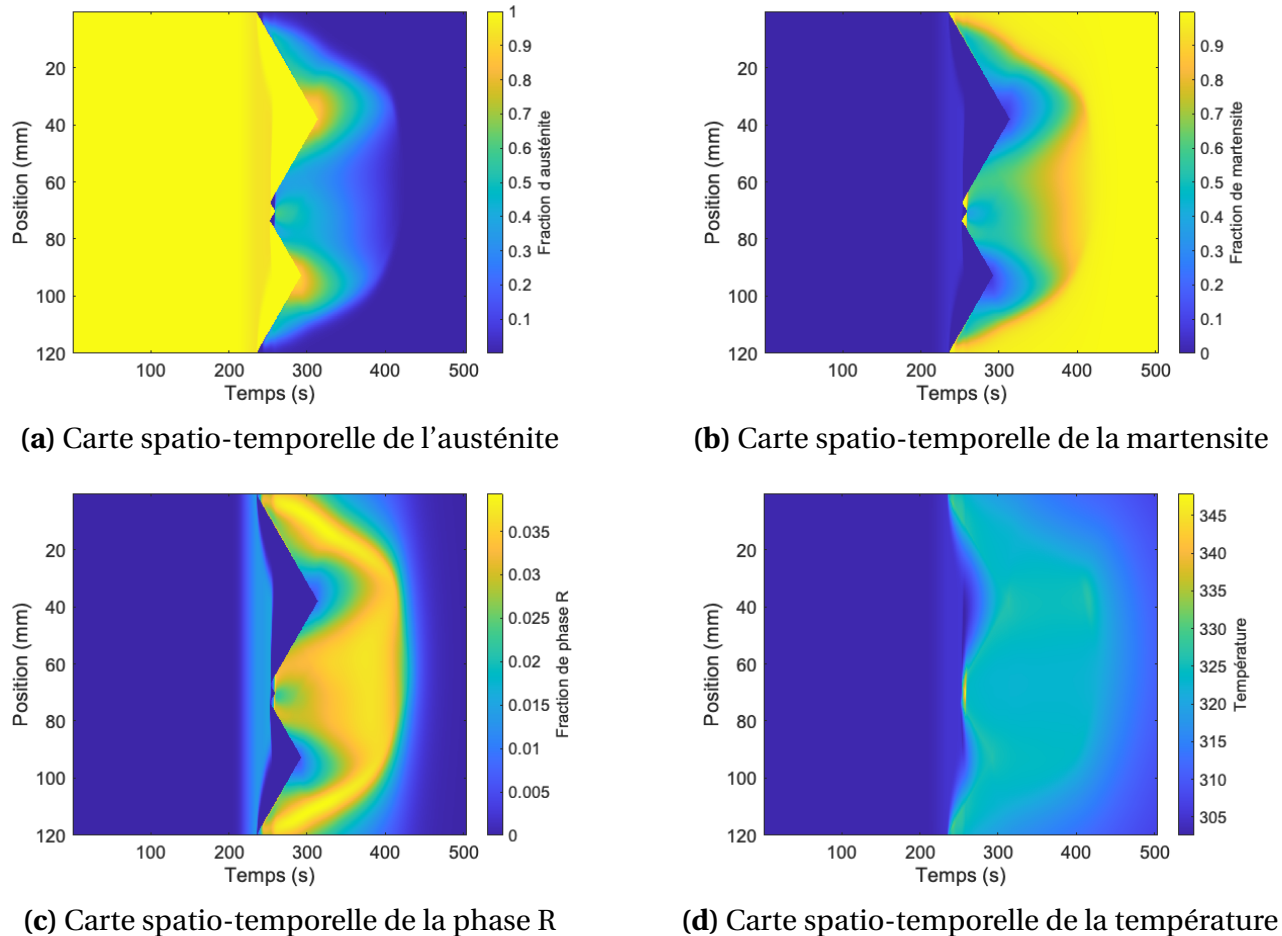


FIGURE C.4 • Résultats obtenus pour un chargement à 1 mm/min

La figure C.4 présente les résultats obtenus pour une vitesse de chargement de 1 mm/min. Les figures montrent bien qu'avec l'augmentation du chargement, l'austénite est remplacée par la phase R et la martensite. La phase R se développe en interface entre l'austénite et la martensite, ce résultat est cohérent avec les observations DRX réalisées par [CHANG, 2020](#). De plus, la température (figure C.4c) est bien maximale au niveau des interfaces.

La figure C.5 présente l'évolution spatio-temporelle de la déformation de transformation pour les trois simulations réalisées. Le modèle retranscrit bien le développement des déformations par bandes avec une augmentation du nombre de bandes avec la vitesse de charge-

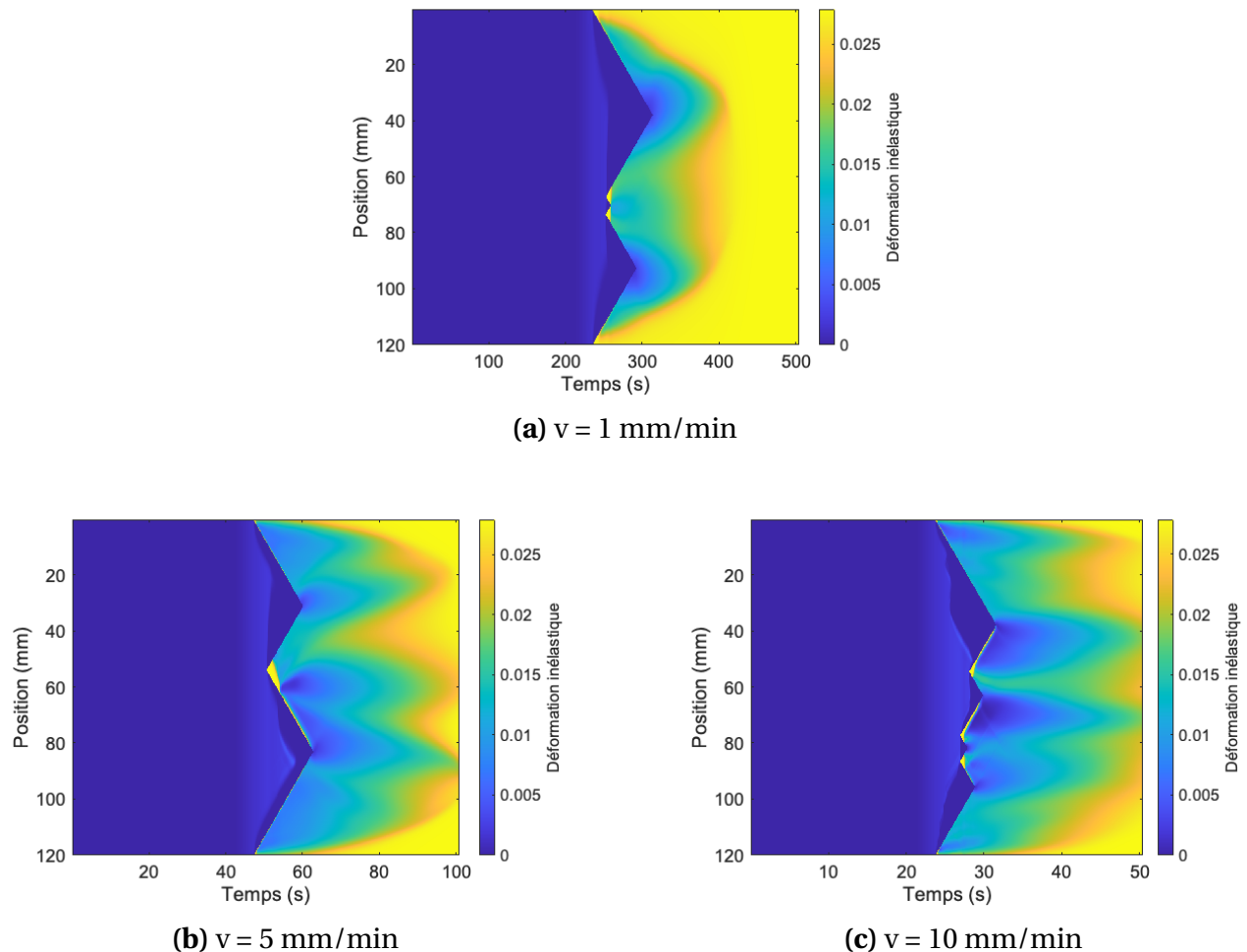


FIGURE C.5 • Cartes spatio-temporelles des déformations de transformations pour les différentes simulations

ment; 4 bandes à 1 mm/min, 6 bandes à 5 mm/min et 7 bandes à 10 mm/min. Ces résultats sont cohérents avec ceux présentés par [MAYNADIER, 2012](#). Des écarts sont à noter. Les conditions de simulations ne sont pas identiques. Dans notre cas, on modélise un NiTi tri-phasique et non bi-phasique et la température ambiante est plus élevée que pour les simulations réalisées par [MAYNADIER, 2012](#).

3 Conclusion

Le modèle proposé permet de reproduire le comportement thermo-chemo-mécanique des alliages à mémoire de forme. La localisation des déformations et leur propagation par bande sont bien reproduites, de même que l'effet de la vitesse de chargement sur le comportement du matériau. La prise en compte de la phase R est bien traduite avec son développement à l'interface des phases austénite et martensite.

Néanmoins, pour le moment le code n'est pas adapté aux chargements cycliques. Les fractions de nucléations de l'austénite n'ont pas été identifiées. De plus, le code nécessite un temps de calcul relativement long, autour de 5h30 pour un processeur de 3.2 GHz et 128 Go de mémoire. Enfin, les fractions de phases de nucléation et propagation sont des paramètres fixés afin de reproduire au mieux les résultats expérimentaux et ne sont pas identifiables à partir de données mesurées.

Annexe D

Modélisation thermo-mécanique d'une structure 3D

Le modèle présenté en annexe C fonctionne en 1D uniquement. On ne peut donc pas reproduire de chargements multi-axiaux. Le modèle VER a été implémenté dans Abaqus. La simulation peut être 1D, 2D ou 3D et utilise le formalisme des éléments finis.

1 Modélisation

L'implémentation du modèle VER dans Abaqus nécessite l'utilisation de "sub-routines" puisque l'on joue directement sur la loi de comportement.

Comme pour le modèle Matlab, on voit chaque élément comme un VER homogène, l'échelle du grain n'est pas considérée. La résolution de l'équilibre thermo-mécanique est directement réalisée par Abaqus. On définit donc uniquement le calcul des fractions de phases et les déformations induites ainsi que les émissions de chaleur dues au changement de phase.

On fait appel à la fonction USDFLD pour déterminer des fractions de phases en présence. On fait généralement appel à cette sub-routine afin de créer des champs de phases. On est capable d'obtenir l'état thermo-mécanique aux noeuds grâce à l'"utility routine" GETVRM, données nécessaires au calcul des fractions de phases.

La sub-routine d'Abaqus permettant de définir un tenseur de déformation est la sub-routine UEXPAN. Nominale, elle permet de définir des déformations anisotropes sous chargement thermique. Dans le cas présent, les déformations thermiques sont très négligeables devant les déformations induites par le changement de phase; elles ont donc été négligées et la sub-routine UEXPAN retourne uniquement les déformations dues au changement de phase comme défini dans le dernier chapitre.

La fonction HETVAL permet de définir des sources de chaleur. Elle a donc directement été

utilisée pour définir les émissions de chaleur dues au changement de phase.

L'avantage de cette modélisation est qu'elle ne nécessite plus de paramètres de nucléation ou propagation. L'hétérogénéité des contraintes est directement due à la géométrie et aux conditions de calcul, la naissance des bandes ne nécessite pas d'implémentation supplémentaire.

La modélisation de l'hystérésis est réalisée comme précédemment par deux niveaux d'énergie latente. Le changement est réalisé pour une fraction de martensite supérieure ou égale à 0,05.

2 Résultats

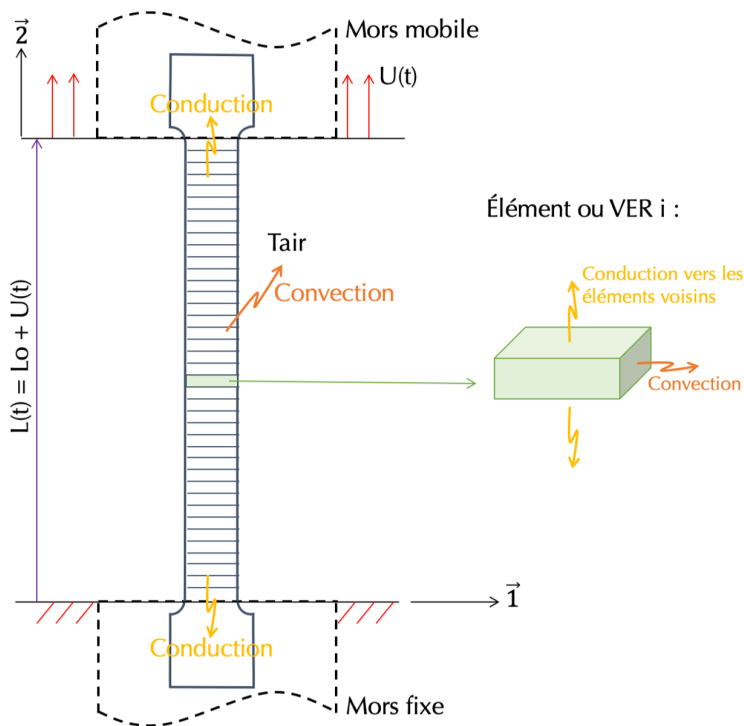


FIGURE D.1 • Schéma de la modélisation choisie en 1D

On choisit de modéliser le comportement d'un NiTi à trois phases (austénite, martensite et phase R). On modélise une éprouvette rectangulaire de $120 \times 20 \times 2 \text{ mm}^2$. Les échanges entre les mors et l'éprouvette sont modélisés par un échange conductif avec un coefficient de $700 \text{ W/m}^2/\text{K}$. Les échanges avec l'air sont modélisés par un échange convectif associé à un coefficient de $20 \text{ W/m}^2/\text{K}$. On suppose la température de l'air et des mors constante et égale à 300 K . Chaque extrémité de l'éprouvette est encastree, l'une dans un mors fixe, l'autre dans le mors mobile. La figure D.1 illustre la modélisation choisie dans le cas 1D. Les têtes d'éprouvettes et les mors ne sont pas modélisés.

Les paramètres du modèle sont les mêmes que ceux présentés annexe C.

On impose un chargement en déplacement ($u_{max} = 6 \text{ mm}$) à une vitesse constante de 2 mm/min . Les résultats pour un maillage Q4 (taille de maille de $0,0005 \text{ m}$) et pas de temps de 1 s sont présentés ci-dessous.

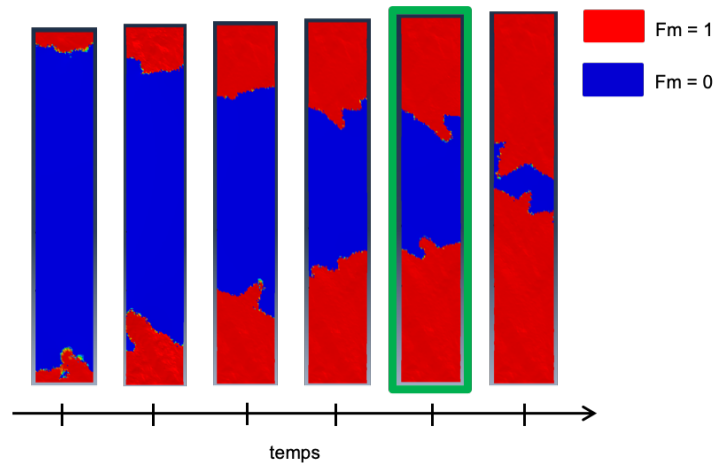


FIGURE D.2 • Évolution de la fraction de martensite au cours du temps

La figure D.2 présente l'évolution de la fraction de martensite au cours du temps. L'essai simulé est relativement lent. On ne s'attend donc pas à observer la naissance de plusieurs bandes. Les bords de l'éprouvette étant encastés, les points de plus fortes contraintes sont les quatre coins de l'éprouvette, c'est pourquoi on observe la nucléation de la martensite en ces points. De plus, on observe que la martensite se propage selon des bandes inclinées de $45 \pm 6^\circ$ ce qui est proche des observations expérimentales (entre 50 et 55°). Enfin, plus globalement, on obtient bien un profil de déformation en V.

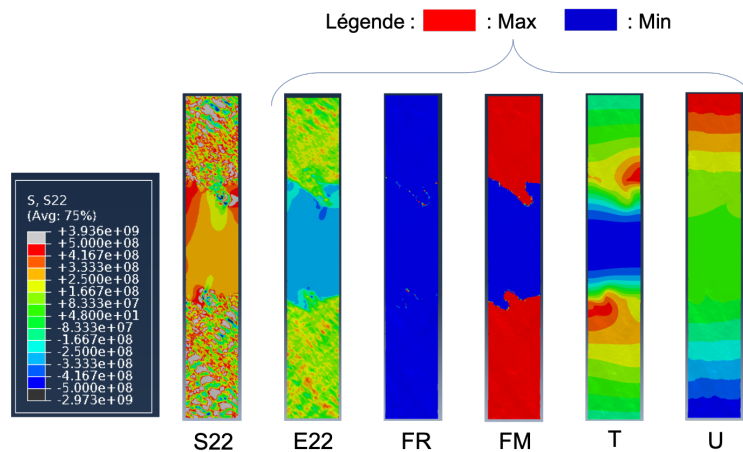


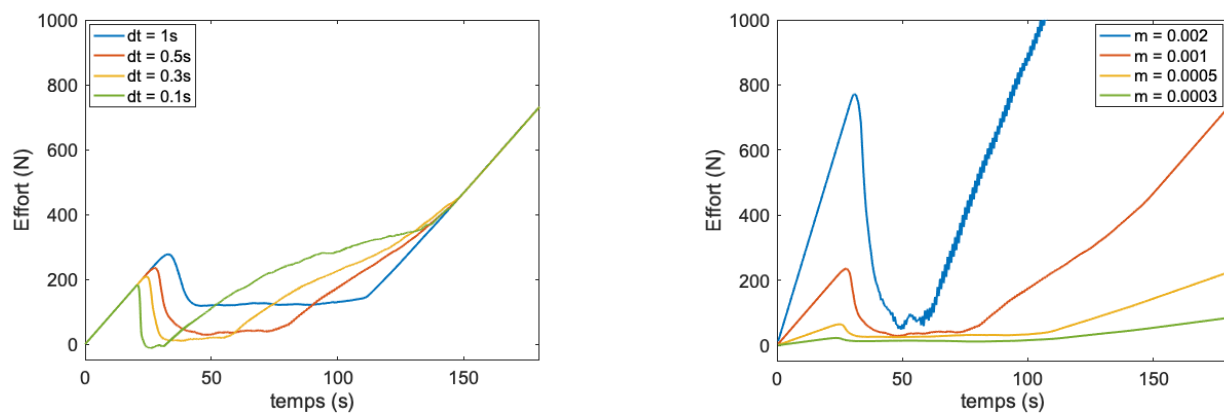
FIGURE D.3 • Champs obtenus pour un pas de chargement

La figure D.3 présente l'état thermo-mécanique de l'éprouvette l'état intermédiaire entouré en vert figure D.2 ($u = 2,8$ mm). Les champs de déplacement et de température (représentés respectivement par U et T sur la figure) sont cohérents avec le chargement appliqué et le champ de phase martensitique (FM). On remarque également, comme observé expérimentalement que la phase R (FR sur la figure) se développe à l'interface entre l'austénite et la martensite. Néanmoins, cette interface est réduite à un élément de largeur ce qui suggère une dépendance du modèle au maillage. Enfin, les champs de contrainte (S22, dans la

direction de traction) et de déformation E22, présentent tous deux de fortes hétérogénéités. Ces grandes variations sont dues au fait que, lors du changement de phase, le passage de l'austénite vers la martensite transporte de très grandes déformations. Cela engendre de très grandes contraintes pour les éléments voisins. Les contraintes sont difficiles à déterminer expérimentalement. Les valeurs obtenues ici, de l'ordre du GPa, semblent disproportionnées mais aucune observation expérimentale ne permet de contredire ou non ces valeurs.

Les comportements sujets à la localisation sont connus pour générer des effets de dépendance du maillage et/ou de la discrétisation temporelle en simulation numérique. La même simulation a donc été lancée pour trois tailles de mailles différentes : 0,001 m, 0,002 m, 0,0005 m et 0,0003 m et quatre pas de temps : 1s, 0,5s, 0,3s et 0,1s.

Les évolutions de l'effort de traction en fonction des paramètres numériques sont tracées ci-dessous.



(a) Taille de maille de 0,001 m et pas de temps variable

(b) Pas de temps de 0,5 s et taille de maille variable

FIGURE D.4 • Évolution de l'effort en fonction du temps

Les figures D.4a et D.4b illustrent respectivement la dépendance du modèle à la discrétisation temporelle et au maillage. Plus la maille et/ou le pas de temps sont petits, plus l'effort nécessaire à la transformation diminue. L'interface de transformation faisant la taille d'une maille, plus celle-ci est petite, plus l'énergie nécessaire pour la déplacer est faible. Le raisonnement est le même pour la discrétisation temporelle. Lors de la modélisation de phénomènes localisants, il est habituel d'ajouter une longueur de régularisation. Cela permet de s'affranchir de la dépendance au maillage. Plusieurs techniques sont possibles, on notera notamment la régularisation locale énergétique (HILLERBORG et al., 1976, l'énergie dissipée est reliée à la taille de maille, cela supprime la dépendance à la taille de maille mais pas à la direction du maillage), la non locale intégrale (PIJAUDIER-CABOT et BAŽANT, 1987, le voisinage est pris compte, cela supprime la dépendance au maillage mais est coûteux en terme de temps de calcul) et la non locale à gradient (PEERLINGS et al., 1996, une équation est ajoutée au pro-

blème permettant de le rendre indépendant du maillage pour un coût de calcul faible).

3 Conclusion

À ce stade de la modélisation, il est primordial d'implémenter une régularisation spatiale afin de réguler la taille de l'interface martensite/austénite. Il est possible que la régularisation spatiale joue sur l'influence du pas de temps. Pour le moment, aucune solution n'a été étudiée de manière approfondie ni implémentée, les méthodes énoncées sont des pistes possibles d'amélioration.

Bibliographie

- AL ZAIN, Y., KIM, H. Y., KOYANO, T., HOSODAC, H. & MIYAZAKI, S. (2015).** A comparative study on the effects of the ω and α phases on the temperature dependence of shape memory behavior of a Ti-27Nb alloy. *Scripta Materialia*, (103), 37-40.
- ARTEMEV, A., JIN, Y. & KHACHATURYAN, A. (2001).** Three-dimensional phase field model of proper martensitic transformation. *Acta Materialia*, 49(7), 1165-1177.
- BERTIN, N., TOMÉ, C., BEYERLEIN, I., BARNETT, M. & CAPOLUNGO, L. (2014).** On the strength of dislocation interactions and their effect on latent hardening in pure Magnesium. *International Journal of Plasticity*, 62, 72-92.
- BERVEILLER, M. & ZAOUÏ, A. (1978).** An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, 26(5-6), 325-344.
- BEYERLEIN, I. J. & TOMÉ, C. N. (2010).** A probabilistic twin nucleation model for HCP polycrystalline metals. *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 466(2121), 2517-2544.
- BHATTACHARYA, K. (2003).** Microstructure of Martensite : Why it Forms and how it Gives Rise to the Shape-memory Effect.
- BILBY, B. A. & CROCKER, A. G. (1965).** The theory of the crystallography of deformation twinning. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 288(1413), 240-255.
- BLACKBURN, M. J. & FEENEY, J. A. (1970).** Stress-induced transformations in Ti-Mo alloys. *Rapport technique, Boeing Co, Renton Wa, Commercial Airplane Group.*
- BÖNISCH, M. (2016).** Structural properties, deformation behavior and thermal stability of martensitic Ti-Nb alloys. *Thèse de doctorat, Technischen Universität Dresden.*
- BOUVET, C. (2001).** De l'uniaxial au multiaxial : Comportement pseudoélastique des alliages à mémoire de forme. *Thèse de doctorat, l'UFR des sciences et techniques de l'université de Franche-Comté.*
- BRINSON, L. (1993).** One-Dimensional Constitutive Behavior of Shape Memory Alloys : Thermomechanical Derivation with Non-Constant Material Functions and Redefined Martensite Internal Variable. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 4(2), 229-242.

Bibliographie

- BUIRON, N., HIRSINGER, L. & BILLARDON, R. (1999).** A multiscale model for magneto-elastic couplings. *Journal de Physique IV*, 9(PR9), 187-196.
- CARUEL, M., LAVERNHE-TAILLARD, K., LAHEURTE, P., PATOOR, E. & HUBERT, O. (2022).** Caractérisation et modélisation d'un alliage binaire Niobium-Titane. *Congrès Français de mécanique, HAL, hal-03772995*.
- CASTANY, P., YANG, Y., BERTRAND, E. & GLORANT, T. (2016).** Reversion of a Parent 130β Martensitic Twinning System at the Origin of 332β Twins Observed in Metastable β Titanium Alloys. *Physical Review Letters*, 117(24).
- CHANG, X. (2020).** Mesure et modélisation multiéchelle du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme sous sollicitation mécanique multiaxiale. *Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay*.
- CHANG, X., LAVERNHE-TAILLARD, K. & HUBERT, O. (2020).** Stochastic multiscale modeling of the thermomechanical behavior of polycrystalline shape memory alloys. *Mechanics of Materials*, (144).
- CHANG, X., HILD, F., HUBERT, O. & ROUX, S. (p. d.).** Hadamard regularization to investigate strain localization bands with Digital Image Correlation. *to be published*.
- CHEMISKY, Y., DUVAL, A., PATOOR, E. & BEN ZINEB, T. (2011).** Constitutive model for shape memory alloys including phase transformation, martensitic reorientation and twins accommodation. *Mechanics of Materials*, 43(7), 361-376.
- CHEMISKY, Y., MERAGHNI, E., BOURGEOIS, N., CORNELL, S., ECHCHORFI, R. & PATOOR, E. (2015).** Analysis of the deformation paths and thermomechanical parameter identification of a shape memory alloy using digital image correlation over heterogeneous tests. *International Journal of Mechanical Sciences*, (96-97), 13-24.
- CLAYTON, J. D. & KNAP, J. (2011a).** A phase field model of deformation twinning : Nonlinear theory and numerical simulations. *Physica D*, (240), 841-858.
- CLAYTON, J. D. & KNAP, J. (2011b).** Phase field modeling of twinning in indentation of transparent crystals. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 19(8).
- DANARD, Y. (2019).** Développement d'alliages de titane transformables par déformation : étude des relations microstructure/propriétés mécaniques. *Thèse de doctorat, Institut de Recherche de Chimie Paris*.
- DANIEL, L., HUBERT, O., BUIRON, N. & BILLARDON, R. (2008).** Reversible magneto-elastic behavior : A multiscale approach. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, (56), 1018-1042.
- DE COOMAN, B. C., ESTRIN, Y. & KIM, S. K. (2018).** Twinning-induced plasticity (TWIP) steels. *Acta Materialia*, (142), 283-362.

- DELPUEYO, D., GRÉDIAC, M., BALANDRAUD, X. & BADULESCU, C. (2012).** Investigation of martensitic microstructures in a monocrystalline Cu–Al–Be shape memory alloy with the grid method and infrared thermography. *Mechanics of Materials*, (45), 34-61.
- DEPRIESTER, D., MAYNADIER, A., LAVERNHE-TAILLARD, K. & HUBERT, O. (2014).** Thermomechanical modelling of a NiTi SMA sample submitted to displacement-controlled tensile test. *International Journal of Solids and Structures*, (51), 1901-1922.
- ELMAY, W. (2013).** Développement de nouveaux alliages de titane biocompatibles instables mécaniquement à bas module d'Young. *Thèse de doctorat, École nationale supérieure d'arts et métiers*.
- ELMAY, W., BERVEILLER, S., PATOOR, E., GLORANT, T., PRIMA, F. & LAHEURTE, P. (2017).** Texture evolution of orthorhombic α'' titanium alloy investigated by in situ X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering*, (679), 504-510.
- ELMAY, W., PATOOR, E., GLORANT, T., PRIMA, F. & LAHEURTE, P. (2014).** Improvement of Superelastic Performance of Ti-Nb Binary Alloys for Biomedical Applications. *Materials Engineering and Performance*, (23), 2471-2476.
- ELMAY, W., PRIMA, F., GLORANT, T., BOLLE, B., ZHONG, Y., PATOOR, E. & LAHEURTE, P. (2013).** Effects of thermomechanical process on the microstructure and mechanical properties of a fully martensitic titanium-based biomedical alloy. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, (18), 47-56.
- ESHELBY, J. D. (1956).** The Continuum Theory of Lattice Defects. *Solid State Physics*, 3, 79-144.
- ESTRIN, Y. & MECKING, H. (1984).** A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models. *Acta Metallurgica*, 32(1), 57-70.
- FALL, M. D. (2017).** Mesure et modélisation multiéchelle du comportement thermo-magnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme. *Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay*.
- FALL, M. D., HUBERT, O., MAZALEYRAT, F., LAVERNHE-TAILLARD, K. & PASKO, A. (2016).** A Multiscale Modeling of Magnetic Shape Memory Alloys : Application to NiMnGa Single Crystal. *IEEE Transactions on Magnetics*, 52(5), 1-4.
- FALL, M. D., PATOOR, E., HUBERT, O. & LAVERNHE-TAILLARD, K. (2019).** Comparative Study of Two Multiscale Thermomechanical Models of Polycrystalline Shape Memory alloys : Application to a Representative Volume Element of Titanium–Niobium. *Shape Memory and Superelasticity*, (5), 163-171.
- FAVIER, D., LOUCHE, H., SCHLOSSER, P., ORGÉAS, L., VACHER, P. & DEBOVE, L. (2007).** Homogeneous and heterogeneous deformation mechanisms in an austenitic polycrystalline Ti–50.8 at.% Ni thin tube under tension. Investigation via temperature and strain fields measurements. *Acta Materialia*, (55), 5310-5322.

Bibliographie

- FENG, P. & SUN, Q. (2006). Experimental investigation on macroscopic domain formation and evolution in polycrystalline NiTi microtubing under mechanical force. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, (54), 1568-1603.
- GAO, X. & BRINSON, L. (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.
- GU, Y., CHEN, L.-Q., HEO, T. W., SANDOVAL, L. & BELAK, J. (2013). Phase field model of deformation twinning in tantalum : Parameterization via molecular dynamics. *Scripta Materialia*, (68), 451-454.
- HALL, J. (1951). The Deformation and Ageing of Mild Steel : III Discussion of Results. *Proceedings of the physical society, Section B*, 64(9), 747-753.
- HAMMA, J. (2020). Modélisation par la méthode des champs de phase du maillage mécanique dans des alliages de titane β -métastables. *Thèse de doctorat, Sorbonne Université*.
- HANADA, S., OZEKI, M. & IZUMI, O. (1985). Deformation characteristics in β phase Ti-Nb alloys. *Metallurgical transactions*, 16A, 789-795.
- HE, Y. & SUN, Q. (2011). On non-monotonic rate dependence of stress hysteresis of super-elastic shape memory alloy bars. *International Journal of Solids and Structures*, (48), 1688-1695.
- HILD, F., BOUTERF, A. & ROUX, S. (2015). Damage measurements via DIC. *International Journal of Fracture*, (191), 77-105.
- HILL, R. (1965). Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(2), 89-101.
- HILL, R. (1967). The essential structure of constitutive laws for metal composites and polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 15(2), 79-95.
- HILLERBORG, A., MODÉER, M. & PETERSSON, P. E. (1976). Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements. *Cement and Concrete Research*, 6(6), 773-782.
- HU, S., JR., C. H. H. & CHEN, L. (2010). Simulations of stress-induced twinning and detwinning : A phase field model. *Acta Materialia*, (58), 6554-6564.
- ISKOUNEN, N. (2021). Influence du couplage température et chargement mécanique sur la transformation allotropique du cobalt polycristallin. *Thèse de doctorat, Ecole centrale Nantes*.
- JANI, J. M., LEARY, M., SUBIC, A. & GIBSON, M. A. (2014). A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials and Design*, (56), 1078-1113.

- KANG, J.-H., INGENDAHL, T. & BLECK, W. (2016).** A constitutive model for the tensile behaviour of TWIP steels : Composition and temperature dependencies. *Materials & Design*, 90, 340-349.
- KAOUACHE, B., BERVEILLER, S., INAL, K., EBERHARDT, A. & PATOOR, E. (2004).** Stress analysis of martensitic transformation in Cu–Al–Be polycrystalline and single-crystalline shape memory alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 378(1), 232-237.
- KHALIL-ALLAFI, J., HASSE, B., KLÖNNE, M., WAGNER, M., PIRLING, T., PREDKI, W. & SCHMAHL, W. (2004).** In-situ diffraction investigation of superelastic NiTi shape memory alloys under mechanical stress with neutrons and with synchrotron radiation. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, (5), 280-283.
- KIM, H. Y., IKEHARA, Y., KIM, J. I., HOSODA, H. & MIYAZAKI, S. (2006).** Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti–Nb binary alloys. *Acta Materialia*, (454), 2419-2429.
- KIM, H. Y., KIM, J. I., INAMURA, T., HOSODA, H. & MIYAZAKI, S. (2006).** Effect of thermo-mechanical treatment on mechanical properties and shape memory behavior of Ti–(26–28) at.% Nb alloys. *Materials Science and Engineering*, (438-440), 839-843.
- KIM, H. Y., SATORU, H., KIM, J. I., HOSODA, H. & MIYAZAKI, S. (2004).** Mechanical Properties and Shape Memory Behavior of Ti-Nb Alloys. *Materials Transactions*, 45(7), 2443-2448.
- KIM, H. Y., WEI, L., KOBAYASHI, S., TAHARA, M. & MIYAZAKI, S. (2013).** Nanodomain structure and its effect on abnormal thermal expansion behavior of a Ti–23Nb–2Zr–0.7Ta–1.2O alloy. *Acta Materialia*, (61), 4874-4886.
- KIM, J., ESTRIN, Y. & DE COOMAN, B. C. (2013).** Application of a Dislocation Density-Based Constitutive Model to Al-Alloyed TWIP Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44, 4168-4182.
- KIM, J. I., KIM, H. Y., HOSODA, H. & MIYAZAKI, S. (2005).** Shape Memory Behavior of Ti–22Nb–(0.5–2.0)O(at%) Biomedical Alloys. *Materials Transactions*, (46), 852-857.
- KIM, K. & DALY, S. (2011).** Martensite Strain Memory in the Shape Memory Alloy Nickel-Titanium Under Mechanical Cycling. *Experimental Mechanics*, (51), 641-652.
- KONDO, R., TADANO, Y. & SHIZAWA, K. (2014).** A phase-field model of twinning and detwinning coupled with dislocation-based crystal plasticity for HCP metals. *Computational Materials Science*, (95), 672-683.
- KRÖNER, E. (1961).** Zur plastischen verformung des vielkristalls. *Acta Metallurgica*, 9(2), 155-161.
- LAFOURCADE, P., DENOUAL, C. & MAILLET, J.-B. (2019).** Mesoscopic constitutive law with nonlinear elasticity and phase transformation for the twinning-buckling of TATB under dynamic loading. *Phys. Rev. Mater.*, 3(5).

- LAGOUDAS, D. C., ENTCHEV, P. B., POPOV, P., PATOOR, E., BRINSON, L. C. & GAO, X. (2006).** Shape memory alloys, Part II : Modeling of polycrystals. *Mechanics of Materials*, 38(5), 430-462.
- LAI, M., TASAN, C. & RAABE, D. (2016).** On the mechanism of {332} twinning in metastable β titanium alloys. *Acta Materialia*, (111), 173-186.
- LAZREG, S. & HUBERT, O. (2011).** A multidomain modeling of the magnetoelastic behavior for nondestructive evaluation. *Journal of Applied Physics*, 109(7).
- LECLERCQ, S. & LEXCELLENT, C. (1996).** A general macroscopic description of the thermo-mechanical behavior of shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(6), 953-980.
- LEMAITRE, J., CHABOCHE, J.-L., BENALLAL, A. & DESMORAT, R. (2020).** Mécanique des matériaux solides (3e édition).
- LEVITAS, V. I., LEE, D.-W. & PRESTON, D. L. (2010).** Interface propagation and microstructure evolution in phase field models of stress-induced martensitic phase transformations. *International Journal of Plasticity*, 26(3), 395-422.
- LI, Y., BUSHBY, A. & DUNSTAN, D. (2016).** The Hall–Petch effect as a manifestation of the general size effect. *Proceedings of the royal society A*.
- LIANG, Q., KLOENNE, Z., ZHENG, Y., WANG, D., ANTONOV, S., GAO, Y., HAO, Y., YANG, R., WANG, Y. & FRASER, H. L. (2020).** The role of nano-scaled structural non-uniformities on deformation twinning and stress-induced transformation in a cold rolled multifunctional β -titanium alloy. *Scripta Materialia*, (177), 181-185.
- LIU, C., SHANTHRAJ, P., DIEHL, M., ROTERS, F., DONG, S., DONG, J., DING, W. & RAABE, D. (2018).** The role of nano-scaled structural non-uniformities on deformation twinning and stress-induced transformation in a cold rolled multifunctional β -titanium alloy. *International Journal of Plasticity*, (106), 203-227.
- LOUCHE, H., SCHLOSSER, P., FAVIER, D. & ORGÉAS, L. (2012).** Heat Source Processing for Localized Deformation with Non-Constant Thermal Conductivity. Application to Superelastic Tensile Tests of NiTi Shape Memory Alloys. *Experimental Mechanics*, (52), 1313-1328.
- MA, J., KARAMAN, I., MAIER, H. & CHUMLYAKOV, Y. (2010).** Superelastic cycling and room temperature recovery of Ti₇₄Nb₂₆ shape memory alloy. *Acta Materialia*, (58), 2216-2224.
- MADEC, R., DEVINCRE, B., KUBIN, L., HOC, T. & RODNEY, D. (2003).** The Role of Collinear Interaction in Dislocation-Induced Hardening. *Science*, 301(5641), 1879-1882.
- MARTELEUR, M. (2017).** On the plasticity mechanisms of β metastable Ti alloys, towards enhanced work hardening. *Thèse de doctorat, Université catholique de Louvain*.

- MARTELEUR, M., SUN, F., GLORIAN, T., VERMAUT, P., JACQUES, P. J. & PRIMA, F. (2012). On the design of new b-metastable titanium alloys with improved work hardening rate thanks to simultaneous TRIP and TWIP effects. *Scripta Materialia*, (66), 749-752.
- MAYNADIER, A. (2012). Couplage thermomécanique dans les Alliages à Mémoire de Forme : mesure de champs cinématiques et thermiques et modélisation multiéchelle. *Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan*.
- MAYNADIER, A., PONCELET, M., LAVERNHE-TAILLARD, K. & ROUX, S. (2012). One-shot Measurement of Thermal and Kinematic Fields : InfraRed Image Correlation (IRIC). *Experimental Mechanics*, (52), 241-255.
- MENG, Q., LIU, Q., GUO, S., ZHU, Y. & ZHAO, X. (2015). Effect of thermo-mechanical treatment on mechanical and elastic properties of Ti-36Nb-5Zr alloy. *Progress in Natural Science: Materials International*, (25), 229-235.
- MIYAZAKI, S. & KIM, H. (2011). Basic characteristics of titanium-nickel (Ti-Ni)- based and titanium-niobium (Ti-Nb)-based alloys. *Shape Memory and Superelastic Alloys*, 15-42.
- MIYAZAKI, S., KIM, H. & HOSODA, H. (2006). Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys. *Materials Science & Engineering*, (438-440), 18-24.
- NICLAEYS, C., BEN ZINEB, T., ARBAB-CHIRANI, S. & PATOOR, E. (2002). Determination of the interaction energy in the martensitic state. *International Journal of Plasticity*, (18), 1619-1647.
- ORBARD, E., HAO, Y., TALLING, R., LI, S., ZHANG, Y., DYE, D. & YANG, R. (2011). The effect of oxygen on α'' martensite and superelasticity in Ti-24Nb-4Zr-8Sn. *Acta Materialia*, (59), 112-125.
- PATOOR, E., EBERHARDT, A. & BERVEILLER, M. (1996). Micromechanical Modelling of Superelasticity in Shape Memory Alloys. *Journal de Physique IV*, 6(C1), 277-292.
- PATOOR, E., LAGOUDAS, D., ENTCHEV, P., BRINSON, L. C. & GAO, X. (2006). Shape memory alloys, Part I : General properties and modeling of single crystals. *Mechanics of materials*, (38), 391-429.
- PEERLINGS, R., BORST, DE, R., BREKELMANS, W. & VREE, DE, J. (1996). Gradient enhanced damage for quasi-brittle materials. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 39(19), 3391-3403.
- PELTIER, L., LOHMULLER, P., MERAGHNI, F., BERVEILLER, S., PATOOR, E. & LAHEURTE, P. (2020). Investigation and composition characterization of a "NiTi-like" alloy combining high temperature shape memory and high entropy. *Shape Memory and Superelasticity*, (6), 273-283.
- PETCH, N. (1953). The cleavage strength of polycrystals. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 174, 25-28.

- PEULTIER, B., BEN ZINEB, T. & PATOOR, E. (2006).** Macroscopic constitutive law of shape memory alloy thermomechanical behaviour. Application to structure computation by FEM. *Mechanics of Materials*, 38(5), 510-524.
- PIJAUDIER-CABOT, G. & BAŽANT, Z. P. (1987).** Nonlocal Damage Theory. *Journal of Engineering Mechanics*, 113(10), 1512-1533.
- PRIESTNER, R. & LESLIE, W. C. (1964).** Nucleation of Deformation Twins at Slip Plane Intersections in B.C.C. Metals. *Philosophical Magazine*, 11(113), 895-916.
- PRIMA, F., SUN, F., ELMAY, W., GLORANT, T., LAHEURTE, P., JORDAN, L., VERMAUT, P., PORTIER, R. & HAO, Y. (2013).** Optimization of Superelastic Properties in Titanium-Niobium Alloys Using Short-Time Thermal Treatments. *Materials Science Forum*, 738-739, 554-558.
- QIDWAI, M. & LAGOUDAS, D. (2000).** On thermomechanics and transformation surfaces of polycrystalline NiTi shape memory alloy material. *International Journal of Plasticity*, 16(10), 1309-1343.
- QUILLERY, P. (2021).** Comportement dynamique uniaxial et biaxial des alliages à mémoire de forme de type nickel-titane nanocristallins. *Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay*.
- RAMAROLAHY, A., CASTANY, P., PRIMA, F., LAHEURTE, P., PÉRON, I. & GLORANT, T. (2012).** Microstructure and mechanical behavior of superelastic Ti-24Nb-0.5O and Ti-24Nb-0.5N biomedical alloys. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, (9), 83-90.
- RENARD, K. & JACQUES, P. (2012).** On the relationship between work hardening and twinning rate in TWIP steels. *Materials Science & Engineering*, (542), 8-14.
- SAINT-SULPICE, L., ARBAB CHIRANI, S. & CALLOCH, S. (2009).** A 3D super-elastic model for shape memory alloys taking into account progressive strain under cyclic loadings. *Mechanics of Materials*, 41(1), 12-26.
- SCHLOSSER, P., LOUCHE, H., FAVIER, D. & ORGÉAS, L. (2007).** Image Processing to Estimate the Heat Sources Related to Phase Transformations during Tensile Tests of NiTi Tubes. *Strain*, 43(3), 260-271.
- SCIUTI, V., CANTO, R., NEGGERS, J. & HILD, F. (2021).** On the benefits of correcting brightness and contrast in global digital image correlation : Monitoring cracks during curing and drying of a refractory castable. *Optics and Lasers in Engineering*, (136).
- SEDLÁK, P., FROST, M., BENEŠOVÁ, B., BEN ZINEB, T. & ŠITTNER, P. (2012).** Thermomechanical model for NiTi-based shape memory alloys including R-phase and material anisotropy under multi-axial loadings. *International Journal of Plasticity*, 39, 132-151.
- SHIEKHEL SOUK, M., FAVIER, V., INAL, K. & CHERKAOU, M. (2009).** Modelling the behaviour of polycrystalline austenitic steel with twinning-induced plasticity effect. *International Journal of Plasticity*, 25(1), 105-133.

- SHIN, S., ZHU, C. & VECCHIO, K. S. (2018). Observations on $\{332\} \langle 113 \rangle$ twinning-induced softening in Ti-Nb Gum metal. *Materials Science & Engineering*, (724), 189-198.
- SIREDEY, N., PATOOR, E., BERVEILLER, M. & 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), 4178-3204.
- STOECKEL, D., PELTON, A. & DUERIG, T. (2009). Self-expanding Nitino stents for the treatment of vascular disease. *Shape memory alloys for biomedical applications*, (10), 237-256.
- SUN, F., HAO, Y., NOWAK, S., GLORANT, T., LAHEURTE, P. & PRIMA, F. (2011). A thermo-mechanical treatment to improve the superelastic performances of biomedical Ti-26Nb and Ti-20Nb-6Zr (at.%) alloys. *Mechanical behavior of biomedical materials*, (4), 1864-1872.
- SUN, F., ZHANG, J., MARTELEUR, M., GLORANT, T., VERMAUT, P., LAILLE, D., CASTANY, P., CURFS, C., JACQUES, P. & PRIMA, F. (2013). Investigation of early stage deformation mechanisms in a metastable β titanium alloy showing combined twinning-induced plasticity and transformation-induced plasticity effects. *Acta Materialia*, (61), 6406-6417.
- SUN, X., ZHANG, H., WANG, D., SUN, Q., ZHAO, S., LU, S., LI, W., VITOS, L. & DING, X. (2021). Large recoverable strain with suitable transition temperature in TiNb-based multicomponent shape memory alloys : First-principles calculations. *Acta Materialia*, (221).
- SUTTON, M., ORTEU, J.-J. & SCHREIER, H. (2009). Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements - Basic Concepts, Theory and Applications. *Springer*.
- TAHARA, M., KANAYA, T., KIM, H., INAMURA, T., HOSODA, H. & MIYAZAKI, S. (2014). Heating-induced martensitic transformation and time-dependent shape memory behavior of Ti-Nb-O alloy. *Acta Materialia*, (80), 317-326.
- TAHARA, M., KIM, H. Y., INAMURA, T., HOSODA, H. & MIYAZAKI, S. (2011). Lattice modulation and superelasticity in oxygen-added β -Ti alloys. *Acta Materialia*, (59), 6208-6218.
- TAHARA, M., KIM, H., HOSODA, H. & MIYAZAKI, S. (2009). Cyclic deformation behavior of a Ti-26 at.% Nb alloy. *Acta Materialia*, (57), 2461-2469.
- TAHARA, M., OKANO, N., INAMURA, T. & HOSODA, H. (2017). Plastic deformation behaviour of single-crystalline martensite of Ti-Nb shape memory alloy. *Scientific Reports*, (7).
- TAYLOR, G. (1938). Plastic Strain in Metals. *Journal of the Institute of Metals*, 62(1938).
- TOBE, H., KIM, H. Y., INAMURA, T., HOSODA, H. & MIYAZAKI, S. (2014). Origin of $\{332\}$ twinning in metastable β -Ti alloys. *Acta Materialia*, (64), 345-355.
- TOMICEVIC, Z., HILD, F. & ROUX, S. (2013). Mechanics-aided digital image correlation. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 48(5), 330-343.

- VIGNERON, S. (2009). Analyse thermomécanique multiéchelle de la transformation de phase dans les alliages à mémoire de forme. *Thèse de doctorat, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc*.
- VISHNU, J., CALIN, M., PILZ, S., GEBERT, A., KACZMAREK, B., MICHALSKA-SIONKOWSKA, M., HOFFMANN, V. & MANIVASAGAM, G. (2020). Superhydrophilic nanostructured surfaces of beta Ti-29Nb alloy for T cardiovascular stent applications. *Surface & Coatings Technology*, (396).
- XU, R., YANG, J., YAN, W., HUANG, Q., GIUNTA, G., BELOUETTAR, S., ZAHROUNI, H., BEN ZINEB, T. & HU, H. (2020). Data-driven multiscale finite element method : From concurrence to separation. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 363.
- YANG, Y., CASTANY, P., HAO, Y. & GLORIAN, T. (2020). Plastic deformation via hierarchical nano-sized martensitic twinning in the metastable β Ti-24Nb-4Zr-8Sn alloy. *Acta Materialia*, (194), 27-39.
- ZHANG, J., LI, J., CHEN, Z., MENG, Q., SUN, F. & SHEN, B. (2017). Microstructural evolution of a ductile metastable β titanium alloy with combined TRIP/TWIP effects. *Journal of Alloys and Compounds*, (699), 775-782.
- ZHANG, X., FENG, P., HE, Y., YU, T. & SUN, Q. (2010). Experimental study on rate dependence of macroscopic domain and stress hysteresis in NiTi shape memory alloy strips. *International Journal of Mechanical Sciences*, (52), 1660-1670.