



HAL
open science

Effet de la nanostructuration sur le comportement thermomécanique du Nitinol

Assia Gasmi

► **To cite this version:**

Assia Gasmi. Effet de la nanostructuration sur le comportement thermomécanique du Nitinol. Mécanique [physics]. Université de Montpellier, 2024. Français. NNT : 2024UMONS018 . tel-04743835

HAL Id: tel-04743835

<https://theses.hal.science/tel-04743835v1>

Submitted on 18 Oct 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.

THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

En Doctorat

École doctorale : Information, Structures et Système

Unité de recherche : Laboratoire de Mécanique et Génie Civil

Titre de la thèse

**EFFET DE LA NANOSTRUCTURATION SUR LE
COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DU NITINOL**

Présentée par Assia GASMI

Le 25/06/2024

Sous la direction de Bertrand WATTRISSE

Devant le jury composé de

Robert Peyroux, CR CNRS, Université de Grenoble Alpes
Tarak Ben Zineb, Pr, Université de Lorraine
Frédéric Deschaux-Beaume, Pr, Université de Montpellier
Delphine Restraint, Pr, Université de Technologie de Troyes
Laurent Waltz, MCF, Université de Montpellier
Jean Michel Muracciole, MCF, Université de Montpellier
Bertrand Wattrisse, Pr, Université de Montpellier

Rapporteur
Rapporteur
Examinateur
Examinatrice
Co-encadrant
Co-encadrant
Directeur



**UNIVERSITÉ
DE MONTPELLIER**

Dédicace

A mes parents

A mon mari Haythem

A mes sœurs

(Karima, Fatima et Rahima)

A mes frères

(Noureddine, Walid, Salah et Kamel)

A ma belle famille

A mes amies

(Farida, Amina, Karima, Lanaa et Chahrazed)

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC) à l'université de Montpellier.

Tout d'abord, j'adresse ma plus grande gratitude à mes directeurs de thèse *Bertrand WATRISSE*, *Laurent WALTZ* et *Jean Michel MURACCIOLE* pour avoir encadré ce travail et m'avoir dirigé tout au long de cette thèse. Leur passion pour leur domaine de recherche est une source inépuisable de motivation, et leurs nombreux conseils constructifs, tout le soutien et l'aide durant les trois années ont été très importants qui me pousse d'aller toujours plus loin. Ces années de thèse seront toujours associées à une période très intéressante et enrichissante de ma vie. Je les remercie de mon point de vue personnel pour leur gentillesse, leur bienveillance et surtout leur compréhension. Je me souviendrai plus ou moins de nos longues discussions scientifiques.

Je leur suis très reconnaissante de l'opportunité de présenter mes résultats lors de ma thèse et également lors des conférences internationales : conférence Nano à Séville et conférence Matériaux à Lille (2022). Ces moments ont été très formateurs pour moi, tant par leur richesse scientifique que par leur découverte culturelle.

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude envers *Tarak BEN ZINEB*, Professeur à l'Université de Lorraine, ainsi que *Robert PEYROUX*, chargé de recherches à l'Université Grenoble Alpes, pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail en tant que rapporteurs.

Un grand merci à *Delphine RETRAINT*, Professeur à l'Université de Troyes, qui a eu l'honneur de présider mon jury de thèse. Je tiens également à la remercier pour nous avoir accueillis dans le laboratoire LASMIS à l'Université de Technologie de Troyes, où le traitement SMAT et le traitement de nano dureté ont été réalisés.

Ma reconnaissance va également à *Frédéric DECHAUX-BEAUME*, Professeur à l'Université de Montpellier, pour avoir examiné attentivement mon travail de thèse.

Je souhaite remercier le laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC), en particulier l'équipe ThM2, de m'avoir accueillie et permis de réaliser mon travail dans les meilleures conditions.

Un grand merci à *Fabrice Barrou*, ingénieur de recherche CNRS, pour nous avoir accueillis au Laboratoire Géosciences de Montpellier pour réaliser les différents traitements EBSD. Je saisis également cette occasion pour exprimer ma reconnaissance envers, *Gille Camp*, *Beatrice Galland* et *Calypso Baril* pour leur disponibilité, qui ont facilité et allégé mon travail à la halle mécanique du LMGC et à la halle matériaux de Polytech de Montpellier.

Mes sincères remerciements au Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique (MESRS) de l'Algérie pour le financement durant les trois années de ma thèse.

Je remercie du fond du cœur toutes les personnes qui m'ont apporté leur aide de près ou de loin au cours de cette belle aventure. Ma plus profonde gratitude à vous tous.

Je ne saurais oublier de remercier ceux que j'ai eu l'occasion de rencontrer ou de mieux connaître lors de conférences et de séminaires, en particulier Mustafa Shqair, avec qui j'ai eu des discussions scientifiques riches en idées nouvelles.

Mes sincères remerciements vont également à monsieur *Bordji Bachir* pour ses encouragements et pour tous les conseils et le soutien moral qu'il m'a apportés tout au long de ce parcours.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers mon mari, le *Dr. Haythem Dinar*, pour son soutien inestimable et ses conseils avisés qui ont joué un rôle crucial tout au long de mon parcours académique. Sa présence bienveillante a été une source de motivation constante, et ses encouragements ont grandement contribué à surmonter les inhérents défis de la thèse.

Je ne peux évidemment pas oublier mes collègues et amis Algériens, Français et internationaux, je les remercie pour leurs conseils avisés, les échanges scientifiques et surtout pour tous les bons moments que nous avons passés ensemble.

Enfin, je tiens à exprimer ma reconnaissance infinie envers toute ma famille, qui occupe une place spéciale dans mon cœur : mes parents, mes sœurs, mes frères, mes neveux et nièces. Merci pour le soutien indéfectible et l'amour que vous m'avez apportés pendant mes années de thèse, malgré la distance qui nous séparait. J'espère vous rendre fiers.

Table de matière

Dédicace

Remerciement

Table de matière

Nomenclature

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale i

Chapitre I : Synthèse bibliographique

Sommaire du Chapitre I..... 1

Introduction.....2

Partie 01 : Les alliages à mémoire de forme (AMF)2

1. Généralités sur les alliages à mémoire de forme2

2. L'alliage Nickel-Titane4

3. Les transformations de phase dans l'alliage NiTi.....4

3.1 Effet à Mémoire de Forme10

a) Effet mémoire de forme simple sens10

b) Effet mémoire de forme double sens.....10

3.2 Pseudo élasticité13

a) La superélasticité.....13

b) Effet caoutchoutique.....13

4. Etat métallurgique de l'alliage NiTi14

4.1 Caractérisation microstructurale14

4.2 Caractérisation thermique.....16

5. Comportement mécanique de l'alliage NiTi18

Partie 02 : Le traitement de nanocristallisation superficielle -SMAT.....22

1. Le procédé SMAT	22
2. Effet du traitement SMAT sur la microstructure des matériaux	25
3. Les propriétés mécaniques après SMAT.....	30
a) Dureté	30
b) Résistance à la traction	32
c) Contraintes résiduelles.....	34
Conclusion	36

Chapitre II : Caractérisation calorimétrique et microstructurale de l'alliage NiTi

Sommaire du Chapitre II.....	37
Introduction.....	38
1. Matériau étudié	38
2. Traitement thermique	39
a. Recuit.....	40
3. Analyse calorimétrique par DSC	41
3.1. Effet du recuit sur la transition de phase.....	42
3.1.1. Influence du temps de recuit	44
3.1.2. Influence de la température de recuit	47
3.2. Effet du SMAT sur la transformation de phase	52
3.2.1. Influence du temps de traitement.....	52
3.2.2. Influence de la puissance de traitement	54
4. Caractérisation microstructurale de l'alliage NiTi	57
4.1. Préparation de surface	57
a) Enrobage	57
b) Polissage	57
c) Attaque électrolytique.....	58
4.2. Caractérisation de l'alliage NiTi	58
a. Orientation des grains et texture cristallographique	61
Conclusion	65

Chapitre III : Méthodes d'analyse du comportement thermomécanique du NiTi

Sommaire du Chapitre III	67
Introduction	68
1. Essai de traction	68
1.1. Protocole expérimental	69
1.2. Mesure de champs cinématiques par CIN	72
(i) La préparation de la surface	73
(ii) L'acquisition et l'enregistrement des images.....	74
(iii) Détermination des champs de déplacement et de déformation par CIN ..	74
(iv) Post-traitement des champs de déplacement et de déformation	76
1.3. Mesure de champs thermiques par TIR	76
1.3.1. La thermographie infrarouge	77
1.3.2. Etalonnage	78
1.4. Filtrage/dérivation en vue du calcul de déformation et de vitesse de déformation	80
1.5. Couplage des mesures cinématiques et thermiques pour une analyse calorimétrique	82
1.5.1. Recalage spatio-temporel	82
1.5.2. Construction des cartes Lagrangiennes de température	83
1.5.3. Calcul de sources de chaleur.....	84
1.6. Exemple de résultat sur un essai de traction	85
2. Essais nanoindentation	91
2.1. Résultat d'essais de nanoindentation	93
Conclusion	94

Chapitre IV : Impact du traitement SMAT sur la réponse thermo-mécanique de l'alliage NiTi

Sommaire du Chapitre IV	95
Introduction.....	96
1. Caractérisation thermomécanique.....	96

1.1. Caractérisation à l'échelle macro/méso.....	96
1.1.1. Caractérisation de l'état de référence.....	96
1.1.2. Caractérisation de l'état après traitement SMAT	109
1.1.2.a) Effet du temps de traitement.....	109
1.1.2.b) Effet de la puissance de traitement	117
1.2. Caractérisation à l'échelle micro/nano	123
2. Lien entre Phase, Microstructure et Comportement Mécanique	127
Conclusion	129
Conclusion générale et perspectives.....	130
Annexes	134
Résumé	145
Abstract.....	146
Références bibliographie	

<i>Acronymes</i>	<i>Définition</i>
<i>AMF</i>	Alliage à Mémoire de Forme
<i>NiTi</i>	Alliage de Nickel-Titane
<i>EMF</i>	Effet mémoire de forme
<i>SE</i>	Superélastique
<i>A</i>	Austenite
<i>M</i>	Martensite
<i>R</i>	Rhomboédrique
<i>A_s</i>	Température de début de transformation M-A
<i>A_f</i>	Température de fin de transformation M-A
<i>M_s</i>	Température de début de transformation A-M
<i>M_f</i>	Température de fin de transformation A-M
<i>R_s</i>	Température de début de phase R
<i>R_f</i>	Température de fin de phase R
<i>TTR</i>	Transformation temperature range
<i>SPD</i>	Severe plastic deformation
<i>SMAT</i>	Surface Mechanical Attrition Treatment
<i>SFE</i>	Stacking Fault Energy
<i>DSC</i>	Differential Scanning calorimetry
<i>OM</i>	Optical Microscopy
<i>MEB</i>	Microscope Electronique à Balayage
<i>EBS</i>	Electron BackScatter Diffraction
<i>DRX</i>	Diffraction de Rayon X
<i>MFA</i>	Microscopie à Force Atomique
<i>NC</i>	Nanocristalline
<i>GG</i>	Gros Grains
<i>Fcc</i>	Face Cubique centré
<i>Hcp</i>	Hexagonal close-packed
<i>TYS</i>	Limites d'élasticité en traction

<i>UTS</i>	Les résistances ultimes à la traction
<i>T</i>	Temperature
<i>T_{A-M}</i>	Température de transformation d'austénite vers martensite
<i>T_{M-A}</i>	Température de transformation de martensite vers austénite
<i>M_d</i>	Température limite martensitique
<i>CIN</i>	Corrélation d'Image Numérique
<i>TIR</i>	Thermographie IR
<i>CCD</i>	Caméra visible
<i>SIM</i>	Stress Induced Martensite

<i>Symboles</i>	<i>Définition</i>
σ	Contrainte
σ_c	Contrainte critique
σ_y	Limite d'élasticité
ε	Déformation
ε_e	Déformation élastique
σ_{nom}	Contrainte nominale
ε_{nom}	Déformation nominale
$\ \varepsilon\ $	Déformation équivalente
$\ \dot{\varepsilon}\ $	Vitesse de déformation équivalente
\dot{W}_{ch}	Source de chaleur
F	Force
U	Déplacement
E	Module de Young
A	Allongement à la rupture
W_{def}	Energie de déformation
λ	Coefficient de dilatation thermique

Liste des figures

FIGURE 1 : (A) SCHEMA DE PRINCIPE DES TRANSFORMATIONS DE PHASES DANS LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME ET EFFET MEMOIRE DE FORME (EMF) ET (B) COURBES DE CONTRAINTE ET DE DEFORMATION EN FONCTION DE LA TEMPERATURE POUR LES AMF. 4

FIGURE 2: STRUCTURE CRISTALLINE DE L'ALLIAGE NiTi. 5

FIGURE 3 : TROIS PHASES DISTINCTES DE L'ALLIAGE A MEMOIRE DE FORME NiTi : (A) MARTENSITE B19' MONOCLINIQUE, (B) PHASE R RHOMBOEDRIQUE B2' ET (C) PHASE AUSTENITIQUE B2 CUBIQUE. 6

FIGURE 4: (A) ILLUSTRATION SCHEMATIQUE DE LA VARIATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE AVEC LA TEMPERATURE, (B) TRANSFORMATION MARTENSITIQUE A TEMPERATURE CONTROLEE SOUS CONTRAINTE NULLE. 7

FIGURE 5 : DIAGRAMME DE LA TRANSFORMATION AUSTENITE ↔ MARTENSITE. 8

FIGURE 6 : CORRESPONDANCE CRISTALLOGRAPHIQUE ENTRE LE RESEAU CUBIQUE DE LA PHASE AUSTENITIQUE B2 ET LE RESEAU MONOCLINIQUE DE LA PHASE MARTENSITIQUE B19'. 8

FIGURE 7: CLASSIFICATION DES TRANSFORMATIONS DE PHASE DISPLACIVES. 9

FIGURE 8: DIAGRAMME CONTRAINTE-DEFORMATION-TEMPERATURE DU NiTi. 10

FIGURE 9: ORIENTATION DES VARIANTES DE MARTENSITE. 10

FIGURE 10: ILLUSTRATION DES PHASES MARTENSITIQUES/AUSTENITIQUES ET DE L'EFFET MEMOIRE DE FORME DANS L'ALLIAGE NiTi. 11

FIGURE 11: DIFFERENTES ORGANISATIONS DE MARTENSITE. 12

FIGURE 12: ILLUSTRATION MONTRANT LA FORMATION D'UNE PLAQUETTE DE MARTENSITE. 12

FIGURE 13: COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION EN SUPERELASTICITE. 13

FIGURE 14: EFFET CAOUTCHOUTIQUE. 14

FIGURE 15: MICROGRAPHIES OPTIQUES DE L'ALLIAGE NiTi : (A) A L'ETAT INITIAL, (B) APRES CYCLAGE THERMIQUE. 14

FIGURE 16: IMAGES MET DONNANT LA MICROSTRUCTURE DE L'ALLIAGE NiTi APRES CYCLAGE THERMIQUE. 15

FIGURE 17: MICROGRAPHIES OPTIQUES DE NiTi (A) ETAT BRUT, (B) APRES RECUIT. 16

FIGURE 18: PROFILS DE DIFFRACTION DES RAYONS X DE L'ALLIAGE NiTi (A) (B). 16

FIGURE 19: COURBE DSC TYPIQUE POUR L'ALLIAGE A MEMOIRE DE FORME NiTi. 18

FIGURE 20: COURBE DSC DE L'ALLIAGE NiTi : (A) COMPORTEMENT DE TRANSFORMATION CLASSIQUE ; (B) TRANSFORMATION AVEC GENERATION DE LA PHASE R. 18

FIGURE 21: PARAMETRES CONTROLANT LE COMPORTEMENT DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME NiTi. 19

FIGURE 22: DIAGRAMME CONTRAINTE-DEFORMATION-TEMPERATURE MONTRANT LE COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DE L'ALLIAGE NiTi. 20

FIGURE 23: DEFORMATION DE MACLES DE MARTENSITE SOUS CHARGEMENT MECANIQUE DANS UN ALLIAGE NiTi : (1) ÉTAT AVANT DEFORMATION, (2) ACCOMMODATION INELASTIQUE DES MACLES, (3) REORIENTATION DE LA MARTENSITE, (4) REORIENTATION DES VARIANTES DE MARTENSITE ET DEMACLAGE, (5) APPARITION DE DISLOCATIONS ENTRAINANT UNE DEFORMATION PLASTIQUE. 21

FIGURE 24: ILLUSTRATION DU PROCEDE DE TRAITEMENT SMAT. 23

FIGURE 25: DEFORMATION PLASTIQUE LOCALISEE CAUSEE PAR L'IMPACT DE LA GRENAILLE DANS LA COUCHE SUPERFICIELLE. 23

FIGURE 26: ILLUSTRATION SCHEMATIQUE DES CARACTERISTIQUES DE LA MICROSTRUCTURE, LA DISTRIBUTION DE DEFORMATION ET DE VITESSE DE DEFORMATION EN FONCTION DE LA PROFONDEUR ET DANS LA COUCHE SUPERFICIELLE SOUMISE AU SMAT. 24

FIGURE 27: SCHEMA DE LA MICROSTRUCTURE DE L'ECHANTILLON 316L TRAITE SMAT. 26

FIGURE 28: MICROGRAPHIES OPTIQUES D'UN ECHANTILLON NiTi (A) AVANT ET (B) APRES SMAT. 27

FIGURE 29 : MICROGRAPHIES MET ACQUISES A DIVERSES PROFONDEURS DE L'ALLIAGE NiTi. 28

FIGURE 30: (A) (B) PROFILS DRX DE L'ALLIAGE NiTi AVANT ET APRES SMAT (C) DIAGRAMME DE LA STRUCTURE DE PHASE GRADUEE DANS LA SURFACE DU NiTi SMAT. 29

FIGURE 31 : PROFIL DRX DU NiTi AVANT ET APRES SMAT POUR DIFFERENTES DUREES DE TRAITEMENT. 30

FIGURE 32: ÉVOLUTION DE LA DURETE (A) D'UN ALLIAGE NiTi SMATe PENDANT 60 MIN, (B) D'UN ACIER 316L SMATe PENDANT 30 MIN. 31

FIGURE 33: VARIATIONS DE LA MICRODURETE AVEC LA PROFONDEUR PAR RAPPORT A LA SURFACE SMATe (A) EN FONCTION DE VIBRATION D'AMPLITUDE, (B) EN FONCTION DE TEMPS DE TRAITEMENT. 32

FIGURE 34: COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION INGENIEUR D'ECHANTILLONS SS 316L BRUT ET APRES 60 MIN DE TRAITEMENT SMAT. 33

FIGURE 35: EFFET DU TEMPS DE TRAITEMENT SUR LES PROPRIETES DE TRACTION DE L'ACIER INOXYDABLE TRAITE PAR SMAT. 33

FIGURE 36: ILLUSTRATION SCHEMATIQUE DE LA GENERATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES LORS DU SMAT.	34
FIGURE 37 : REPARTITION DES CONTRAINTES RESIDUELLES EN FONCTION DE LA PROFONDEUR APRES SMAT ET REDISTRIBUTION DES CONTRAINTES RESIDUELLES APRES ESSAIS DE FATIGUE.	35
FIGURE 38 : PLAN DE DECOUPE D'ECHANTILLONS NiTi.	39
FIGURE 39 : EFFET MEMOIRE DE FORME DE L'ALLIAGE NiTi EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DE RECUI.	40
FIGURE 40 : FOUR ELECTRIQUE UTILISE POUR LES TRAITEMENTS THERMIQUES.	41
FIGURE 41: DSC METTLER.	42
FIGURE 42: COURBE DSC DE L'ALLIAGE NiTi BRUT DE LAMINAGE.	43
FIGURE 43 : COURBE DSC DE L'ALLIAGE NiTi APRES TRAITEMENT DE RECUI A 450°C PENDANT 20MIN.	44
FIGURE 44: COURBES DSC DE L'ALLIAGE NiTi APRES RECUI A 600°C PENDANT 30MIN, 60MIN ET 120MIN.	45
FIGURE 45: COURBES DSC DE L'ALLIAGE NiTi APRES RECUI A 650°C PENDANT 30MIN, 60MIN ET 120MIN.	46
FIGURE 46: COURBES DSC DE L'ALLIAGE NiTi APRES RECUI A 700°C PENDANT 30MIN, 60MIN ET 120MIN.	47
FIGURE 47: COURBES DSC DE L'ALLIAGE NiTi A DIFFERENTES TEMPERATURES DE RECUI PENDANT 2H.	48
FIGURE 48 : TEMPERATURES DE TRANSFORMATION DE PHASE DE L'ALLIAGE NiTi A DIFFERENTES TEMPERATURES ET DUREES DE RECUI.	51
FIGURE 49 : PLAN DE DECOUPE D'ECHANTILLONS NiTi SMATES.	52
FIGURE 50: COURBES DSC DU NiTi TRAITÉ PAR SMAT PENDANT 5MIN, 15MIN ET 30 MIN A 50% DE PUISSANCE.	53
FIGURE 51 : COURBES DSC DE L'ALLIAGE NiTi TRAITÉ PAR SMAT PENDANT 5MIN A 30%, 50% ET 60% DE PUISSANCE.	55
FIGURE 52: TEMPERATURES DE TRANSFORMATION DE PHASE ET LES ENTHALPIES DU NiTi A DIFFERENTES (A) DUREE ET (B) PUISSANCE DE TRAITEMENT SMAT.	57
FIGURE 53 : MONTAGE DE L'ATTAQUE ELECTROLYTIQUE.	58
FIGURE 54: MICROSCOPE OPTIQUE NIKON.	59
FIGURE 55: MICROGRAPHIES OPTIQUES DE L'ALLIAGE NiTi (A) ETAT BRUT ET (B) APRES RECUI A 700°C PENDANT 2H.	60
FIGURE 56 : MICROGRAPHIES OPTIQUES DE L'ALLIAGE NiTi APRES SMAT A 5MIN-30% D'AMPLITUDE.	60
FIGURE 57: SCHEMA DE PRINCIPE DU FONCTIONNEMENT DU MEB AVEC CAPTEUR EBSD.	61
FIGURE 58: CARTES EBSD DE LA MICROSTRUCTURE DE L'ALLIAGE NiTi (A)(B) ETAT BRUT, (C)(D) APRES RECUI A 700°C PENDANT 2H ET (E-H) SMATE APRES 30 MIN.	63
FIGURE 59: SCHEMA DE PRINCIPE DE LA DRX.	64
FIGURE 60 : MODELES DRX DE L'ALLIAGE NiTi NON TRAITÉ ET TRAITÉ PAR SMAT.	65
FIGURE 61: PLAN DE TRACTION DES ECHANTILLONS ETUDIES, (A) NON TRAITES ET RECUIES, (B) SOUMIS AU SMAT. ...	69
FIGURE 62: DISPOSITIF EXPERIMENTAL : (A) MACHINE MTS, (B) CAMERA VISIBLE, (C) CAMERA IR ET (D) CORPS NOIR.	69
FIGURE 63: SCHEMA DU DISPOSITIF D'ACQUISITION SYNCHRONISEE SYNCHROCAM.	70
FIGURE 64: CAMERA VISIBLE CCD.	71
FIGURE 65: (A) IMAGE DE REFERENCE ; (B) (C) ZOOM D'UN MOUCHETIS PRIS AU CENTRE DE L'IMAGE.	71
FIGURE 66: CAMÉRA IR CEDIP TITANIUM.	72
FIGURE 67: SCHEMA DE LA CHAINE DE TRAITEMENT ASSOCIEE A LA CIN AVEC CARTES DE CHAMPS DE DEPLACEMENT ET DE DEFORMATION, ILLUSTRANT LE FILTRAGE SPATIO-TEMPOREL.	72
FIGURE 68: (A) SCHEMA DE REALISATION D'UN MOUCHETIS ; (B) EXEMPLE DE MOUCHETIS SUR UNE EPROUVETTE DE TRACTION, (C) HISTOGRAMME DES NIVEAUX DE GRIS ; (D) FONCTION D'AUTOCORRELATION.	73
FIGURE 69 : EXEMPLE DE TRANSFORMATION D'UN MOUCHETIS SUITE A UNE SOLLICITATION (A) IMAGE DE REFERENCE (B) IMAGE APRES DEFORMATION.	74
FIGURE 70: SPECTRE ELECTROMAGNETIQUE.	77
FIGURE 71: SCHEMA D'UNE SCENE THERMIQUE REELLE.	77
FIGURE 72 : PRINCIPE D'ACQUISITION DU CHAMP DE TEMPERATURE.	78
FIGURE 73: CAMERA INFRAROUGE FACE AU CORPS NOIR POUR L'ETALONNAGE.	79
FIGURE 74: DU FLUX IR A LA TEMPERATURE.	79
FIGURE 75 : (A) IMAGE IR BRUT ET (B) IMAGE APRES ETALONNAGE.	80
FIGURE 76 : EXEMPLE D'UN LISSAGE.	81
FIGURE 77: RECALAGE SPATIAL ENTRE LE REPERE CCD ET IR : (A) IMAGE VISIBLE ET (B) IMAGE IR DE LA MIRE DE RECALAGE.	83
FIGURE 78: PLAN D'UN ECHANTILLON DE TRACTION ET ZONE D'INTERET.	85
FIGURE 79: COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION, L'EVOLUTION DE LA DEFORMATION ET DE LA VITESSE DE DEFORMATION LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE DE L'ALLIAGE NiTi RECUI A 700°C PENDANT 2H _SENS L.	87

FIGURE 80 : LES CARTOGRAPHIES ET LES CHAMPS DE DEFORMATION, DE VITESSE DE DEFORMATION LONGITUDINALE CALCULES PAR CORRELATION D'IMAGES APRES RECUIT A 700°C PENDANT 2H_SENS L.	87
FIGURE 81 : CARTOGRAPHIES DES CHAMPS DE TEMPERATURE ET DE SOURCE DE CHALEURS -APPARITION ET ELARGISSEMENT DE LA ZONE DE TRANSFORMATION APRES RECUIT A 700°C PENDANT 2H_SENS L.	88
FIGURE 82: (A) COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION, (B) EVOLUTION DE L' AIR D'HYSTERESIS LORS DU SIX DERNIERS CYCLES, (C) EVOLUTION DE LA SOURCE DE CHALEUR INTEGREE SUR UN CYCLE EN FONCTION DU NOMBRE DE CYCLES NiTi RECUIT A 700°C PENDANT 2H_SENS L.	90
FIGURE 83: CHAMPS DE VITESSE DE DEFORMATION ET DE SOURCE DE CHALEURS LORS DES SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE/DECHARGE DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT A 700 °C PENDANT 2H-SENS L.....	91
FIGURE 84: (A) COURBE DE FORCE DEPLACEMENT LORS D'UN ESSAI DE NANOINDENTATION, (B) REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE L'INDENTATION SUR UNE SURFACE PLANE DE L'ECHANTILLON.	92
FIGURE 85: PHOTOGRAPHIE DU NANOINDETEUR NANOINDENTER DE XP INSTRUMENTS UTILISEE DANS CETTE ETUDE.	92
FIGURE 86 : PROFILS DE DURETE ET DE MODULE DE YOUNG EN FONCTION DE LA PROFONDEUR DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT A 700°C PENDANT 2H.	93
FIGURE 87 : (A) COURBES CONTRAINTE-DEFORMATION DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT DANS LE SENS LONG (L), TRAVERS (T) ET OBLIQUE A 45° (O) LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGEMENT AVEC (B) ZOOM SUR LES SEUILS DE TRANSFORMATION DE PHASE.	97
FIGURE 88 : CARTOGRAPHIES DE LA VITESSE DE DEFORMATION ET DES SOURCES DE CHALEUR LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT A 700°C PENDANT 2H_SENS L, O ET T.	98
FIGURE 89 : (A) CHAMPS DE VITESSE DE DEFORMATION LONGITUDINALE, (B) CHAMPS DE SOURCE DE CHALEURS ET (C) CHAMPS DE DEFORMATION LONGITUDINALE -APPARITION ET ELARGISSEMENT DE LA ZONE DE TRANSFORMATION A DIFFERENTES ORIENTATIONS.	99
FIGURE 90: EVOLUTION DE LA MOYENNE DES SOURCES DE CHALEUR SUR L'ENSEMBLE DU DOMAINE EN FONCTION DU TEMPS SUPERPOSEE A LA REPONSE MECANIQUE.....	100
FIGURE 91 : EVOLUTIONS ESPACE-TEMPS (A) DES SOURCES DE CHALEUR WCH · (B) DES SOURCES THERMOELASTIQUES WCTE · POUR L'ESSAI CYCLIQUE REALISE SUR L'ECHANTILLON RECUIT PRELEVE DANS LA DIRECTION L.....	102
FIGURE 92 : EVOLUTION DES SOURCES DE CHALEUR MOYENNES SUR LE DOMAINE DE MESURE WCH · ET WCTE · POUR L'ESSAI CYCLIQUE REALISE SUR L'ECHANTILLON RECUIT PRELEVE DANS LA DIRECTION L.	103
FIGURE 93: EVOLUTIONS DE WCH · -WCTE · EN FONCTION DE EXX-EXXE POUR LES 3 ESSAIS REALISES DANS LES DIRECTIONS L, O ET T POUR LA PREMIERE CHARGE.	104
FIGURE 94 : EVOLUTIONS DE WCH · -WCTE · EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION INELASTIQUE EXX-EXXE POUR LES 3 ESSAIS REALISES DANS LES DIRECTIONS L, O ET T (A) CYCLE 2, (B) CYCLE 3, (C) CYCLE 4, (D) CYCLE 5, (E) CYCLE 6 ET (F) CYCLE 7.....	106
FIGURE 95 : (A) COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION, (B) EVOLUTION DE L' AIR D'HYSTERESIS LORS DU SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE /DECHARGE ET (C) EVOLUTION DE LA SOURCE DE CHALEUR INTEGREE SUR UN CYCLE EN FONCTION DU NOMBRE DE CYCLES DU NiTi RECUIT A 700°C PENDANT 2H_SENS L, O ET T.....	108
FIGURE 96: CHAMPS DE VITESSE DE DEFORMATION ET DE SOURCE DE CHALEURS LORS DES SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE/DECHARGE DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT A 700 °C PENDANT 2H-SENS L, O ET T.....	109
FIGURE 97: REPONSES CONTRAINTE-DEFORMATION DE L'ALLIAGE NiTi LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE A DIFFERENTS TEMPS DE TRAITEMENT SMAT (5MIN, 15MIN ET 30MIN) A 50% DE PUISSANCE.	110
FIGURE 98 : CARTOGRAPHIES DONNANT LES CHAMPS DE VITESSES DE DEFORMATION ET DE SOURCES DE CHALEUR LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE DE L'ALLIAGE NiTi SMATe PENDANT 5MIN ,15MIN ET 30MIN A 50%.	111
FIGURE 99: CHAMPS DE DEFORMATION, DE VITESSE DE DEFORMATION LONGITUDINALE ET CHAMPS DE SOURCE DE CHALEUR CALCULES PAR CIN, - POUR UN NiTi SMATe PENDANT 5MIN ,15MIN ET 30MIN A 50%.	112
FIGURE 100: EVOLUTION DE LA MOYENNE DES SOURCES DE CHALEUR SUR L'ENSEMBLE DU DOMAINE EN FONCTION DU TEMPS SUPERPOSEE A LA REPONSE MECANIQUE APRES 5MIN, 15 MIN ET 30 MIN DU TRAITEMENT SMAT.	113
FIGURE 101: EVOLUTIONS DES SOURCES DE CHALEUR NON THERMO-ELASTIQUES (WCH · -WCTE ·) EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION INELASTIQUE (EXX-EXXE) APRES DIFFERENTES DUREES DU SMAT, (A) CYCLE 1, (B) CYCLE 2, (C) CYCLE 3, (D) CYCLE 4, (E) CYCLE 5 ET (F) CYCLE 6 ET (G) CYCLE 7.	114
FIGURE 102 : (A) COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION, (B) EVOLUTION DE L' AIR D'HYSTERESIS LORS DU SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE /DECHARGE NiTi SMATe PENDANT 5MIN ,15MIN ET 30MIN A 50%.	116
FIGURE 103: CHAMPS DE VITESSE DE DEFORMATION ET DE SOURCE DE CHALEURS LORS DES SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE/DECHARGE DE L'ALLIAGE NiTi SMATe PENDANT 5MIN, 15 MIN ET 30 MIN A 50%.	116
FIGURE 104: COURBES CONTRAINTE-DEFORMATION DE L'ALLIAGE NiTi APRES 5MIN DE TRAITEMENT SMAT A 30%_50% ET 60% DE PUISSANCE.	117

FIGURE 105 : LES CARTOGRAPHIES DE LA VITESSE DE DEFORMATION ET CHAMPS DE SOURCES DE CHALEUR LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE DE L'ALLIAGE NiTi SMATe PENDANT 5MIN A 30%, 50% ET 60% .	118
FIGURE 106 : CHAMPS DE VITESSE DE DEFORMATION LONGITUDINALE CALCULES PAR CIN, ET CHAMPS DE SOURCE DE CHALEURS LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE DE L'ALLIAGE NiTi SMATe PENDANT 5MIN A 30%, 50% ET 60% DE PUISSANCE .	119
FIGURE 107 : EVOLUTION DE LA MOYENNE DES SOURCES DE CHALEUR SUR L'ENSEMBLE DU DOMAINE EN FONCTION DU TEMPS SUPERPOSEE A LA REPOSE MECANIQUE APRES 5 MIN DU TRAITEMENT SMAT A 30%, 50% ET 60% DE PUISSANCE .	120
FIGURE 108 : EVOLUTIONS DES SOURCES DE CHALEUR NON THERMO-ELASTIQUES (WCH · -WCTE ·) EN FONCTION DE LA VITESSE DE DEFORMATION INELASTIQUE (EXX-EXXE) AVEC DIFFERENTES PUISSANCES DU TRAITEMENT SMAT, (A) CYCLE 1, (B) CYCLE 2, (C) CYCLE 3, (D) CYCLE 4, (E) CYCLE 5 ET (F) CYCLE 6 ET (G) CYCLE 7 .	121
FIGURE 109: (A) COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION, (B) EVOLUTION DE L' AIRE D'HYSTERESIS LORS DU SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE /DECHARGE NiTi SMATe PENDANT 5MIN A 30%, 50% ET 60% DE PUISSANCE .	122
FIGURE 110 : CHAMPS DE VITESSE DE DEFORMATION ET DE SOURCE DE CHALEURS LORS DES SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE/DECHARGE DE L'ALLIAGE NiTi SMATe PENDANT 5MIN A 30%, 50% ET 60% DE PUISSANCE .	123
FIGURE 111 : PROFILS DE DURETE ET DE MODULE DE YOUNG EN FONCTION DE LA PROFONDEUR MESURES OBTENUS SUR DES ECHANTILLONS NiTi RECUIT ET SMATes APRES 5MIN ,15MIN ET 30MIN .	124
FIGURE 112 : PROFILS DE DURETE ET DE MODULE DE YOUNG AVANT ET APRES SMAT .	125
FIGURE 113 : PROFILS DE DURETE DE NiTi SMATe APRES DIFFERENTS TEMPS DE TRAITEMENT .	126
FIGURE 114 : PRESSE D'ENROBAGE .	136
FIGURE 115: COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT A 450°C PENDANT 20 MIN LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE .	137
FIGURE 116: LES CARTOGRAPHIES DE LA VITESSE DE DEFORMATION ET CHAMPS DE SOURCE DE CHALEURS LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT A 450°C PENDANT 20 MIN .	137
FIGURE 117 : CHAMPS DE VITESSE DE DEFORMATION ET CHAMPS DE SOURCES DE CHALEURS LORS DU PREMIER CYCLE DE CHARGE DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT A 450°C _20 MIN .	138
FIGURE 118: (A) COURBE CONTRAINTE-DEFORMATION, (B) EVOLUTION DE L' AIRE D'HYSTERESIS LORS DU SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE /DECHARGE NiTi RECUIT A 450°C _20 MIN .	138
FIGURE 119 : CHAMPS DE VITESSE DE DEFORMATION ET DE SOURCE DE CHALEURS LORS DES SIX DERNIERS CYCLES DE CHARGE/DECHARGE DE L'ALLIAGE NiTi RECUIT A 450°C _20 MIN .	139
FIGURE 120 : EVOLUTION DE LA DEFORMATION POUR LES TROIS ORIENTATIONS L, O ET T .	140
FIGURE 121 : EVOLUTION DE LA DEFORMATION POUR LES TROIS ORIENTATIONS L, O ET T A DIFFERENTES INSTANTS .	141
FIGURE 122 : EVOLUTION DE LA DEFORMATION A L'ETAT DE REFERENCE ET APRES DIFFERENTES DUREES DU SMAT .	141
FIGURE 123 : EVOLUTION DE LA DEFORMATION A L'ETAT DE REFERENCE ET APRES DIFFERENTES DUREES DU SMAT A DIFFERENTS INSTANTS .	142
FIGURE 124 : EVOLUTION DE LA DEFORMATION A DIFFERENTES PUISSANCES DU SMAT .	143
FIGURE 125 : EVOLUTION DE LA DEFORMATION APRES DIFFERENTES PUISSANCES DU SMAT A DIFFERENTS INSTANTS .	144

Liste des tableaux

TABEAU 1: ORDRES DE GRANDEUR DES PROPRIETES DES AMF A BASE DE NiTi, DE CU ET DE FE..... 3

TABEAU 2 : LES TEMPERATURES DE TRANSFORMATION CARACTERISTIQUES POUR QUELQUES NUANCES DE L'ALLIAGE NiTi..... 17

TABEAU 3 : PROPRIETES MECANIQUES DE L'ALLIAGE NiTi 20

TABEAU 4 : LES CARACTERISTIQUES DU PROCEDE SMAT..... 24

TABEAU 5: MECANISMES DE RAFFINEMENTS MICROSTRUCTURAUX DANS LES METAUX OU ALLIAGES NANOSTRUCTURES EN SURFACE. 25

TABEAU 6 : TEMPERATURES DE TRANSFORMATIONS CARACTERISTIQUES DES ECHANTILLONS NiTi RECUIT A DIFFERENTES TEMPERATURES ET TEMPS BASEES SUR L'ANALYSE DSC..... 49

TABEAU 7 : PARAMETRES DE TRAITEMENT SMAT. 52

TABEAU 8 : TEMPERATURES DE TRANSFORMATIONS CARACTERISTIQUES BASEES SUR L'ANALYSE DSC DES ECHANTILLONS NiTi TRAITES PAR SMAT A DIFFERENTES CONDITIONS..... 56

TABEAU 9 : CARACTERISTIQUES ET PARAMETRES D'ACQUISITION LORS DES ESSAIS DE TRACTION..... 86

TABEAU 10: COMPARAISON DES DIFFERENTES PROPRIETES DES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME (AMF). 134

TABEAU 11 : DES PHASES ET PARAMETRES CRISTALLINS DES ALLIAGES NiTi. 135

TABEAU 12: CONDITION D'ENROBAGE A CHARGE CARBONE. 135

TABEAU 13: PROTOCOLE DE POLISSAGE MECANIQUE. 136

Introduction générale

Pendant des siècles, les matériaux ont joué un rôle important dans divers domaines. Les progrès de la science et les avancées technologiques ont conduit à une meilleure compréhension du lien entre la microstructure, les techniques de traitement et le comportement des matériaux.

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont les matériaux de base du groupe des nouveaux matériaux intelligents ¹, en raison de leurs propriétés exceptionnelles à effet de mémoire de forme (EMF) et de superélasticité (SE). Ils peuvent être utilisés dans une large variété d'applications et leurs propriétés peuvent être contrôlées avec une plus grande précision par rapport aux alliages métalliques conventionnels.

L'alliage Nickel-Titane (NiTi) est reconnu pour ses propriétés exceptionnelles, notamment son comportement thermomécanique unique, qui est à la base de son utilisation dans une gamme diversifiée d'applications allant de la robotique médicale à l'ingénierie aérospatiale. Ces propriétés sont souvent modulées et améliorées par diverses techniques, comme par exemple la nanostructuration. La nanostructuration offre la possibilité de manipuler les propriétés des matériaux aux très petites échelles, ce qui suscite un intérêt croissant pour son application dans le domaine des AMF, en particulier l'alliage NiTi.

Il est à noter que l'effet du SMAT (*Surface Mechanical Attrition Treatment*) sur les propriétés relatives au comportement de surface de NiTi a déjà été démontré, notamment en termes de résistance à la corrosion², à l'usure³ et à la fatigue⁴. Cependant, l'objet de cette thèse réside dans la caractérisation de l'effet du traitement SMAT sur les propriétés de volume de NiTi. Cette approche vise à comprendre comment le SMAT peut influencer le comportement thermo-mécanique de l'alliage dans son ensemble, en se concentrant sur les modifications observées au niveau du matériau lui-même plutôt que seulement en surface.

Cette thèse se divise en quatre chapitres distincts :

Le Chapitre I propose une synthèse bibliographique, divisée en deux parties distinctes mettant en lumière les caractéristiques des AMF et le traitement de nanocristallisation superficielle (SMAT). La première partie s'attarde sur les caractéristiques des AMF en général, et de l'alliage Nickel-Titane (NiTi) en particulier. Cette exploration comprend les transformations de phase inhérentes à l'alliage NiTi, avec un examen des phénomènes tels que l'Effet à Mémoire de Forme, la Pseudo élasticité et l'état métallurgique de l'alliage, comprenant sa caractérisation microstructurale et thermique, ainsi que son comportement mécanique. La deuxième partie se penche sur le traitement de nanocristallisation superficielle (SMAT). Après une présentation du procédé SMAT, son impact sur la microstructure des matériaux et les propriétés mécaniques résultantes telles que la dureté, la résistance à la traction et les contraintes résiduelles, est discuté. Cette synthèse constitue la toile de fond qui cadre l'ensemble de la recherche présentée dans cette thèse, posant ainsi les bases nécessaires à la compréhension des mécanismes et des propriétés des matériaux étudiés.

Le Chapitre II se concentre sur la caractérisation microstructurale de l'alliage NiTi, en explorant les effets du traitement thermique de recuit et du traitement de nanocristallisation superficielle (SMAT) sur les transformations de phase. La caractérisation microstructurale est réalisée au regard des différentes techniques de préparation de surface. L'idée est de comprendre comment les changements dans le matériau peuvent influencer la manière dont il se comporte dans différentes conditions, surtout d'un point de vue thermique et mécanique.

Le Chapitre III se focalise sur les méthodes d'analyse thermomécanique spécifiquement adaptées à l'alliage Nickel-Titane (NiTi). Après avoir caractérisé la microstructure du NiTi dans le Chapitre II, notre attention se tourne désormais vers l'étude de son comportement thermomécanique. Deux techniques de caractérisation mécanique complémentaires, l'essai de traction et l'essai de nanoindentation, sont mises en œuvre pour étudier la réponse de l'alliage NiTi aux variations de température et de contrainte à différentes échelles. Dans la première section, nous détaillons le protocole expérimental mis en place pour étudier la réponse thermomécanique du NiTi à une sollicitation mécanique macroscopique. Nous insistons sur les techniques d'imagerie utilisées ici : mesure des champs cinématiques par Corrélation d'Images Numériques (CIN) et des champs thermiques par Thermographie Infrarouge (TIR). Le chapitre aborde également le couplage de ces mesures pour permettre le calcul des sources de chaleur. Pour rendre ces concepts plus concrets, nous illustrons notre propos avec un exemple de résultat provenant d'un essai de traction. La seconde partie de ce chapitre se consacre aux essais de nanoindentation, permettant une caractérisation du comportement mécanique à l'échelle sub-micrométrique. Un exemple de résultats démontre la capacité de cette méthode à fournir des informations sur la dureté et le comportement du NiTi à une échelle extrêmement fine.

Le Chapitre IV se concentre sur la caractérisation thermomécanique de l'alliage Nickel-Titane (NiTi) avant et après le traitement de SMAT. À travers une analyse des champs mesurés au cours de cycles de charge/décharge, ce chapitre met en évidence l'influence de la transformation induite par le SMAT sur le comportement de l'alliage. La caractérisation thermomécanique est abordée en détail, en utilisant les essais de traction et la nanoindentation. L'impact de divers paramètres, tels que le recuit à 700°C pendant 2 heures, l'orientation des échantillons, le temps de traitement SMAT et la puissance de traitement est examiné. Le chapitre vise à mettre en évidence les modifications dans les propriétés mécaniques de l'alliage NiTi suite à ces variations de conditions de traitement. En parallèle, une attention particulière est portée à la caractérisation par nanoindentation. Enfin, le chapitre explore le lien entre le comportement mécanique, l'évolution de la microstructure et les phases en présence.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale, qui résume les apports de la thèse et qui donne quelques perspectives à ce travail.

Chapitre I
Synthèse
bibliographique

Sommaire

Introduction

Partie 01 : Les alliages à mémoire de forme (AMF)

1. Généralités sur les alliages à mémoire de forme
2. L'alliage Nickel-Titane
3. Les transformations de phase dans l'alliage NiTi
 - 3.1. Effet à Mémoire de Forme
 - a) Effet mémoire de forme simple sens
 - b) Effet mémoire de forme double sens
 - 3.2. Pseudo élasticité
 - a) La superélasticité
 - b) Effet caoutchoutique
4. Etat métallurgique de l'alliage NiTi
 - 4.1. Caractérisation microstructurale
 - 4.2. Caractérisation thermique
5. Comportement mécanique de l'alliage NiTi

Partie 02 : Le traitement de nanocristallisation superficielle (SMAT)

1. Le procédé SMAT
2. Effet du traitement SMAT sur la microstructure des matériaux
3. Les propriétés mécaniques après SMAT
 - a) Dureté
 - b) Résistance à la traction
 - c) Contraintes résiduelles

Conclusion

Références bibliographie

Introduction

Le présent chapitre a pour objectif de présenter une revue bibliographique à travers deux parties.

La première partie présentera les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) qui ont suscité un vif intérêt ces dernières décennies. Les AMF ont été utilisés pour une grande variété d'applications dans divers domaines (aéronautique⁵, automobile⁶, biomédical⁷...) ⁸ de par leurs propriétés hors du commun. Cette partie aura pour objet de présenter le phénomène de transformation de phases dans les AMF en général et plus particulièrement dans les alliages Nickel-Titane. Les propriétés particulières de ces alliages en lien avec leurs microstructures et le comportement thermomécanique y seront discutés. Une attention toute particulière sera portée à la présentation du comportement superélastique (SE) de ces alliages et l'effet mémoire de forme (EMF).

L'objet de la seconde partie de ce chapitre est de faire une revue complète de la littérature portant sur le traitement de nanocristallisation superficielle SMAT (*Surface Mechanical Attrition Treatment*) et l'effet de ce traitement sur divers matériaux métalliques. Le procédé SMAT a été développé au Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée (LASMIS, UMR 6281) ⁹ de l'Université de Technologie de Troyes.

Tout d'abord, les mécanismes de raffinement microstructural des matériaux après traitement SMAT seront présentés, puis l'effet de ce traitement sur l'évolution des propriétés mécaniques en fonction des conditions du procédé sera discuté.

Partie 01 : Les alliages à mémoire de forme (AMF)

1. Généralités sur les alliages à mémoire de forme

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont des matériaux « intelligents » et « pratiques », en raison de leur capacité à conserver leur forme d'origine lorsqu'ils sont soumis à une déformation relativement importante et en raison de leur comportement superélastique¹⁰.

Les trois familles des alliages à mémoire de forme les plus utilisées sont :

- les alliages à base de nickel (Ni-Ti, Ni-Ti-X (X= Cu, Fe, Al, Hf, Nb, Pd, ...))¹¹ ¹² en raison de leur résistance à la corrosion, leur biocompatibilité et leurs bonnes performances thermomécaniques,
- les alliages à base de cuivre (CuAlNi ¹³, CuAlMn ¹⁴, CuZn ¹⁵, CuZnAl ¹⁶, CuAlFe, CuAlBe¹⁷), ont une excellente conductivité électrique et thermique,
- les alliages à base de fer (Fe-Pt ¹⁸, Fe-Pd ¹⁹, Fe-Mn-Si ²⁰, etc) qui présentent l'avantage d'avoir un coût relativement faible.

Propriétés	A base de Nickel - Titane	A base de cuivre	A base de fer
Masse volumique (kg/m ³)	6,5	7,5	7,2 à 7,8
Conductivité thermique (W/mk)	10	75 à 120	8.34
Module de Young (GPa)	70 à 90	70	170 - 210
Température de transformation Ms (°C)	-200 à 100	-200 à 200	-200 à 150
Hystérésis thermique Af - Ms (°C)	20 à 40	20 à 25	150 à 210
Déformation maximale recouvrée (%)	8	4 à 6	2.5 à 4.5
Limite à la rupture (MPa)	800 à 1000	300 à 700	680 à 1000
Biocompatibilité	Excellente	Mauvaise	Mauvaise mais peut être améliorée

Tableau 1: Ordres de grandeur des propriétés des AMF à base de NiTi, de Cu et de Fe²¹.

Pour l'heure, seuls les alliages à base de Nickel-Titane (NiTi), de cuivre-zinc-aluminium (CuZnAl), de cuivre-aluminium-nickel (CuAlNi) et de cuivre-aluminium-fer (CuAlFe) ont trouvé des applications industrielles. Cela s'explique principalement par leurs propriétés mécaniques et thermiques intéressantes. Les AMF à base de cuivre se rencontrent plus souvent dans les applications industrielles en raison de leur facilité de mise en œuvre et du coût plus faible en comparaison aux alliages à base de Nickel-Titane.

Grâce à ces caractéristiques, les alliages à mémoire de forme présentent une très grande amplitude de déformation récupérable soit par des variations de température, soit par des variations de contraintes. Ces propriétés sont obtenues par une transformation de phase induite thermiquement ou mécaniquement entre une phase austénitique B2 (du nom du physicien anglais Charles Austen) et une phase martensitique B19' (du nom du physicien allemand Adolf Martens)^{22 23 24}. Ces transformations de phases confèrent à ces alliages une superélasticité (SE) et un effet mémoire de forme (EMF). L'effet mémoire de forme a été mis en évidence pour la toute première fois dans les alliages à base de cuivre (Cu-Zn et Cu-Sn) en 1938²⁵ et les alliages du type Au-Cd en 1951²⁶. Ce phénomène a également été observé dans les alliages Cu-Al-Ni, Cu-Zn-Al, Mn-Cu, Ni-Mn-Ga et certains alliages à base de fer (Fe-Pt, Fe-Mn-Si)²⁷. La Figure 1 illustre deux propriétés spécifiques des AMF : l'effet à mémoire de forme (EMF) et la superélasticité (SE).

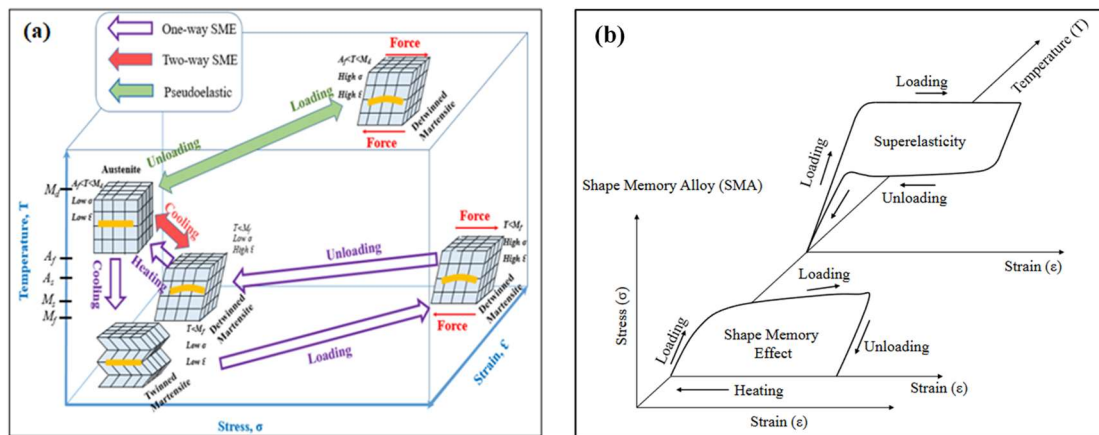


Figure 1 : (a) Schéma de principe des transformations de phases dans les alliages à mémoire de forme et effet mémoire de forme (EMF)²⁸ et (b) Courbes de contrainte et de déformation en fonction de la température pour les AMF²⁹.

2. L'alliage Nickel-Titane

Malgré le fait que de nombreux alliages soient capables de présenter une superélasticité et un effet mémoire de forme, c'est le Nitinol qui a reçu la plus grande variété d'applications dans les domaines du Génie Civil (construction des ponts ou il est utilisé pour l'amortissement des vibrations), du transport (des trains à grande vitesse, il est utilisé pour des applications spécifiques telles que les systèmes d'absorption des chocs pour les bogies et les éléments de structure soumis à des contraintes mécaniques importantes), des dispositifs médicaux (implants), des systèmes micro-électromécaniques (développement de capteurs ou d'actionneurs) ...^{30 31 32 33 34}. Les raisons à cela sont liées au fait que les alliages à base de Nickel-Titane présentent des propriétés mécaniques intéressantes, une résistance à la corrosion accrue ainsi qu'une stabilité des températures de transformation contrairement aux autres alliages.

Le Nitinol, alliage à base Nickel-Titane est un alliage découvert en 1961 et breveté en 1965 par *W. Buehler* et *R. Wiley* du *Naval Ordnance Laboratory*^{35 36}. Bien que l'effet mémoire de forme (EMF) ait été découvert dans un alliage AuCd en 1932, ce n'est qu'en 1971 qu'une déformation récupérable substantielle a été mise en évidence dans un alliage NiTi au Naval Ordnance Laboratory aux États-Unis³⁷. Le Nitinol a été utilisé pour la première fois dans l'industrie aéronautique à la fin des années 1960 pour la fabrication d'un embrayage pour connecter thermo-mécaniquement les canalisations du système hydraulique du chasseur F-14³⁸.

3. Les transformations de phase dans l'alliage NiTi

Les phases sont des régions de l'espace à l'intérieur d'un matériau dans lesquelles toutes les propriétés physiques du matériau sont uniformes. Le Nitinol présente généralement deux phases, une phase austénitique et une phase martensitique. L'austénite a une structure cristallographique de type cubique centré (B2) (Figure 2(a)) stable à des températures plus élevées (paramètre de maille $a=0.3015\text{nm}$). La martensite quant à elle est une structure

cristalline monoclinique B19' métastable à basse température. Plusieurs auteurs³⁹ ont tenté de déterminer la structure relativement complexe de la phase martensitique qui est sensible à la composition chimique de l'alliage. Seuls *Bohrer* et ses collaborateurs ont pu obtenir des résultats complets, et ont confirmé que la structure de la martensite est monoclinique (Figure 2(b)). Ensuite, *Kudoh et al*⁴⁰ ont vérifié les informations sur le réseau cristallin $a = 0.2889$ nm, $b = 0.4120$ nm, $c = 0.4665$ nm et $\beta = 98.1^\circ$. La martensite peut avoir deux formes distinctes appelées orientée et autoaccommodée (*Twinned et detwinned*), comme le montre la Figure 1(a).

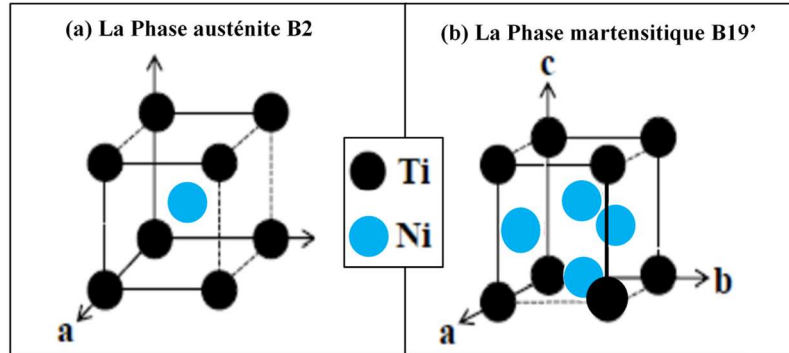


Figure 2: Structure cristalline de l'alliage NiTi.

L'alliage NiTi présente également, sous certaines conditions, une phase intermédiaire nommée phase R. Cette phase présente une structure cristalline rhomboédrique qui aide à accommoder une petite quantité de déformation lors de la transformation de l'austénite B2 en martensite B19'. Dans le cas du Nitinol, la phase R est généralement introduite lors du refroidissement en raison de la formation de précipités Ti_3Ni_4 due à la teneur en Ni plus élevée⁴¹. La transformation en phase R est une transformation displacive sans diffusion qui se traduit par une transition de la structure cubique de la phase mère B2 à une structure rhomboédrique comme illustré dans la Figure 3.

Il est important de noter que la transformation $B2 \rightarrow R$ est une transformation martensitique indépendante créée par la distorsion rhomboédrique du réseau B2 qui se produit avant la transformation B19'⁴². Elle est principalement considérée comme une transformation du premier ordre en raison de son caractère displacif, où les atomes subissent des déplacements significatifs lors du changement de phase, conduisant à des modifications structurales distinctives. Ces déplacements atomiques importants sont caractéristiques des transformations du premier ordre, où des variations brusques des propriétés physiques et structurales se produisent lors du passage d'une phase à une autre, nécessitant une énergie d'activation pour leur déclenchement. Ainsi, la transformation $B2 \rightarrow R$ est classée comme une transformation du premier ordre en raison de ces caractéristiques particulières, en plus de sa nature displacive⁴³. Cependant, il convient de souligner que la phase R présente également certaines caractéristiques d'une transformation de second ordre. Une fois que la transformation $B2 \rightarrow R$ s'est produite, l'angle rhomboédrique dans la structure de la phase R diminue progressivement à mesure que la température diminue ou que la contrainte augmente. Cette évolution graduelle de l'angle rhomboédrique est souvent associée à des transformations de second ordre⁴⁴.

La phase R est obtenue en réduisant la température de début de la transformation martensitique M_s par les moyens suivants : augmentation de la concentration de nickel (Ni)⁴⁵, traitement thermique de recuit^{46 47}, cyclage thermique⁴⁸, ou ajout d'éléments d'alliage⁴⁹.

Dans l'alliage NiTi, les symétries entre les mailles conduisent à la possibilité d'obtenir 12 variantes de martensite et 4 variantes de la phase R à partir du même réseau d'austénite.

Les différents types de transformation martensitique qui ont été observés au cours du refroidissement sont : $B2 \rightarrow B19'$ et $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$ ^{50 51} et lors du chauffage $B19' \rightarrow B2$. Ces changements de phase peuvent être induits soit par changement de température, soit par l'application d'un chargement mécanique.

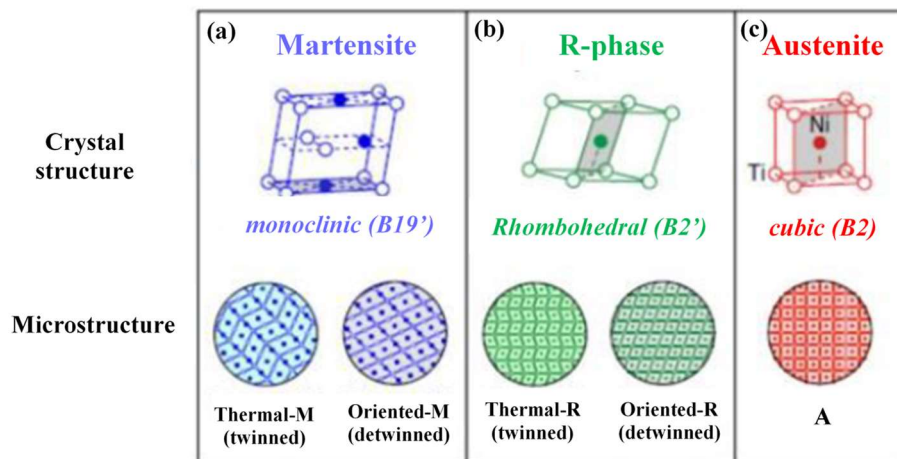


Figure 3 : Trois phases distinctes de l'alliage à mémoire de forme NiTi : (a) martensite $B19'$ monoclinique, (b) phase R rhomboédrique $B2'$ et (c) phase austénitique $B2$ cubique⁵².

En effet, le Nitinol subit des changements de phase lorsqu'il est exposé à des stimuli externes comme des variations de température ou un chargement mécanique. Par exemple, lorsqu'il est refroidi à une température inférieure à la plage de température de transition austénite-martensite (M_s), des transformations martensitiques ($B2 - B19'$) s'opèrent. De même, lorsque l'alliage NiTi est chauffé au-dessus de la température de transition austénite-martensite (A_f), une transformation austénitique se produit. Cependant, la déformation maximale lors de la formation de la phase R à partir de la phase austénitique reste limitée, de l'ordre de 1 %.

La transformation martensitique est une transformation de phase à l'état solide réversible et displacive qui transforme l'austénite en martensite ($A \rightarrow M$). Cette transformation est obtenue par déplacement coopératif et coordonné d'atomes (les atomes se déplacent de l'ordre de 1/10 de la distance interatomique), et conduit à une modification du réseau cristallin sans modification de la composition chimique. Cette transformation peut se produire soit mécaniquement en appliquant une sollicitation externe à une température supérieure à la température M_s (le chargement mécanique permet de modifier la température de début de transformation, cependant au-dessus de la température critique M_d il n'est plus possible d'induire cette transformation martensitique quel que soit le niveau de contrainte appliqué (Figure 4(a)), qui montre comment la contrainte critique pour la transformation martensitique varie avec la température. Entre la température de début de transformation (M_s) et M_s^σ , la

contrainte augmente avec la température, nécessitant plus de contrainte à des températures plus élevées. Au-delà du seuil élastique de l'austénite σ_y ou après M_S^σ , la courbe présente un plateau où la contrainte critique reste stable malgré les variations de température. Cela signifie qu'une contrainte suffisamment élevée peut maintenir la transformation même à des températures où elle serait difficile à induire. Enfin, au-delà de la température critique M_d , la transformation martensitique ne peut plus être initiée, indépendamment de la contrainte appliquée. Soit thermiquement en abaissant la température en dessous de M_s . La transformation martensitique est insensible à la vitesse de refroidissement ou de chauffage. Lors du refroidissement, à partir de l'état austénitique initial, la transformation de l'austénite en martensite commence à la température M_s , via la nucléation et la croissance de la martensite, et se termine à la température M_f . Entre ces deux températures, il y a coexistence des deux phases austénite et martensite. Lorsque la température est augmentée, la transformation inverse commence à la température A_s et se termine à la température A_f . Il existe en effet un décalage de température entre le refroidissement et le chauffage, on observe donc une hystérésis de transformation (Figure 4(b)). L'aire de cette hystérésis est proportionnelle à l'énergie dépensée pendant la transformation, c'est-à-dire que cette dernière dépend de l'énergie mécanique qui est prélevée pour former la martensite et de l'énergie d'interface entre les deux phases.

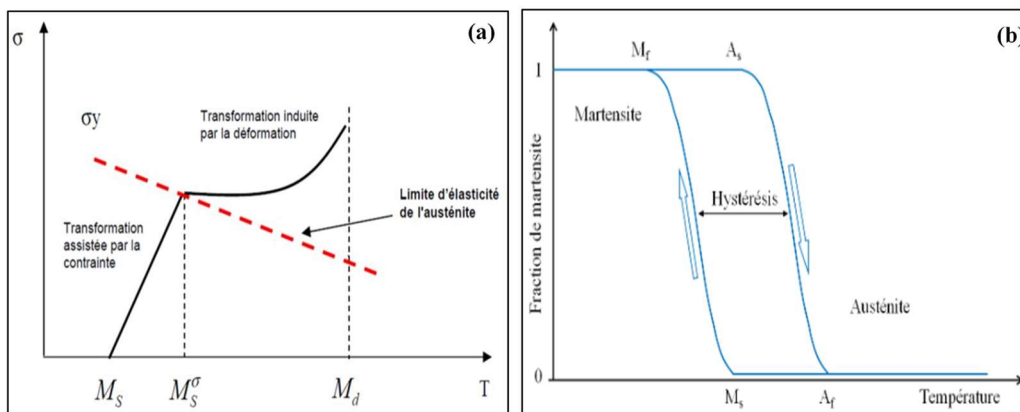


Figure 4: (a) Illustration schématique de la variation de la contrainte critique avec la température, (b) Transformation martensitique à température contrôlée sous contrainte nulle⁵³.

La transformation de phase martensitique peut être nommée comme suit :

Solide – Solide : les deux phases austénitiques et martensitiques sont les conséquences d'une transition de phase solide-solide spécifique qui comprend une phase stable à haute température appelée austénite (A) et une phase stable à basse température appelée martensite (M)^{54 55}. Cette transition entre ces deux phases est induite par des changements de température ou de contrainte mécanique. En dessous de la température M_f , le matériau est à l'état martensitique et entre les deux états le matériau est biphasé (*Austénite + Martensite*).

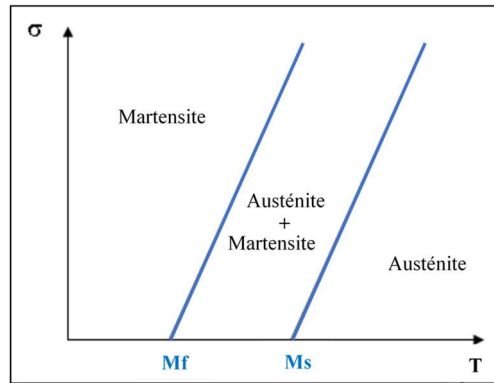


Figure 5 : Diagramme de la transformation Austénite ↔ Martensite.

Displacive : La transition displacive est une transformation qui n'implique aucun phénomène de diffusion^{56 57} : aucune activation thermique n'est donc nécessaire pour les déplacements atomiques, ce qui signifie que les deux phases (Austénite et Martensite) coexistent et que la composition chimique ne change pas, mais les atomes sont disposés dans un réseau cristallographique différent (le mouvement coordonné des atomes sur une courte distance entre les atomes). C'est pourquoi la transformation martensitique est sans diffusion.

Les déplacements atomiques responsables de cette transition cristalline peuvent être classés en deux catégories : d'une part, les déplacements par "shuffle", associés essentiellement au maillage, où les atomes se déplacent sans changer leur position relative mais seulement leur ordre dans le réseau cristallin, conduisant ainsi à une réorganisation du réseau sans déformation pure. D'autre part, les déplacements qui entraînent une déformation homogène du réseau peuvent être dominés par la dilatation ou par le cisaillement (Figure 6 et 7). En somme, la transformation martensitique est caractérisée par une transition displacive sans diffusion, où les atomes sont réarrangés dans un réseau cristallographique différent sans que la composition chimique ne soit altérée

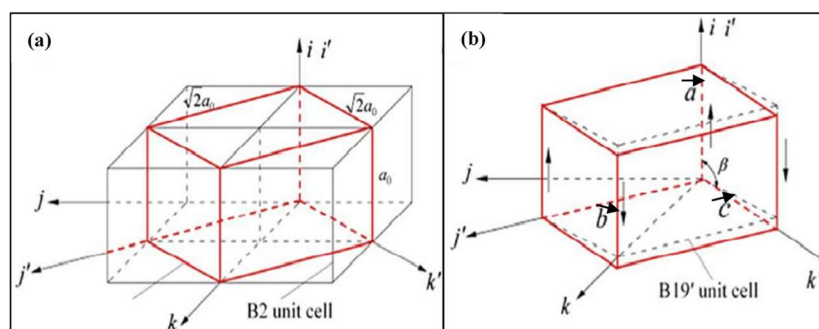


Figure 6 : Correspondance cristallographique entre le réseau cubique de la phase austénitique B2 et le réseau monoclinique de la phase martensitique B19'⁵⁸.

Otsuka et al⁵⁹ ont montré qu'au cours de la transformation displacive, la transition de la phase austénite B2 à la phase martensite B19' se réalise par un cisaillement progressif (voir Figure 6) impliquant les mécanismes suivants :

- Sur la Figure 6(a), quatre mailles de la phase B2 sont représentées, permettant de tracer en traits épais une maille tétragonale
- Cette maille tétragonale est ensuite répétée en pointillés sur la Figure 6(b). Au cours de la transformation, le vecteur de la phase mère $[\bar{1}00]$ se transforme en vecteur \vec{a} de la maille B19' et les vecteurs de la phase mère $[01\bar{1}]$ et $[0\bar{1}\bar{1}]$ se transforment en vecteurs \vec{b} et \vec{c} de la phase martensitique, respectivement.
- En plus de ces transformations, un cisaillement permet ensuite d'augmenter l'angle beta de 90° à $96-98^\circ$ pour obtenir la maille monoclinique, comme représentée en gras sur la Figure 6(b). Toutes ces étapes ont lieu de manière simultanée au cours de la transformation displacive (Otsuka et al 2005)⁶⁰.

Du fait de ces relations cristallographiques entre la phase mère B2 et la martensite B19', la martensite peut apparaître sous diverses formes au sein du réseau austénitique B2.

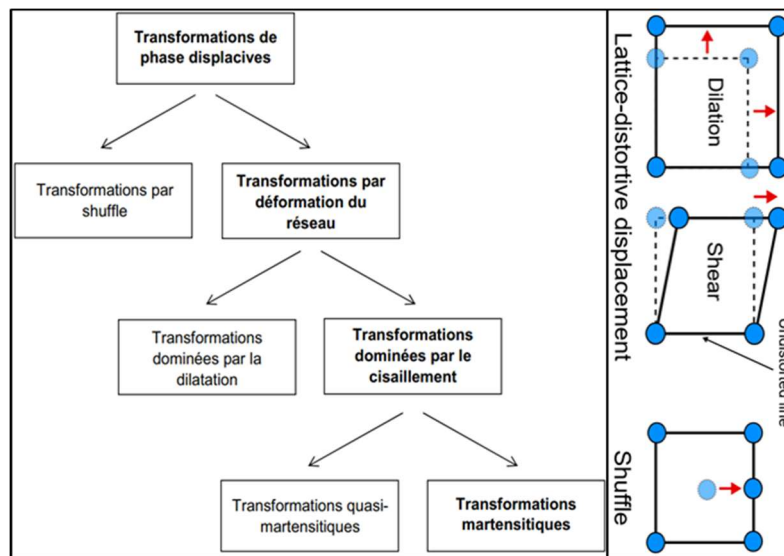


Figure 7: Classification des transformations de phase displacives⁶¹.

Lorsqu'une déformation significative du réseau se produit à travers un cisaillement, la cinétique de la transformation et la création des phases impliquées sont principalement contrôlées par l'énergie de déformation, on parle alors de transformation martensitique. Par exemple, dans les alliages à mémoire de forme tels que le Nitinol, une déformation importante peut entraîner la formation de la phase martensitique. En revanche, si les caractéristiques des phases mère et fille présentent de légères différences, la distorsion du réseau reste limitée, ce qui réduit l'impact de l'énergie de déformation. Cela correspond à un processus de transformation quasi-martensitique⁶², où la transition de phase est moins dominée par les contraintes externes et la déformation du réseau

Transition du premier ordre : Une transition est dite du premier ordre lorsqu'il existe une discontinuité dans les grandeurs physiques associées aux dérivées premières du potentiel thermodynamique. La transition du premier ordre lors de la transformation $A \rightarrow M$ s'accompagne de la production de chaleur positive (phénomène exothermique), et de chaleur négative lors de la transformation inverse $M \rightarrow A$ (phénomène endothermique).

3.1. Effet à Mémoire de Forme

Au cours de la transformation martensitique ou de la transformation inverse, plusieurs phénomènes différents peuvent se produire dans les alliages. L'un de ces phénomènes est l'effet mémoire de forme qui peut présenter les deux aspects ci-dessous :

- a) **Effet mémoire de forme simple sens** : Capacité d'un matériau à retrouver sa forme initiale par simple chauffage après avoir subi, dans la phase martensitique, une déformation permanente d'une faible amplitude (voir Figure 8).
- b) **Effet mémoire de forme double sens** : Aptitude du matériau à passer d'une forme à basse température (en phase martensitique) à une forme à haute température (en phase austénitique) ou inversement, respectivement par simple chauffage ou refroidissement. Ainsi, cette propriété permet au matériau de pouvoir prendre deux formes différentes. La déformation locale qui permet à la forme globale de changer est de faible amplitude.

Dans les alliages NiTi, l'effet mémoire de forme se produit lorsque la martensite B19' maclée et induite thermiquement est soumise à un chargement pour former de la martensite démaclée (Figure 8).

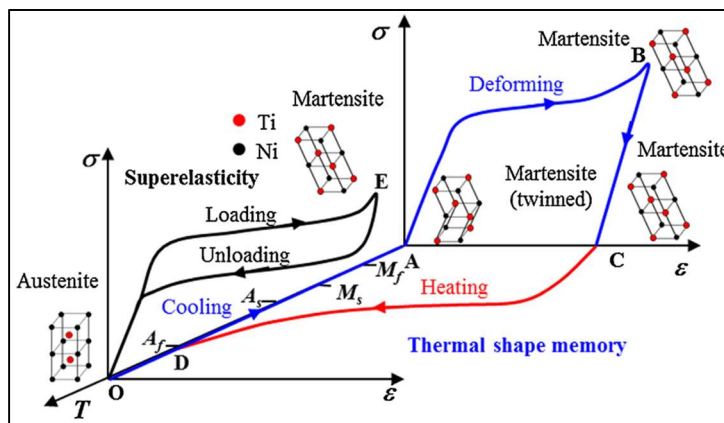


Figure 8: Diagramme contrainte-déformation-température du NiTi⁶³.

La martensite maclée est le résultat de la formation d'une structure en miroir due au déplacement atomique à travers un plan particulier dans une structure cristalline⁶⁴. Le maillage permet d'accommoder la déformation lors de la transformation martensitique induite thermiquement, il se produit en raison d'un manque de symétrie et des systèmes de glissement disponibles au niveau atomique. Il en résulte un changement de forme sans changement de volume au niveau macroscopique⁶⁵ (Figure 9 et 10).

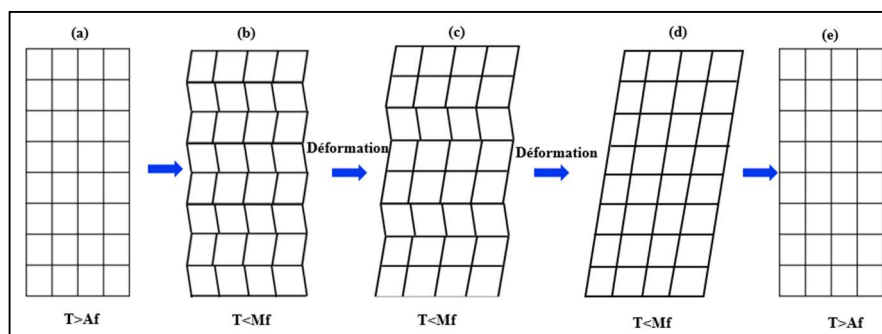


Figure 9: Orientation des variantes de martensite.

Le NiTi subit un processus de maillage réversible, où la phase austénitique B2 se transforme en martensite B19' maillée. Ce mécanisme lui confère la capacité de s'ajuster aux contraintes externes. En réponse à une charge extérieure appliquée, le NiTi réagit en réorientant sa structure maillée en treillis⁶⁶ (Figure 10).

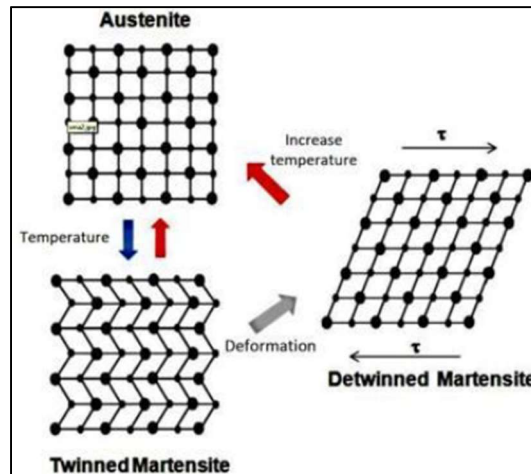


Figure 10: Illustration des phases martensitiques/austénitiques et de l'effet mémoire de forme dans l'alliage NiTi⁶⁷.

La reprise de forme se produit en phase austénitique car elle est symétrique à une seule variante (phase mère ou austénite) comme le montre la Figure 10. La martensite quant à elle présente 24 variantes. Elles se forment, sous chargement thermique, de façon à accommoder leurs déformations respectives. Dans l'alliage NiTi qui fait l'objet de notre étude, les symétries structurelles entre les mailles conduisent à pouvoir obtenir 12 variantes de martensite et 4 variantes de phase R à partir de la même maille d'austénite. Les paramètres de mailles des phases B2, B19' et de la phase R ainsi que les relations géométriques qui existent entre elles ont été établies par *Otsuka et Wayman*⁶⁸, ainsi que par *Zhang et Sehitoglu*⁶⁹.

Selon les observations cristallographiques et les théories des transitions martensitiques de *Wechsler*⁷⁰, *Bowles et Meckenzie*⁷¹, la phase martensitique cristallise sous forme de plaquettes étroites, d'aiguilles ou de segments avec des orientations cristallines distinctes par rapport au cristal de la phase mère (adaptation de la morphologie de la phase créée). L'ensemble des plaquettes ayant même direction de cisaillement est appelé variante de martensite ou latte de martensite (Figure 11). Les groupes de variantes auto-accommodantes de la martensite sont formés par un arrangement microstructural.



Figure 11: Différentes organisations de martensite⁷².

Khatchaturian et al⁷³ ont observé que les phases austénitique et martensitique, bien qu'ayant des systèmes cristallins distincts, coexistent dans le matériau. La modification de la structure cristalline génère une déformation homogène du réseau associée à de légères différences dans les caractéristiques du réseau cristallin. Cette déformation est obtenue par le mécanisme de cisaillement selon un plan bien défini qui s'appelle plan d'habitat ou plan invariant (Figure 12(a) et (b)). Ce plan, de normale \vec{m}_i sur la Figure 12(c) appartient aux deux phases (austénite/martensite) et n'est soumis à aucune déformation ou rotation lors de la transformation. Le vecteur \vec{b}_i correspond à la direction du cisaillement du réseau d'austénite pour obtenir la martensite. Le couple (\vec{m}_i, \vec{b}_i) représente la i -ème variante de martensite. Des variantes de martensite équivalentes sont déduites en appliquant des opérations de symétrie ponctuelle : ce sont celles qui appartiennent au groupe d'espace austénitique, mais n'appartiennent pas au groupe d'espace martensitique. On obtient ainsi un nombre fini de variantes caractérisées chacune par sa direction de cisaillement et son plan d'habitat. En raison de la symétrie cristalline de la phase mère (austénite), plusieurs plans d'habitat peuvent coexister dans un monocristal d'austénite lors de la transformation.

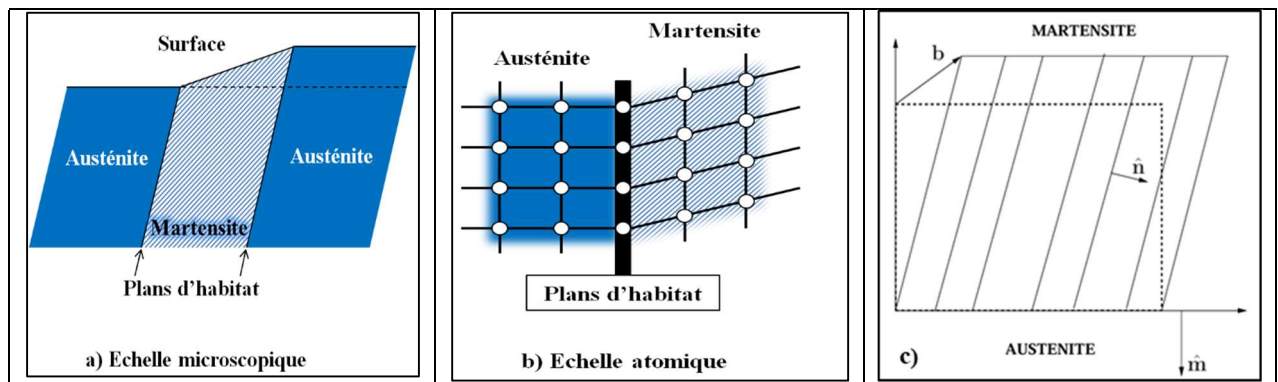


Figure 12: Illustration montrant la formation d'une plaquette de martensite⁷⁴.

3.2.Pseudo élasticité

La pseudo élasticité est un terme générique faisant référence à la fois à l'effet superélastique et à l'effet caoutchoutique, deux effets que nous allons présenter dans cette section.

a) La superélasticité

La superélasticité est associée à la capacité d'un matériau de se déformer élastiquement (de manière réversible) beaucoup plus importante que les matériaux conventionnels. Pour l'alliage NiTi cette propriété est obtenue lors de l'application d'une charge mécanique qui a pour effet de transformer la phase mère austénitique B2 en martensite. Dans ce cas, on parle de martensite induite sur contrainte (SIM- *Stresse Induced Martensite*). La Figure 13 présente la courbe de traction d'un échantillon NiTi superélastique. Dans la région 1 (domaine élastique), la phase mère austénitique est préexistante. Puis, l'austénite subit une transformation martensitique induite par la contrainte (SIM) lorsque la contrainte atteint une valeur critique σ_{SIM} (zone 2). Cette transformation se traduit par un plateau sur la courbe où la déformation augmente à contrainte sensiblement constante. A la fin du plateau (région 3), le matériau est constitué de martensite orientée déformée élastiquement. Si le matériau est déchargé et que l'essai est interrompu avant la déformation plastique, on observe d'abord le retour élastique de la martensite comme le montre la zone 4. On constate lors de la décharge, que toute la martensite générée lors de la décharge subit une transformation inverse. Ainsi, on observe un recouvrement complet de l'austénite à la fin de la courbe de décharge.

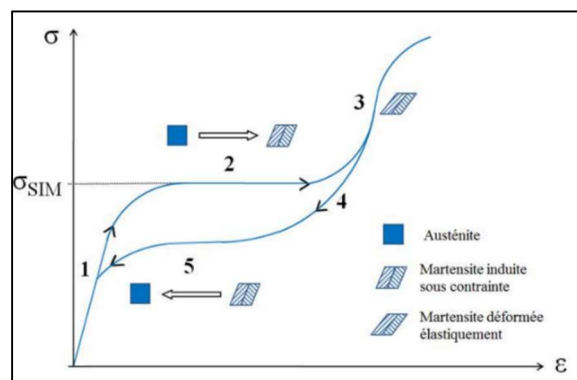


Figure 13: Courbe contrainte-déformation en superélasticité⁷⁵.

b) Effet caoutchoutique

L'effet caoutchoutique, une propriété du matériau, se caractérise par sa faible raideur apparente en état martensitique, contrairement aux matériaux métalliques classiques. Cette caractéristique est également associée à une importante capacité d'amortissement. Lors d'un essai de traction cyclique, cet effet se traduit par l'absence de superposition des courbes de charge et de décharge (Figure 14). Cette non-superposition résulte généralement d'une dissipation d'énergie à chaque cycle de charge/décharge. La nature de cette hystérésis dépend de l'énergie d'interface entre les phases austénitique et martensitique lors de la transformation.

L'énergie accumulée pendant le refroidissement dans la plage de température M_s - M_f est récupérée lors du chauffage dans l'intervalle de température A_s - A_f ⁷⁶.

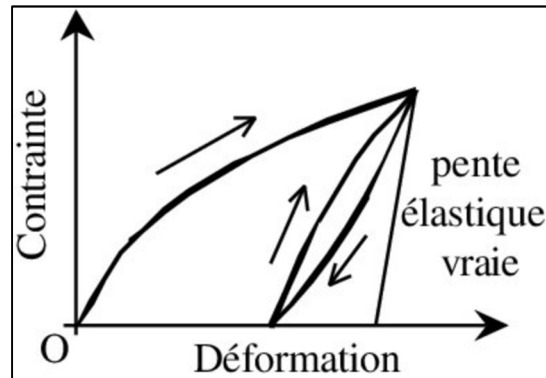


Figure 14: Effet caoutchoutique⁷⁷.

4. Etat métallurgique de l'alliage NiTi

Du point de vue microstructural, les problèmes de transformation de phase dans les AMF sont plus complexes en comparaison de ceux rencontrés dans les matériaux conventionnels.

L'objectif de cette partie est de présenter l'état microstructural du Nitinol afin de pouvoir évaluer le lien entre l'évolution de la microstructure et son comportement mécanique, point qui fera l'objet du chapitre suivant.

4.1. Caractérisation microstructurale

Dans plusieurs études antérieures^{78 79 80 81}, les propriétés microstructurales et les modifications de réseau cristallin de l'alliage NiTi ont été étudiées et analysées à travers différentes techniques telles que la microscopie optique (MO), le microscope électronique à balayage (MEB), le microscope électronique à transmission (MET), la diffraction des rayons X (DRX), EBSD...

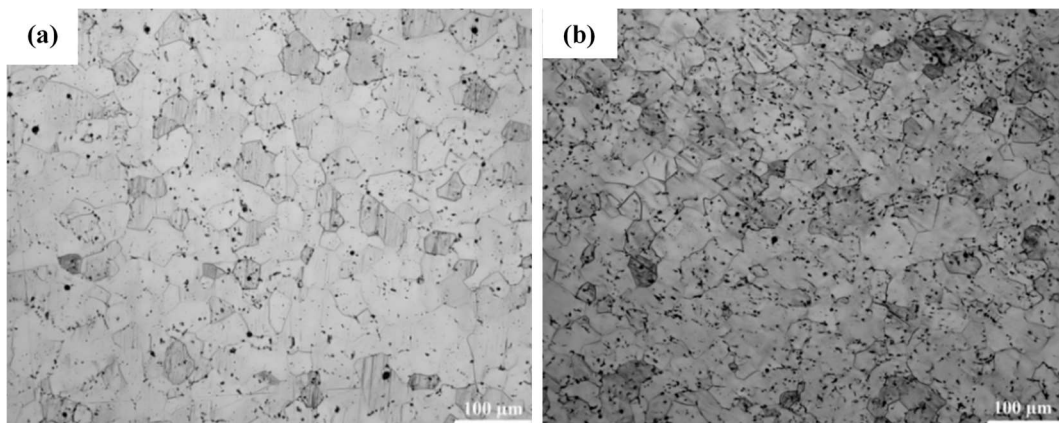


Figure 15: Micrographies optiques de l'alliage NiTi : (a) à l'état initial, (b) après cyclage thermique⁸².

Les micrographies optiques présentées dans la Figure 15 montrent des microstructures homogènes d'un alliage NiTi⁸³. A l'état initial, l'alliage présente à température ambiante une microstructure majoritairement équiaxe de la phase B2 (austénite) avec une taille de grains moyenne d'environ $20 \pm 5 \mu\text{m}$ (Figure 15 (a)). Des inclusions globulaires de 0,5 à 1 μm sont observées aux joints de grains ainsi qu'à l'intérieur des grains. Il est délicat d'évaluer avec précision par microscopie optique (OM), les changements dans la microstructure après des cycles thermiques répétés (Figure 15 (b)) ; par conséquent, la microscopie électronique en transmission a été utilisée. Les résultats obtenus par MET (Figure 16) révèlent qu'à la suite du cyclage thermique, une augmentation de la densité de dislocations s'est produite. La taille des composants structurels (la taille moyenne des grains) diminue légèrement, ce qui est associé à la formation des murs de dislocations. Des amas de dislocations ont été observés dans la plage de transformation martensitique (B2→B19'). Au fur et à mesure que le nombre de cycles thermiques augmente, la structure des dislocations est conservée sous forme de blocs et parois irréguliers et d'enchevêtrements de dislocations.

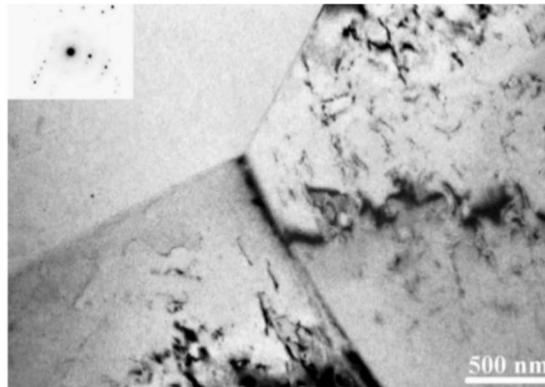


Figure 16: Images MET donnant la microstructure de l'alliage NiTi après cyclage thermique⁸⁴.

La Figure 17 montre des micrographies optiques d'un alliage NiTi à l'état initial (a) et après traitement thermique de recuit à 800°C pendant 1h (b)⁸⁵. Comme on peut le constater, avant recuit, la microstructure est caractérisée par un mélange de petits et de gros grains avec une taille moyenne de 15 μm . Par ailleurs, en raison de la contrainte appliquée lors de la préparation des échantillons, certaines zones ont subi une transformation martensitique induite par la contrainte (SIM). Ces zones se caractérisent par la présence d'aiguilles typiques de la martensite⁸⁶. Après traitement thermique de recuit, une microstructure plus homogène présentant une taille de grains moyenne de l'ordre de 40 μm peut être observée. On constate que ce traitement thermique de recuit a conduit à une nette diminution de la fraction volumique de phase martensitique.

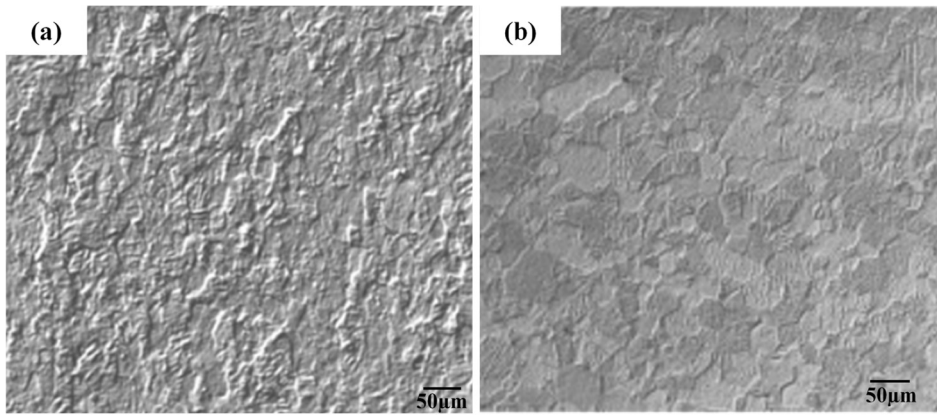


Figure 17: Micrographies optiques de NiTi (a) état brut, (b) après recuit⁸⁷.

La nature des différentes phases présentes dans l'alliage NiTi peut être déterminée par analyse de diffraction des rayons X (DRX). La Figure 18 (a) présente un diffractogramme obtenu sur un alliage NiTi dont la microstructure est dans son état initial austénitique B2. On note l'absence de raies caractéristiques de la martensite B19'. Les deux pics observés correspondant à la diffraction des plans (110) et (211) qui sont cohérents avec la structure cubique de l'échantillon de poudre de NiTi standard. Sous certaines conditions, par exemple après un traitement thermique, les phases cristallines de l'alliage NiTi montrent à la fois la présence d'une phase R et d'une phase martensite B19' monoclinique (Figure 18 (b)). La multiplicité de pics observés est liée à la diffraction des différents plans denses au sein des phases B19' et R.

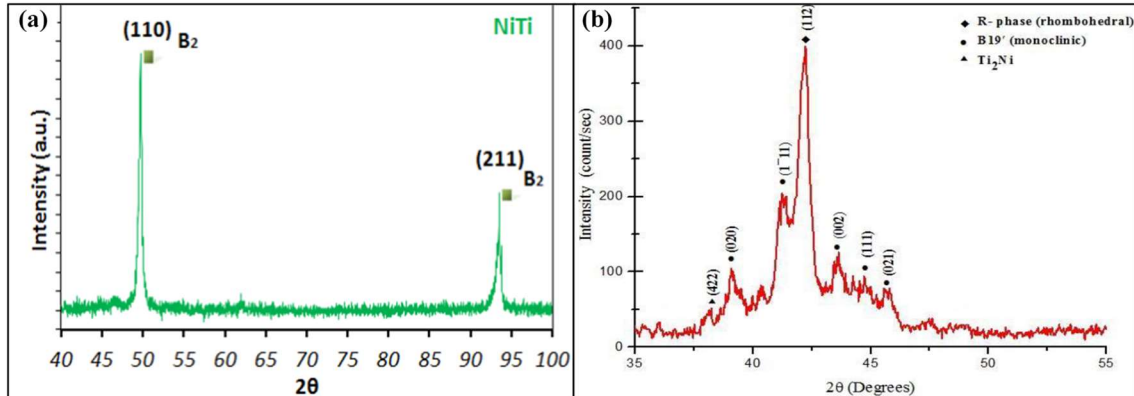


Figure 18: Profils de diffraction des rayons X de l'alliage NiTi (a)⁸⁸ (b)⁸⁹.

4.2. Caractérisation thermique

Les transformations de phases peuvent être mises en évidence à l'aide d'une méthode appelée calorimétrie différentielle à balayage (**DSC** : *Differential Scanning Calorimetry*). Cette technique permet de déterminer les températures caractéristiques de la transformation, à savoir la température A_s (*début de formation de l'austénite*) et la température A_f (*fin de formation de l'austénite*) lors du chauffage. A l'inverse, lors du refroidissement, les deux températures M_s et M_f caractérisent respectivement le début et la fin de la transformation martensitique. Les températures A_s , A_f , M_s et M_f définissent généralement une transformation de phase austénite-

martensite ou alors une transformation martensite-austénite (Figure 19). Les différentes températures de transformation pour les différentes compositions d'alliages NiTi sont résumés dans le Tableau 2. Ces températures dépendent de la composition mais aussi des éventuels traitements thermomécaniques subis par le matériau.

NiTi	As[°C]	Af [°C]	Ms[°C]	Mf [°C]	Références
Ti ₅₀ Ni ₅₀	80	89	55	15	⁹⁰
	55.1	95.2	37.8	18.3	⁹¹
Ti _{49,5} Ni _{50,5}	80	53	-19	-78	⁹²
Ti ₄₉ Ni ₅₁	-89	-40	-114	-153	⁹³

Tableau 2 : Les températures de transformation caractéristiques pour quelques nuances de l'alliage NiTi.

Comme il a déjà été dit, l'alliage NiTi peut exister sous la forme de deux phases solides différentes : l'austénite (A) qui est stable à haute température, et la martensite (M) qui elle est stable à basse température et il est possible de passer d'un état allotropique à un autre en faisant évoluer les conditions de température ou de chargement mécanique. Les dégagements ou les absorptions de chaleur liées à ce changement de phase du premier ordre peuvent être mis en évidence par la DSC, comme le montre la Figure 19.

Les températures caractéristiques dépendent de la composition chimique de l'alliage ainsi que de la microstructure, donc du passé thermomécanique de l'alliage (recuit, trempe, usinage, etc.). Comme il a déjà été dit, sous certaines conditions, l'alliage Nickel-Titane subit une transformation martensite/austénite en plusieurs étapes en passant par la génération d'une phase intermédiaire appelée la phase R. La génération de cette phase s'observe généralement lors du chauffage et plus rarement lors du chauffage et du refroidissement. La Figure 20(a) illustre le premier cas de figure qui se traduit par la formation respective d'un pic endothermique et de deux pics exothermiques caractéristiques d'une transformation $M \rightarrow A$ et $A \rightarrow M$ par l'intermédiaire de la phase R. La présence de ces pics sur les courbes de DSC est donc souvent associée à la génération de la phase R pré-martensitique indiquant la formation de précipités de type Ti_3Ni_4 , ou alors sont le résultat d'une forte densité de dislocations au sein de la microstructure de l'échantillon. Lorsqu'une forte densité de dislocations est présente dans la microstructure de l'échantillon, ces dislocations agissent comme des obstacles aux déplacements atomiques lors de la transformation martensitique ($M \rightarrow A$) ou austénitique ($A \rightarrow M$). Les dislocations créent des zones de contraintes locales, qui nécessitent une énergie supplémentaire pour que la transformation se produise. Cette énergie supplémentaire se manifeste sous forme de chaleur libérée (exothermic) lors de la transformation, ce qui est détecté comme un pic exothermique sur la courbe de DSC.

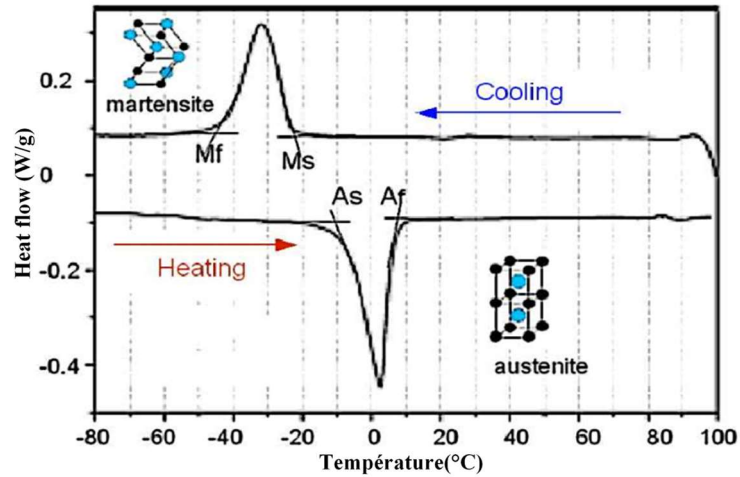


Figure 19: Courbe DSC typique pour l'alliage à mémoire de forme NiTi⁹⁴.

Niraj.N et al⁹⁵ ainsi que M. A. Mohammed et al⁹⁶ ont mis en évidence le second cas de figure qui diffère de la plupart des résultats présentés dans la littérature. En effet, ils ont montré que la phase R pouvait se former à la fois lors du chauffage et du refroidissement comme le montre la figure ci-dessous (Figure 20(b)). Ce comportement peut dépendre de la formation de précipités cohésifs de Ti₂Ni, qui produisent un champ de contraintes local perturbant la transformation de phase^{97 98}.

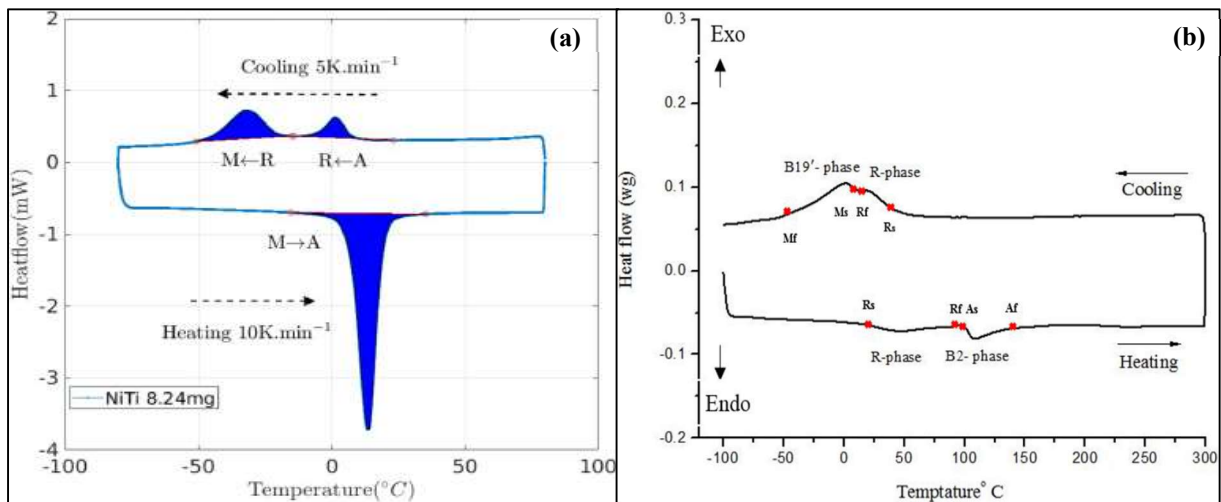


Figure 20: Courbe DSC de l'alliage NiTi : (a) comportement de transformation classique⁹⁹ ; (b) transformation avec génération de la phase R¹⁰⁰.

5. Comportement mécanique de l'alliage NiTi

Cette partie présente les principaux phénomènes à l'origine du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme NiTi. Une attention particulière est portée au comportement superélastique sous chargement uniaxial et à l'effet mémoire de forme.

Les alliages à mémoire de forme se comportent assez différemment des matériaux conventionnels. Afin d'exploiter pleinement les caractéristiques du Nitinol pour diverses applications, il est nécessaire d'avoir une bonne compréhension de son comportement. Les différents paramètres qui contrôlent le comportement de cet alliage sont présentés dans la figure 21 ci-dessous.

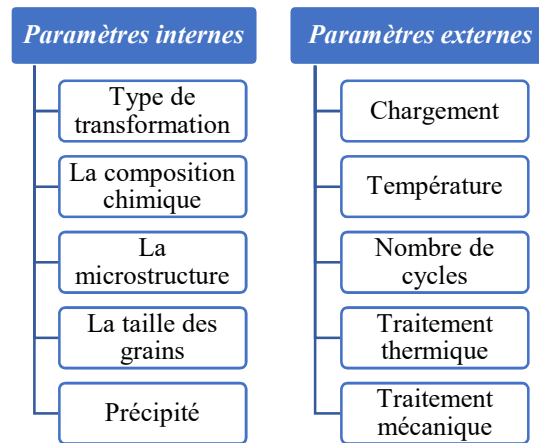


Figure 21: Paramètres contrôlant le comportement des alliages à mémoire de forme NiTi.

Depuis leur découverte au début des années 1960, les alliages à mémoire de forme à base nickel-titane ont fait l'objet de nombreuses études, ce qui a grandement amélioré la compréhension de leur comportement mécanique (pseudo élastique et effet mémoire de forme)¹⁰¹. Le Nitinol présente une bonne biocompatibilité¹⁰² ainsi que d'excellentes performances mécaniques¹⁰³. Le Tableau 3 illustre les différentes propriétés de l'alliage Nickel-Titane.

Masse volumique (g.cm ⁻³)	6,4-6,5
Module de Young en traction E (GPa)	70-98 (A)/ 20-35 (M)
Limite d'élasticité austénite (MPa)	100-800
Limite d'élasticité martensite (MPa)	50-300
Limite de la rupture (MPa)	800-1500
Conductivité thermique (W/m. K)	16
Températures de transformation	-200 à +120
Enthalpie de transformation (J.g ⁻¹)	19-28
Hystérésis de la transformation (°C)	20-40
Déformation maximale en traction récupérable par mémoire (%) (monocristal)	6-8
Déformation superélastique (%) / monocristal	10
Température de fusion (°C)	1240-1310

Conductivité thermique (W/m.K)	18 (A)/ 8,6 (M)
Résistance à la corrosion	Excellente
Densité (kg/mm ³)	6450
Résistance à la traction (MPa)	1450

Tableau 3 : Propriétés mécaniques de l'alliage NiTi^{104 105}.

De nombreuses recherches se sont penchées sur l'étude des propriétés mécaniques des alliages NiTi, explorant ainsi divers aspects du comportement liés à la transformation martensitique qui en découle. Le graphique de la Figure 22 résume le comportement global d'un alliage à mémoire de forme et présente sa dépendance à la température, à la contrainte appliquée et au niveau de déformation associé. En dessous de la température de transformation martensitique M_f , l'alliage présente un effet de mémoire de forme (EMF). Les déformations dues à une contrainte appliquée sont récupérées en chauffant le matériau au-dessus de la température A_f . A une température supérieure à A_f , le Nitinol se présente sous sa phase austénitique. Ainsi, lors du chargement mécanique, la martensite induite par la contrainte se développe comme indiqué dans la Figure 8. Lors de la décharge, une transformation inverse s'opère et la martensite se retransforme en austénite à une contrainte inférieure, ce qui entraîne un comportement superélastique. La relation contrainte-déformation non linéaire qui en résulte se traduit par une hystérésis. Pour des températures encore plus élevées (au-dessus de M_d), l'alliage NiTi présente un comportement élastoplastique ordinaire.

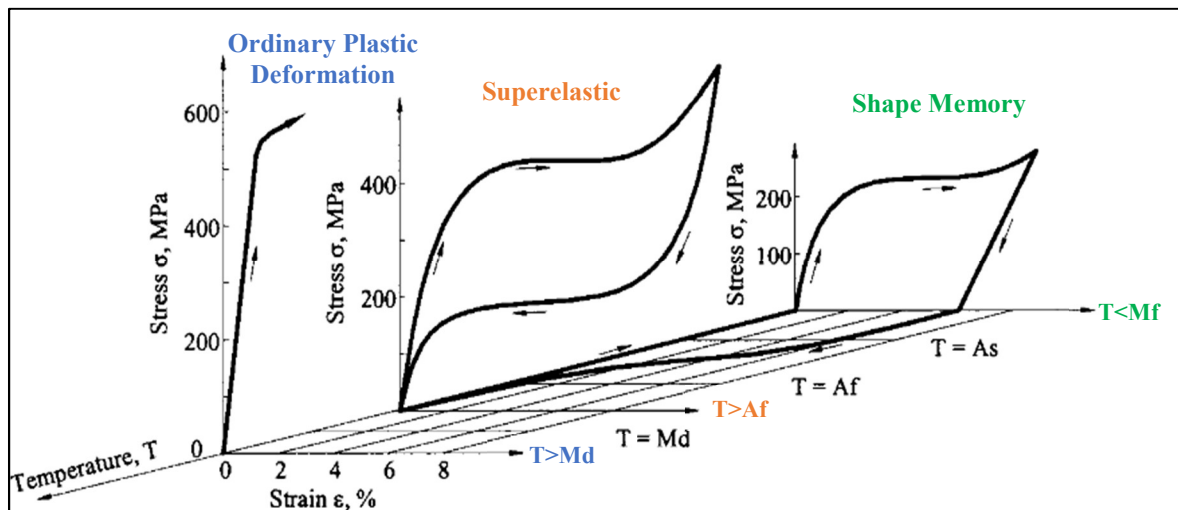


Figure 22: Diagramme contrainte-déformation-température montrant le comportement thermomécanique de l'alliage NiTi¹⁰⁶.

La Figure 23 permet de comprendre le processus de génération de la phase martensitique ainsi que le maillage lors de la déformation. Elle présente l'évolution de la microstructure d'un alliage nickel-titane lors d'un essai de traction uniaxiale. Avant l'essai, les éprouvettes ont été trempées dans de l'azote liquide pour garantir que la transformation martensitique soit terminée

après le refroidissement (transformation complète). Par conséquent, dans ce cas précis, l'état initial du NiTi est martensitique. Avant d'atteindre le plateau de contrainte, certaines macles de martensite subissent une réorganisation en réponse à la charge externe appliquée (Figure 23-image 1). Après avoir atteint une déformation de 1,2 %, on observe la formation de bandes cohérentes et parallèles dans les plaques de martensite. La deuxième région s'étend du début du plateau de contrainte jusqu'à sa fin (Figure 23-images 2, 3 et 4). Ce processus de déformation se caractérise par une brusque diminution de la contrainte au début du plateau de contrainte, suivie d'une zone de contrainte relativement constante, puis d'une augmentation de la contrainte à la fin. D'un point de vue macroscopique, cette zone montre une déformation locale spécifique.

En poursuivant la déformation au-delà du plateau de contrainte (image 5), on peut anticiper une nouvelle réorientation des macles martensitiques et une réduction supplémentaire de celles à la force appliquée. Ces macles moins favorables pourraient être celles dont les orientations ne sont pas parfaitement alignées avec la direction de la force externe exercée lors de la déformation. La réduction de ces macles moins favorables implique une diminution de leur contribution à la résistance mécanique du matériau. Dans cette région, la déformation des macles de martensite est accompagnée d'une nouvelle augmentation de la contrainte appliquée. Simultanément, la génération d'une forte densité de dislocations se produit. Il est également important de noter que toutes les plaques de martensite ne se réorientent pas en suivant les limites des plaques. Cela signifie que des déformations plastiques se produisent au sein des plaques de martensite qui présentent des orientations défavorables par rapport à la contrainte appliquée. À mesure que la déformation augmente jusqu'à atteindre environ 12 %, une haute densité de dislocations s'accumule au sein des grains. À ce stade, il devient manifeste que la majeure partie des plaques de martensite a été entièrement démêlée.

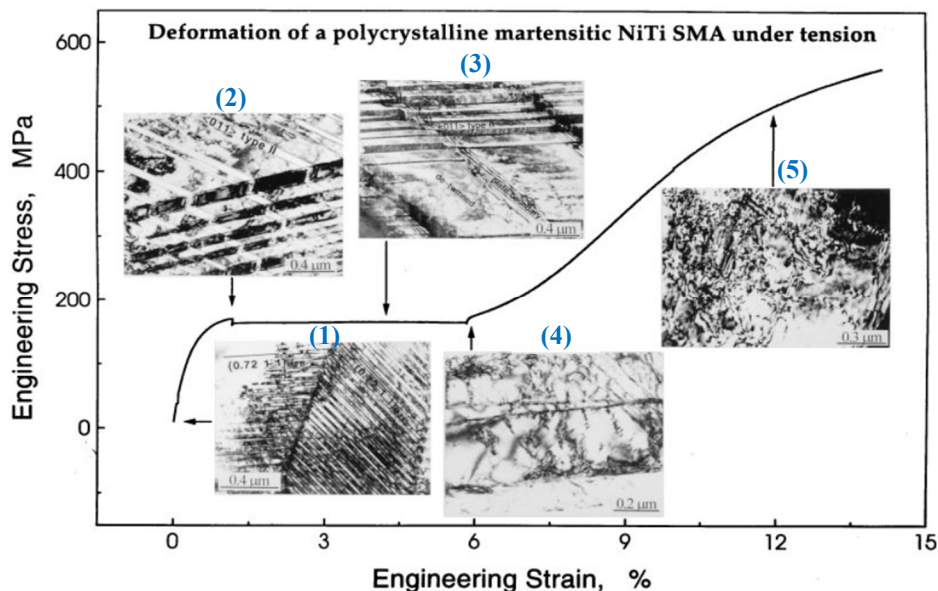


Figure 23: Déformation de macles de martensite sous chargement mécanique dans un alliage NiTi : (1) État avant déformation, (2) Accommodation inélastique des macles, (3) Réorientation de la martensite, (4) Réorientation des variantes de martensite et démaclage, (5) Apparition de dislocations entraînant une déformation plastique¹⁰⁷.

Malgré le grand nombre de travaux menés sur le comportement mécanique des alliages NiTi, il reste encore de nombreux points à étudier et à éclaircir, notamment en ce qui concerne leur comportement thermomécanique sous chargement cyclique.

Les études portant sur les effets du traitement mécanique ont été principalement consacrées à l'évolution de la microstructure et du comportement des alliages à mémoire de forme. Bien que quelques publications aient abordé les alliages NiTi, ces travaux restent insuffisants pour appréhender pleinement le comportement du Nitinol après traitements mécaniques. Comme mentionné dans la Figure 21, les traitements mécaniques influencent et contrôlent le comportement de cet alliage comme pour la plupart des matériaux. Dans le cadre de notre étude, nous nous pencherons sur le comportement thermomécanique du Nitinol après un traitement mécanique spécifique visant à induire une nanocristallisation de surface.

Parmi les diverses approches étudiées pour la nanocristallisation de surface, certaines méthodes ont suscité un vif intérêt dans la littérature. Ces méthodes comprennent notamment les techniques de revêtement de surface pour la nanocristallisation telles que le dépôt de surface, les approches de nanocristallisation de surface hybride et l'auto-nanocristallisation de surface. Le processus d'auto-nanocristallisation de surface implique une transformation de la couche superficielle du matériau en une phase nanocristalline, induite par activation mécanique résultant d'un traitement mécanique spécifique provoquant une déformation plastique sévère (SPD). La déformation plastique sévère entraîne une déformation localisée ainsi qu'un affinement des grains. Parmi les méthodes couramment utilisées pour l'affinement des grains par déformation plastique sévère, nous pouvons citer le traitement de grenailage ultrasonore (SMAT).

Dans notre étude, nous nous focaliserons sur l'analyse de l'impact du traitement SMAT sur le comportement thermomécanique de l'alliage NiTi. La seconde partie de ce chapitre consistera à examiner en détail le fonctionnement du procédé SMAT, en mettant en lumière les divers mécanismes de déformation associés à l'évolution de la microstructure résultant de ce traitement. Nous aborderons également l'influence des paramètres du traitement sur les propriétés mécaniques des matériaux.

Partie 02 : Le traitement de nanocristallisation superficielle -SMAT

1. Le procédé SMAT

Le Procédé SMAT « Surface Mechanical Attrition Treatment » est une technique permettant de générer une couche nanocristalline à la surface d'un matériau traité. Ce traitement a été appliqué à de nombreux métaux en vue d'une amélioration de leurs propriétés mécaniques, telle que la limite élastique, la dureté ou encore la résistance à la fatigue ^{108 109 110 111}. Ce traitement de surface entre dans la catégorie des procédés de déformation plastique sévère ¹¹² appelés communément procédés SPD (*Severe Plastic deformation*).

Le principe de fonctionnement du procédé SMAT consiste à placer une quantité de billes parfaitement sphériques dans une enceinte de traitement. Le diamètre de ces billes, qui sont la plupart du temps en acier 100Cr6, se situe entre 1 et 3 mm. Lors du traitement, ces billes sont mises en mouvement à l'aide d'une sonotrode animée d'un mouvement vibratoire à travers un générateur ultrasonore. En raison de la haute fréquence de vibration (20 KHz), les billes animées d'un mouvement brownien entrent en résonance et viennent impacter la surface de l'échantillon avec des directions aléatoires. Ces impacts répétés à la surface du matériau entraînent une forte déformation plastique ainsi qu'un taux de déformation élevé à l'origine de l'activation d'un mécanisme de raffinement microstructural du matériau.

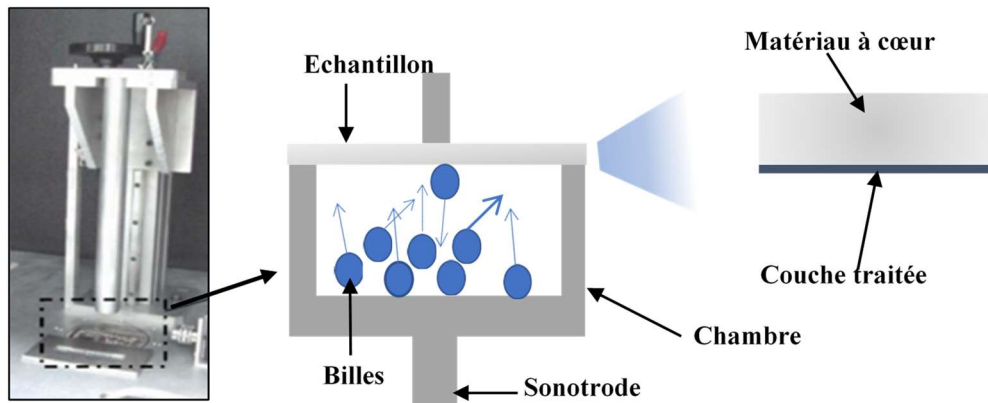


Figure 24: Illustration du procédé de traitement SMAT.

Cette modification structurale s'opère sur un certain volume de matière avec la particularité d'être relativement poussée à l'extrême surface directement impactée par les billes. Ainsi, en fonction des conditions de traitement, il est possible de générer en extrême surface une microstructure caractérisée par une taille de grain nanométrique.

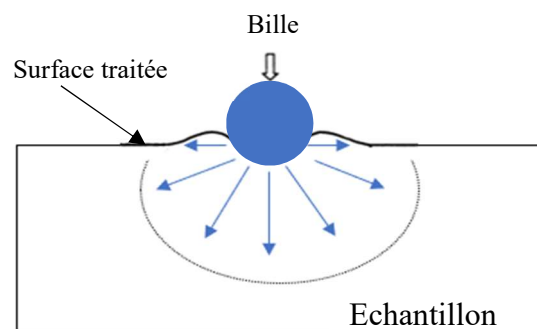


Figure 25: Déformation plastique localisée causée par l'impact de la grenaille dans la couche superficielle.

Une des particularités du SMAT est qu'après traitement, le matériau aura été impacté un grand nombre de fois au même endroit sur une durée de temps relativement courte. Ce traitement permet d'atteindre des taux de recouvrement très supérieurs à ceux atteints lors de traitements plus conventionnels de type shot-peening. Comme le montre la figure ci-dessous (Figure 26), le traitement SMAT peut affecter le matériau sur une profondeur pouvant atteindre plusieurs centaines de micromètres. On observe une décroissance de la déformation plastique

induite ainsi que du taux de déformation en partant de l'extrême surface traitée jusqu'au cœur du matériau. En fonction des matériaux considérés et des mécanismes de raffinement en œuvre, nous pouvons remarquer qu'après traitement, le matériau se présente tel un matériau multicouche. En effet, on observe sous la couche nanocristalline superficielle où la taille de grain est extrêmement fine. Le raffinement microstructural induit avec ce traitement de surface a été validé sur des métaux purs comme le fer, le cuivre et l'aluminium, ou alors sur des alliages^{113 114}.

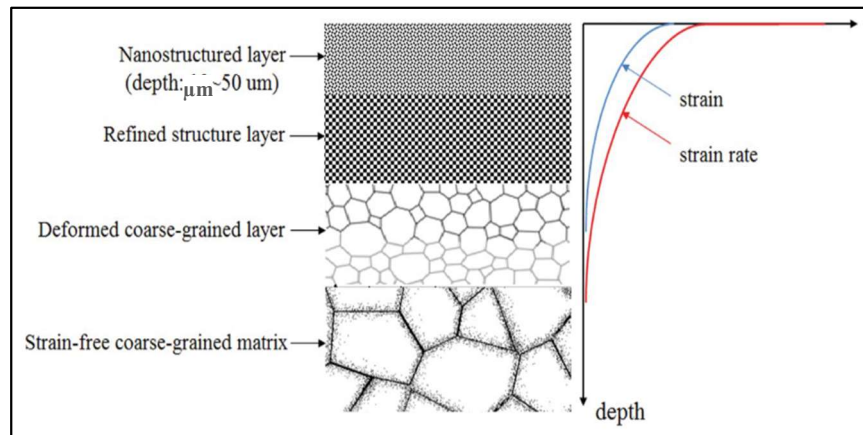


Figure 26: illustration schématique des caractéristiques de la microstructure, la distribution de déformation et de vitesse de déformation en fonction de la profondeur et dans la couche superficielle soumise au SMAT¹¹⁵.

Les principales variables du procédé SMAT ayant un effet sur l'épaisseur de la couche affectée ou encore sur le niveau de raffinement microstructural atteignable sont la taille des billes, le temps de traitement, l'amplitude de vibration de la sonotrode et la température de traitement.

Le traitement SMAT est reconnu comme une méthode originale de génération d'une couche nanocristalline sur des matériaux métalliques. En effet, cette technique est simple à mettre en œuvre en comparaison aux autres procédés SPD de type ECAP¹¹⁶ ou HPT¹¹⁷. En fonction des conditions de traitement, il engendre la génération d'une couche nanocristalline sans modification de la composition chimique du matériau traité¹¹⁸.

	<i>Surface mechanical attrition treatment SMAT</i>	<i>Références</i>
Effet principal	Nanostructuration de surface	119 120 121
Propriétés améliorées	Mécaniques (dureté, résistance à l'abrasion, fatigue).	110
Epaisseur typique nanostructurée	Quelques dizaines de µm	110
Taille de billes	Grosses billes (= ou > 2mm)	110
Vitesse de tir	Faible (2–5 m/s)	122
Taille de pièce	Limitée	110
Temps de traitement	Quelques dizaines de minutes	110
Direction du traitement	Impacts aléatoires	113

Tableau 4 : Les caractéristiques du procédé SMAT.

2. Effet du traitement SMAT sur la microstructure des matériaux

Après une présentation générale du traitement SMAT, le présent paragraphe décrit les mécanismes de raffinement microstructuraux à l'origine du processus de nanocristallisation.

Après traitement SMAT de matériaux métalliques on observe en fonction des conditions de traitement, la génération d'une couche nanocristalline en extrême surface, zone où la microstructure est communément caractérisée par des tailles de grains se situant dans le régime ultrafin (< 500 nm) voir nanométrique. L'effet du traitement s'atténuant en profondeur, on identifie une couche de transition intermédiaire se situant entre la couche nanocristalline et le matériau à cœur vierge de toute déformation induite par le SMAT¹²³. La couche de transition est caractérisée par un gradient de taille de grains évoluant du régime sub-micrométrique proche de la surface du matériau au régime micrométrique correspondant à la taille de grains du matériau initial. Cette couche porte également les traces d'un haut niveau de déformation plastique induit par le traitement (Figure 26). Les mécanismes de déformation à l'œuvre lors du traitement SMAT dépendent fortement de la structure cristalline des matériaux¹²⁴ et de l'énergie de défauts d'empilements (*Stacking Fault Energy – SFE*) (Tableau 5). Plusieurs auteurs ont étudié les mécanismes de raffinement de la microstructure après traitement SMAT. *Bahl et al* ont étudié le mécanisme de nanocristallisation dans un acier 316 L après SMAT en étudiant le rôle des bandes de cisaillement et le processus de formation de microbandes dans la couche nanocristalline. Ils ont rapporté que les bandes de cisaillement subissent un maillage de recristallisation et une recristallisation dynamique, ce qui a pour effet la génération de grains ultrafins contrairement au processus opérant dans les aciers à faible SFE, à savoir les intersections de macles¹²⁵. L'étude a mis en évidence que le renforcement de la microstructure traitée par SMAT est étroitement lié à deux facteurs essentiels : la densité de dislocation et la taille des grains. La capacité d'une dislocation présente dans un cristal à glisser sur un plan de glissement donné est en grande partie régulée par l'énergie de défauts d'empilements (SFE).

Matériaux	Structure cristalline	SFE	Mécanisme de raffinement de la microstructure dominé	Références
Ti	hcp	Élevé (>300 mJ·m ⁻²)	Recristallisation dynamique (En raison du système de glissement moins important, le maillage est le principal mécanisme de déformation au stade initial, puis des sous-grains fortement désorientés se forment)	126
AISI 304 acier inoxydable	fcc	Faible (16,8 mJ m ⁻²)	Maillage mécanique et transformation martensitique	127
Cu	fcc	Moyen (70–78 mJ m ⁻²)	Mécanisme combiné des activités de dislocation et de la maillage mécanique	128

Tableau 5: Mécanismes de raffinements microstructuraux dans les métaux ou alliages nanostructurés en surface.

Lorsque la SFE est faible, cela implique que la mobilité des dislocations au sein du matériau est réduite. En revanche, lorsque la SFE est élevée, le matériau ne peut subir une déformation que par le glissement des dislocations. Cela conduit à la formation de sous-grains à mesure que les dislocations se réorganisent sous l'effet d'une déformation supplémentaire. De plus, l'augmentation de la SFE favorise la création de murs de dislocation et d'enchevêtrements de dislocation résultant de glissements croisés simples.

*Thomas Wegener et al*¹²⁹ ont analysé un échantillon de 316L qui présentait diverses microstructures suite à un traitement de surface SMAT. Ils ont synthétisé leurs conclusions en élaborant un schéma illustrant comment la microstructure évolue le long d'une coupe transversale d'un échantillon soumis au traitement SMAT (Figure 27). À proximité immédiate de la surface, soit à une profondeur d'environ 25 à 50 μm des nanocristallites ont été détectés. En revanche, à mesure que l'on s'éloigne de la surface, à une distance d'environ 100 à 150 μm , on a observé la présence de nanotwins mécaniquement induits au sein des grains, avec une épaisseur moyenne d'environ 100 nm.

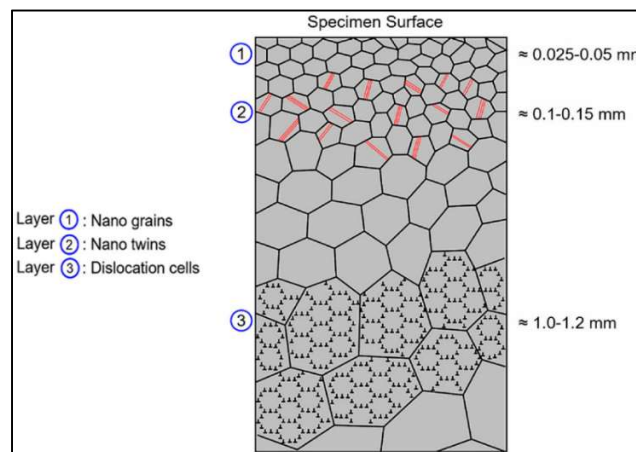


Figure 27: Schéma de la microstructure de l'échantillon 316L traité SMAT¹³⁰.

De par la loi de *Hall-Petch*, nous savons que la taille de grains dans un matériau polycristallin est un paramètre majeur influençant ses propriétés mécaniques en commençant par la limite élastique. Les alliages à mémoire de forme et l'alliage NiTi en particulier qui fait l'objet de la présente étude ne déroge pas à la règle¹³¹. *T. Hu* et al ont montré l'effet du SMAT sur la microstructure et l'évolution de la taille des grains de l'alliage NiTi¹³² après une durée de 60 min de traitement. Comme le montre les micrographies de la Figure 28, la microstructure de l'alliage NiTi avant SMAT est constituée de gros grains d'une taille moyenne de 50 μm .

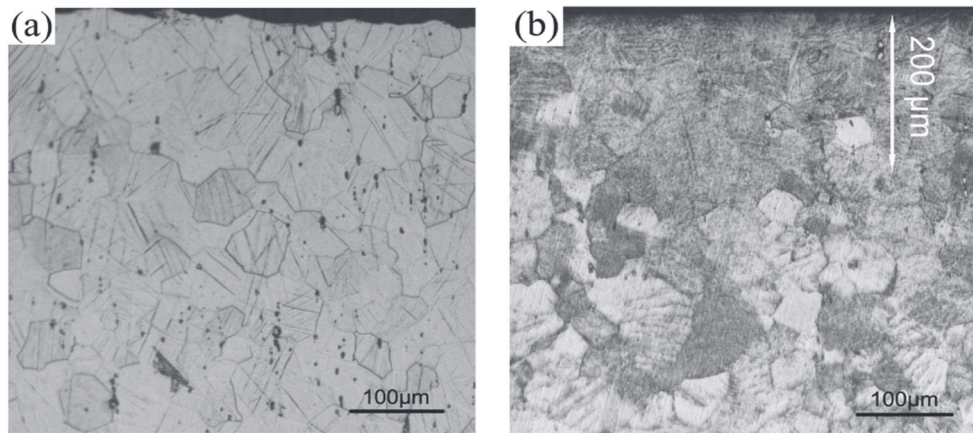


Figure 28: Micrographies optiques d'un échantillon NiTi (a) avant et (b) après SMAT¹³³.

Les auteurs ont observé que la couche superficielle fortement déformée à plus de 200 μm de la surface traitée contient des nanocristallites. Ils attribuent la formation de ces nano grains au phénomène de transformation de phase induit au niveau des couches superficielles supérieures (Figure 29(a)). Ils mettent également en évidence la présence d'une couche de transition dont les propriétés varient avec la profondeur en fonction de la surface traitée. La structure à phases graduées dans le NiTi se réfère à un arrangement graduel ou progressif des phases à l'intérieur du matériau, généralement entre la phase austénitique et la phase martensitique. Cette structure peut être le résultat de phénomènes tels que la transformation martensitique et la transformation inverse, qui se produisent en réponse à une déformation plastique sévère.

Suite aux résultats obtenus par *Hu et al* lors de leur étude, nous pouvons résumer l'évolution microstructurale et la transformation de phase se produisant à différentes profondeurs d'un NiTi après SMAT comme suit :

- **Surface supérieure (5-15 μm)** : Zones distinctes de phases nanocristallines (phase austénite) et amorphes (Voir Figure 29(a))
- **20 μm –40 μm** : Mélange de grains nanométriques (phase B2 + B19') -Voir Figure 29 (b)-
- **50 μm –100 μm** : Grains lamellaires affinés ultrafins et apparition de la phase amorphe (Figure 29 (c)).
- **120 μm –160 μm** : bandes de martensite avec des largeurs de 40 à 200 nm (B19') -Voir Figure 29(d)-
- **180 μm –220 μm** : Gros grains avec une forte densité de dislocations B2 (Figure 29 (e)).

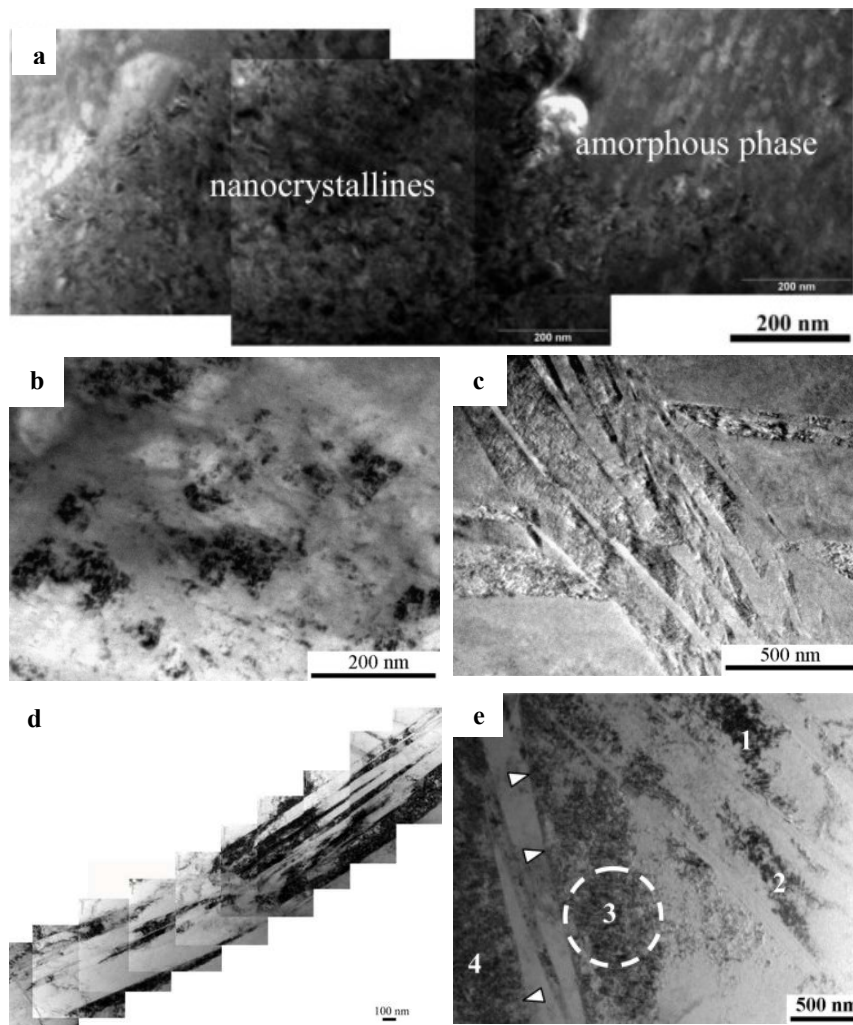


Figure 29 : Micrographies MET acquises à diverses profondeurs de l'alliage NiTi ¹³⁴.

L'évolution de la microstructure avec la profondeur d'un échantillon NiTi SMATé a également été analysée par Diffraction des Rayons X-DRX (Figure 30(a)). Aucune phase B19' et aucune autre phase précipitée ne sont visibles sur le diffractogramme avant et après traitement SMAT. Lorsque l'échantillon a été traité par SMAT pendant 1h, les intensités des pics de diffraction de Bragg B2 (110) et B2 (211) diminuent tandis que les pics s'élargissent de manière significative, ce qui peut être dû au raffinement du grain ou alors indiquer l'apparition de grandes quantités de défauts dans la couche superficielle de l'échantillon ¹³⁵.

Une étude a été menée pour examiner les variations de phases pendant le traitement SMAT sur l'alliage NiTi. Les résultats, illustrés en Figure 30(b), montrent que le matériau brut présente uniquement un pic de diffraction B2 (110). Cependant, après seulement 1 minute de traitement SMAT, un pic de B19' apparaît au voisinage d'un pic B2, dont l'intensité augmente avec le temps de traitement jusqu'à 5 minutes. Par la suite, l'intensité du pic de B19' diminue avec une durée de traitement supplémentaire. Ceci suggère que la déformation suffisante peut entraîner la réduction de la quantité de martensite dans l'alliage NiTi, probablement en raison de la transformation inverse de la martensite. Les variations de la phase B19', révélées à la fois

par la diffraction des rayons X et l'observation au MET, montrent des tendances similaires. Le schéma représenté dans la Figure 30(c) décrit les phases dans la couche de surface après le traitement SMAT. La phase B2 est prédominante en surface, suivie d'une couche transitoire contenant à la fois les phases B2 et B19'. Plus en profondeur, seule la phase B19' est présente. Près du matériau à cœur, la phase B2 est à nouveau présente, suggérant qu'il n'y a pas de transformation de la phase B2 en B19' lorsque la contrainte est faible. La formation de cette structure de phase graduelle dans le NiTi après la déformation inélastique peut être expliquée par la martensite ainsi que par sa transformation inverse.

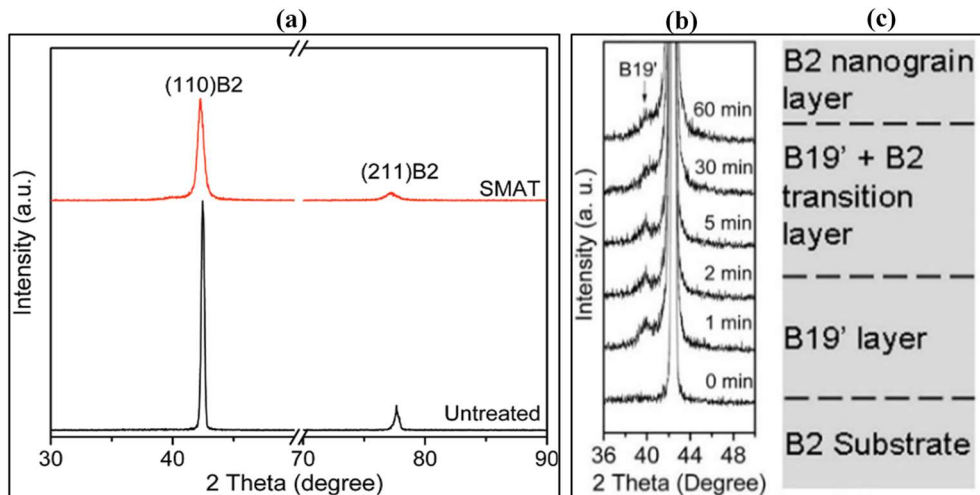


Figure 30: (a) (b) Profils DRX de l'alliage NiTi avant et après SMAT (c) diagramme de la structure de phase graduée dans la surface du NiTi SMATé ^{136 137}.

T. Hu *et al* ont également étudié par DRX un échantillon de NiTi SMATé pour différents temps de traitement, comme le montre la Figure 31. L'échantillon avant traitement (0 min) présente la phase principale B19' en plus d'une petite quantité de précipités. Après traitement SMAT, on observe la formation de la phase austénitique B2 caractérisée par un pic de diffraction (plans (110)), dont l'intensité augmente avec le temps de traitement. Par ailleurs, l'intensité du pic de la phase B19' diminue avec la durée du traitement indiquant une transformation de phase M-A. Cela indique qu'une contrainte suffisante peut conduire à la réduction du pourcentage de martensite dans l'alliage NiTi, probablement en raison de la transformation réversible de cette phase.

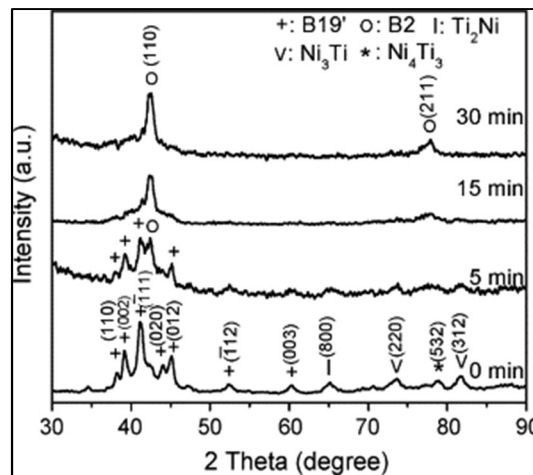


Figure 31 : Profil DRX du NiTi avant et après SMAT pour différentes durées de traitement ¹³⁸.

3. Les propriétés mécaniques après SMAT

Les propriétés mécaniques d'un matériau dépendent fortement de sa microstructure du fait des interactions des dislocations et autres défauts internes ou frontières, tels que les défauts d'empilement, les joints de grains et les joints de macles ^{139 140}.

Comme explicité plus haut, le traitement SMAT s'avère avoir un effet significatif sur la restructuration de la microstructure de diverses variétés de matériaux conduisant à l'amélioration de leurs propriétés mécaniques ^{141 142 143}. Une quantité importante d'études de la littérature se sont intéressées à la caractérisation de propriétés mécaniques des matériaux ayant subi un traitement de nanocrystallisation superficiel par SMAT. Nous proposons ici une brève revue des principales études mettant en évidence l'impact du traitement SMAT sur l'amélioration des propriétés mécaniques des matériaux traités, notamment la dureté, la limite élastique et la résistance mécanique.

a) Dureté

La dureté est une des propriétés mécaniques importantes dans l'étude de comportement mécanique des matériaux. Plusieurs travaux portant sur divers matériaux métalliques comme les alliages de nickel ¹⁴⁴, de titane ¹⁴⁵, les aciers ^{146 147} ont montré qu'il existe une nette augmentation de la dureté après traitement SMAT ¹⁴⁸. Cette évolution de dureté est cohérente avec la dépendance de type *Hall-Petch* entre la dureté et le libre parcours moyen des dislocations ¹⁴⁹. Ainsi, dans la couche nanostructurée générée en extrême surface après traitement SMAT, on observe une dureté extrêmement élevée pouvant atteindre 9 GPa pour un acier inoxydable de type 316L, ce qui est environ 3 fois supérieur à la dureté du matériau de base (Figure 32 (b)). Ensuite, on observe une diminution progressive de la dureté à travers la couche de transition pour atteindre la valeur de la dureté du matériau de base dans la couche non affectée par la traitement. L'augmentation significative de la dureté à proximité de la surface d'un échantillon traité par SMAT s'explique en grande partie par un raffinement microstructural poussé pouvant atteindre le régime nanométrique.

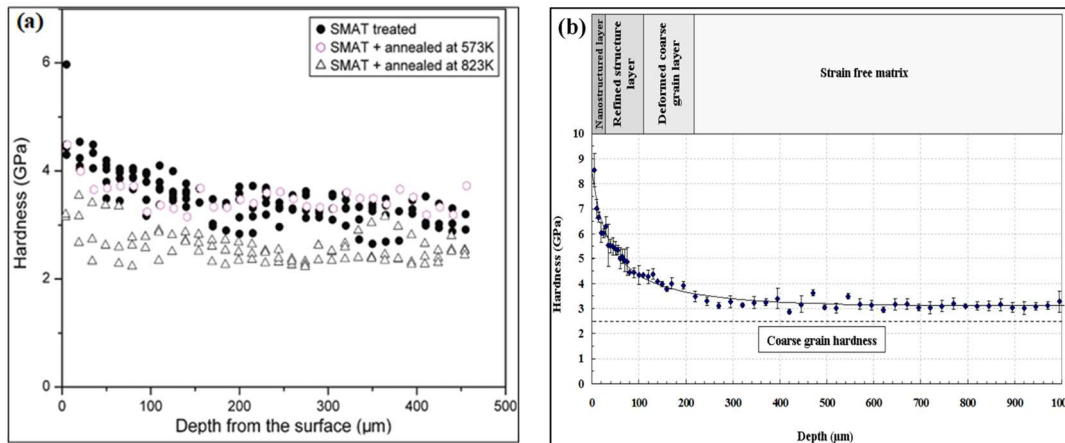


Figure 32: Évolution de la dureté (a) d'un alliage NiTi SMATé pendant 60 min¹⁵⁰, (b) d'un acier 316L SMATé pendant 30 min¹⁵¹.

L'augmentation de la dureté peut être attribuée à plusieurs facteurs comme la transformation de phase, l'écroissage induit par le traitement mais également au raffinement de la taille des grains. Au même titre que la limite élastique, il est possible de relier la valeur de la dureté du matériau en fonction de la taille des grains à partir d'une loi de type *Hall-Petch* :

$$H_v = H_0 + Kd^{-1/2}$$

H_v : la dureté,

H_0 : la dureté initiale,

K : une constante,

d : la taille des grains.

L'étude menée par *Yang* et ses collaborateurs a examiné la corrélation entre la dureté d'un échantillon traité par SMAT et la taille moyenne des grains¹⁵² sur un cuivre pur. Ils ont montré que la diminution de la taille des grains, en particulier dans la couche proche de la surface traitée, est attribuée au traitement SMAT qui induit un raffinement des grains à l'échelle nanométrique par rapport au matériau à cœur qui conserve une taille de grains micrométrique.

L'amplitude de vibration de la sonotrode lors du traitement SMAT a un effet sur l'épaisseur de la couche affectée, mais n'affecte pas les niveaux de dureté atteints dans la couche de surface nanostructurée¹⁵³. La Figure 33(a) présente le profil de microdureté obtenu sur un acier inoxydable soumis à un traitement SMAT pour deux niveaux d'amplitude de vibration de la sonotrode. (25µm et 50µm). On constate qu'il n'y a pas de différence appréciable au niveau de la mesure de dureté entre les deux conditions testées proche de la surface supérieure traitée, puisqu'on atteint une valeur de dureté sensiblement équivalente (4,5 GPa)¹⁵⁴. On observe pour ces deux conditions de traitement SMAT, une diminution progressive de la dureté en fonction de la profondeur par rapport à la surface traitée. Toutefois, on note que les niveaux de dureté atteints à travers la couche de transition restent nettement supérieurs pour les traitements

réalisés à 50 μm d'amplitude. Par ailleurs, cette condition de traitement entraîne également une épaisseur plus importante de la couche affectée.

Plusieurs auteurs ont également étudié l'effet du temps de traitement sur l'évolution de la microdureté après traitement SMAT comme illustré sur la Figure 33(b). On y analyse l'effet du temps de traitement sur l'évolution de la microdureté à travers la section droite d'un échantillon en TiNbZrFe. Ainsi, trois conditions ont été étudiées (10min, 30min et 60min). On constate que plus le temps de traitement augmente, plus les niveaux de dureté générés dans le matériau sont élevés. Même si l'effet du SMAT semble se stabiliser entre 30 et 60 min de traitement, on note une nette évolution du profil de dureté entre 5 et 30 min de traitement. Ceci peut s'expliquer à la fois par l'atteinte d'un seuil de saturation au niveau de l'épaisseur de la couche nanocristalline et à la stabilisation du niveau d'écroutissage dans le matériau.

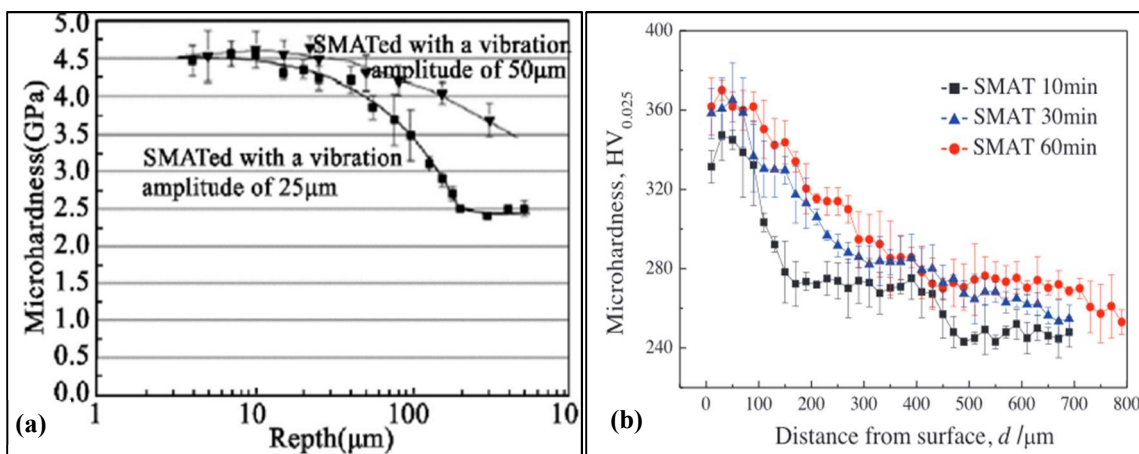


Figure 33: variations de la microdureté avec la profondeur par rapport à la surface SMATée (a) en fonction de vibration d'amplitude¹⁵⁵, (b) en fonction de temps de traitement¹⁵⁶.

b) Résistance à la traction

Ces derniers temps, la demande industrielle de matériaux capables de fonctionner efficacement dans des conditions extrêmes a considérablement augmenté. Cette demande croissante a incité les experts en métallurgie à se pencher sur le développement de nouveaux types de matériaux résistants. En d'autres termes, il est devenu essentiel de développer des matériaux capables de résister aux contraintes extérieures par génération d'une couche protectrice.

D'après les études présentes dans la littérature, le traitement SMAT améliore significativement la limite élastique des matériaux métalliques, et, à ce titre, influence leur comportement. La Figure 34 présente des courbes de traction obtenues respectivement sur un échantillon en acier inoxydable 316L brut et un échantillon traité 1h. On note que le traitement a conduit à une très nette augmentation de la limite élastique du matériau, puisqu'après SMAT on relève une valeur d'environ 600-650 MPa, ce qui est plus de 2 fois supérieur à la limite d'écoulement plastique du matériau brut. Par ailleurs, on note une chute de l'allongement à la rupture du matériau. Même si l'allongement à la rupture du matériau reste acceptable pour des

applications industrielles classiques, notons tout de même que la capacité du matériau à s'allonger a été réduite d'un coefficient supérieur à 2.

Comme pour la dureté, l'amélioration de la tenue mécanique des matériaux traités peut s'expliquer par la génération de la couche nanocristalline ainsi que par le haut niveau d'écrouissage induit par le SMAT^{157 158 159}. Un matériau traité sera donc plus dur et plus résistant, mais il perd également de sa ductilité.

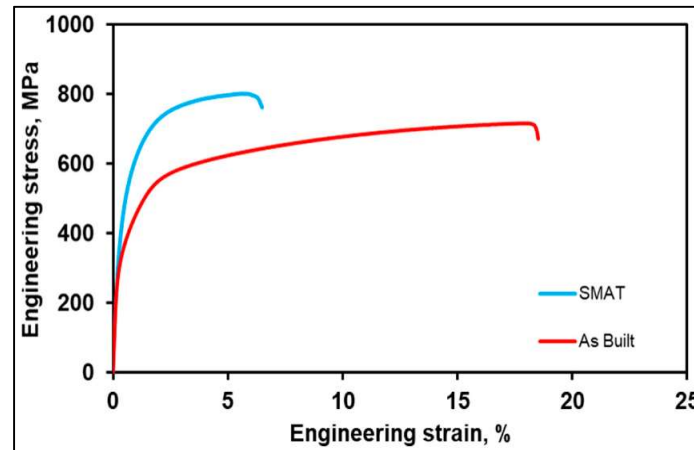


Figure 34: Courbe contrainte-déformation ingénieur d'échantillons SS 316L brut et après 60 min de traitement SMAT¹⁶⁰.

La Figure 35 présente les courbes de traction obtenues sur un acier inoxydable 316L traité avec trois différents temps de traitement (5 min, 15min et 30 min). On constate que le niveau de résistance atteint après SMAT dépend fortement du temps process. Ainsi, après 30 min de traitement, la limite élastique de cet acier avoisine les 700 MPa, ce qui est environ 2,5 fois supérieur à la limite élastique de l'acier de base (290 MPa). On constate également que sur l'intervalle de temps de traitement considéré dans cette étude (0-30 min), plus le temps de traitement est long, plus élevée est la limite élastique.

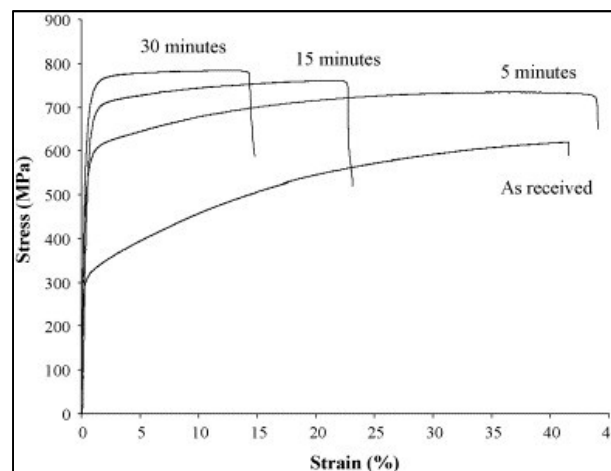


Figure 35: Effet du temps de traitement sur les propriétés de traction de l'acier inoxydable traité par SMAT¹⁶¹.

c) Contraintes résiduelles

Lors du traitement de nanocristallisation superficielle SMAT, les contraintes résiduelles se forment principalement en raison de la déformation plastique induite par les impacts répétés à la surface du matériau¹⁶². Ce processus entraîne une déformation inhomogène, où les couches superficielles du matériau subissent une déformation maximale tandis que les couches sous-jacentes restent relativement moins déformées. Cette redistribution inégale conduit à l'établissement de contraintes résiduelles dans le matériau. Ces contraintes résiduelles peuvent influencer significativement les propriétés mécaniques du matériau, en particulier sa résistance à la corrosion, sa dureté et sa résistance à la fatigue.

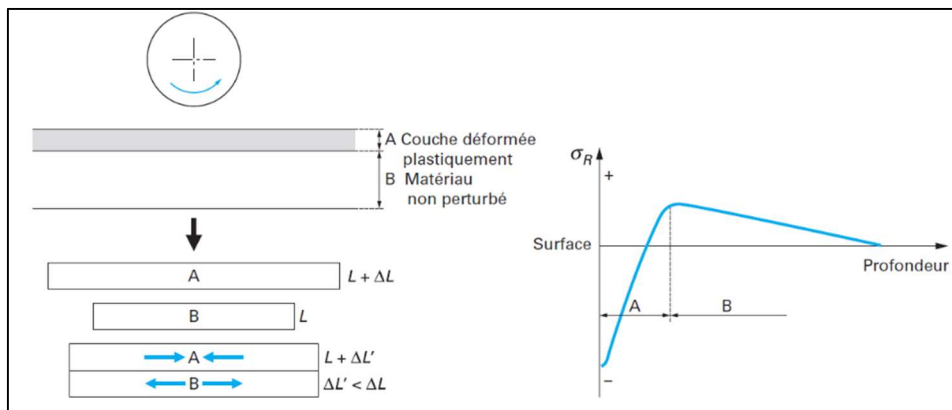


Figure 36: Illustration schématique de la génération des contraintes résiduelles lors du SMAT¹⁶³.

Les contraintes résiduelles de compression, générées par des procédés tels que le traitement SMAT, jouent un rôle crucial dans la résistance à la rupture des matériaux¹⁶⁴. En effet, la propagation des fissures à la surface d'un matériau est un mécanisme commun de défaillance. Cependant, la présence d'un champ de contraintes résiduelles de compression exerce une pression interne qui tend à refermer les fissures et à limiter leur propagation à travers le matériau¹⁶⁵. Ainsi, les contraintes résiduelles de compression contribuent significativement au renforcement et à la durabilité des matériaux travaillant en fatigue.

En outre, les études précédentes¹⁶⁶ ont montré que le SMAT pouvait également réarranger les contraintes résiduelles de traction initialement présentes à proximité de la surface du matériau, et par ce biais, améliorer les propriétés mécaniques.

La distribution des contraintes résiduelles en profondeur après traitement SMAT est présentée dans la Figure 37. On peut observer que le SMAT génère un champ de contraintes résiduelles de compression, avec un pic de contrainte atteignant environ -400 MPa proche de la surface de l'acier SS400¹⁶⁷. La couche contenant ces contraintes résiduelles s'étend jusqu'à une profondeur maximale d'environ 600 μm à partir de la surface, en conséquence des déformations plastiques sévères induites en surface par le SMAT. Une partie des contraintes résiduelles de compression due au SMAT est relâchée pendant les premiers cycles de l'essai de fatigue. Par ailleurs, une légère relaxation se produit après les essais de fatigue dans la région nanostructurée. Sur cette base et en gardant à l'esprit la référence¹⁶⁸, on peut affirmer que dans

l'échantillon SMATé, La majeure partie de la relaxation des contraintes résiduelles dans l'échantillon SMATé se produit pendant les essais de fatigue. Cependant, il est important de noter que seule la partie des contraintes résiduelles qui persiste après ces essais de fatigue contribue réellement à l'amélioration de la résistance à la fatigue de l'échantillon SMATé.

La présence de la couche nanostructurée, d'une couche de transition fortement écrouie conjuguée à un champ de contraintes résiduelles de compression élevé entraine une amélioration significative des propriétés mécaniques des matériaux sous diverses conditions de chargement^{169 170 171}.

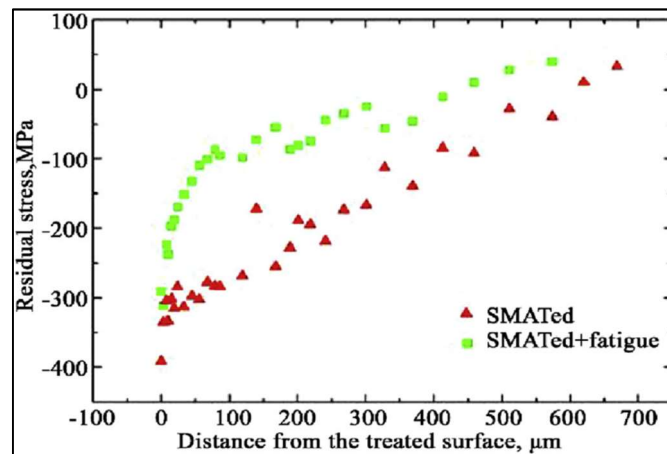


Figure 37 : Répartition des contraintes résiduelles en fonction de la profondeur après SMAT et redistribution des contraintes résiduelles après essais de fatigue¹⁷².

Dans cette section, il est clairement démontré que le procédé SMAT est une technique permettant d'améliorer les propriétés mécaniques de divers matériaux métalliques. La présente étude se concentre sur l'évaluation de l'impact de ce traitement sur le comportement thermomécanique de l'alliage NiTi.

Conclusion

La synthèse bibliographique s'articule autour de deux parties :

Dans la partie 1, nous avons abordé l'étude des alliages à mémoire de forme (AMF) en général et de l'alliage nickel-titane en particulier. Cette partie nous a permis de mettre en évidence les différentes propriétés des alliages AMF, et notamment le phénomène de transformation de phase opérant dans ce genre de matériau. Ces transformations de phases sont à l'origine de l'effet mémoire de forme (simple et double sens) ou de la pseudo élasticité (superélasticité et effet caoutchoutique). Cette première partie s'intéresse également à la caractérisation microstructurale et thermique de l'alliage NiTi ainsi qu'au comportement mécanique de cet alliage.

La seconde partie offre un état de l'art du procédé SMAT et de ses effets sur les matériaux traités. À travers la revue bibliographique, nous avons examiné les changements induits par le traitement SMAT sur la microstructure de divers matériaux, ainsi que sur des propriétés mécaniques telles que la dureté, la limite élastique et les contraintes résiduelles. Les changements significatifs de la microstructure des matériaux induites par le traitement SMAT ont été soulignées, mettant en avant une approche alternative pour améliorer de manière efficace les propriétés globales des matériaux d'ingénierie, sans altérer leur composition chimique.

Dans le cadre de cette thèse, notre objectif est d'explorer l'application du procédé SMAT à l'étude d'un alliage à mémoire de forme NiTi. Par conséquent, notre travail consistera à soumettre l'alliage NiTi à des traitements SMAT de différentes durées et amplitudes afin d'évaluer leur influence sur le comportement thermomécanique du Nitinol, tout en caractérisant les phénomènes de transformation de phase au sein de cet alliage.

Chapitre II

Caractérisation
calorimétrique et
microstructurale de
l'alliage NiTi

Sommaire

Introduction

1. Matériau étudié
2. Traitement thermique
 - a. Recuit
3. Analyse calorimétrique par DSC
 - 3.1. Effet du recuit sur la transition de phase.
 - 3.1.1. Influence du temps de recuit
 - 3.1.2. Influence de la température de recuit
 - 3.2. Effet du SMAT sur la transformation de phase
 - 3.2.1. Influence de la puissance de traitement
 - 3.2.2. Influence du temps de traitement
4. Caractérisation microstructurale de l'alliage NiTi
 - 4.1. Préparation de surface
 - a. Enrobage
 - b. Polissage
 - c. Attaque électrolytique
 - 4.2. Caractérisation de l'alliage NiTi

Conclusion

Références bibliographiques

Introduction

Après avoir présenté les généralités sur les alliages à mémoire de forme (AMF) et les transformations de phase associées, ainsi que le procédé de nanocristallisation superficiel SMAT, il est important de donner la démarche expérimentale appliquée pour la caractérisation de l'alliage base Nickel-Titane faisant l'objet de notre étude.

Dans ce chapitre, nous explorerons les différentes étapes de caractérisation de l'alliage NiTi, notamment l'impact des traitements thermiques tels que le recuit, sur les transformations de phases. Nous analyserons l'influence du temps et de la température de recuit sur ces transformations.

De plus, nous nous pencherons sur l'effet du SMAT sur la transformation de phase de cet alliage. Nous étudierons l'influence des paramètres du procédé comme la durée de traitement SMAT et la puissance imposée.

Enfin, nous aborderons la caractérisation microstructurale de l'alliage NiTi. Nous détaillerons les différentes étapes de préparation de surface, notamment l'enrobage, le polissage et l'attaque électrolytique, qui sont essentielles pour obtenir des échantillons prêts à l'analyse. Nous explorerons également les techniques de caractérisation microstructurale utilisées pour étudier les propriétés de l'alliage NiTi.

L'ensemble de ces investigations vise à présenter les méthodes utilisées pour caractériser la microstructure et le comportement calorimétrique du NiTi. Elles seront appliquées à des échantillons ayant subi différents traitements afin de caractériser les évolutions imputables au traitement SMAT.

1. Matériau étudié

L'alliage NiTi étudié dans la cadre de cette thèse a été livré sous forme de tôles brutes de laminage de 400x200x1 mm³ de composition chimique Ti50,2at.%Ni. Avant traitement thermique de recuit, des échantillons de traction ainsi que des échantillons pour la caractérisation métallographique ont été découpés par électroérosion conformément au plan de découpe donné en Figure 38. Les échantillons ont été prélevés selon différentes orientations (T : transversal, L : longitudinal, O : Oblique à 45°) afin de mettre en évidence une éventuelle anisotropie initiale du matériau.

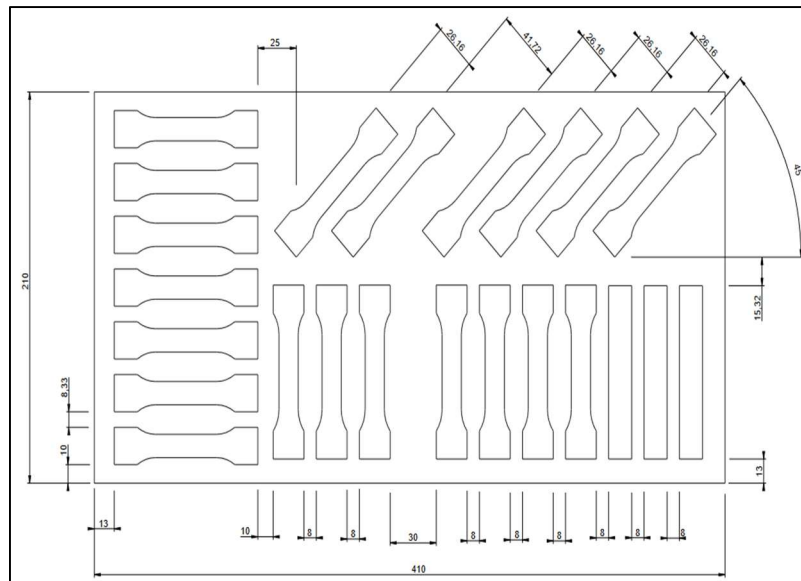


Figure 38 : Plan de découpe d'échantillons NiTi.

Après avoir effectué des découpes sur les échantillons, il est nécessaire de procéder à un traitement de recuit afin de pouvoir disposer d'un état de référence bien maîtrisé.

2. Traitement thermique

Le traitement thermique est un processus utilisé en science des matériaux pour améliorer certaines propriétés d'un matériau en le soumettant à des cycles de chauffage et de refroidissement contrôlés. Dans le cas des alliages à mémoire de forme tels que les alliages NiTi, le choix du traitement thermique revêt une importance cruciale pour optimiser leurs comportements de transformation de phase et leurs performances mécaniques. Différents types de transformations et des variations dans les températures critiques de ces changements peuvent se produire en fonction de divers facteurs. Le traitement thermique joue un rôle central parmi ces facteurs. Les paramètres principaux d'un traitement thermique comprennent la température de chauffage, la vitesse de chauffage, la durée de maintien à cette température, la vitesse de refroidissement ainsi que la nature du milieu et de l'atmosphère de traitement¹⁷³.

Les effets du traitement thermique sur le comportement mécanique et l'évolution de la microstructure ont fait l'objet de recherches approfondies^{174 175 176}. Par exemple, *Cho et al*¹⁷⁷ ont mené une étude sur des alliages NiTi nanocristallins avec différentes tailles de grains générés grâce à des traitements thermiques de recuit contrôlés. Leurs observations ont révélé une corrélation intéressante entre la température de recuit et la zone de boucle d'hystérésis des échantillons étudiés.

Plus spécifiquement, ils ont constaté que l'élévation de la température de recuit avait pour effet d'augmenter la taille des grains dans le matériau. Cette augmentation de la taille des grains était associée à une réduction des contraintes présentes aux frontières des grains¹⁷⁸. En d'autres

termes, lorsque les grains de l'alliage NiTi grossissent à la suite du traitement thermique, les contraintes intergranulaires diminuent. Cette réduction des contraintes intergranulaires permet au matériau de conserver son comportement de mémoire de forme sur une plage plus étendue de déformations, ce qui explique l'élargissement de la zone de boucle d'hystérésis observée dans l'étude. Ces résultats soulignent l'importance du traitement thermique dans la modification des propriétés mécaniques et microstructurales des alliages NiTi.

a. Recuit

Le traitement thermique de recuit consiste à porter l'alliage à un niveau de température supérieure à la température ambiante pendant une durée fixée, puis de ramener la température de la matière à l'ambiante en contrôlant la vitesse de refroidissement. Dans le cas d'une trempe, cette vitesse est relativement rapide afin de figer à l'ambiante la microstructure atteinte à haute température. Le traitement thermique de recuit peut également servir dans certains cas à baisser le niveau de contraintes résiduelles lié à l'historique thermomécanique du matériau.

Dans le cas particulier des alliages à mémoire de forme, la température de recuit affecte de manière significative les propriétés de superélasticité et d'effet à mémoire de forme de ces alliages, comme le montre la Figure 39. Il apparaît que lorsque le matériau est recuit à 360°C pendant 1h, le taux de récupération de la mémoire de forme n'est que de l'ordre de 5 % et que ce taux augmente avec l'augmentation de la température de recuit. Le taux de récupération de la mémoire de forme mesure la capacité d'un alliage à retrouver sa forme initiale après déformation, et dans cet exemple, il augmente proportionnellement à la température de recuit, indiquant une meilleure performance du matériau à des températures plus élevées. *Kus et Brezko* ont montré que la température de recuit appliquée à l'alliage NiTi s'est avérée être un paramètre influençant le comportement de transformation et les grandeurs thermiques associées¹⁷⁹.

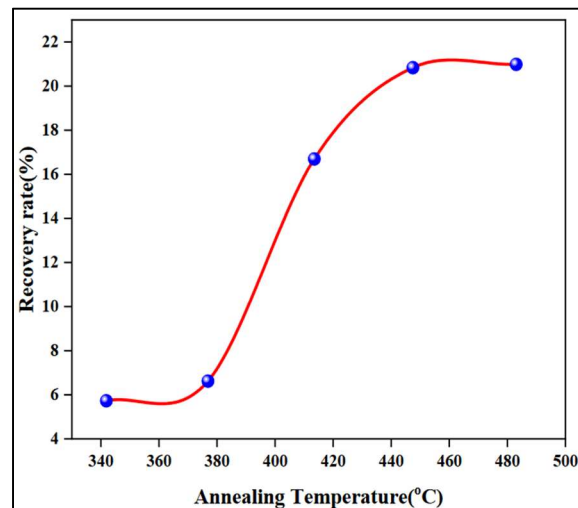


Figure 39 : Effet mémoire de forme de l'alliage NiTi en fonction de la température de recuit¹⁸⁰.

Le traitement thermique du recuit dans le cadre de cette étude a été effectué dans un four *CARBOLITE CWF 1100* comme le montre la Figure 40. Les cycles thermiques réalisés sont comme suit :

- la température {450°C, 600°C, 650°C, 700°C},
- le temps {20min, 30 min, 60min, 120min},
- l'atmosphère (air),
- vitesse de trempe (air).



Figure 40 : Four électrique utilisé pour les traitements thermiques.

3. Analyse calorimétrique par DSC :

Il existe un certain nombre de techniques distinctes pour étudier le comportement de transformations de phases. Une revue de la littérature révèle que la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est la méthode d'essai la plus courante et la plus pratique pour extraire les caractéristiques de transformations thermiques dans des matériaux comme les AMF¹⁸¹.

La calorimétrie différentielle à balayage est une technique d'analyse thermique qui permet de mesurer les différences entre les quantités de chaleur nécessaire pour réchauffer un échantillon et une référence lors d'une rampe de température donnée. Elle permet également de déterminer les valeurs de température de transformation pour un état de contrainte nul.

Le dispositif utilisé dans cette étude est un *METTLER TOLEDO DSC1* (cf. Figure 41) qui permet des balayages en température entre -85°C et 500°C à des vitesses inférieures à 10°C/min, équipé d'un système de refroidissement à l'azote liquide. La plage de température a été fixée à un intervalle de mesure entre -85°C et 180°C pour une vitesse du chauffage/refroidissement contrôlée de 10°C/min. Il s'avère que cette vitesse de température est la plus efficace pour mesurer les caractéristiques des transformations de phase et qu'elle est couramment utilisée dans la littérature¹⁸². C'est pourquoi cette valeur a été choisie comme référence pour la recherche menée dans le cadre de ce travail.

L'échantillon à caractériser ainsi qu'un échantillon de référence (creuset vide) sont introduits dans un récipient hermétique régulé en température.

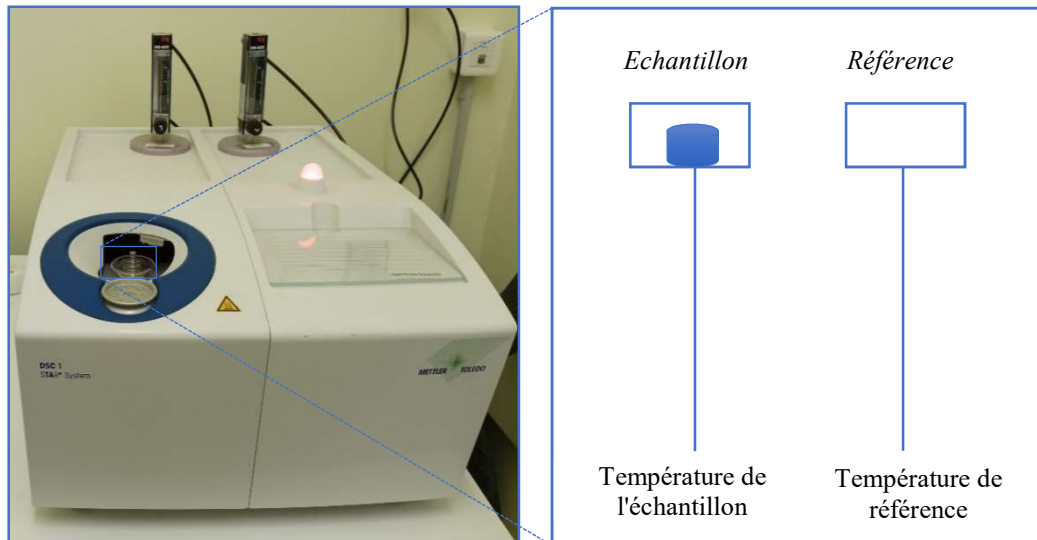


Figure 41: DSC METTLER.

Tout d'abord, des échantillons DSC de quelques dizaines de milligrammes (34 à 41 mg) ont été extraits des tôles de 1mm d'épaisseur à l'aide d'une tronçonneuse de précision de la marque *Struers*. Ces échantillons ont ensuite été soumis à un traitement de recuit pour différents niveaux de températures et de durées. Ainsi, des recuits à 450°C, 600°C, 650°C et 700°C ont été effectués pour des temps de maintien respectifs de 20 min et de 30 min à 2 h suivant un plan d'expérience précis. Le recuit a été poursuivi par un refroidissement à l'air jusqu'à température ambiante.

3.1. Effet du recuit sur la transition de phase

Au cours du cycle de chauffe lors de l'analyse DSC, le Nitinol passe de la phase martensite à la phase austénitique. Comme il a déjà été indiqué au chapitre I, cette transition ne se faisant pas instantanément, une température marquant le début de la transformation (« début austénite » (A_s)) ainsi qu'une température marquant la fin de la transformation (« fin austénite » (A_f)) peuvent être identifiées. La transformation $M \rightarrow A$ étant exothermique, elle s'accompagne d'un dégagement de chaleur marqué par un pic exothermique sur la courbe de DSC (cf. Figure 42 et Figure 43). A noter, que cette transformation de phase est réversible, puisque l'austénite formée se retransformera en martensite lors de la transformation inverse $A \rightarrow M$ pendant le refroidissement. Cependant, la présence d'une hystérésis (cf. Figure 4.b) suggère que la transformation martensitique au refroidissement se produit à une température plus basse que la transformation martensitique inverse (chauffage). Le début et la fin de la transformation martensitique sont désignés respectivement par les températures « début de martensite » (M_s) et « fin de martensite » (M_f). Les températures A_s , A_f , M_s et M_f ont été évaluées sur les courbes de DSC des différents échantillons traités.

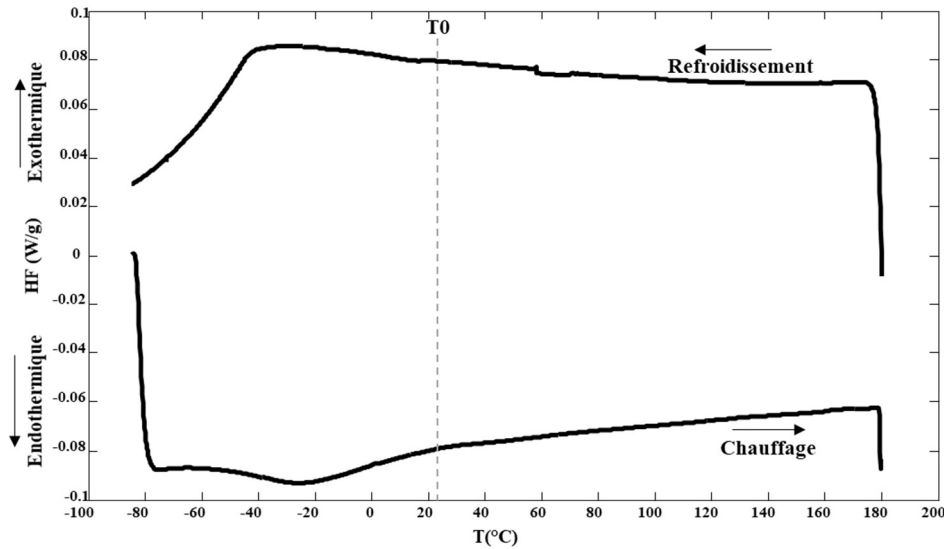


Figure 42 : Courbe DSC de l'alliage NiTi brut de laminage.

La Figure 42 présente la courbe DSC obtenue sur un échantillon NiTi brut de laminage soumis à un cycle thermique suivant les conditions d'essais décrites plus haut. Dans cet état initial de l'alliage, les pics Endothermiques et Exothermiques observés sont très peu marqués, ce qui suggère que les transformations de phases qui se produisent sont peu significatives du point de vue de leur signature thermique. En d'autres termes, les résultats indiquent que les transitions de phase dans cet état initial ne produisent pas de variation thermique distincte détectable par la méthode de la DSC. Cette observation suggère qu'un traitement thermique est effectivement nécessaire pour déclencher des transformations de phases significatives avec des signatures thermiques plus prononcées.

Suite à nos observations initiales sur l'alliage NiTi brut de laminage, caractérisé par des transitions de phase présentant des signatures thermiques peu prononcées, nous avons opté pour un recuit à 450°C pendant 20 minutes. La courbe DSC de la Figure 43 illustre le comportement calorimétrique résultant de ce processus de recuit. En comparaison avec l'état initial de l'alliage, les résultats montrent clairement une transformation plus significative, caractérisée par des pics exothermiques et endothermiques plus marqués.

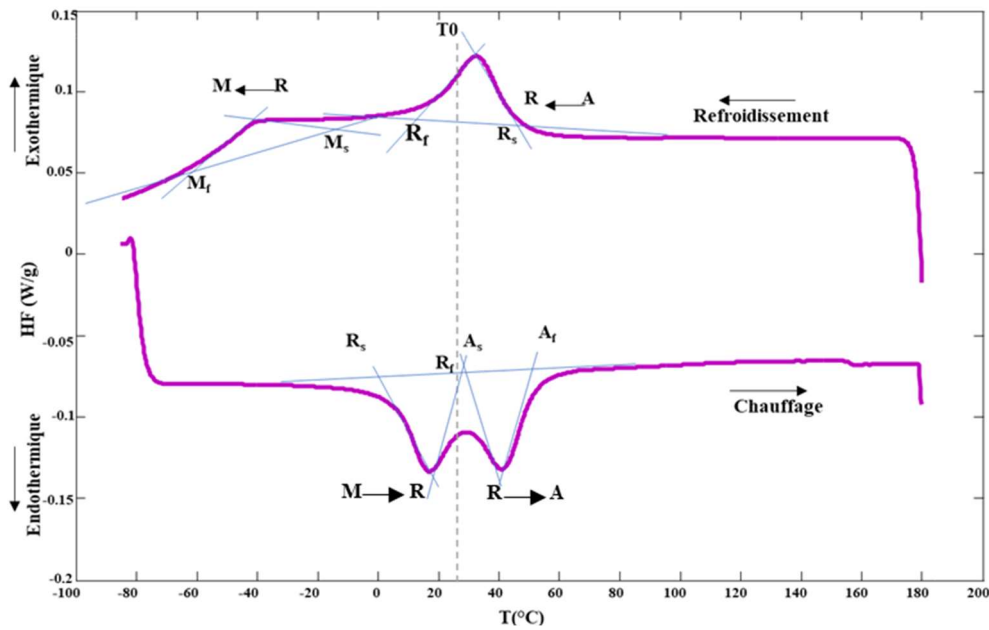


Figure 43 : Courbe DSC de l'alliage NiTi après traitement de recuit à 450°C pendant 20min.

Comme nous pouvons le constater, le comportement calorimétrique de l'échantillon recuit à 450°C pendant 20 min diffère fortement de celui du matériau brut. On observe après recuit, l'apparition de deux pics nettement marqués sur les courbes de chauffe et de refroidissement. Il apparaît que pour cet échantillon, la transformation de phase A→M ou alors la transformation inverse M→A se font par la génération d'une phase intermédiaire communément appelée phase R. Cette transformation intermédiaire à l'origine de la formation de précipités de type Ti_2Ni ¹⁸³, Ti_3N_4 ¹⁸⁴ se manifeste par la génération d'un premier pic endothermique, respectivement exothermique sur les courbes de chauffe et de refroidissement. Les températures associées aux transformations M→R et A→R sont dans le cas présent ($R_s=6.6^\circ C$, $R_f=26.37^\circ C$). Le second pic, moins marqué pour le cycle de refroidissement, correspond aux transformations marquant le passage de la phase R aux phases B2 et B19' ($R_s=41.53^\circ C$ (température de début de transformation de la phase R), $R_f=22.30^\circ C$ (température de fin de transformation de la phase R)). Ce phénomène de génération de la phase R à la fois lors de la chauffe et du refroidissement de l'échantillon présente de fortes similitudes avec les observations faites par *M. Adelfar et al*¹⁸⁵, *Assawakawintip.T et al*¹⁸⁶ et par *Niraj.N et al*¹⁸⁷. Cependant, il contraste avec la tendance observée dans la majorité des résultats publiés dans la littérature, où la formation de la phase intermédiaire R est généralement signalée uniquement lors du processus de refroidissement^{188 189 190}. Ce comportement peut être attribué à la formation de précipités de type Ti_2Ni cohérents. D'après la littérature, il est connu que ces précipités se forment principalement dans des alliages Ni-Ti riches en titane. Leur formation entraîne la création d'un champ de contraintes local qui perturbe la structure du réseau¹⁹¹.

3.1.1. Influence du temps de recuit

Les Figures 44, 45 et 46 illustrent l'effet du temps de recuit sur le comportement de transformation des échantillons NiTi. Ces échantillons ont été soumis à des recuits à différentes

températures : 600 °C, 650 °C et 700 °C, avec des durées de recuit de 30 min, 60 min et 120 min. Les profils de DSC observés pour ces échantillons présentent des caractéristiques distinctes par rapport à ceux obtenus sur le matériau brut initial, ainsi que pour ceux recuits à 450 °C pendant 20 min.

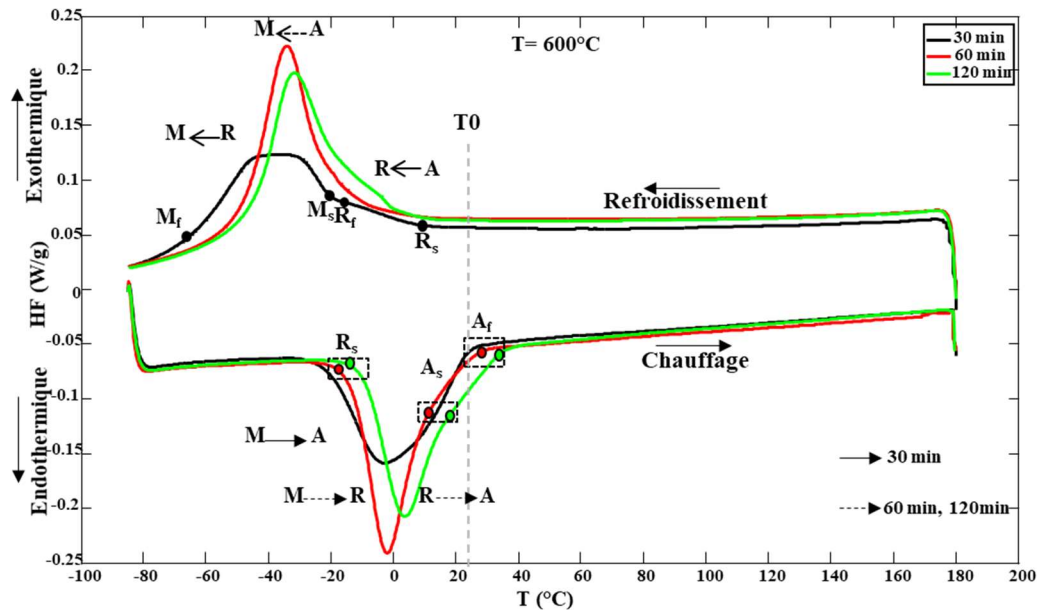


Figure 44: Courbes DSC de l'alliage NiTi après recuit à 600°C pendant 30min, 60min et 120min.

Après traitement thermique de recuit à 600 °C (Figure 44) pendant 30 min, une transition en deux étapes avec deux pics exothermiques s'est produite lors du refroidissement. Les réactions successives sont mal séparées, ce qui a donné lieu à deux pics exothermiques se chevauchant. Les deux pics en question correspondent à la transformation A→R (pic plus petit visible sur l'épaule du suivant) et à la transformation R→M (pic de température plus grand et plus élevé). Il est important de noter que cette superposition des pics rend difficile l'estimation précise de la fin de la transformation A→R et du début de la transformation R→M.

Le principal facteur qui influence la transformation de la phase R pendant le refroidissement est le changement de la concentration de nickel résultant de la formation de précipités de Ni₄Ti₃^{192 193}. Après un recuit à 600°C pendant 1h et 2h, nous avons observé des transformations en trois étapes à travers la phase R lors du chauffage. Cependant, il est intéressant de noter qu'à mesure que la durée de température de recuit augmente, les deux pics exothermiques se chevauchant commencent progressivement à se fondre en un seul pic. De plus, à une même température de recuit, la température à laquelle se produit la transformation de la phase R varie en fonction de la durée du recuit. Cela peut indiquer une annihilation des dislocations qui s'accroît avec le temps de recuit et qui peut influencer les températures auxquelles se produit la transformation de la phase R dans les alliages NiTi¹⁹⁴. Lorsque les dislocations sont présentes en grand nombre, la transformation de phase R peut nécessiter plus d'énergie thermique pour débiter, ce qui se traduit par des températures de transformation plus élevées¹⁹⁵. Cependant, à mesure que les dislocations s'annihilent, le matériau devient plus homogène et la transformation de phase R peut se produire à des températures plus basses, car

il y a moins d'obstacles à surmonter. De plus, des précipités de Ni_4Ti_3 ont été signalés dans l'alliage riche en Ni après un recuit^{196 197}, alors qu'aucun précipité de cette nature n'a été observé dans les alliages riches en Ti. Par conséquent, l'annihilation des dislocations n'est peut-être pas la seule raison de la diminution des températures de transformation de la phase R dans les alliages riches en Ni. Comme l'ont déjà montré Park et al¹⁹⁸, *Todoroki et Tamura*¹⁹⁹ le changement des températures de transformation de la phase R dans un alliage NiTi pendant le recuit dépend de la compétition entre l'annihilation des dislocations et la formation de précipités Ni_4Ti_3 .

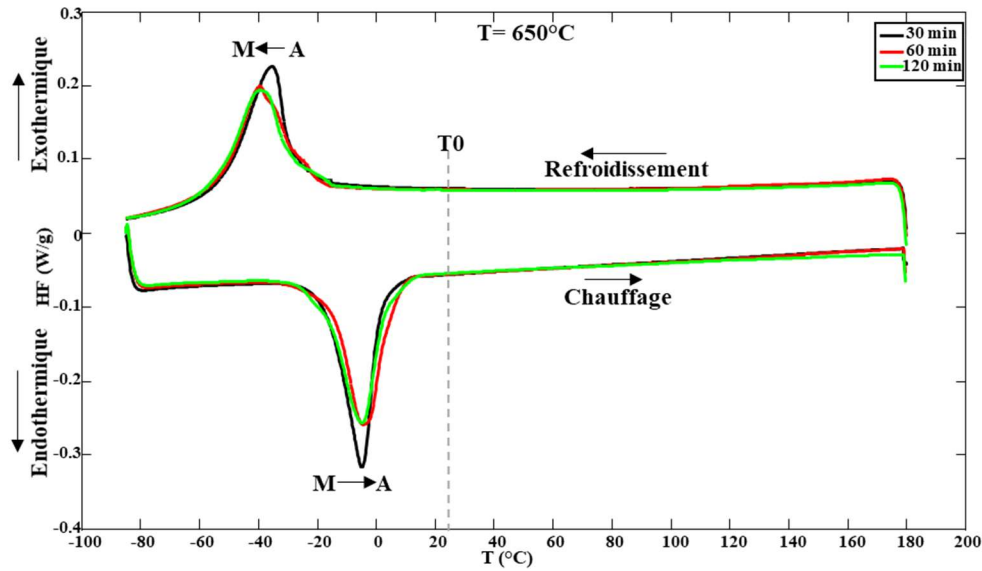


Figure 45: Courbes DSC de l'alliage NiTi après recuit à 650°C pendant 30min, 60min et 120min.

En comparant toutes les courbes DSC présentées jusqu'à présent (Figures 43 et 44), une distinction qualitative dans le comportement de la transformation de phase a été remarquée lorsque le matériau est exposé à des températures de recuit les plus élevées, soit 650°C (Figure 45) et 700°C (Figure 46). Il convient de noter qu'à ces températures plus élevées et indépendamment des durées de traitement, la transformation vers la phase R n'est pas observée, contrairement aux observations faites à des températures plus basses, typiquement inférieures à 600°C.

Après des traitements thermiques à 450°C et 600°C, les transformations de phases impliquent la phase R intermédiaire. Cependant, à mesure que la température du traitement thermique augmente, la phase R devient de plus en plus instable. Lorsque la température atteint 650°C, elle disparaît complètement, laissant place à des transformations martensitiques directes dans les deux sens. Par conséquent, le pic endothermique associé à la transformation de phase R inverse n'est plus systématiquement observé, notamment lorsque la phase R se convertit entièrement en phase B19' lors de la transformation directe.

Les transformations de phases dans le Nitinol sont clairement influencées par les temps de températures de traitement thermique, malgré une composition chimique constante de

l'alliage NiTi dans notre cas. En ajustant la température de recuit, il est possible de modifier le comportement de transformation et la séquence de transformation.

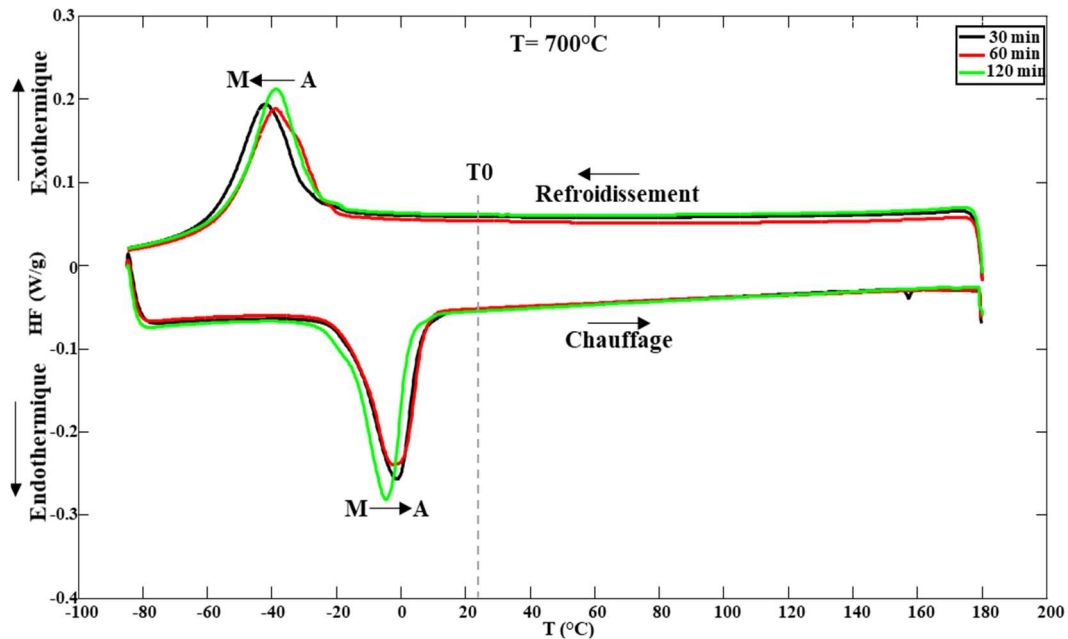


Figure 46: Courbes DSC de l'alliage NiTi après recuit à 700°C pendant 30min, 60min et 120min.

Lors du chauffage, les échantillons contenant de la phase martensite initient la transformation vers la phase austénite à une température inférieure à celle où la transformation de la martensite a commencé. Cette transformation se poursuit jusqu'à atteindre une température supérieure à celle où la transformation de l'austénite est complète. Inversement, lors du refroidissement, les échantillons contenant de la phase austénitique commencent la transformation en phase martensite à une température supérieure à celle où la transformation de l'austénite a débuté. Cette transformation se poursuit jusqu'à ce que la température atteigne une valeur inférieure à celle où la transformation de la martensite est complète.

3.1.2. Influence de la température de recuit

La Figure 47 montre les transitions de phase observées dans les échantillons recuits à différentes températures pendant 120 minutes. Le pic indique le moment où la transformation de phase se produit en réponse à la variation de température. Plus spécifiquement, les pics R, M et A correspondent respectivement à la phase R, à la martensite B19' et à la phase B2.

Il est à noter qu'une durée de traitement identique de 120 minutes pour les trois températures a été fixée afin d'étudier l'impact de la température sur le comportement de transformation de phase de l'alliage NiTi.

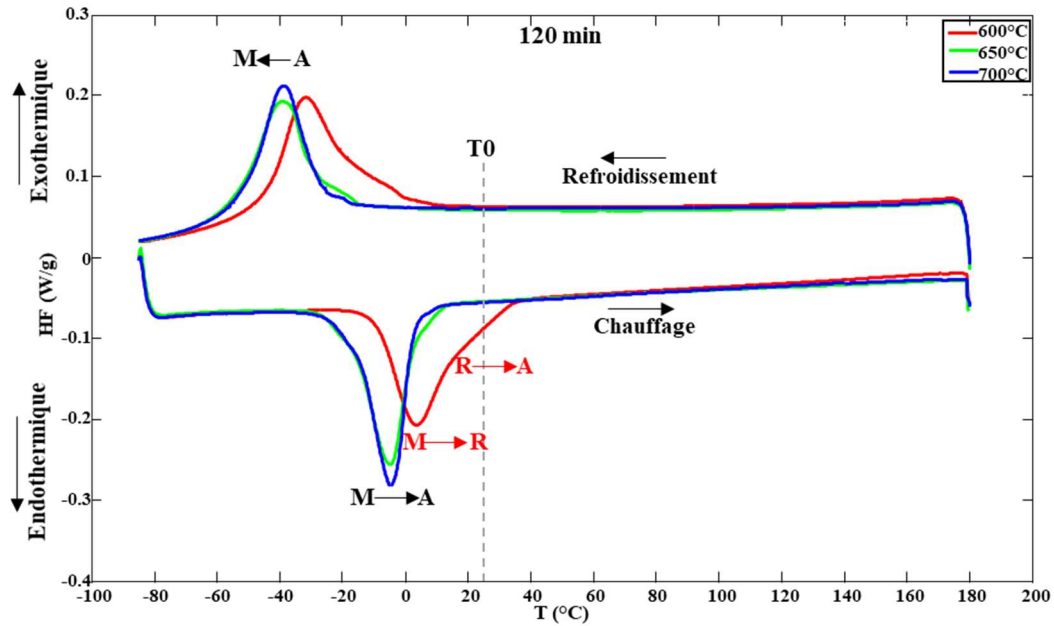


Figure 47: Courbes DSC de l'alliage NiTi à différentes températures de recuit pendant 2h.

Conformément aux observations faites en analysant les courbes DSC en Figure 47, le chauffage de l'échantillon à 180°C après recuit à 700°C pendant 2 h, suivi d'un refroidissement à -85°C, engendre deux pics bien définis, l'un exothermique et l'autre endothermique. Cette différence est notable par rapport aux autres pics observés après des traitements thermiques à 600°C et 650°C. Les deux pics exothermique et endothermique sont particulièrement marqués, suggérant la présence d'une propriété d'effet mémoire de forme (EMF) dans l'alliage NiTi. En d'autres termes, cela indique que des quantités significatives d'enthalpie ont été impliquées au cours des transitions de phase $A \leftrightarrow M$ dans l'échantillon d'alliage NiTi²⁰⁰.

Lorsque la température de recuit est augmentée de 600 à 700 °C, on observe une diminution significative des températures de transformation de la phase R, jusqu'à ce qu'elle disparaisse complètement à des températures plus élevées. On note également une augmentation des températures de transformation de la martensite. Ces observations sont cohérentes avec les observations faites sur des échantillons de NiTi riches en Ni^{201 202 203 204}. De nombreux chercheurs ont attribué la diminution des températures de transformation de la phase R à l'annihilation des dislocations comme déjà indiqué plus haut.

Lorsque la température de recuit dépasse 600°C, le pic de transition de la phase R n'apparaît plus. Cela suggère que la température de recuit nécessaire pour une transformation complète de l'alliage NiTi se situe au-dessus de 600°C. À ces températures, les échantillons de Nitinol peuvent atteindre une microstructure relativement stable. En raison de l'instabilité mécanique de la phase R, en particulier pour des applications d'ingénierie, il est préférable d'opter pour une température de recuit supérieure à 600°C²⁰⁵.

Les variations observées dans les caractéristiques des pics des courbes DSC après le recuit sont à corréliser avec des modifications dans les températures et les enthalpies de transformation.

En se basant sur les pics endothermiques et exothermiques des courbes DSC, nous avons pu évaluer les températures caractéristiques des transformations, comme indiqué dans le Tableau 6. Dans ce tableau, nous présentons les températures associées aux échantillons recuits à 450°C pendant 20 min, ainsi qu'à ceux recuits à 600°C, 650°C et 700°C pour différentes durées (30 min, 60 min et 120 min), pour les phases de chauffage et de refroidissement. Ces températures comprennent R_s , R_f , A_s , A_f , M_s et M_f . L'aire calculée sous chaque pic représente la chaleur latente associée à la transformation considérée. Plus précisément, le terme $\Delta H_{M \rightarrow A}$, exprimé en valeur négative, dénote la chaleur de transformation endothermique liée au processus $M \rightarrow A$ (dans ce cas, l'aire combinée due à des pics superposés) lors du chauffage. Le terme $\Delta H_{A \rightarrow M}$, enregistré comme une donnée positive, représente la chaleur de transformation associée au processus exothermique $A \rightarrow M$ lors du refroidissement.

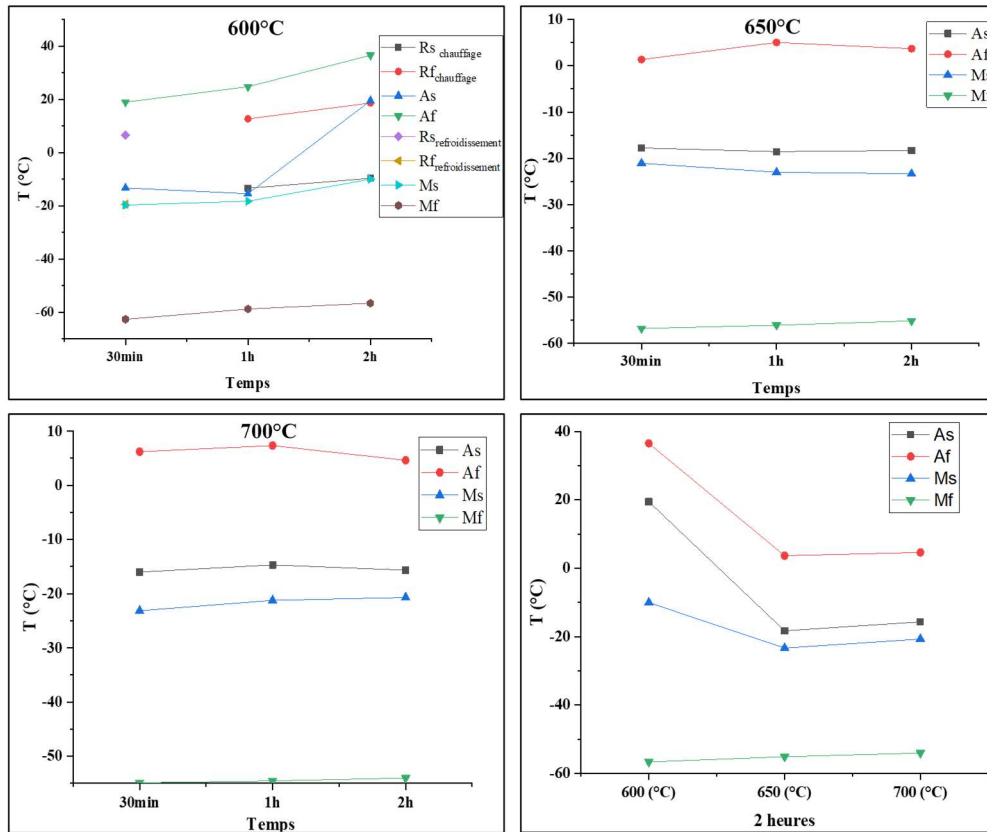
Température de recuit [°C]	Chauffage					Refroidissement					
	R_s [°C]	R_f [°C]	A_s [°C]	A_f [°C]	$\Delta H_{M \rightarrow A}$ [J/g]	R_s [°C]	R_f [°C]	M_s [°C]	M_f [°C]	$\Delta H_{A \rightarrow M}$ [J/g]	
450 (20min)	6.6	26.37	32.97	45.74	-	41.53	22.30	-18.22	-65.75	-	
600	30min	-	-	-13.33	18.88	-	6.5	-19.48	-19.73	-62.68	-
	1h	-13.43	12.60	-15.45	24.70	-	-	-	-18.33	-58.80	-
	2h	-9.70	18.60	19.45	36.53	-	-	-	-10.03	-56.62	-
650	30min	-	-	-17.76	1.34	-19.59	-	-	-21.06	-56.76	35.13
	1h	-	-	-18.55	5.03	-19.51	-	-	-22.99	-56.03	34.22
	2h	-	-	-18.29	3.68	-19.39	-	-	-23.33	-55.11	33.85
700	30min	-	-	-16.01	6.21	-18.96	-	-	-23.15	-54.89	32.43
	1h	-	-	-14.69	7.34	-18.83	-	-	-21.24	-54.55	32.21
	2h	-	-	-15.65	4.63	-18.72	-	-	-20.69	-54.02	32.34

Tableau 6 : Températures de transformations caractéristiques des échantillons NiTi recuit à différentes températures et temps basées sur l'analyse DSC.

Les résultats présentés dans le Tableau 6 et la Figure 48 indiquent que le recuit des échantillons de NiTi à des températures allant de 450°C à 600°C entraîne un décalage des températures de transformation de début et de fin de la formation de la phase R (R_s et R_f) lors du refroidissement. Ce phénomène peut être expliqué en partie par l'augmentation de la teneur en nickel dans le matériau, comme l'ont souligné *Todoroki et Tamura*²⁰⁶. En effet, une teneur plus élevée en nickel²⁰⁷ entraîne une élévation des températures de transformation de la phase R. De plus, lors du recuit à basse température, des précipités de type Ni_4Ti_3 peuvent se former, ce qui a un impact sur les températures de transformation de la phase R. Ces précipités, en plus de favoriser l'annihilation des dislocations, provoquent un appauvrissement de la matrice en nickel, contribuant ainsi à l'élévation des températures de transformation^{208 209 210}.

Concernant la phase martensitique, les données montrent que la température M_s diminue légèrement après un recuit à 600°C pendant 30 min et 1 h, puis augmente nettement après un

recuit de 2h. Parallèlement, la température M_f présente un léger déplacement vers des températures plus élevées après l'augmentation de la température de recuit, mais elle reste stable après un traitement thermique à 700°C. Ces variations observées dans les températures de transformation de la phase martensitique peuvent être attribuées à des changements dans la microstructure du matériau en réponse au recuit.



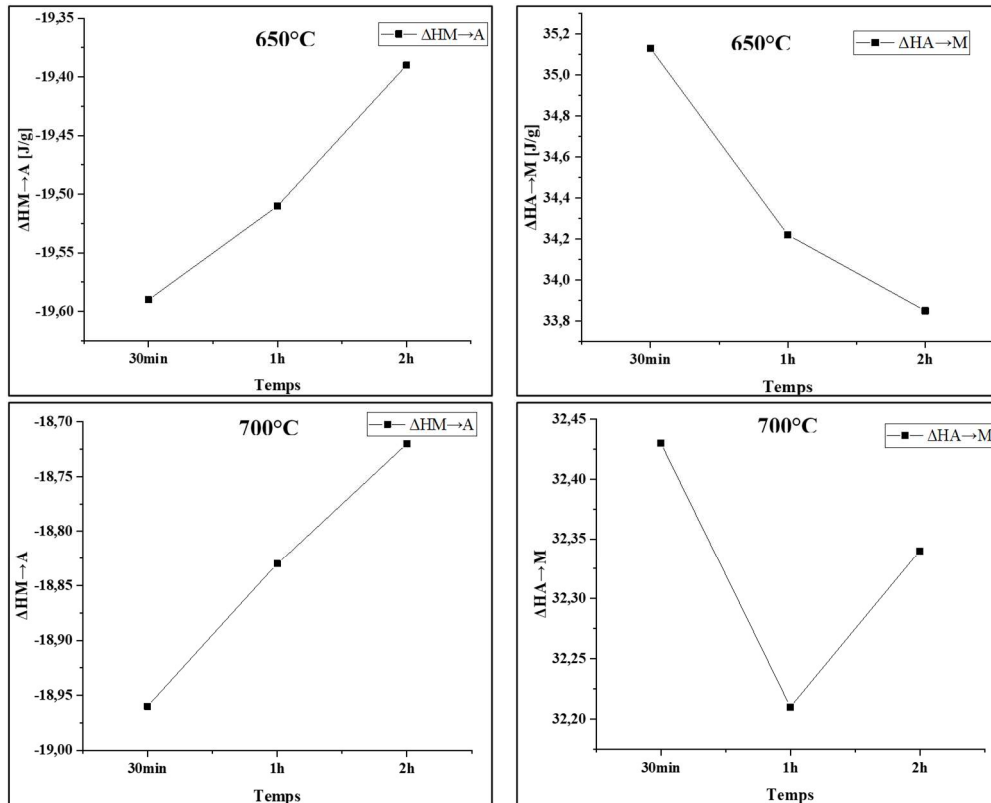


Figure 48 : Températures de transformation de phase de l'alliage NiTi à différentes températures et durées de recuit.

En ce qui concerne les chaleurs exothermique et endothermique, il est intéressant de noter que leurs valeurs diminuent avec l'augmentation de la température de recuit. Cette tendance pourrait être liée à des modifications de la cinétique des réactions de transformation de phase à des températures plus élevées.

En raison des pics DSC extrêmement élargis et aplatis, les valeurs de températures (M_s et M_f), (R_f et M_s), (R_f et A_s) données dans le tableau ne sont pas très précises pour les échantillons recuits 450°C (20min), 600°C (30 min) et 600°C (1h, 2h), respectivement. Les pics sont mieux définis avec l'augmentation des températures de recuit (650°C et 700°C). Lorsqu'une température de traitement thermique de 700 ° C est appliquée pour des durées de recuit croissantes, on note une tendance à la stabilisation de la réaction des échantillons. Cette stabilisation se traduit par l'absence de changements significatifs dans les températures de transformation de phase observées. En d'autres termes, malgré les différentes durées de recuit à 700°C, les propriétés de transformation de phase des échantillons restent cohérentes et prévisibles. D'après ces résultats, un traitement thermique de recuit à 700°C pendant 2h doit être appliqué dans notre étude pour pouvoir déterminer le comportement de transformation de phase et le comportement thermomécanique de l'alliage NiTi.

3.2. Effet du SMAT sur la transformation de phase

Après avoir effectué une analyse de l'alliage NiTi avant et après recuit au moyen de mesures DSC, il convient maintenant d'analyser le comportement de cet alliage suite à un traitement de SMAT. Le traitement SMAT a été réalisé sur le Nitinol recuit à 700°C pendant 2h en suivant un plan d'expérience permettant d'évaluer l'influence du temps de traitement et/ou de la puissance de ce dernier (Figure 49). Ces traitements ont été effectués au sein du Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée (LASMIS) de l'Université de Technologie de Troyes.

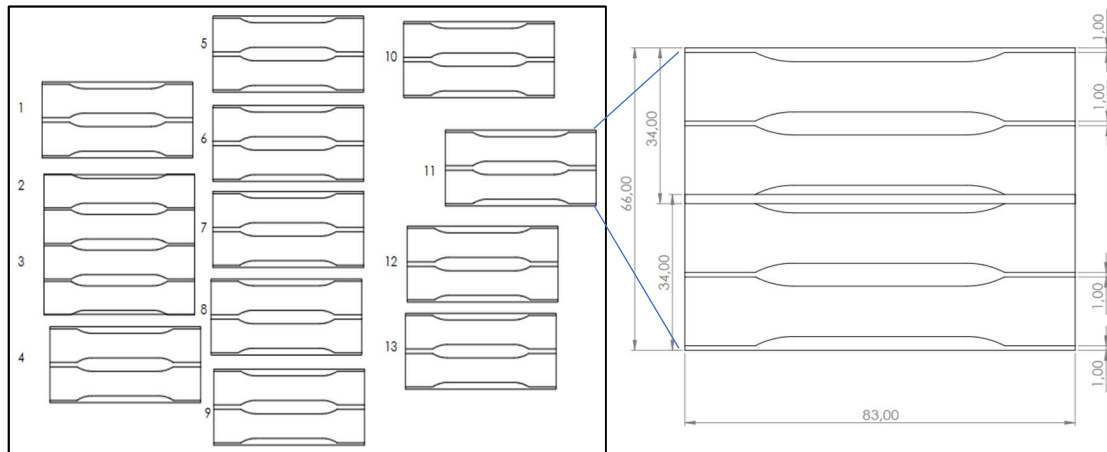


Figure 49 : Plan de découpe d'échantillons NiTi SMATés.

Comme expliqué au chapitre I, le procédé SMAT nécessite le réglage d'un certain nombre de paramètres. Dans le présent travail, le SMAT a été appliqué à l'alliage NiTi dans des conditions expérimentales optimales, qui sont résumés dans le Tableau ci-dessous :

Paramètres	Conditions
La masse de billes	20 g
Le diamètre de billes	3 mm
La nature de bille	Acier 100Cr6
La distance pièce sonotrode	17 mm
La géométrie de la chambre	Rectangulaire (83*34 mm ²)
Le temps de traitement	5 min, 15 min et 30 min
La puissance d'amplitude	30%, 50% et 60% (5 min) et 50% (15 min, 30 min)

Tableau 7 : Paramètres de traitement SMAT.

3.2.1. Influence du temps de traitement

Dans cette section, nous allons étudier l'effet du temps de traitement SMAT sur les paramètres calorimétriques associés à la transformation de phase dans les échantillons NiTi. La Figure 50 montre les courbes DSC pour des échantillons de NiTi traités par SMAT pour différents temps de traitement (5min, 15min et 30min) avec une puissance machine fixe de 50% (débattement de +/- 25 µm). Les profils de DSC observés sur ces échantillons présentent une réponse exothermique avec deux étapes à travers la phase R (A→R→M) lors du

refroidissement, avec la transformation de la phase R précédant la formation de la phase martensitique. Lors du chauffage, un seul pic de transformation de la phase martensite à l'austénite a été détecté pour toutes les conditions. On pense que la température de transition $R \rightarrow M$ et $M \rightarrow A$ augmente légèrement avec un temps de recuit plus court. L'apparition de la phase R dans ces échantillons suggère que le traitement SMAT induit des changements structuraux ou génère des conditions favorables à la formation de cette phase, ce qui peut être interprété de plusieurs manières. Le traitement SMAT est un processus mécanique intensif qui induit d'importantes déformations dans la structure cristalline d'un matériau. Ces déformations créent des conditions propices à la formation de la phase R, même si elle n'était initialement pas présente dans de l'échantillon (recuit à 700°C pendant 2 h). La phase R est généralement stable à des températures plus basses que la phase austénitique (A), mais elle peut être activée à des températures plus élevées sous l'influence de contraintes et de déformations. De plus, d'après la littérature, le SMAT engendre des contraintes résiduelles significatives dans le matériau qui peuvent influencer les températures de transformation de phases. Ces contraintes résiduelles peuvent favoriser la génération de la phase R, même pour des températures où elle n'est habituellement pas présente à l'état initial. En conséquence, les échantillons soumis au traitement SMAT présentent un faible pourcentage de génération de phase R lors du refroidissement. Par ailleurs, le traitement SMAT modifie la cinétique de transformation de phase dans le matériau. Les cycles de chauffage et de refroidissement rapides ainsi que les déformations induites par le traitement, altèrent la vitesse à laquelle la phase R se forme pendant le refroidissement. Cela explique pourquoi la phase R apparaît avec une faible intensité, même si elle n'était pas présente à l'état initial. Le traitement SMAT perturbe la cinétique de transformation, ce qui peut conduire à l'apparition de phases non observées auparavant. Enfin, la durée du traitement SMAT joue également un rôle important. Les échantillons soumis à des durées de traitement plus longues présentent une proportion de phase R plus importante en raison d'une exposition prolongée aux conditions du traitement. Cela suggère que la phase R peut être activée de manière plus importante avec un traitement SMAT poussé de durée longue.

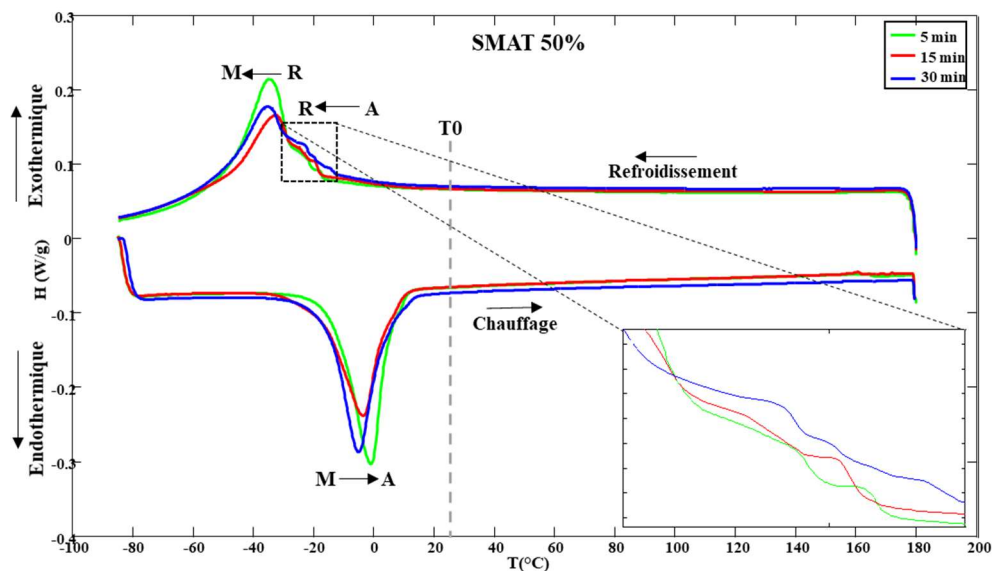


Figure 50: Courbes DSC du NiTi traité par SMAT pendant 5min, 15min et 30 min à 50% de puissance.

L'analyse des courbes DSC révèle quelques tendances intéressantes. Tout d'abord, bien que les différences entre les trois courbes soient perceptibles, elles ne sont pas particulièrement marquées. L'intensité du pic exothermique associé à la transformation de la phase R à la phase martensitique semble légèrement plus élevée pour les échantillons traités pendant une durée plus courte de 5 minutes, suggérant une possible favorisation de la transformation par le traitement SMAT de courte durée. De plus, la largeur réduite de ce pic suggère une transformation de phase relativement rapide et homogène. De manière similaire, la transformation de la phase M à la phase A (austénitique) lors du chauffage présente des caractéristiques comparables. Les échantillons traités pendant 5 minutes montrent une intensité de pic endothermique légèrement plus élevée et une légère réduction de la largeur, indiquant une possible transformation de phase plus rapide de M à A. Cependant, il convient de noter que ces différences entre les courbes sont plutôt modestes. Je me concentre donc sur la comparaison entre la DSC du matériau de référence et celle des matériaux SMATés, en particulier en ce qui concerne l'apparition de la phase R lors du refroidissement.

3.2.2. Influence de la puissance de traitement

Dans cette section, nous examinons l'impact de la puissance de traitement SMAT sur les échantillons NiTi. Les résultats obtenus à partir des analyses DSC en Figure 51 montrent le comportement de transformation de phase des échantillons NiTi SMATés pour une durée de 5 min à différentes puissances de traitement (30%, 50%, et 60%). Il est à noter que la puissance dans le traitement SMAT est directement corrélée à l'amplitude de débattement de la sonotrode. En d'autres termes, plus l'amplitude de débattement de la sonotrode est élevée, plus la puissance du traitement SMAT est élevée. Lorsque la sonotrode vibre avec une amplitude plus grande, elle transfère davantage d'énergie aux billes ce qui se traduit indirectement par des impacts sur l'échantillon de plus haute énergie. La puissance de traitement peut donc avoir un impact sur les propriétés du matériau traité, y compris sur les transformations de phases.

Les courbes DSC révèlent que lors du chauffage ou du refroidissement dans la plage de mesure, un pic endothermique et deux pics exothermiques sont respectivement visibles. Le pic A → R est peu profond et fortement aplati et celui de R → M est étroit, qui peut être liée au passage de la phase R pré-martensitique à la phase martensitique (R-B19'). La présence de ces pics et leur intensité varient en fonction de la puissance de traitement SMAT. Les fluctuations observées au pied du pic exothermique semblent être d'autant plus importantes que la puissance de traitement est diminuée, ce qui suggère que le traitement SMAT a généré des évolutions microstructurales qui modifiant l'état du NiTi.

L'apparition de la phase R lors du refroidissement des échantillons NiTi peut être attribuée à un ensemble complexe de mécanismes. Tout d'abord, les déformations réversibles et irréversibles induites par le traitement SMAT peuvent perturber l'équilibre thermodynamique du matériau, favorisant la stabilisation de la phase R à des puissances plus basses que prévu. De plus, les déformations, les contraintes résiduelles et les défauts cristallins créés par le traitement peuvent influencer la cinétique de transformation de phase, conduisant ainsi à l'apparition de la phase R à des puissances différentes de celles attendues. Ces mécanismes

interagissent pour faciliter la formation de la phase R pendant le refroidissement, ce qui souligne la complexité des transformations de phases agissant dans les alliages NiTi soumis au traitement SMAT.

Plusieurs chercheurs^{211 212} ont noté l'émergence des transitions de phase R dans les alliages NiTi. De plus, suite à un traitement SMAT dans diverses conditions²¹³, la phase intermédiaire R, caractérisée par une structure cristalline rhomboédrique, peut également se former.

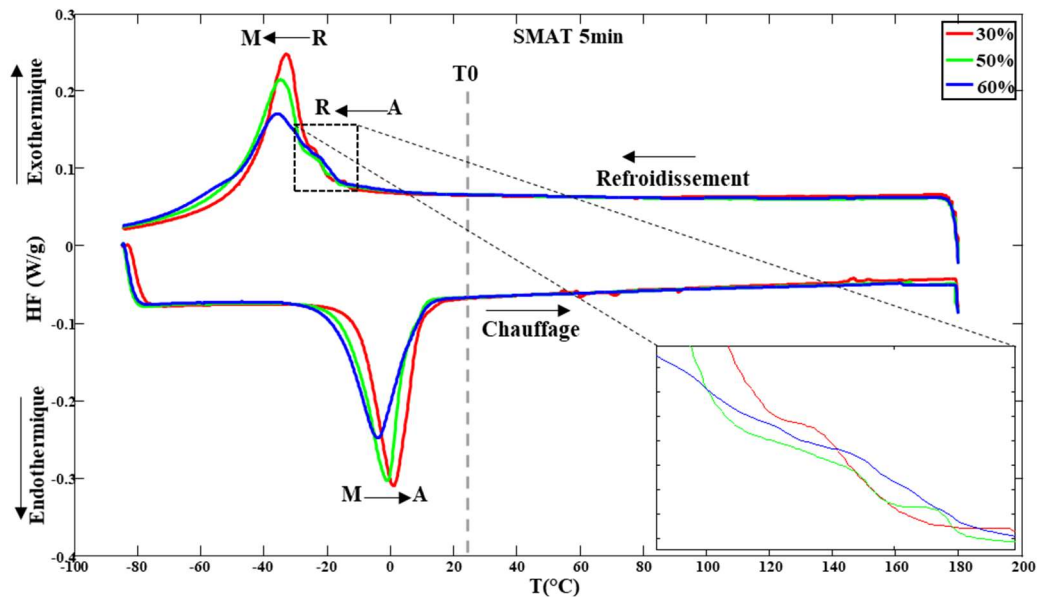


Figure 51 : Courbes DSC de l'alliage NiTi traité par SMAT pendant 5min à 30%, 50% et 60% de puissance.

Les températures de transformation de phase caractéristiques des échantillons soumis au traitement SMAT à différentes durées et à différentes puissances sont répertoriées dans le Tableau 8 et illustrées dans la Figure 52. L'ensemble de ces données expose clairement l'influence du temps de traitement SMAT et de la puissance appliquée sur les températures de transformation de phase caractéristiques des échantillons NiTi.

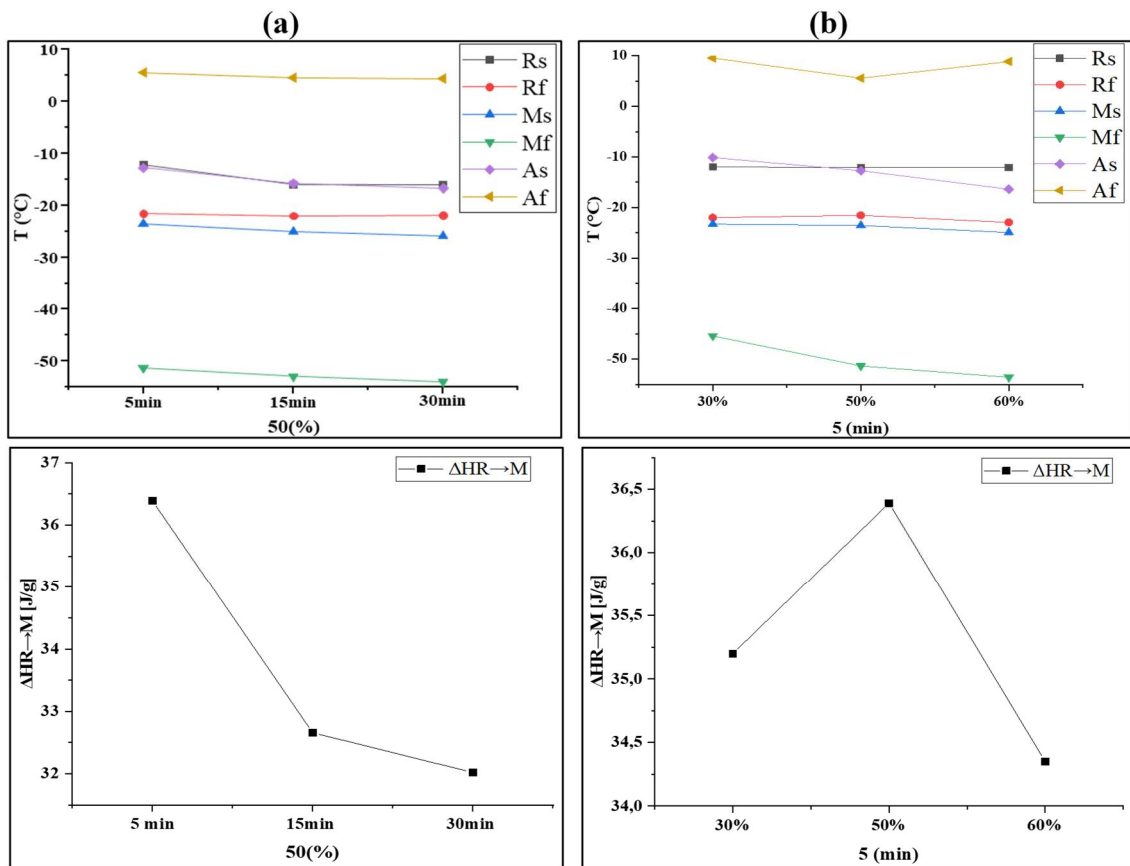
Les températures de début et de fin de la transformation de la phase R (R_s et R_f) ainsi que celles de la transformation de la phase martensitique (M_s et M_f) présentent des tendances faiblement marquées. En augmentant la puissance du traitement SMAT, ces températures tendent à diminuer, ce qui suggère que des puissances plus élevées favorisent des transformations de phase plus précoces. Cela indique une sensibilité des transitions de phase aux conditions de traitement. De plus, les valeurs de l'enthalpie de transformation ($\Delta H_{R \rightarrow M}$ et $\Delta H_{M \rightarrow A}$) montrent des variations en fonction de la puissance et du temps de traitement. Ces valeurs représentent l'énergie libérée ou absorbée lors des transformations de phases. On observe une légère différence dans l'énergie associée à ces transitions, ce qui suggère que la puissance du traitement SMAT n'a pas une influence significative sur l'intensité des transformations de phase.

	Refroidissement					Chauffage		
	R _s [°C]	R _f [°C]	M _s [°C]	M _f [°C]	ΔH _{R→M} [J/g]	A _s [°C]	A _f [°C]	ΔH _{M→A} [J/g]
5min (30%)	-11.98	-22,01	-23.29	-45.39	35.20	-10.12	9.56	-19.15
5min (50%)	-12.11	-21.55	-23.55	-51.32	36.39	-12.72	5.57	-19.25
5min (60%)	-12.09	-22.94	-24.94	-53.56	34.35	-16.37	8.86	-18.68
15min (50%)	-15.98	-22.05	-25.05	-52.90	32.66	-15.74	4.65	-17.27
30min (50%)	-16.08	-21.92	-25.92	-54.02	32.02	-16.66	4.43	-18.95

Tableau 8 : Températures de transformations caractéristiques basées sur l'analyse DSC des échantillons NiTi traités par SMAT à différentes conditions.

En ce qui concerne les températures de début (A_s) et de fin (A_f) de la transformation de la phase austénitique, elles montrent une diminution générale avec l'augmentation du temps de traitement SMAT, indiquant que des durées de traitement plus longues favorisent une transformation austénitique plus précoce.

Nous pouvons en conclure que les températures de transformation de phase de l'alliage NiTi sont affectées par le recuit et le traitement SMAT.



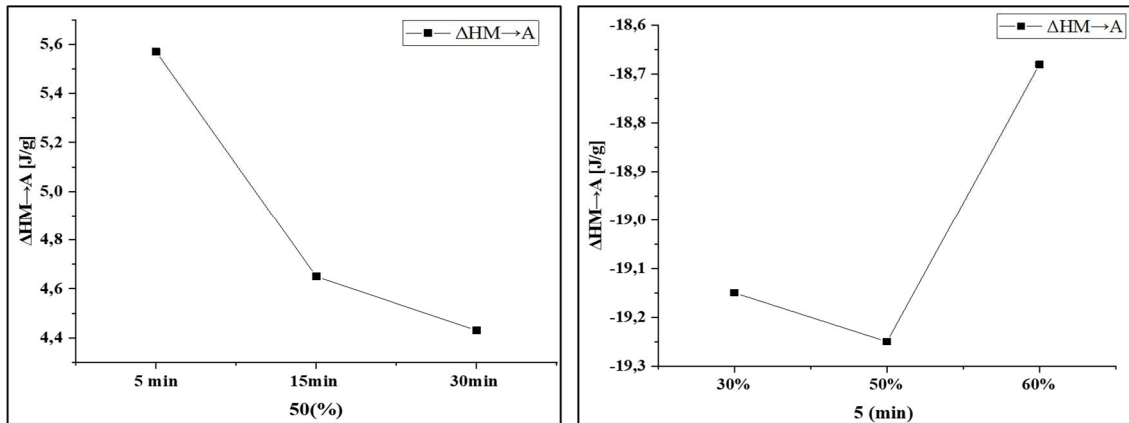


Figure 52: Températures de transformation de phase et les enthalpies du NiTi à différentes (a) durée et (b) puissance de traitement SMAT.

Nous pouvons associer les changements dans les propriétés thermiques mesurées à l'évolution de la microstructure de l'alliage NiTi lors du traitement thermique de recuit ainsi qu'après traitement SMAT. Ce point sera étudié plus en détails dans la suite de ce chapitre.

4. Caractérisation microstructurale de l'alliage NiTi

4.1. Préparation de surface

Pour pouvoir observer la microstructure d'un échantillon, celui-ci doit subir une préparation métallographique méticuleuse au préalable. Même si la préparation d'échantillons est une procédure standard pour bon nombre de matériaux, certains nécessitent une approche particulièrement soignée. C'est le cas du Nitinol qui fait l'objet de notre étude.

Tout d'abord, la préparation des échantillons NiTi pour la caractérisation métallographique consiste à prélever des échantillons d'une plaque de 1mm d'épaisseur à l'aide d'une tronçonneuse de précision *Struers*. Un refroidissement liquide lors de la découpe a été installé afin d'éviter tout échauffement excessif de la matière.

a. Enrobage

L'enrobage simplifie la manipulation de l'échantillon ce qui facilite le protocole de polissage et les étapes de caractérisations ultérieures. Afin de pouvoir observer la microstructure dans plusieurs directions par rapport à la direction de laminage des plaques, des coupes transversales et longitudinales ont été réalisées. Tous les échantillons ont été enrobés soit avec une résine thermodurcissable ou alors avec une résine à charges carbonées de type Poly Fast, pour pouvoir les passer au microscope électronique à balayage et éviter tout problème de charge de l'échantillon. Pour plus d'informations concernant les paramètres d'enrobage, nous renvoyons le lecteur à l'annexe II.

b. Polissage

Afin de pouvoir procéder à une analyse microstructurale des échantillons enrobés, il est nécessaire de soumettre ces derniers à un certain nombre d'étapes de préparation de surface. Ainsi, afin de pouvoir observer la microstructure de nos échantillons avant et après traitement de recuit et traitement SMAT, un protocole de polissage méticuleux a été mis en place. Le polissage mécanique a été réalisé sur une polisseuse *LaboPol-21* de la marque Struers qui se compose de deux disques de 250 mm de diamètre. Le polissage a été réalisé jusqu'à atteindre un poli miroir à la pâte diamantée de 1 μ m.

c. Attaque électrolytique

Dans la majorité des cas, l'observation microstructurale nécessite non seulement la préparation rigoureuse de la surface de l'échantillon par polissage mécanique, mais demande également une attaque chimique afin de révéler la microstructure du matériau. Cette étape s'est avérée particulièrement délicate dans le cadre de l'alliage nickel-titane. En effet, des tentatives d'attaques à l'ambiante avec une solution à base d'acide fluorhydrique s'est montrée particulièrement inefficace pour révéler la microstructure de cet alliage. C'est pourquoi, nous avons opté pour une approche différente en essayant de révéler la microstructure par voie électrolytique. Pour ce faire, la surface des échantillons est immergée dans une solution d'attaque électrolytique à base d'acide nitrique et du méthanol. L'attaque a été menée à -20°C pour les échantillons SMATés, dans une solution composée de **85 % CH₃OH** et **15 % HNO₃**. La tension a été imposée à 20 V.



Figure 53 : Montage de l'attaque électrolytique.

Après la préparation des échantillons, nous avons entrepris la caractérisation de l'alliage en analysant sa microstructure à l'aide de diverses techniques.

4.2. Caractérisation de l'alliage NiTi

La microscopie optique (MO) est une technique d'analyse microstructurale permettant de suivre et de visualiser l'évolution de la microstructure des matériaux après divers traitements thermiques et mécaniques. Comme énoncé plus haut, la microscopie optique d'échantillons métallographiques nécessite une préparation méticuleuse de la surface des échantillons afin de pouvoir analyser la microstructure, évaluer la taille de grains ainsi que les différentes phases en

présence etc. Le pouvoir de résolution de la microscopie optique est principalement limité par la longueur d'onde de la lumière visible ainsi que par la qualité des lentilles grossissantes. Ainsi, il peut être difficile d'observer des microstructures dont la taille de grains moyenne est fine. Pour ces applications, il est alors indispensable de passer sur des microscopes électroniques à balayage ou en transmission qui ont une bien meilleure résolution.

Toutes les observations métallographiques effectuées dans le cadre de cette thèse ont été réalisées sur un microscope de type *NIKON* équipé d'un logiciel d'acquisition d'image *OLYMPUS STREAM ESSENTIALS* (Figure 54).



Figure 54: Microscope optique Nikon.

La Figure 55 nous donne un aperçu de la microstructure des échantillons de Nitinol avant et après traitement thermique. Avant le traitement thermique de recuit (Figure 55 (a)), la microstructure présente une variété de grains de tailles différentes, avec une taille moyenne d'environ 19 μm . De plus, on peut observer la présence de bandes particulières dans un certain nombre de grains pouvant être des macles. Ces particularités, suggèrent une possible transformation de phase avec formation de la martensite, étant donné les conditions thermomécaniques subies par l'alliage lors de son processus de fabrication.

La Figure 55 (b) montre la microstructure de l'alliage NiTi après traitement thermique de recuit à 700°C pendant 2 h. On observe des changements significatifs dans la microstructure après recuit par rapport à l'état brut. En effet, on constate tout d'abord une homogénéisation de la microstructure présentant une taille de grain moyenne atteignant environ 35 μm . Cette augmentation de taille de grains est un effet typique du recuit, qui favorise la croissance des grains et la relaxation des contraintes internes dans le matériau.

Un autre aspect important est la disparition des macles unidirectionnelles que l'on observait dans la microstructure initiale. Cela suggère que le traitement thermique a provoqué une réorganisation de la structure cristalline, éliminant les macles unidirectionnelles et favorisant la formation d'une structure plus régulière et homogène.

En somme, les changements observés dans la microstructure après le traitement thermique de recuit démontrent son efficacité, puisque qu'une microstructure homogène exempte de macles a été obtenue.

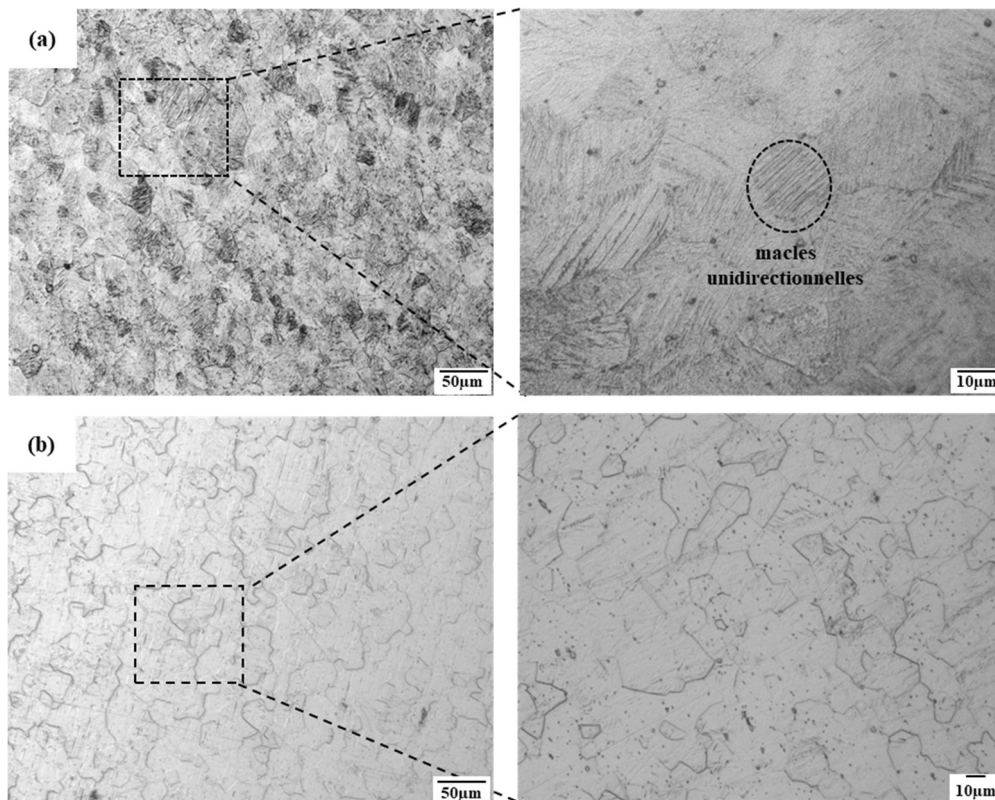


Figure 55: Micrographies optiques de l'alliage NiTi (a) état brut et (b) après recuit à 700°C pendant 2h.

Après avoir été soumis à un traitement SMAT pendant 5 min à une puissance de 30% (Figure 56), on observe que le traitement a affecté la matière sur une profondeur d'environ 120 à 150 µm à partir de la surface traitée. Cette couche superficielle présente une structure à base de fines lamelles s'apparentant à des macles cristallines. À l'intérieur de cette couche, les gros grains caractéristiques de l'échantillon d'origine disparaissent, ce qui rend l'identification de la microstructure extrêmement difficile au microscope optique (MO).

On observe également la présence de macles cristallines, et il est essentiel de souligner que ces macles constituent le principal mécanisme de déformation dans les alliages à mémoire de forme comme le NiTi, notamment associées à la phase martensitique^{214 215}.

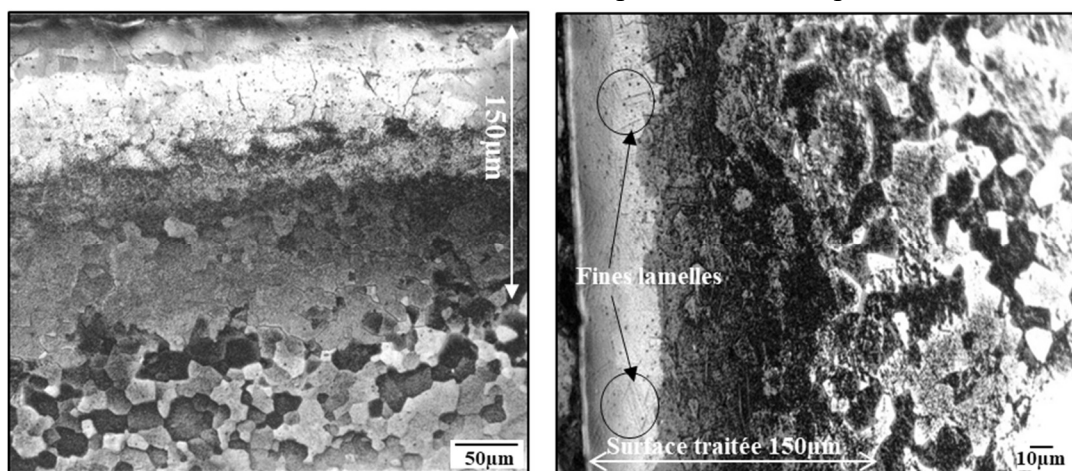


Figure 56 : Micrographies optiques de l'alliage NiTi après SMAT à 5min-30% d'amplitude.

Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé la technique d'analyse EBSD (*Diffraction d'électrons rétrodiffusés* ou *Electron BackScatter Diffraction*) pour explorer la microstructure de notre alliage d'étude. Cette technique d'analyse nous a permis d'établir un lien entre la cristallographie et la microstructure de nos échantillons. Elle a également offert la possibilité de quantifier les désorientations entre les grains, générant ainsi des cartographies d'orientation des grains et des cartographies de phases.

Pour effectuer ces analyses, nous avons utilisé un détecteur EBSD monté sur le microscope électronique à balayage MEB²¹⁶. La Figure 57 fournit un schéma illustratif des éléments matériels situés à l'intérieur d'une chambre MEB.

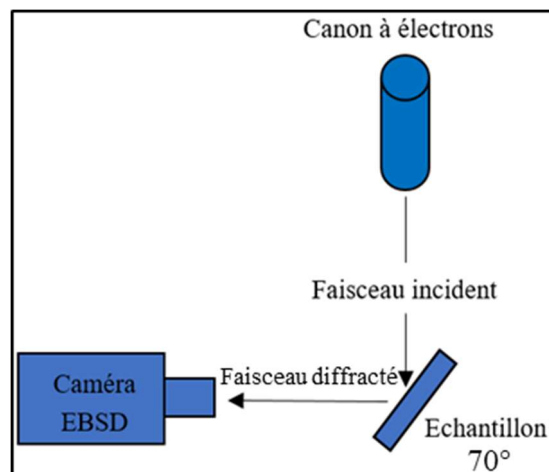


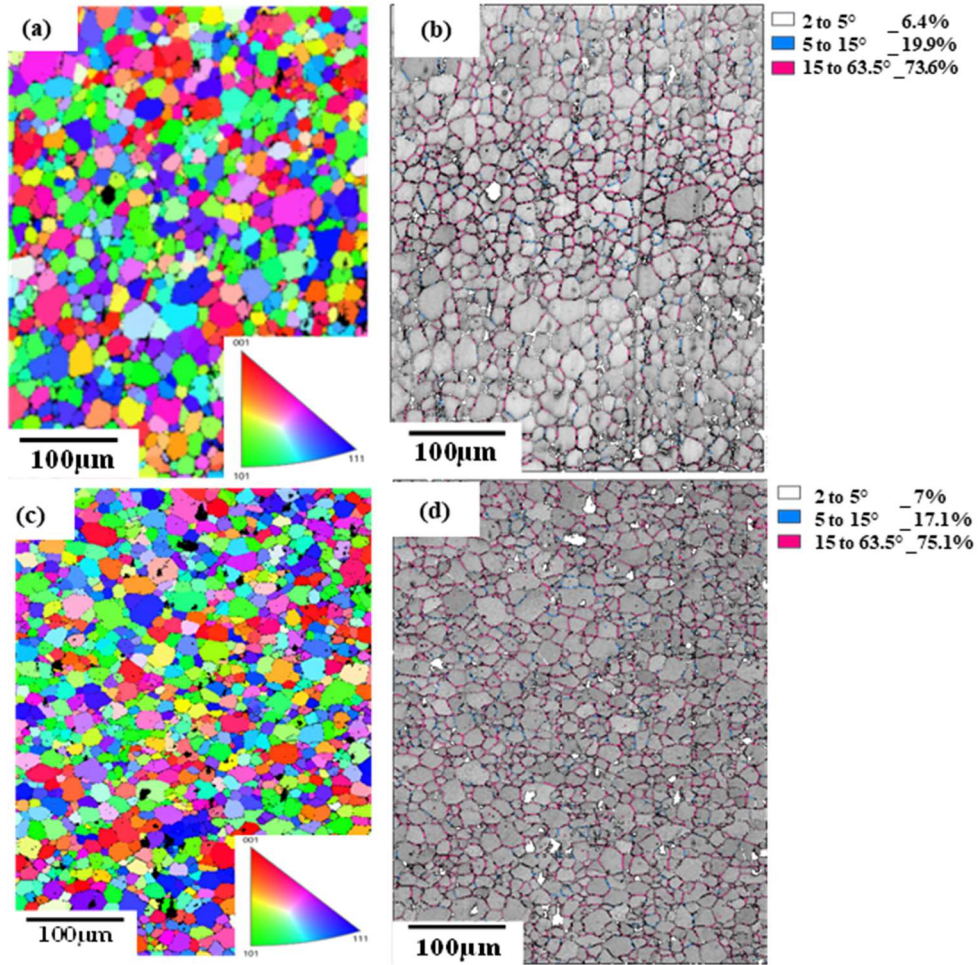
Figure 57: Schéma de principe du fonctionnement du MEB avec capteur EBSD.

a. Orientation des grains et texture cristallographique

La Figure 58 présente la microstructure ainsi que les cartes de distribution des orientations des grains obtenues par analyse EBSD. Ces cartes sont essentielles pour interpréter les changements microstructuraux observés entre deux types d'échantillons, à savoir les échantillons l'état brut, après traitement thermique de recuit à 700°C pendant 2 h et après SMAT pendant 30 min. Les mesures EBSD ont été réalisées à une tension d'accélération de 15 kV, avec un pas de mesure de 1 µm. Les données ont été traitées à l'aide du logiciel ATEX²¹⁷. Ces cartes d'orientation des grains nous fournissent des informations intéressantes sur l'évolution de la microstructure des échantillons avant et après le traitement thermique.

Avant le recuit, l'alliage présente une granulométrie mixte avec de petits et de gros grains, ayant une taille moyenne d'environ 19 µm. Cependant, après le recuit, la microstructure devient plus homogène et équiaxe, indiquant que le traitement thermique a provoqué une réorganisation des grains, avec une taille moyenne d'environ 35µm. Cette transformation de la microstructure peut avoir des implications importantes sur les propriétés mécaniques de l'alliage, une microstructure plus homogène tendant à améliorer la résistance mécanique et la ductilité de l'alliage. Après l'application du traitement SMAT, une diminution de la taille des grains est observée à travers toute la surface de l'échantillon, avec une taille moyenne réduite à environ

13 μm . Cette réduction de taille, particulièrement prononcée à la surface de l'échantillon, souligne l'effet significatif du SMAT sur la microstructure de l'alliage NiTi. Cette modification de la taille des grains peut avoir des implications directes sur les propriétés mécaniques, la résistance à la fatigue et d'autres caractéristiques clés de l'alliage. Les cartes d'orientations cristallographiques (rouge, vert et bleu) apportent une dimension supplémentaire à la compréhension de la microstructure. En résumé, ces observations convergent vers la conclusion que le traitement thermique de recuit et le SMAT exercent un impact significatif sur la microstructure et l'orientation cristallographique de l'alliage NiTi.



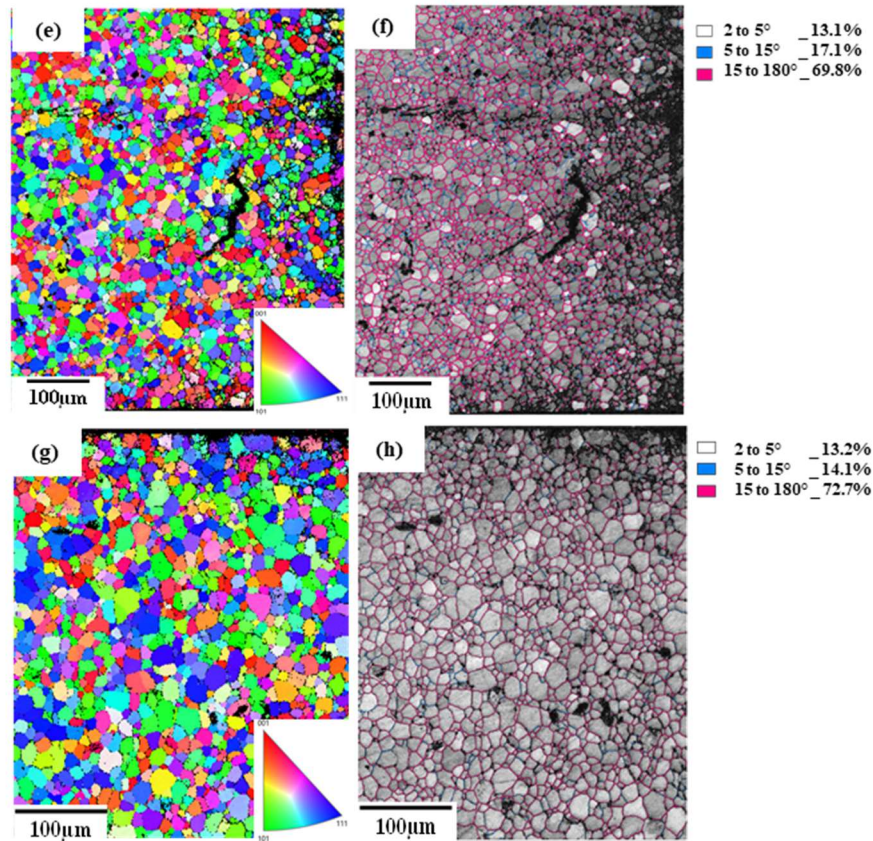


Figure 58: Cartes EBSD de la microstructure de l'alliage NiTi (a)(b) état brut, (c)(d) après recuit à 700°C pendant 2h et (e-h) SMATé après 30 min.

Les joints de grains à angle faible (LAGBs) sont souvent associés à la présence de dislocations, ce qui suggère que la microstructure contient une densité de dislocations plus élevée. La présence de dislocations dans l'alliage NiTi peut potentiellement influencer la transition de phase. Les traitements thermiques tels que le recuit et le traitement SMAT peuvent modifier la distribution des dislocations et des joints de grains, ce qui pourrait avoir un impact sur les propriétés mécaniques et thermiques de l'alliage.

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse largement utilisée pour déterminer la structure cristalline des phases présentes dans les matériaux cristallins. Cette méthode repose sur la mesure de la distance entre les plans inter-réticulaires des cristaux, permettant ainsi d'obtenir des informations précises sur la structure cristalline, la texture, la fraction volumique des différentes phases et l'état de contrainte.

Le principe de base de la mesure DRX implique l'irradiation de l'échantillon avec un faisceau monochromatique de rayons X, généralement émis par une source en cuivre ou en chrome. Les rayons X sont des ondes électromagnétiques avec une longueur d'onde comprise entre 0,1 Å et 10 Å. Lorsque ce faisceau de rayons X monochromatique interagit avec la matière, une partie de l'énergie est absorbée, puis est réémise sans perte d'énergie par les nuages d'électrons des atomes, ce qui constitue la diffusion élastique. La somme des ondes diffractées

à partir des différents plans atomiques suit une condition particulière appelée la condition de Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2d_{hkl} \sin(\Theta_{hkl}) :$$

n : ordre de la diffraction ;

λ : la longueur d'onde du faisceau des rayons X ;

d_{hkl} : la distance entre deux plans réticulaires (hkl) ;

Θ : l'angle d'incidence des rayons X.

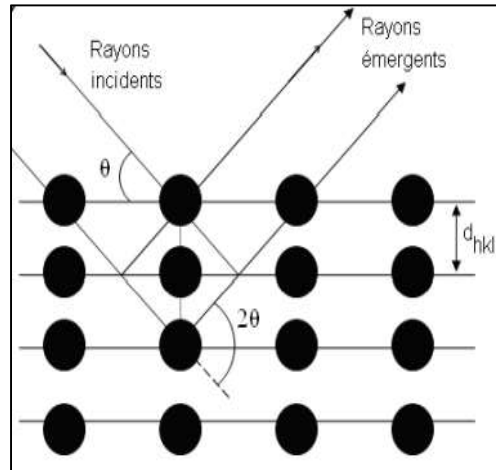


Figure 59: Schéma de principe de la DRX.

La DRX complète ainsi l'analyse effectuée par OM et EBSD, en fournissant des informations complémentaires sur la structure cristalline et la composition des échantillons. Ces techniques sont souvent utilisées de manière conjointe pour obtenir une caractérisation détaillée de la microstructure de l'alliage NiTi.

La Figure 60 offre une représentation des courbes de diffraction des rayons X (DRX) pour l'alliage NiTi à l'état de référence non traité par SMAT (recuit) et l'état traité par SMAT pour différents temps de traitement. Ces diffractogrammes sont essentiels pour comprendre les variations structurales induites par le traitement SMAT sur l'alliage. La comparaison des pics de diffraction entre ces états permet d'identifier les éventuelles modifications cristallographiques résultant du traitement. Les changements dans la position, l'intensité et la largeur des pics révèlent des informations sur la nature des phases présentes, la taille des cristallites et d'autres caractéristiques microstructurales.

Avant le traitement SMAT, les données de DRX révèlent des pics caractéristiques, notamment celui à $42,3867^\circ$ (2θ), suggérant une association avec la phase austénitique (B2) du NiTi, stable à des températures élevées. Un pic à $46,3731^\circ$ (2θ) à une position plus basse indique la possible présence de la phase martensitique (B19'). Après 5 min de SMAT, les positions des pics restent généralement stables, indiquant la persistance des phases principales, bien que des variations d'intensité pointent vers des changements initiaux dans la microstructure résultant du

traitement. Après 15 et 30 min de SMAT, la stabilité des positions de pics persiste, mais les variations d'intensité suggèrent des ajustements microstructuraux, probablement liés à des processus de transformation de phase déclenchés par le SMAT.

L'analyse post-SMAT révèle l'apparition de nouveaux pics vers 40-41°, absents dans l'état de recuit, et de pics vers 44,2° émergeant spécifiquement après le SMAT. Ces observations indiquent des transformations structurales spécifiques, potentiellement liées à des processus de relaxation des contraintes résiduelles ou des changements de taille de cristallites. Une tendance générale de diminution d'intensité des pics avec l'augmentation du temps de SMAT est observée, suggérant des processus de relaxation des contraintes résiduelles et des variations dans la taille des cristallites. Les pics à 71°, 77,5° et 81,5°, associés à la phase B2, montrent des évolutions significatives. Le pic à 71°, intense après le recuit, diminue progressivement en intensité avec le temps de SMAT, soulignant une évolution potentielle de ces phases. Les pics à 77,5° et 81,5°, initialement intenses après le recuit, voient leur intensité diminuer notablement avec l'augmentation du temps de SMAT, révélant des ajustements microstructuraux.

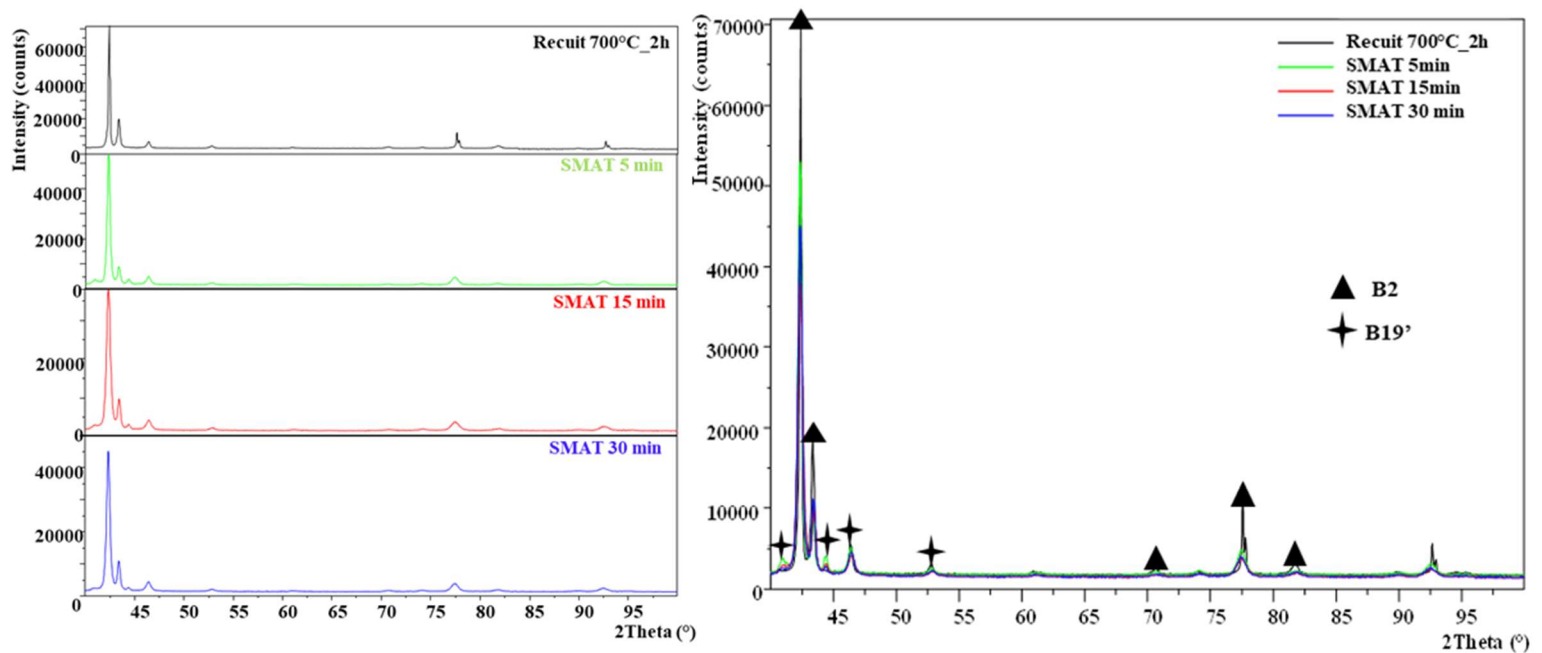


Figure 60 : Modèles DRX de l'alliage NiTi non traité et traité par SMAT.

Conclusion

Dans ce chapitre, les transformations de phase et les changements microstructuraux du Nitinol ont été analysés et évalués à l'état initial (brut) et dans diverses conditions de traitement thermique de recuit et de traitement SMAT à l'aide de différentes techniques : DSC, MO, EBSD et DRX.

Dans un premier temps, le test DSC nous a permis de caractériser l'alliage NiTi à l'état initial et de choisir les paramètres appropriés pour le traitement thermique de recuit. Nous avons exploré différentes températures et durées de traitement thermique, ce qui a révélé l'effet de ces

paramètres sur les températures de transformation de phase et les microstructures de l'alliage. Les résultats ont montré que le traitement thermique de recuit peut être utilisé pour contrôler les températures de transformation et induire des phases cristallines intermédiaires, ce qui influe de manière significative sur la microstructure de l'alliage. En fin de compte, une température de 700°C pendant 2h a été identifiée comme la condition optimale pour obtenir des transformations de phase stables. Ensuite, nous avons exploré l'impact du traitement mécanique de nanocristallisation superficielle (SMAT) sur les températures de transformation et la microstructure de l'alliage NiTi. Cette approche visait à contrôler les phases cristallines, la taille des grains et la texture de l'alliage. L'ensemble de ces paramètres a été examiné pour évaluer l'influence du SMAT sur le comportement de l'alliage.

Dans les chapitres suivants, nous procéderons à une caractérisation mécanique approfondie de l'alliage NiTi. Nous étudierons spécifiquement les propriétés mécaniques en traction de l'alliage NiTi dans trois états différents : à l'état brut, après recuit et après SMAT. Cette analyse nous permettra de mieux comprendre l'influence des traitements thermiques et mécaniques sur le comportement thermo-mécanique de l'alliage NiTi.

Chapitre III

Méthodes d'analyse
du comportement
thermomécanique du
NiTi

Sommaire

Introduction

1. Essais de traction

1.1. Protocole expérimental

1.2. Mesure de champs cinématiques par CIN

1.3. Mesure de champs thermiques par TIR

1.3.1. Thermographie IR

1.3.2. Etalonnage

1.4. Filtrage/dérivation en vue du calcul de déformation et de vitesse de déformation

1.5. Couplage des mesures cinématiques et thermiques pour une analyse calorimétrique

1.5.1. Recalage (spatio-temporel)

1.5.2. Calcul de sources de chaleur

1.6. Exemple de résultat sur un essai de traction

2. Essais nanoindentation

2.1. Exemple de résultat sur un essai de nanoindentation

Conclusion

Références

Introduction

L'influence du traitement SMAT sur le comportement thermomécanique du NiTi est étudiée au moyen de deux types d'essais fondamentaux, à savoir les essais de traction et les essais de nanoindentation. Dans ce chapitre, on présente les différents protocoles utilisés pour dépouiller les essais de traction et les essais de nanoindentation. En particulier, on insiste sur les techniques de mesure telles que la corrélation d'images numériques (CIN) pour évaluer les champs cinématiques, ainsi que la thermographie infrarouge (TIR) pour la mesure des champs thermiques et calorimétriques. Cette approche, déclinée sur plusieurs échelles d'analyse, permet de mieux appréhender les différentes caractéristiques des mécanismes de déformation mis en jeu dans l'alliage NiTi ayant subi différents traitement SMAT.

1. Essai de traction

Suite aux analyses microstructurales et cristallographiques, des essais de traction sont effectués afin de déterminer et de caractériser le comportement mécanique des échantillons NiTi. Dans le cas d'une sollicitation monotone, cet essai permet de déterminer les propriétés mécaniques usuelles d'un matériau telles que le module de Young E , la résistance mécanique σ_m ou encore l'allongement à la rupture A . Il peut aussi être utilisé pour déterminer des seuils tels que la limite d'élasticité σ_y pour un matériau élastoplastique ou bien la contrainte critique pour initier la transformation martensitique (σ_{SIM} ou σ_c) dans le cas d'un AMF. Le comportement des échantillons peut aussi être étudié au travers de sollicitations cycliques uniaxiales. Ces chargements sont particulièrement intéressants sur le plan de l'analyse thermo-mécanique dans la mesure où ils permettent de mettre en évidence certains mécanismes de couplage.

La machine de traction utilisée dans cette étude est une machine hydraulique de type *MTS 810* d'une capacité de 100 kN, équipée d'une cellule de charge de 25 kN. Elle permet un déplacement maximal de ± 100 mm. Cette machine peut être pilotée soit en force, soit en déplacement. Les essais ont été pilotés à l'aide du logiciel « *Multipurpose TestWare* ».

Les essais de traction cyclique ont été réalisés avec une vitesse de sollicitation (vitesse de vérin) de 0,25 mm/s. A chaque instant, les signaux des capteurs de la machine sont envoyés sur les sorties analogiques de la machine (0–10 V) pour être numérisés par le dispositif SynchroCam permettant la synchronisation de l'ensemble des données expérimentales (images et signaux des différents capteurs). Tous les essais sont effectués à température ambiante sur des éprouvettes de traction découpées au préalable par électroérosion suivant le plan donné en Figure 61. L'éprouvette de traction est maintenue dans la machine par deux mors hydrauliques (le mors fixe est le mors supérieur et le mors mobile est le mors inférieur) avec une pression de serrage de 5 MPa.

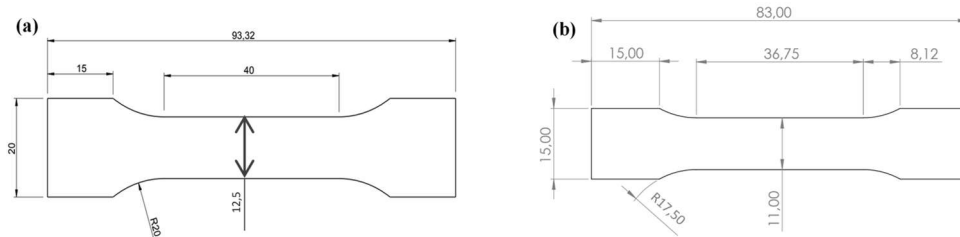


Figure 61: Plan de traction des échantillons étudiés, (a) non traités et recuits, (b) soumis au SMAT.

1.1. Protocole expérimental

Le dispositif expérimental utilisé dans ce travail est développé au sein de l'équipe Thermo-Mécanique des Matériaux (ThM2) du Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC). Il est illustré et schématisé sur les Figures 62 et 63 ci-dessous.



Figure 62: Dispositif expérimental : (a) machine MTS, (b) caméra visible, (c) caméra IR et (d) corps noir.

Le dispositif est composé de quatre sous-ensembles :

- Une machine hydraulique de traction-compression (MTS) équipée d'une cellule de force de 25 kN.
- Une caméra visible pour déterminer les champs de déplacements.
- Une caméra infrarouge pour mesurer les champs de températures à la surface de l'éprouvette.
- Un dispositif électronique SynchroCam (représenté en Figure 63) pour synchroniser l'acquisition des données.

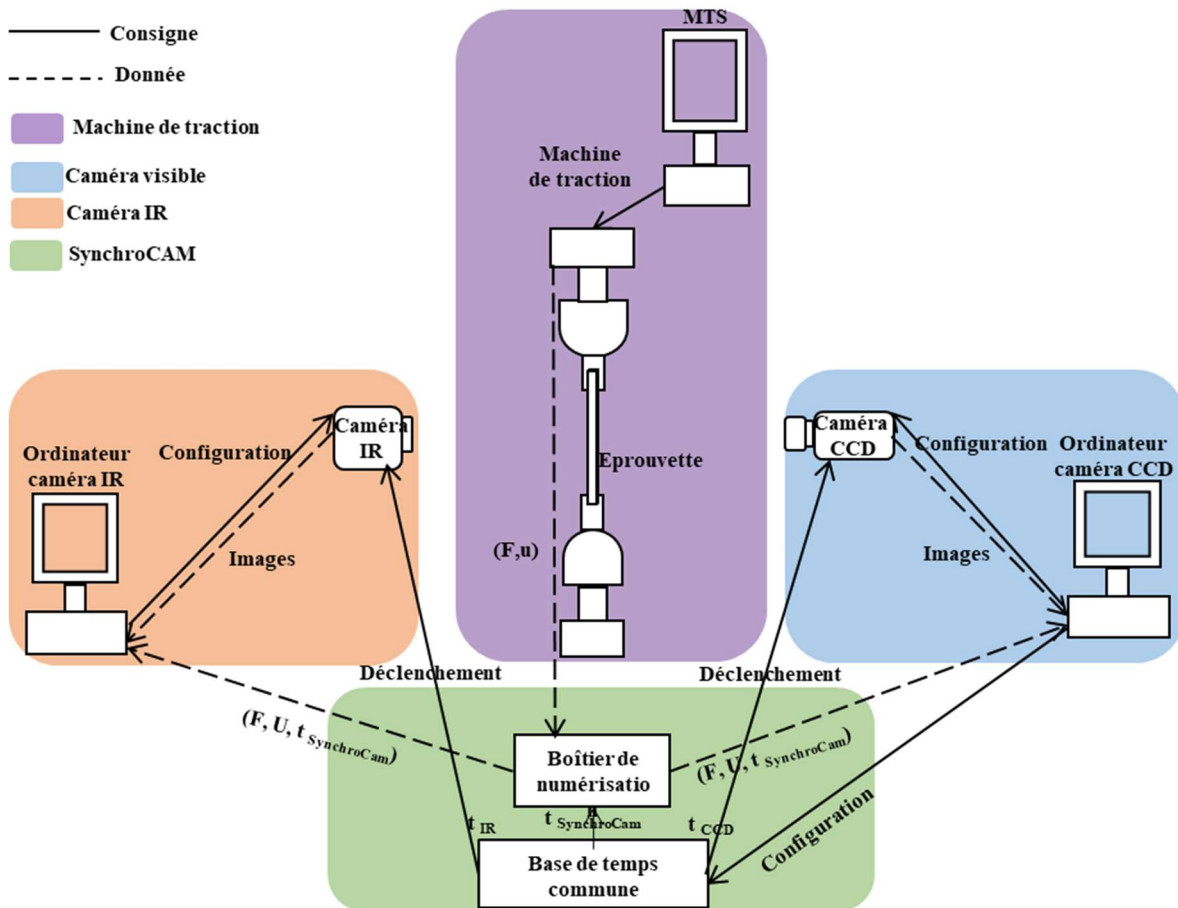


Figure 63: Schéma du dispositif d'acquisition synchronisée SynchroCam.

Dans la suite de ce chapitre, nous présenterons plus en détail les différents éléments du dispositif expérimental.

a. Caméra visible

La caméra CAM STC utilisée dans ce travail (Figure 64) est une caméra visible qui peut acquérir jusqu'à 180 images par seconde en pleine résolution. La taille maximale d'image est de 2048×2048 pixels, avec une taille de pixel physique de $5,5 \mu\text{m}$. La caméra est positionnée devant l'éprouvette à une distance approximative de 35 cm et son axe optique reste perpendiculaire à la surface de l'éprouvette durant tout l'essai. Au cours des essais, nous avons imposé une fréquence d'acquisition de 1 Hz. Les images acquises sont enregistrées sur un ordinateur dédié au pilotage de la caméra, puis elles sont traitées par une méthode de corrélation d'images numériques afin de déterminer les champs de déplacement et de déformation de la surface de l'éprouvette. Les algorithmes de corrélation doivent fonctionner avec des images présentant des contrastes suffisants. Ici, le contraste est obtenu en recouvrant la surface de l'échantillon d'une fine couche de peinture noire puis d'un mouchetis blanc appliqué à l'aide d'une bombe aérosol.



Figure 64: Caméra visible CCD.

Avant de commencer les essais, il convient d'ajuster l'éclairage et le temps d'intégration de la caméra visible pour optimiser l'histogramme en vue de la corrélation. La Figure 65 représente un exemple d'image prise par la caméra visible ainsi que son histogramme. La taille des tâches est estimée en prenant la largeur à mi-hauteur de la fonction corrélation. On trouve des rayons de l'ordre de 1,5 à 2 pixels. La technique CIN développée pour traiter ces images visibles sera présentée en détail au paragraphe « 1.2. Mesure de champs cinématiques par CIN » de ce chapitre.

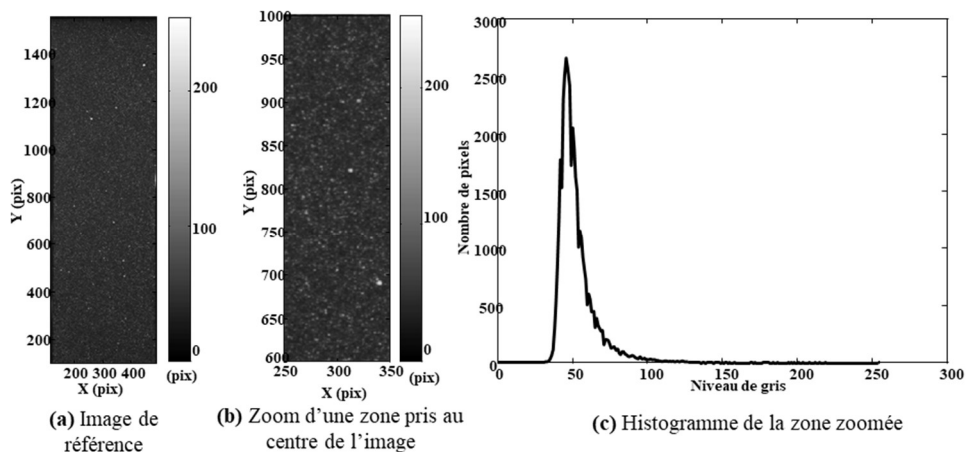


Figure 65: (a) Image de référence ; (b) (c) Zoom d'un mouchetis pris au centre de l'image.

b. Caméra IR

La caméra infrarouge utilisée lors de tous les essais est une caméra de type Cedip Titanium représentée sur la Figure 66, elle est équipée d'un objectif de focale 50 mm et d'un capteur infrarouge capable d'acquérir des images avec une résolution allant jusqu'à 512 x 640 pixels, avec une fréquence d'acquisition maximale d'environ 150 Hz. La taille physique des pixels est de 15 μm . La gamme spectrale du capteur correspond à la bande 3 μm – 5 μm . Il est possible de régler le temps d'intégration dans la plage de 10 à 3500 μs par pas de 1 μs pour ajuster la précision des mesures en fonction de la plage de température observée tout en évitant la saturation du capteur. Selon le constructeur, la sensibilité en température de ce capteur est de l'ordre de 20 mK pour un temps d'intégration de 1500 μs et une température de 25 °C. Pour les

essais, nous avons choisi d'utiliser un temps d'intégration de 2500 μs et une fréquence d'acquisition de 50 Hz. Les acquisitions des voies mécaniques par le dispositif SyncroCam ont elle aussi été réalisées à 50 Hz.



Figure 66: Caméra IR Cedip Titanium.

1.2. Mesure de champs cinématiques par CIN

Dans cette partie nous présentons la technique de corrélation d'images numériques (CIN) mise en œuvre afin de mesurer les champs cinématiques lors d'un essai mécanique.

La corrélation d'images (*DIC* : *Digital Image Correlation* en anglais) a été développée dans les années 1980 par Sutton²¹⁸ pour des applications en Mécanique. Cette technique permet de déterminer le champ de déplacement à partir des distributions d'intensités lumineuses correspondant aux images de l'objet prises entre deux états de chargement en supposant la parfaite advection des intensités lumineuses avec le déplacement de la surface. Elle fonctionne aussi bien à partir d'images prises en optique « visible » (caméra ou bien de microscope optique) qu'en imagerie par microscopie électronique (MEB)²¹⁹ ou à force atomique (AFM)^{220 221}. Ces techniques ont d'abord été développées pour étudier des surfaces planes²²² avant d'être étendues aux surfaces gauches en appliquant des techniques de triangulation sur des images prises par caméras^{223 224} puis aux analyses tomographiques en volume²²⁵. Les champs d'application les plus couramment abordés sont : les mesures de forme (essentiellement pour des surfaces gauches²²⁶), et les champs de déplacement, de déformation ainsi que les vitesses de déformation^{227 228 229 230 231 232 233 234 235}. Dans cette étude, la CIN est appliquée pour analyser la réponse cinématique de l'alliage NiTi lors d'un essai de traction. La chaîne de traitement associée à la CIN est la suivante :

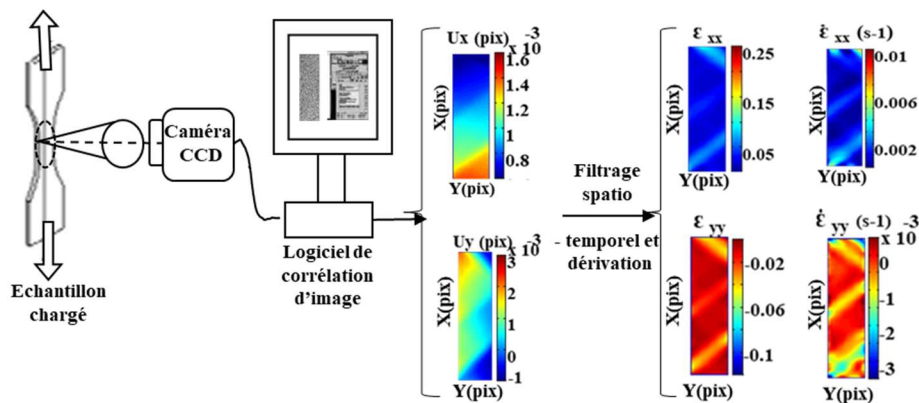


Figure 67: Schéma de la chaîne de traitement associée à la CIN avec cartes de champs de déplacement et de déformation, illustrant le filtrage spatio-temporel.

Cette technique repose sur quatre étapes principales : **(i)** la préparation de la surface, **(ii)** l'acquisition des images, **(iii)** la détermination des champs de déplacement par CIN et **(iv)** le post-traitement des champs de déplacement (filtrage/dérivation en vue du calcul de la déformation et de la vitesse de déformation).

(i) La préparation de la surface

La méthode de préparation de surface la plus répandue est le dépôt de mouchetis aléatoire à l'aide d'une bombe de peinture aérosol sur la zone d'intérêt de l'échantillon. Cette technique de marquage est compatible avec une large gamme d'échelles et nécessite très peu de préparation. Il est aussi possible d'utiliser des marquages réguliers déposés directement sur le substrat (grilles, ...). Des approches spécifiques peuvent être développées pour tirer le meilleur profit d'une connaissance a priori du marquage^{236 237}. Tout d'abord, la surface est peinte en noir à l'aide d'une bombe aérosol sur les deux faces de l'échantillon. Puis, un mouchetis de peinture blanche est réalisé sur une seule face (Figure 68). Les éprouvettes doivent être nettoyées avec de l'éthanol avant l'application du mouchetis pour assurer une bonne adhérence de la peinture à la surface.

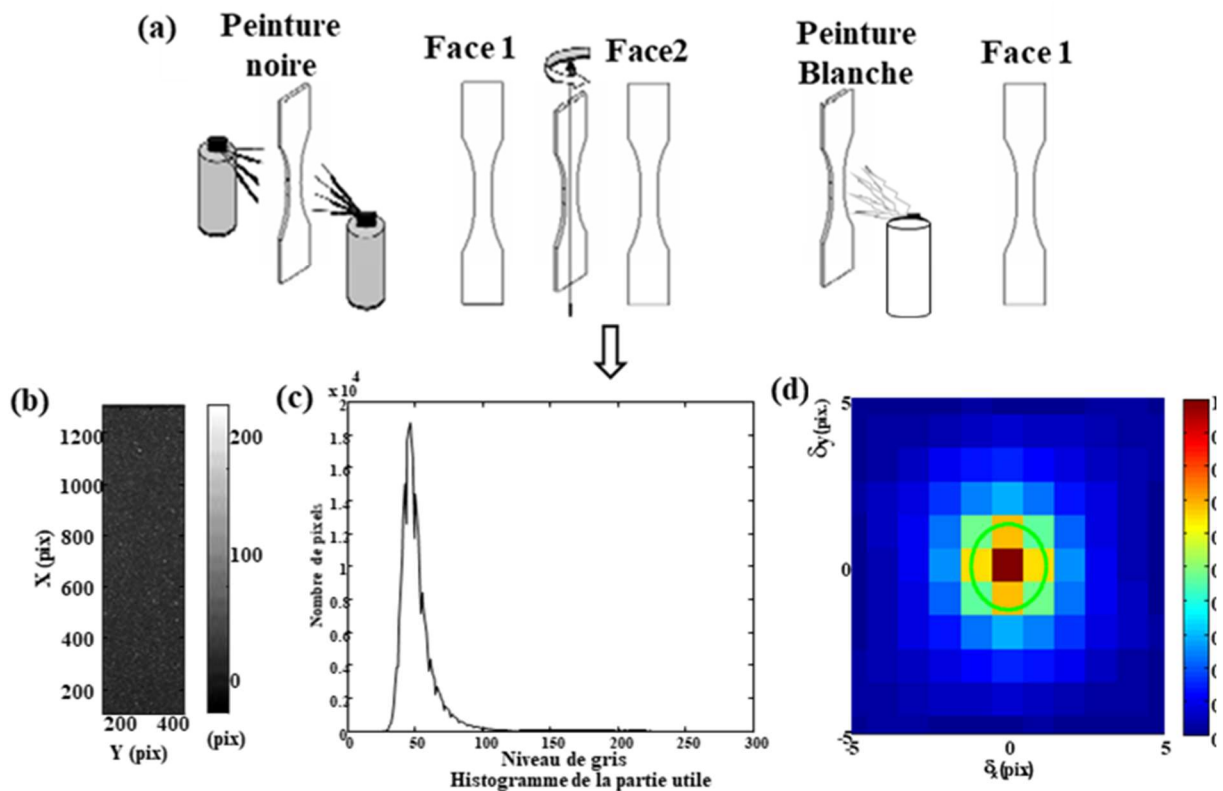


Figure 68: (a) Schéma de réalisation d'un mouchetis ; (b) Exemple de mouchetis sur une éprouvette de traction, (c) Histogramme des niveaux de gris ; (d) Fonction d'autocorrélation.

La Figure 68(d) illustre la fonction d'autocorrélation normée déterminée au centre de l'image. L'ellipse verte représente l'ellipse qui coupe la fonction d'autocorrélation à mi-hauteur. Elle correspond à la tache moyenne sur l'image, qui fait ici un diamètre légèrement inférieur à 3 pixels.

(ii) L'acquisition et l'enregistrement des images

Le dispositif expérimental d'acquisition d'images se compose des éléments suivants :

- Une caméra CCD équipée d'un objectif spécifique en fonction de la taille de la zone d'intérêt.
- Un ordinateur contenant une carte d'acquisition et un logiciel de pilotage pour le contrôle de la caméra et le stockage des images.
- Un système d'éclairage qui permet d'obtenir une intensité d'éclairage la plus uniforme possible à la surface de l'échantillon et constante d'une image à l'autre. Il doit être positionné correctement par rapport au dispositif d'essai, pour garantir la qualité des résultats tout en limitant l'échauffement de l'échantillon et de l'environnement. La qualité de l'éclairage affecte la distribution des niveaux de gris et donc peut impacter la qualité des mesures. Un bon contraste est l'une des conditions importantes à la réussite d'une corrélation d'image numérique²³⁸.

(iii) Détermination des champs de déplacement et de déformation par CIN

Le principe de la corrélation d'images numérique est de trouver la correspondance entre deux images d'une même zone de l'échantillon prises dans deux états de chargement différents : l'état initial de référence (l'image avant la sollicitation) et l'état déformé (l'image après la sollicitation) comme le montre la Figure 69, permettant ainsi de calculer les champs de déplacement associés^{239 240}.

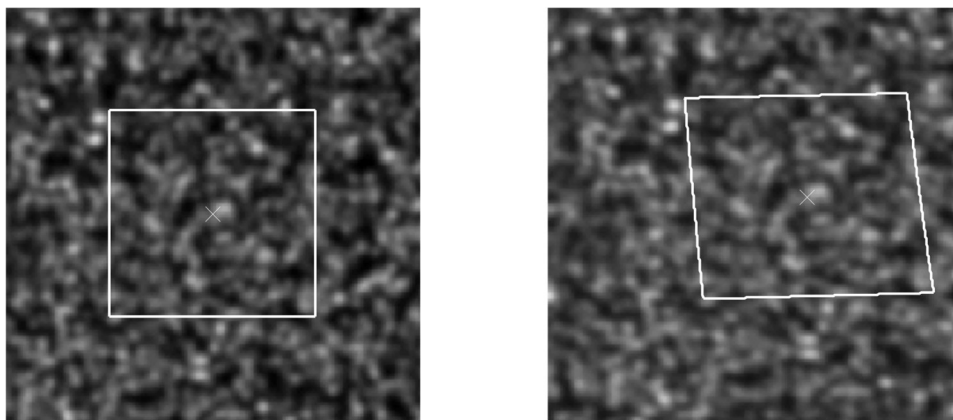


Figure 69 : Exemple de transformation d'un mouchetis suite à une sollicitation (a) image de référence (b) image après déformation.

Pour réaliser la CIN, il est nécessaire de prendre en compte plusieurs éléments clés^{241 242 243} listés ci-dessous :

(a) Les deux images en question, généralement notées f pour l'image de référence (avant déformation) et g pour l'image déformée (après déformation).

(b) La position d'un point (ou pixel) dans l'image de référence est définie par le vecteur \vec{X} . En 2D, cette position peut être exprimée en fonction des vecteurs unitaires \vec{e}_x et \vec{e}_y ,

représentant respectivement les directions horizontale et verticale. Ainsi, la position \vec{X} est donnée par l'expression : $\vec{X} = X\vec{e}_x + Y\vec{e}_y$, où X et Y représentent les coordonnées du point dans l'image de référence.

(c) La position correspondante dans l'image déformée, notée \vec{x} , également exprimée dans la base (\vec{e}_x, \vec{e}_y) par $\vec{x} = x\vec{e}_x + y\vec{e}_y$, où x et y représentent les coordonnées du point \vec{x} dans la configuration actuelle après déformation.

(d) Un modèle de transformation $\vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X})$ entre l'image initiale et l'image déformée, qui décrit la manière dont chaque point de l'image de référence se déplace pour correspondre à sa position dans l'image déformée. Ce modèle peut être aussi simple qu'une translation ou alors plus complexe comme une transformation affine. Par exemple, pour une translation, nous pouvons écrire :

$$\vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X}) = p(1)\vec{e}_x + p(2)\vec{e}_y \dots\dots (1)$$

et pour une transformation affine :

$$\vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X}) = [p(1)X + p(2)Y + p(3)]\vec{e}_x + [p(4)X + p(5)Y + p(6)]\vec{e}_y \dots\dots (2)$$

(e) La définition d'un voisinage D_i , qui est centré autour d'un point \vec{X}_i de l'image de référence. Ce voisinage, également appelé subset de corrélation, est la région de l'image où la transformation sera évaluée.

(f) Le choix d'un critère de vraisemblance φ , qui mesure la similitude entre l'image de référence et la transformée de l'image finale. Différents critères sont couramment utilisés, notamment les critères SSD, CC et NCC. Ces critères jouent un rôle crucial dans l'analyse de la précision de la corrélation en mesurant la qualité de l'ajustement entre les images.

Le critère SSD (*Sum of Squared Differences*) est défini comme la somme des écarts quadratiques entre les pixels correspondants dans les deux images. Il est représenté par l'équation suivante :

$$\varphi(\underline{p}) = \iint_{D_i} \left(f(\vec{X}) - g\left(\vec{X} + \vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X})\right) \right)^2 d\vec{X} \dots\dots (3)$$

Le critère CC (*Cross Correlation*) est exprimé par l'équation :

$$\varphi(\underline{p}) = - \iint_{D_i} f(\vec{X})g\left(\vec{X} + \vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X})\right) d\vec{X} \dots\dots (4)$$

Le critère NCC (*Normalized Cross Correlation*) normalise la corrélation croisée en fonction des variances des niveaux de gris des deux images, ce qui le rend indépendant d'éventuelles fluctuations de l'intensité et de l'éclairage. Il est défini par l'équation :

$$\varphi(\underline{p}) = 1 - \frac{\iint_{D_i} f(\vec{X})g(\vec{X} + \vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X}))d\vec{X}}{\sqrt{\iint_{D_i} f(\vec{X})f(\vec{X})d\vec{X}} \sqrt{\iint_{D_i} g(\vec{X} + \vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X}))g(\vec{X} + \vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X}))d\vec{X}}} \dots\dots (5)$$

(g) Le choix d'une méthodologie d'interpolation permet de déterminer les valeurs de l'intensité de l'image déformée $g(\vec{X} + \vec{\phi}(\underline{p}, \vec{X}))$ en des valeurs non entières de pixel. Différents types d'interpolation sont couramment utilisées : linéaires, splines (cubiques ou quintiques).

(h) La minimisation du critère de similitude pour trouver les paramètres \underline{p}^{opt} qui fournissent la meilleure approximation de la transformation réelle sur le voisinage considéré. Ces paramètres permettent d'obtenir le champ de déplacement réel en chaque point du subset D_i :

$$\vec{u}(\vec{X}) = \vec{\phi}(\underline{p}^{opt}, \vec{X}) \text{ avec : } \underline{p}^{opt} = \arg \min_{\underline{p}} \varphi(\underline{p}) \dots\dots (6)$$

En général, des méthodes de descente de gradient sont utilisées. Elles sont souvent combinées à des approches « multi-échelles » consistant à estimer les transformations en affinant progressivement la résolution des grilles pour obtenir un jeu de paramètres initial pertinent assurant la bonne convergence de l'algorithme de minimisation^{244 245}. Dans le cas de transformations simples (typiquement des translations), certaines approches consistent à calculer le critère pour des valeurs entières des paramètres de translation²⁴⁶. L'algorithme de minimisation est alors associé à la recherche d'un minimum discret dans une liste de valeurs pour obtenir la résolution au pixel. La résolution sub-pixel est alors obtenue en utilisant une interpolation du critère autour de son minimum discret.

(iv) Post-traitement des champs de déplacement et de déformation

Le post-traitement des champs de déplacement et de déformation revêt une importance cruciale dans l'analyse des données obtenues par la corrélation d'images numériques. Pour améliorer la qualité des résultats, notamment lors des opérations de dérivation, des techniques de filtrage sont souvent appliquées afin de réduire le bruit présent dans les champs de déplacement, garantissant ainsi une représentation plus précise des champs observés. Ces post-traitements doivent être éprouvés afin de garantir la fiabilité des résultats obtenus (voir les détails dans la section 1.4).

1.3. Mesure de champs thermiques par TIR

Nous rappelons brièvement les concepts physiques de base relatifs au rayonnement infrarouge.

Une onde électromagnétique de largeur spectrale donnée peut être découpée en une superposition d'ondes monochromatiques de fréquences différentes. Les paramètres importants qui caractérisent une onde monochromatique sont : sa longueur d'onde λ , sa vitesse de propagation (dans le vide, celle de la vitesse de la lumière est $c = 3.10^8$ m/s) et sa fréquence ν

$= c/\lambda$. Une partie du spectre du rayonnement électromagnétique qui permet de diviser les ondes électromagnétiques en plusieurs classes en fonction de leur longueur d'onde est illustrée dans la Figure 70. Nous pouvons voir que la gamme visible s'étend de 0,4 à 0,8 μm et la gamme infrarouge de 0,8 à 1000 μm .

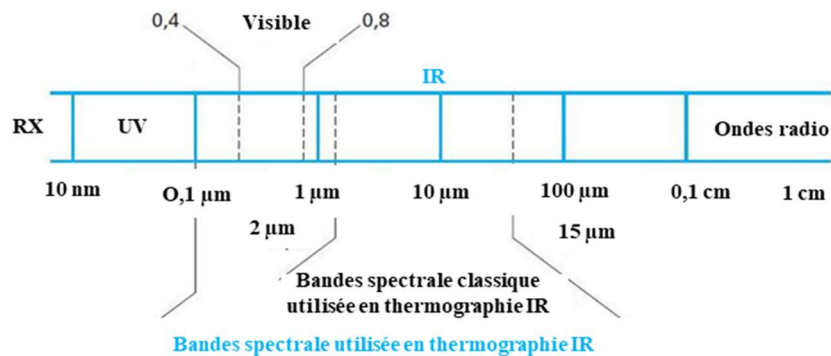


Figure 70: Spectre électromagnétique²⁴⁷.

1.3.1. La thermographie infrarouge

La thermographie IR est utilisée au sein du LMGC depuis plus de 30 ans^{248 249 250}. L'intérêt majeur de la thermographie en Mécanique des Matériaux vient du fait que la déformation d'un matériau s'accompagne le plus souvent d'un dégagement de chaleur et donc de changements de température. La chaleur a plusieurs origines : on distinguera les sources liées à la dissipation intrinsèque de celles qui proviennent des couplages thermomécaniques.

Les variations de température résultent à la fois des sources de chaleur générées lors de la sollicitation et des échanges de chaleur avec l'environnement. Ce paragraphe illustre comment la mesure de la température permet de remonter aux « sources » de chaleur.

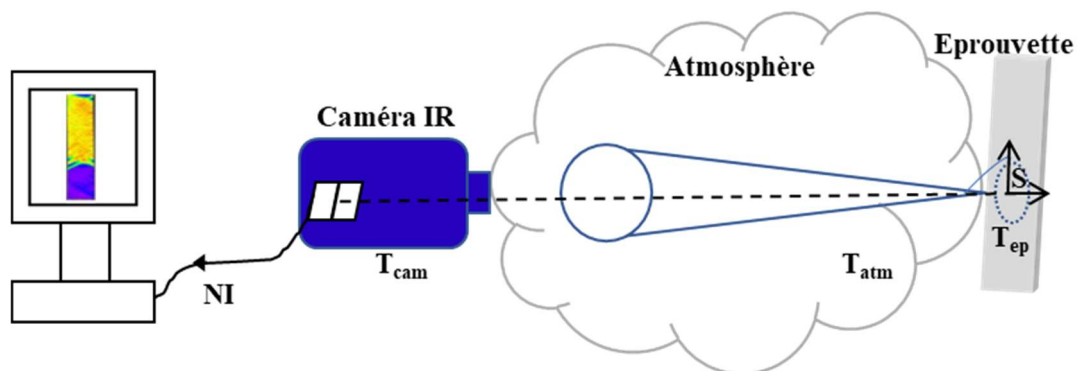


Figure 71: Schéma d'une scène thermique réelle.

Le dispositif de mesure par thermographie infrarouge est illustré dans la figure ci-dessus (Figure 71). Dans ce schéma, l'élément de surface S de l'échantillon, dont la température est notée T , émet un rayonnement thermique. Ce rayonnement se propage à travers une atmosphère vers le capteur de la caméra où il est focalisé au moyen d'un objectif sur un capteur photo-sensible, engendrant une modification de son état électrique. La variation de tension V du

capteur est ensuite numérisée pour chaque pixel de l'image infrarouge, ce qui donne lieu à un niveau informatique NI.

Lors des mesures thermiques, plusieurs précautions doivent être prises :

- Limiter les rayonnements externes : les surfaces réfléchissantes proches de l'échantillon sont recouvertes de papier à haute émissivité. En particulier, les colonnes et les mors de la machine ont une très faible émissivité et elles réfléchissent une grande partie du rayonnement IR émis par l'environnement. Pour que ces rayonnements réfléchis ne perturbent pas les mesures thermiques, on recouvre les mors de papier, et les essais sont effectués dans l'obscurité pour réduire le rayonnement thermique de l'éclairage.
- Limiter les variations de température ambiante.

Afin de suivre l'évolution de la température de l'environnement et ainsi connaître l'évolution de la température d'équilibre de l'éprouvette sollicitée pendant l'essai, nous avons placé dans le champ de la caméra une éprouvette de référence constituée du même matériau et ayant la même épaisseur que l'éprouvette d'étude.

La Figure 72 présente le schéma synoptique de la chaîne d'acquisition de champs de température à partir du rayonnement infrarouge. Ce dernier traverse la lentille de la caméra pour être converti en un signal électrique par le détecteur, puis ce même signal est converti en un signal numérique à l'aide d'un convertisseur analogique-numérique.

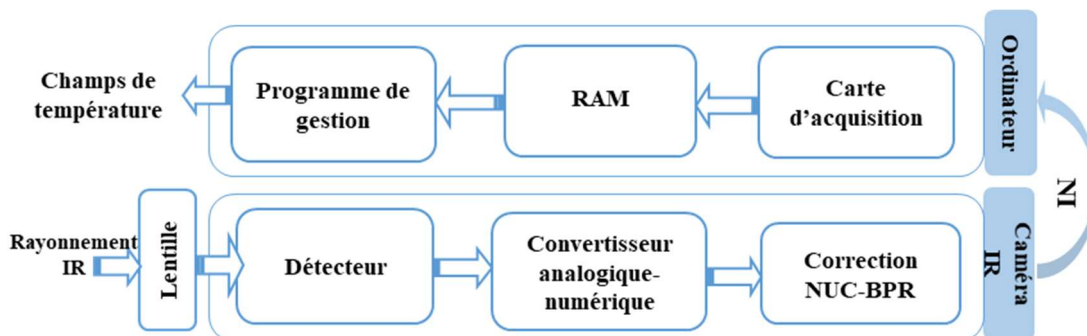


Figure 72 : Principe d'acquisition du champ de température²⁵¹.

L'étape suivante consiste à corriger les irrégularités du détecteur et à remplacer les mauvais pixels (pixels défectueux). Cette étape fait partie du protocole d'étalonnage du constructeur. Ensuite, le signal corrigé est envoyé à l'ordinateur sous forme de niveaux informatiques (NI), puis transféré dans sa RAM. Enfin, le logiciel de pilotage de la caméra permet d'enregistrer et de visualiser les champs de NI et de les convertir en champs de température en utilisant une loi d'étalonnage prédéfinie en fonction des paramètres d'acquisition (temps d'intégration, ...).

1.3.2. Etalonnage

L'opération d'étalonnage consiste à relier le rayonnement IR numérisé par la caméra à la température de la surface observée. Cette opération repose sur l'utilisation d'un corps noir

de haute émissivité connue réglé en température (Figure 73) afin d'obtenir la relation entre ces NI et les valeurs de température (Figure 74).

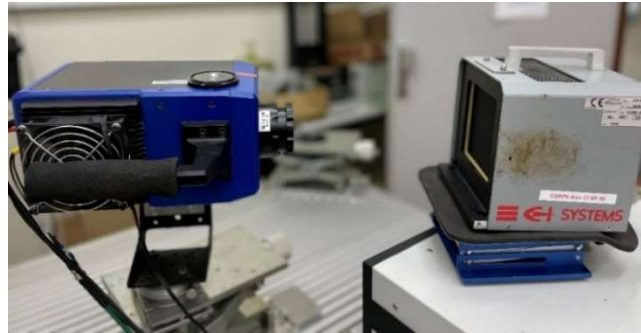


Figure 73: Caméra infrarouge face au corps noir pour l'étalonnage.

Le logiciel d'acquisition de la caméra infrarouge intègre un certain nombre de lois d'étalonnage pour des conditions d'acquisition particulières. Il a été choisi ici de réaliser un étalonnage spécifique avant chaque essai. La procédure consiste à acquérir avec la caméra infrarouge réglée aux paramètres d'acquisition *ad hoc* (mise au point, temps d'intégration, fenêtrage, fréquence d'acquisition, ...) une série d'images d'un corps noir étendu (ici un corps noir *CI SR 80* de la société *CI SYCTEMS*) à différentes températures couvrant la gamme des températures qui seront rencontrées dans l'essai.

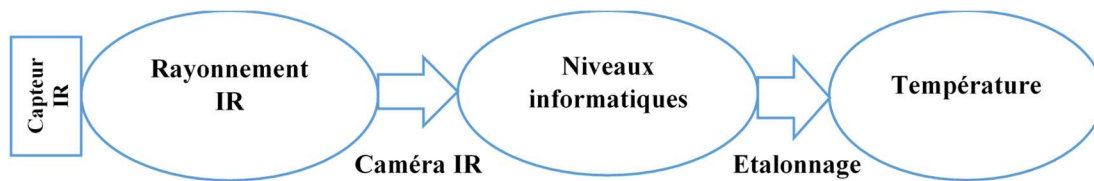


Figure 74: Du flux IR à la température.

Il est alors possible de relier l'évolution du rayonnement numérisé en chaque pixel (en NI) à la température du corps noir (qui est uniforme). La deuxième étape vise à identifier, pour chaque pixel, les paramètres d'une loi phénoménologique reliant la température au Niveau Informatique (NI), choisie ici sous forme polynômiale :

$$T(i, j) = \sum_{k=0}^n a_k(i, j) NI^k(i, j) \dots\dots (7)$$

Où les indices (i, j) représentent les positions du pixel sur le capteur infrarouge, $a_k(i, j)$ sont les coefficients d'étalonnage spécifiques au pixel (i, j), et *NI* représente le niveau informatique. La grandeur *T* désigne la température mesurée au niveau du pixel (i, j) du capteur infrarouge. On utilise en général une loi polynômiale de degré $n=4$. La dernière étape consiste à éliminer les éventuels « pixels défectueux » (pixels « morts ») ou bien qui saturent sur la gamme de température étudiée) afin d'assurer la qualité de l'étalonnage. Dans notre étude, un pixel est considéré comme défectueux s'il existe un niveau de température dans la base de données d'étalonnage pour laquelle l'écart entre la température donnée par l'étalonnage et la température

effective du corps noir est supérieur à un certain seuil fixé ici à 0.02 K. Pour plus de détails sur l'étalonnage, lecteur est invité à se référer à la référence *J.-C. Batsale et al*²⁵². La Figure 75 montre un exemple d'image infrarouge ainsi obtenue grâce à ce processus.

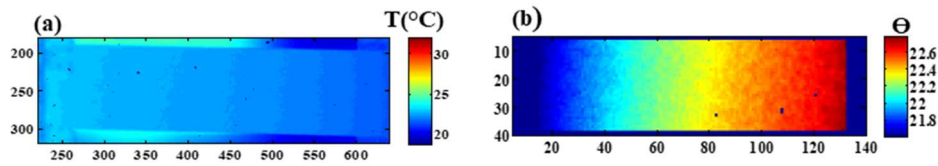


Figure 75 : (a) image IR brut et (b) image après étalonnage.

Les méthodes de corrélation d'image numérique (CIN) et de thermographie infrarouge (TIR) donnant accès à des champs de grandeurs mesurées localement sont particulièrement adaptées aux analyses de systèmes présentant des microstructures observables aux grossissements des caméras. L'utilisation de ces techniques dans l'étude des alliages à mémoire de forme peut fournir des informations pertinentes sur les propriétés thermomécaniques de ces matériaux à des échelles très fines (échelle micro)^{253 254 255 256 257 258}.

1.4.Filtrage/dérivation en vue du calcul de déformation et de vitesse de déformation

Dans l'analyse des champs cinématiques et thermiques, le processus de filtrage et de dérivation joue un rôle essentiel dans la détermination de la déformation, de la vitesse de déformation et des sources de chaleur. La dérivation (en espace ou en temps) d'un signal d'entrée s a tendance à augmenter le bruit de mesure sur ce signal. Il est ainsi crucial d'effectuer un filtrage approprié avant ces opérations de dérivation. Classiquement, un filtre passe-bas peut être utilisé, notamment pour les processus à basse fréquence²⁵⁹. Cependant, dans de tels cas, un prolongement périodique est souvent nécessaire pour éviter les effets de bord²⁶⁰. Les méthodes de régression statistique se révèlent être des alternatives efficaces. Elles impliquent l'approximation du signal par une fonction de régression paramétrique $f_{\theta}(\alpha)$, où θ représente le vecteur des paramètres du modèle dont la j -ème composante est θ_j , et α représente les variables dont dépend le modèle (espace, temps, ...). Les paramètres inconnus θ_j sont déterminés en minimisant la distance $D(\theta)$ entre le modèle et les observations du signal d'entrée s au voisinage d'un point de mesure donné α^0 (représentant une position et/ou un temps donné). Une mesure courante de cette distance est la somme des carrés des différences (méthode des moindres carrés). Si le modèle est linéaire vis à vis de ses paramètres, on parle de régression linéaire, et dans le cas contraire, de régression non-linéaire. Pour un modèle polynômial, l'équation des moindres carrés est linéaire par rapport aux θ_j et la distance s'écrit :

$$D(\theta) = \sum_{i=1}^N (s_i - f_{\theta}(\alpha_i))^2 \dots\dots(8)$$

où s_i représente la i -ème mesure autour du point α^0 considéré, α_i la composante du i -ème point de mesure (position et/ou temps) et N le nombre de points de mesure pris en compte pour l'approximation (points « d'espace » et/ou « de temps »). Les paramètres optimaux sont obtenus en minimisant la distance par rapport à θ :

$$\theta^{opt} = \arg \min_{\theta} D(\theta) \dots \dots (9)$$

Le champ approximé au voisinage du point α^0 est donné par :

$$s(\alpha) = f_{\theta^{opt}}(\alpha) \dots \dots (10)$$

Les points de mesures sont ici définis sur des grilles régulières (fréquences d'acquisition constantes et grilles de mesures régulières sur les images). Par défaut, les voisinages sont définis symétriquement autour du point α^0 étudié, ce qui nécessite de prendre en compte, selon la localisation du point α^0 , les effets de bord (en espace et/ou en temps). Ces effets sont traités ici en utilisant pour les points du « bord du domaine » des voisinages asymétriques dont la taille est identique à celle utilisée pour les points situés « au centre du domaine ». Ce choix assure d'avoir les mêmes effets de lissage quel que soit le point considéré. Pour finir, il est possible de montrer que la matrice du système linéaire à résoudre correspondant à la minimisation de $D(\theta)$ (équation 8) est identique quel que soit le point α^0 , ce qui permet de grandement accélérer le calcul dans le traitement des champs.

Une fois la fonction d'approximation déterminée autour d'un point α^0 , on associe les dérivées souhaitées aux dérivées de la fonction d'approximation, en espace ou en temps :

$$\left. \frac{\partial s}{\partial x} \right|_{\alpha^0} = \left. \frac{\partial f_{\theta^{opt}}(\alpha)}{\partial x} \right|_{\alpha^0}, \left. \frac{\partial s}{\partial y} \right|_{\alpha^0} = \left. \frac{\partial f_{\theta^{opt}}(\alpha)}{\partial y} \right|_{\alpha^0} \text{ et } \left. \frac{\partial s}{\partial t} \right|_{\alpha^0} = \left. \frac{\partial f_{\theta^{opt}}(\alpha)}{\partial t} \right|_{\alpha^0} \dots \dots (11)$$

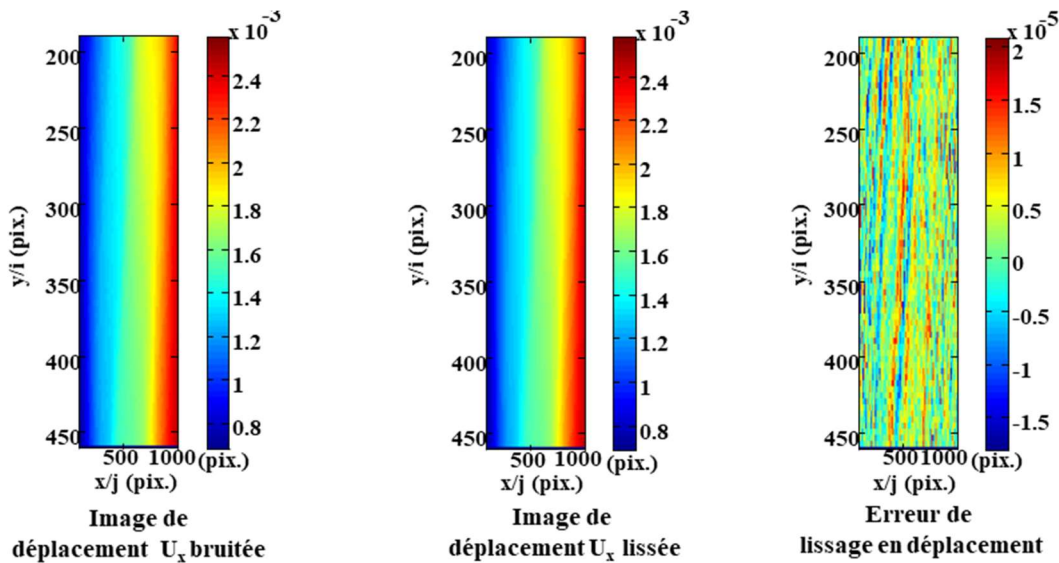


Figure 76 : Exemple d'un lissage.

Dans notre approche, nous avons utilisé des polynômes de degrés différents pour décrire les champs de déplacement et les champs de température. Pour les champs de déplacement, nous avons choisi des polynômes du premier degré pour le lissage en temps et des polynômes du second degré pour le lissage en espace (soit $2 \times 3 \times 3 = 18$ paramètres à déterminer en chaque point de mesure). Pour les champs de température, nous avons pris des polynômes de degré 2 dans le temps, 2 dans la direction axiale de l'échantillon et 1 dans la direction transverse (soit également 18 paramètres) pour pouvoir mieux représenter les caractéristiques des champs thermiques (anisotropie des fuites par conduction et inflexions possibles des évolutions temporelles de la température du fait de l'établissement des fuites thermiques). Le pas d'approximation, qui correspond au nombre de valeurs utilisées pour l'approximation, a été maintenu constant pour tous les traitements. Nous avons pris soin d'optimiser le choix du pas pour permettre à la fonction de régression d'approcher au mieux le signal réel. Nous avons opté pour des pas d'approximation de 2 mm en espace, et de respectivement 4 secondes et 1 seconde pour les données cinématiques et IR. Ces choix ont été effectués afin d'assurer la meilleure résolution temporelle des filtrages compte-tenu des différences de fréquence d'acquisition des caméras visibles et infrarouge (1 Hz et 50 Hz). Ce type de lissage est bien adapté tant que les grandeurs (déplacement, température) sont suffisamment régulières. Des essais cyclés ont été réalisés avec un pilotage en vitesse de déformation constante. Pour de tels essais, les évolutions des grandeurs d'intérêt vont s'accompagner de discontinuités dans les évolutions temporelles des vitesses de déformation et des sources de chaleur aux instants de changement de pilotage. Ces changements brutaux ne sont pas compatibles avec le choix des fonctions de lissage (continues). Pour limiter les biais de lissage, les données sont traitées par « bloc » lors de chaque phase monotone du chargement. Ces phases sont déterminées en observant les changements de signe des dérivées temporelles des variables associées au chargement macroscopique (déplacement transverse et effort).

1.5. Couplage des mesures cinématiques et thermiques pour une analyse calorimétrique

Le couplage des mesures cinématiques et calorimétriques constitue une étape cruciale dans le traitement des données. Elle vise à établir une correspondance précise entre les systèmes de coordonnées des deux types d'images afin de pouvoir réaliser une analyse sur un même domaine quel que soit le pas de chargement.

1.5.1. Recalage spatio-temporel

Le dispositif SynchroCam assure le synchronisme des acquisitions des caméras visible et infra-rouge, il n'est donc pas nécessaire d'effectuer de recalage particulier entre les échelles de temps des deux caméras. Les grandeurs cinématiques sont interpolées linéairement dans le temps pour pouvoir être obtenues aux instants correspondants aux images infrarouges.

Les deux caméras étant situées de part et d'autre de l'échantillon, elles observent des faces opposées. Le recalage spatial vise à établir une correspondance précise entre les systèmes de coordonnées des deux types d'images, de manière à pouvoir corréler les informations provenant

de ces deux sources. L'échantillon étant homogène, de faible épaisseur, de conductivité thermique élevée et compte-tenu de la symétrie des conditions d'échanges thermiques, il est légitime de supposer que les températures de surfaces sont identiques de part et d'autre de l'échantillon et que la température moyenne dans l'épaisseur est très proche de la température de surface. Ainsi le champ de température observé par la caméra infrarouge est identique à celui qui se développe du côté observé par la caméra visible. On peut donc associer la température d'un point observé par la caméra visible à son correspondant sur la face observée par la caméra infrarouge.

Pour réaliser ce recalage spatial, une mire est utilisée. Cette mire est filmée simultanément par les deux caméras, produisant ainsi une image de référence commune. Sur cette image de mire (Figure 77), des points de repère sont identifiés qui possèdent des coordonnées à la fois dans le système de coordonnées de l'image infrarouge (x_{IR} , y_{IR}) et dans le système de coordonnées de l'image visible (x_{CCD} , y_{CCD}). La transformation plane entre ces deux systèmes de coordonnées est décomposée en trois contributions élémentaires : une translation \vec{t} , une rotation et une dilatation. La translation \vec{t} permet de déplacer l'origine d'un système de coordonnées à l'autre, la rotation ajuste l'orientation relative des deux systèmes, et la dilatation gère la différence de grandissement entre les deux caméras. Cette transformation est décrite par la relation ci-dessous :

$$\vec{X}_{IR} = A\vec{X}_{CCD} + \vec{t}. \dots\dots\dots (12)$$

Les paramètres de rotation et de dilatation sont regroupés dans la matrice A et la translation est représentée par le vecteur \vec{t} comme annoncé plus haut. La méthode des moindres carrés est ensuite utilisée pour déterminer ces paramètres en se basant sur les positions de trois points de repère visibles à la fois dans l'image infrarouge et dans l'image visible. Cette procédure garantit la mise en correspondance optimale des deux systèmes de coordonnées, ce qui est fondamental pour la suite de l'analyse. La Figure 77 illustre la mise en correspondance des deux images de la mire.

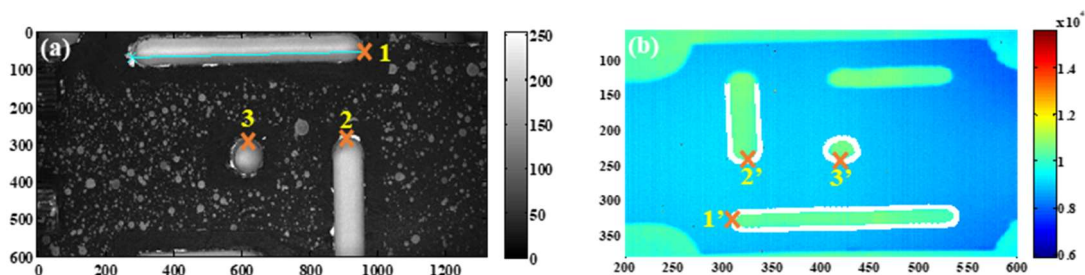


Figure 77: Recalage spatial entre le repère CCD et IR : (a) image visible et (b) image IR de la mire de recalage.

1.5.2. Construction des cartes Lagrangiennes de température

La précision de la procédure de recalage spatial entre les repères CCD et IR est déterminée en comparant les positions des points du contour des découpes de la mire dans les

deux images. Elle est de l'ordre de 2 pixels de l'image infrarouge, soit une précision de 0.200 mm sur les images infrarouges. Avec le recalage spatial mis en place, la construction des cartes Lagrangiennes de température peut être établie. Elle consiste à déterminer, pour chaque instant, le correspondant de la position actuelle de chaque point du maillage cinématique dans le repère de la caméra infrarouge. L'interpolation du champ de température mesuré à cet instant sur ces positions, permet de construire le champ Lagrangien de températures.

1.5.3. Calcul de sources de chaleur

Les sources de chaleur sont déterminées à partir de l'équation de la chaleur en utilisant les champs de température mesurés. Elle peut être exprimée de manière générale comme suit :

$$w_{ext} + w_{ch} \rho C \frac{dT}{dt} - \vec{\nabla} \cdot (k \vec{\nabla} T) \dots\dots (13)$$

où : w_{ch} représente les sources de chaleur développées au sein du matériau et w_{ext} les sources de chaleur d'origine extérieure, ρ la masse volumique du matériau, C la chaleur spécifique, T la température, t le temps, et k la conductivité thermique. On suppose que le champ de température initial T_0 est stationnaire et qu'il est à l'équilibre avec les sources d'origine extérieures.

Il vient : $w_{ext} = -k \Delta T_0$

On appelle $\theta = T - T_0$ la variation de température par rapport à l'instant initial. On intègre l'équation de la chaleur dans l'épaisseur et on suppose que les échanges par convection (associés au coefficient d'échange h et la température d'équilibre T_0) sont identiques de part et d'autre de l'éprouvette, pour obtenir :

$$\rho C \left(\frac{d\bar{\theta}}{dt} + \frac{2h}{e\rho C} \bar{\theta} \right) - k \left(\frac{\partial^2 \bar{\theta}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \bar{\theta}}{\partial y^2} \right) = \overline{w_{ch}} \dots\dots (14)$$

avec $\tau_{th} = \frac{e\rho C}{2h}$ le temps caractéristique des échanges par convection sur les faces avant et arrière de l'échantillon, $\bar{\theta}$ la variation de température moyenne dans l'épaisseur, supposée égale à la variation de température en surface mesurée par la caméra infrarouge, et $\overline{w_{ch}}$ la source de chaleur moyenne dans l'épaisseur. Dans la pratique, on tient compte des possibles légères fluctuations (de la température ambiante et de la caméra) au cours de l'essai en introduisant les fluctuations d'une éprouvette de référence non chargée mais identique à l'échantillon testé et située dans la zone de mesure :

$$\bar{\theta} = (T - T_0) - (T^{ref} - T_0^{ref}) \dots\dots (15)$$

où T^{ref} et T_0^{ref} représentent respectivement la température courante de l'éprouvette de référence et sa température initiale.

Comme évoqué au paragraphe (1.4), un lissage par moindres carrés polynomiaux est utilisé pour calculer les opérateurs différentiels en temps et en espace dans l'équation (14).

1.6. Exemple de résultat sur un essai de traction

Tous les essais de cette étude sont effectués et post-traités selon les étapes suivantes :

- a. Préparation des éprouvettes.
- b. Préparation du montage d'essai :
 - Mise en place de la machine MTS
 - Positionnement des caméras (visible et IR) et ajustement de l'éclairage.
 - Fixation de l'éprouvette dans les mors de la machine de traction.
 - Fixation de l'éprouvette de référence (constituée du même matériau).
- c. Acquisition des images.
- d. Traitement des images visibles : calcul des champs de déplacement.
- e. Post-traitement des champs de déplacement : filtrage et dérivation pour obtenir les déformations et les vitesses de déformation.
- f. Traitement des images infra-rouges : recalage spatio-temporel des images cinématiques et thermiques, calcul des températures « Lagrangiennes » et calcul des sources de chaleur.

Après avoir décrit le dispositif expérimental, les conditions d'essais et de traitement des données, nous allons maintenant présenter une série de résultats obtenus pour un essai réalisé sur un échantillon recuit. Cette étape va nous permettre d'introduire les différents éléments qui seront utilisés dans le chapitre suivant pour décrire le comportement de l'alliage nickel-titane après différentes conditions de traitement SMAT. Les résultats complets de tous les essais seront présentés en détail dans le chapitre IV. Il s'agit ici d'un essai de traction cyclique (charge/décharge) réalisé sur une éprouvette de traction usinée aux dimensions indiquées en Figure 78 et ayant subi un recuit à 700°C pendant 2 heures. Pour faciliter l'analyse des résultats, une zone d'observation spécifique a été choisie sur l'éprouvette d'étude (cf Figure 78).

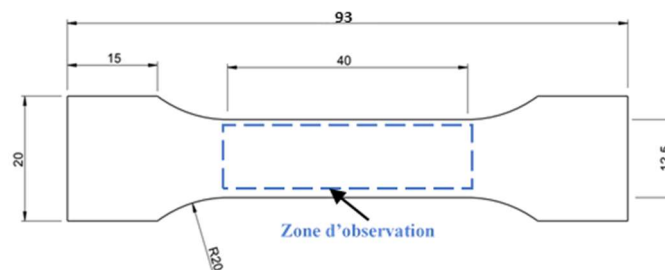


Figure 78: Plan d'un échantillon de traction et zone d'intérêt.

Les informations sur les changements de phase pendant la charge et la décharge sont obtenues à partir des niveaux de déformation locaux, mesurés *via* la corrélation d'images numériques (CIN) appliquée aux images visibles enregistrées pendant l'essai. Les mesures

simultanées du champ de déformation par CIN et du champ thermique par TIR lors des essais mécaniques ont été décrites dans²⁶¹ et²⁶².

Compte tenu de la grande quantité d'informations fournies par le traitement CIN et TIR, nous avons choisi de fournir une vue plus détaillée pour quelques instants afin d'illustrer les différentes informations disponibles comme la déformation, la vitesse de déformation, les champs de température et les sources de chaleur. Lors des essais, l'effort axial F et le déplacement de la traverse U , ainsi que les champs de température et de déplacement sur la surface de l'éprouvette ont été acquis. La contrainte nominale σ_{nom} est obtenue en divisant la force mesurée par la section initiale de l'éprouvette. La déformation nominale ε_{nom} correspond à la déformation axiale moyenne calculée en HPP à partir des mesures cinématiques obtenues par CIN.

Nous présentons dans ce paragraphe les différents types de représentation qui seront utilisées dans le chapitre suivant pour caractériser le comportement du NiTi après différents niveaux de traitement SMAT au moyen d'essais de traction cyclique.

Nous commencerons par présenter les champs cinématiques et thermiques mesurés au cours de la première charge. Par la suite, nous examinerons les résultats obtenus pour les cycles de charge/décharge ultérieurs. Les informations essentielles concernant ces essais mécaniques, ainsi que les paramètres d'acquisition sont synthétisées dans le Tableau ci-dessous :

Caméra CCD	Temps d'intégration = 700 μ s Fréquence d'acquisition = 1 Hz Facteur d'échelle = 0.011 μ m/pix
Caméra IR	Temps d'intégration = 2500 μ s Fréquence d'acquisition = 50 Hz Facteur d'échelle = 0.13 μ m/ pix
SynchroCam	Fréquence d'acquisition = 50 Hz

Tableau 9 : Caractéristiques et paramètres d'acquisition lors des essais de traction.

Les résultats présentés dans cette partie concernent les essais de traction cyclique effectués sur un échantillon NiTi recuit à 700°C pendant 2h (sens L-Longitudinale). La courbe macroscopique contrainte-déformation relative à cet essai est représentée en Figure 79. La force maximale appliquée est de 7000 N. Tous les essais ont été réalisés à température ambiante.

Afin d'obtenir une vue globale des champs lors des essais, des cartes de déformation équivalente ($\|\varepsilon\| = \sqrt{\varepsilon_{ij}\varepsilon_{ij}}$) et de vitesse de déformation équivalente ($\|\dot{\varepsilon}\| = \sqrt{\dot{\varepsilon}_{ij}\dot{\varepsilon}_{ij}}$), ainsi que des cartes de variation de température suivie ($\bar{\theta}$) et de sources de chaleur $\overline{w_{ch}}$ ont été représentées sur les Figures 80 et 81. On utilise les définitions linéarisées des tenseurs de déformation et de vitesse de déformation. Ces cartes correspondent aux instants de 'a' à 'g' repérés sur la courbe conventionnelle de traction en Figure 79. Une représentation spatio-temporelle de ces champs est également tracée sur chaque Figure 80 et 81. Dans cette représentation, l'axe horizontal correspond au temps et l'axe vertical à la position le long de la génératrice située au centre de l'échantillon. Les grandeurs (ici $\|\varepsilon\|$, $\|\dot{\varepsilon}\|$, $\bar{\theta}$ et $\overline{w_{ch}}$) sont

représentées sur une échelle de couleur et la contrainte nominale est surimposée en blanc pour permettre de faire le lien entre les distributions et le chargement imposé. On observe le développement de bandes au niveau du seuil de l'échantillon (instant repéré (a)) alors que la représentation spatio-temporelle de la Figure 80 observe la propagation de ces bandes le long de l'axe de l'échantillon. Les résultats thermiques montrent la forte corrélation entre les champs de vitesse de déformation et les champs de sources de chaleur. La diffusion se manifeste par le caractère nettement plus diffus des champs thermiques, ce qui démontre l'intérêt du passage des températures aux sources de chaleur.

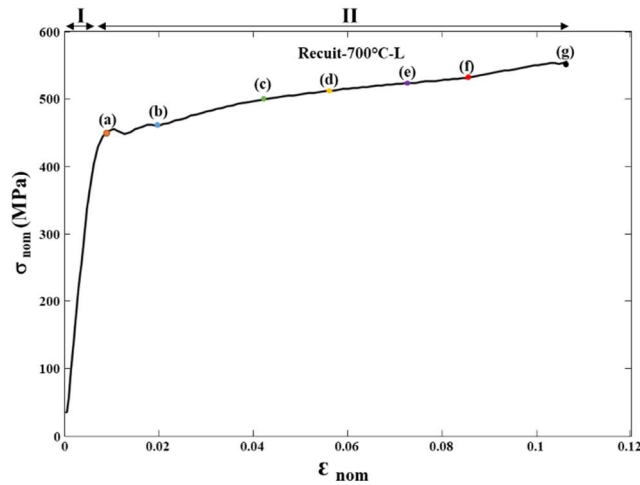


Figure 79: Courbe contrainte-déformation, l'évolution de la déformation et de la vitesse de déformation lors du premier cycle de charge de l'alliage NiTi recuit à 700°C pendant 2h_sens L.

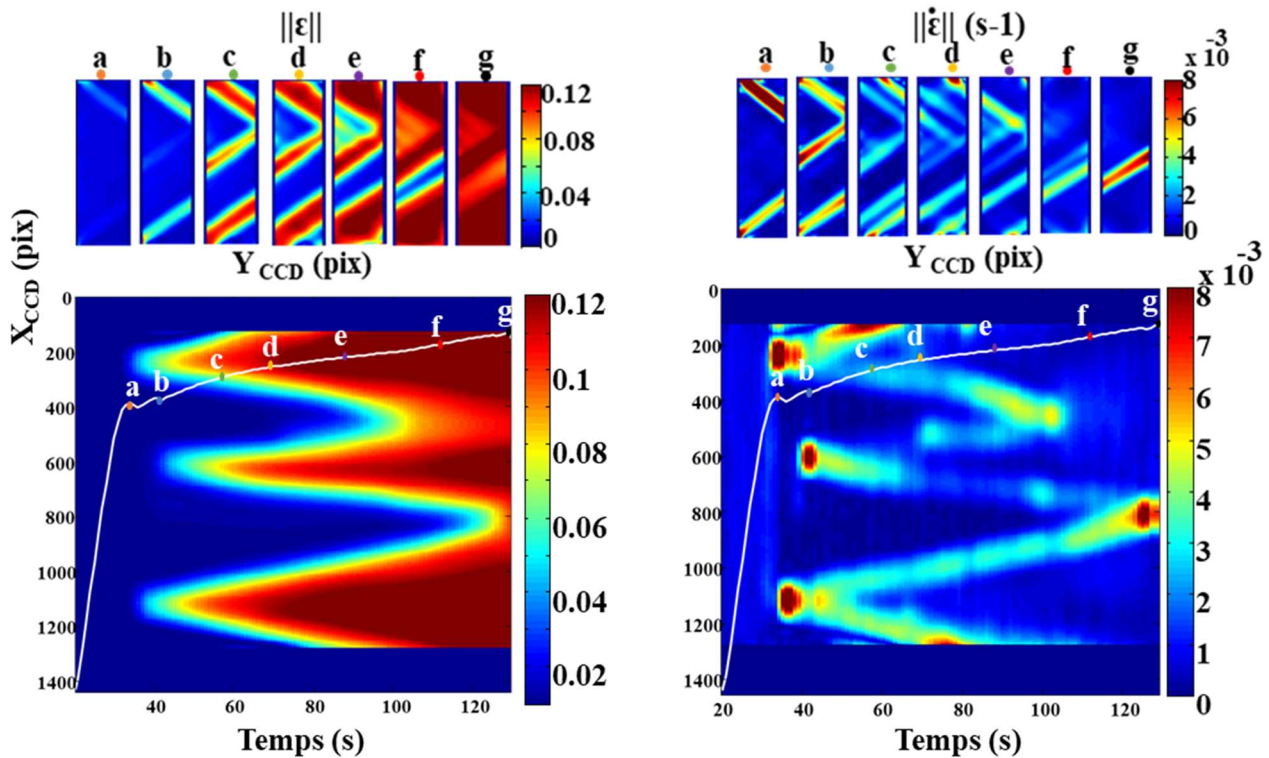


Figure 80 : Les cartographies et les champs de déformation, de vitesse de déformation longitudinale calculés par corrélation d'images après recuit à 700°C pendant 2h_sens L.

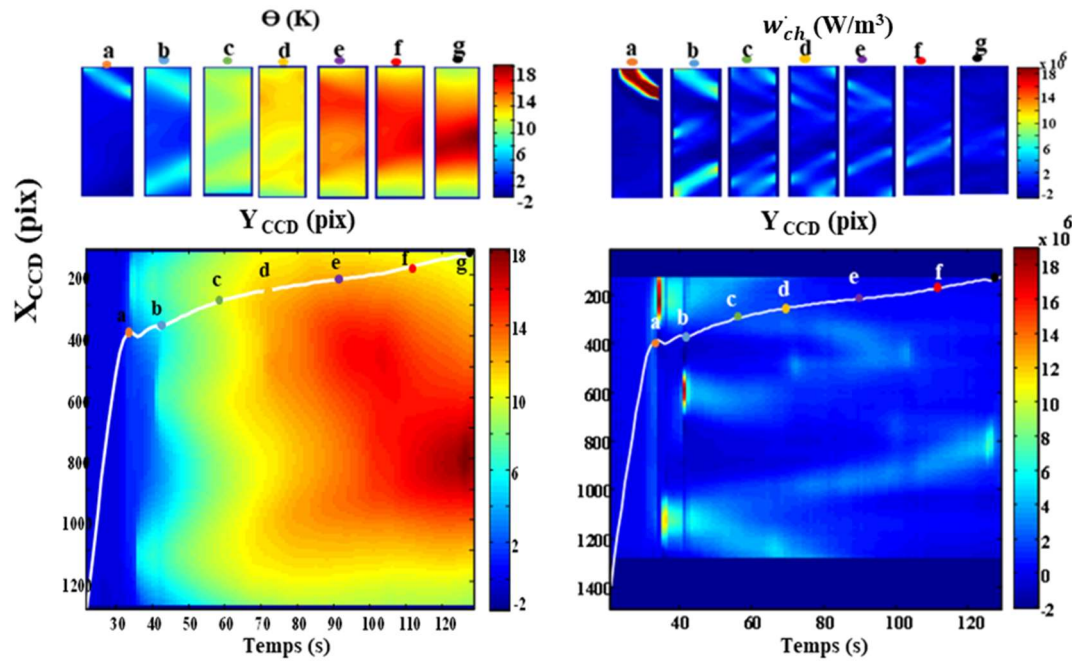


Figure 81 : Cartographies des champs de température et de source de chaleur -apparition et élargissement de la zone de transformation après recuit à 700°C pendant 2h_sens L.

Au cours de la première phase (I) du premier cycle de charge représentée sur la Figure 79, on observe une augmentation quasi-linéaire jusqu'à une contrainte seuil d'environ 350 MPa. Au cours de cette phase la déformation augmente de manière sensiblement linéaire et demeure presque homogène sur toute la surface de l'échantillon (avant le point a). Cette première étape est généralement attribuée à la déformation élastique homogène de la phase austénitique A (phase initiale)²⁶³. L'analyse des champs cinématiques présentée dans la Figure 80 révèle des informations intéressantes sur le comportement de l'échantillon lors de la phase initiale de charge. La Figure 81 correspond aux mêmes types de représentation, mais cette fois-ci sur les champs de variation de température et de sources de chaleur. Les résultats montrent la forte corrélation entre les champs de vitesse de déformation (Figure 80) et les champs de sources de chaleur (Figure 81). Les sources de chaleur sont positives dès le début du chargement, ce qui indique une augmentation précoce de la température. Cette observation n'est pas compatible avec la présence d'une seule thermo-élasticité. Elle ne peut s'expliquer que par la présence d'une source de chaleur positive que l'on peut associer ici à la chaleur latente de transformation de phase lors du chargement qui viendrait contrebalancer les sources négatives liées à la thermo-élasticité. Ces sources peuvent être attribuées à une transformation de phase exothermique de l'austénite en martensite. Cela suggère que la transformation martensitique commence dès les premiers instants de l'essai, de manière uniforme, ce qui est cohérent avec l'homogénéité des champs observés. L'initiation et le développement de la transformation se produisent de manière diffuse dans la partie active de l'échantillon pendant cette première phase. Cependant, ces mesures ne permettent pas de déterminer les types spécifiques de martensite formés.

Lorsque la déformation dépasse $\varepsilon = 1\%$, nous passons dans le domaine II de la plage de déformation qui s'étend jusqu'à environ 11 % de déformation macroscopique. Ce passage est

marqué par un niveau de contrainte seuil avoisinant 350 MPa et 550 MPa. La plage observée lors du chargement est associée à des phénomènes de localisation exothermiques dans lesquels des bandes inclinées se forment et se développent. Cette étape correspond à la transformation de la phase austénitique en martensite (de B2 à B19') induite par la contrainte (Stress Induced Martensite ou Martensite Induite par Contrainte)^{264 265 266}. Cette transformation est connue pour être inhomogène, ce qui se traduit par l'apparition de bandes de déformation comme observé par *Miyazaki et al*²⁶⁷ et *Shaw et Kyriakides*²⁶⁸. Les bandes de localisation sont des zones où la déformation est plus prononcée que dans les régions environnantes. Elles se forment en raison d'hétérogénéités au sein même de la microstructure, des interactions entre les phases cristallines et des contraintes induites par la transformation martensitique. La transition de la zone (I) vers la zone (II) est associée à un seuil en contrainte situé ici à environ 350 MPa. Après ce seuil, l'identification se fait par l'apparition de deux bandes étroites (cf Figure 80 (a)). Parfois, une légère diminution de la contrainte peut également être observée sur cette zone (II) en raison de la relaxation induite par la localisation (ici le plateau n'est pas constant, voir aussi la revue de *Shaw, J.A., Kyriakides, S*²⁶⁹).

Les bandes observées ici témoignent d'une localisation intense de la déformation, indiquant la formation de la phase martensitique. Au cours de ce stade, une première localisation de la déformation (point (a)) est apparue au début du plateau à travers deux bandes localisées aux extrémités de l'échantillon et gagnant progressivement en intensité vers la partie supérieure de l'éprouvette. Cette intensification de la déformation dans les bandes de localisation suggère la persistance du processus de transformation de phase. Au point (c), une autre bande de déformation apparaît au centre de l'éprouvette, puis elles s'élargissent jusqu'à englober toute la surface de l'échantillon au point (g). Parallèlement à cette intensification et localisation de la déformation, une diminution de la vitesse de déformation est observée au cours de l'essai jusqu'à atteindre un état homogène dans l'ensemble de l'échantillon.

Les champs de température suivent une évolution en phase avec la déformation, ce qui est en accord avec le développement d'une transformation de phase exothermique. Les bandes localisées sur les cartographies des sources de chaleur correspondent à des zones où se libère la chaleur latente lors de la transformation de phase exothermique austénite-martensite. En résumé, ces résultats mettent en évidence une transition de phase pendant la phase II, caractérisée par une localisation des champs de vitesses de déformation et de sources de chaleur. De plus, la déformation maximale atteinte en fin de plateau (de l'ordre de $\varepsilon_{\max} = 11\%$) est compatible avec la déformation de transformation complète pour les alliages NiTi²⁷⁰.

Dans ce qui suit, on s'intéresse à la caractérisation du comportement cyclique de l'échantillon lors des charges/décharges successives (Figure 82). L'hystérésis mécanique, est associée à une « perte » d'énergie lors du cyclage. Dans le cas général, cette perte peut correspondre à une variation d'énergie interne, à une chaleur stockée dans la matière sous forme de variation de température, à la dissipation intrinsèque ou bien à un effet des couplages²⁷¹. En supposant que l'état de contrainte reste uniaxial pendant tout l'essai, on définit l'énergie de déformation $W_{def}(n)$ pendant le n -ième cycle de la façon suivante :

$$W_{def}(n) = Ah = \oint_{\text{cycle } n} \sigma_{xx}(\tau) \dot{\epsilon}_{xx}(\tau) d\tau \dots (16)$$

où σ_{xx} représente la contrainte axiale.

La Figure 82 montre que les premiers cycles mécaniques ne sont pas fermés. A partir du 5^{ème} cycle, le cycle mécanique se referme et forme une boucle d'hystérésis. L'aire de la boucle d'hystérésis peut ainsi faire intervenir les différentes contributions énoncées plus haut. A partir du 6^{ème} cycle, l'aire de la boucle d'hystérésis est sensiblement stable. En calculant l'intégrale des sources de chaleur sur la charge et sur le cycle, on trouve respectivement 6.28J et 0.84 J. En calculant l'énergie de déformation sur la charge et sur le cycle, on trouve respectivement 3.68 J et 0.65 J. Ces résultats montrent la prépondérance des sources de chaleur par rapport à l'énergie mécanique fournie.

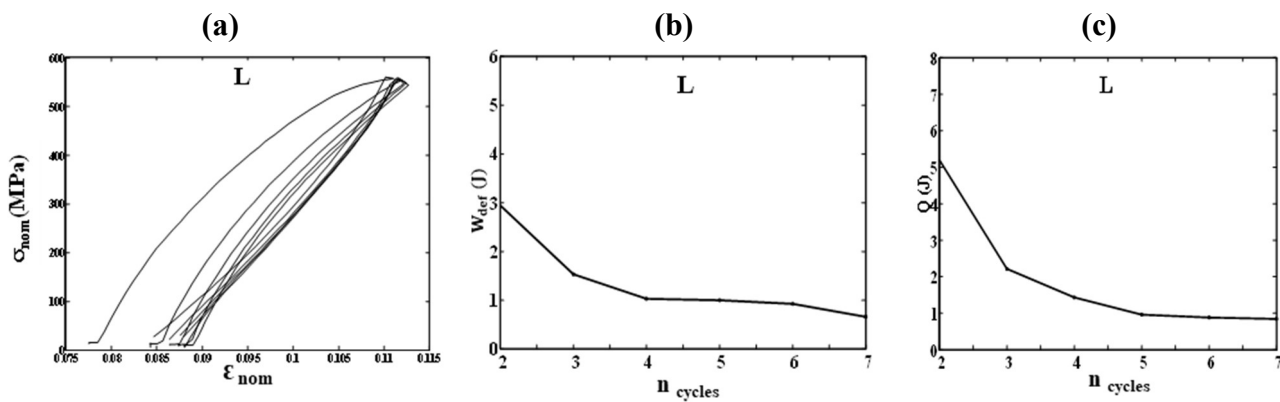


Figure 82: (a) Courbe contrainte-déformation, (b) évolution de l'air d'hystérésis lors du six derniers cycles, (c) évolution de la source de chaleur intégrée sur un cycle en fonction du nombre de cycles NiTi recuit à 700°C pendant 2h_sens L.

La Figure 83 montre que la vitesse de déformation augmente pendant la phase de charge et diminue pendant la décharge. Parallèlement, lors de la charge les sources de chaleur sont positives (transformation exothermique), tandis qu'à la décharge, les sources de chaleur sont négatives (transformation endothermique). On observe aussi que les sources de chaleur sont nulles lors des paliers à charge nulle qui séparent les cycles. La forme des cycles se répète d'un cycle à l'autre, à la fois dans le temps et dans la répartition spatiale. Ces observations suggèrent que les mécanismes de déformation mis en jeu durant les cycles correspondent à des couplages thermomécaniques que l'on associe au changement de phase austénite-martensite à la charge et martensite-austénite à la décharge.

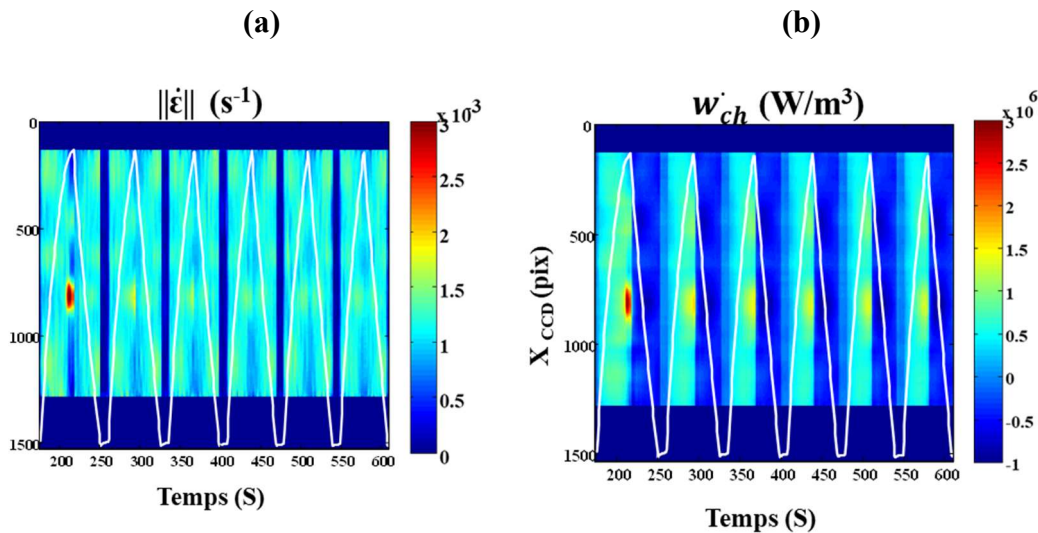


Figure 83: Champs de vitesse de déformation et de source de chaleurs lors des six derniers cycles de charge/décharge de l'alliage NiTi recuit à 700 °C pendant 2h-sens L.

L'objectif de ce travail de recherche est de contribuer à une meilleure compréhension des mécanismes de déformation mis en jeu dans la transformation de l'alliage NiTi après traitement SMAT. En particulier, est-ce que d'autres mécanismes de déformation sont mis en jeu ou bien est-ce que les caractéristiques du changement de phase sont modifiées ? Les détails de ces conditions de traitement ainsi que leur influence sur les propriétés du NiTi seront exposés en profondeur dans le chapitre IV.

2. Essais nanoindentation

La nanoindentation est une technique d'indentation instrumentée permettant la détermination des propriétés mécaniques à l'échelle micrométrique, voir sub-micrométrique. L'essai de nanoindentation consiste à appliquer une force à la surface d'un échantillon d'étude à l'aide d'un indenteur présentant diverses géométries. Fabriqué à partir de matériaux extrêmement durs et rigides, l'indenteur, souvent conçu en diamant en raison de sa haute dureté, affiche un module de Young de 1141 GPa et un coefficient de Poisson de 0.07. Les forces appliquées sont très faibles, afin d'obtenir des zones d'analyses et des profondeurs de pénétration réduites et très localisées.

Lors de l'indentation, le pénétrateur pénètre dans le matériau d'étude jusqu'à son point de charge maximal (F_{max}) associé à sa profondeur maximale (h_{max}). Une analyse continue de la charge appliquée à l'indenteur et de son déplacement h est réalisée lors de l'essai.

La Figure 84 (a) montre une courbe charge-décharge typique obtenue lors d'un essai d'indentation. Dans la phase de chargement, la force appliquée augmente à mesure que la profondeur de pénétration augmente jusqu'à ce qu'il atteigne la profondeur d'indentation maximale h_{max} . Cette phase combine les déformations élastiques et les déformations inélastiques et permanentes du matériau. Lors de la phase de décharge, on peut supposer que seule la déformation élastique peut être récupérée. Ce point est important dans l'évaluation des propriétés mécaniques. L'empreinte résiduelle laissée à la surface de l'échantillon lors de l'essai

est caractérisée par une profondeur résiduelle (h_p). Cette dernière ainsi que la profondeur de pénétration h_{max} sont déterminées directement à partir de la courbe charge-décharge. La chute de la ligne de contact par rapport à la surface initiale est notée h_s (déflexion élastique de la surface sous charge). La profondeur de pénétration sous contact $h_c = h_{max} - h_s$, également appelée profondeur d'empreinte vraie est déterminée lorsque l'empreinte est en contact avec le matériau (Figure 84 (b)). Ainsi, la valeur $h_{max} - h_p$ représente la relaxation élastique totale à l'intérieur et à l'extérieur de la surface et l'empreinte lors du déchargement. Toute la difficulté repose sur la distinction entre la relaxation élastique sous l'empreinte et celle associée à la relaxation de surface. En d'autres termes, la principale difficulté est de déterminer la profondeur sous contact h_c .

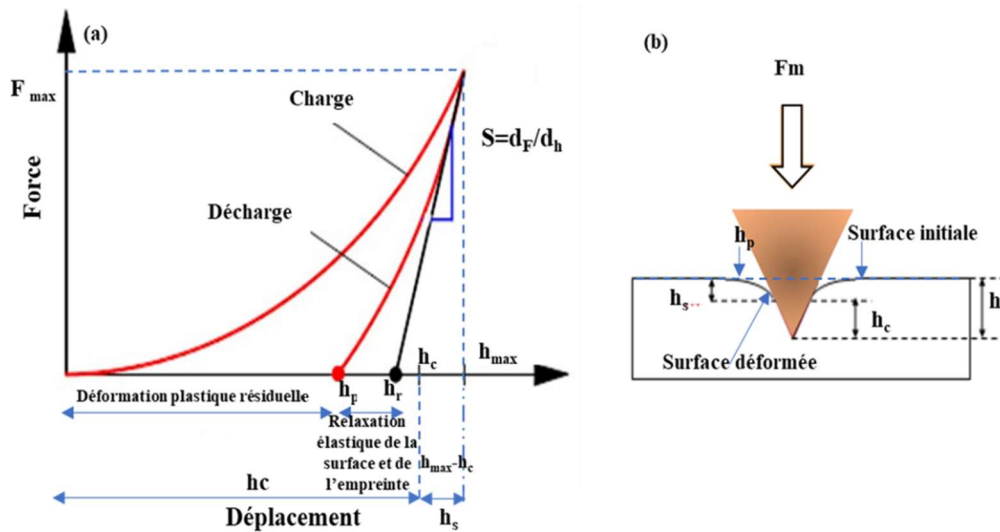


Figure 84: (a) Courbe de force déplacement lors d'un essai de nanoindentation, (b) représentation schématique de l'indentation sur une surface plane de l'échantillon²⁷².

Dans la présente étude, la pointe utilisée est une pointe de type Berkowicz (Ce sont des pointes pyramidales à bases triangulaires comme le montre la Figure 84 (b)).



Figure 85: Photographie du nanoindenteur Nanoindenter de XP instruments utilisée dans cette étude.

Les essais de nanoindentation ont été réalisés à l'aide d'un nanoindenteur Nanoindenter XP (Figure 85) au LASMIS. Le déplacement est mesuré à l'aide de deux capteurs de

déplacement latéral, avec une résolution sur la profondeur d'indentation inférieure à 0,01 nm et sur la charge de 50 nN. Le nanoindenteur est placé sur une table anti-vibration et une table X-Y motorisée permet de déplacer l'échantillon sous le pénétrateur. Un microscope optique permet d'identifier la zone à caractériser et d'observer l'échantillon après indentation pour un contrôle rapide et visuel des zones indentées.

2.1. Résultat d'essais de nanoindentation

Dans cette section, nous présentons les résultats obtenus à partir des essais de nanoindentation effectués sur l'alliage NiTi recuit à 700°C pendant 2 heures (Figure 86), mettant en évidence les profils de dureté et de module de Young en fonction de la profondeur de pénétration.

La courbe de dureté révèle une diminution de la dureté de surface, passant de 4 GPa à 3,5 GPa sur les premiers 100 µm, ce qui peut être attribué aux effets de l'oxygène en surface²⁷³ ou au frottement des surfaces pour retirer l'oxyde. Une baisse supplémentaire à 3 GPa jusqu'à 500 µm de profondeur suggère des changements microstructuraux ou des phénomènes de diffusion.

Concernant le module de Young, une légère augmentation de 72 GPa à 75 GPa sur les premiers 100 µm, suivie d'une baisse à 70 GPa à 500 µm. Ces variations peuvent être dues à l'incertitude de mesure de la nanoindentation, notamment près de la surface où les effets de bords et de pile up peuvent influencer les résultats.

À une profondeur de 500 µm, une légère diminution de la dureté et du module entre la surface et le cœur est constatée, ce qui peut être imputable au recuit qui n'a pas complètement homogénéisé les propriétés dans tout le volume.

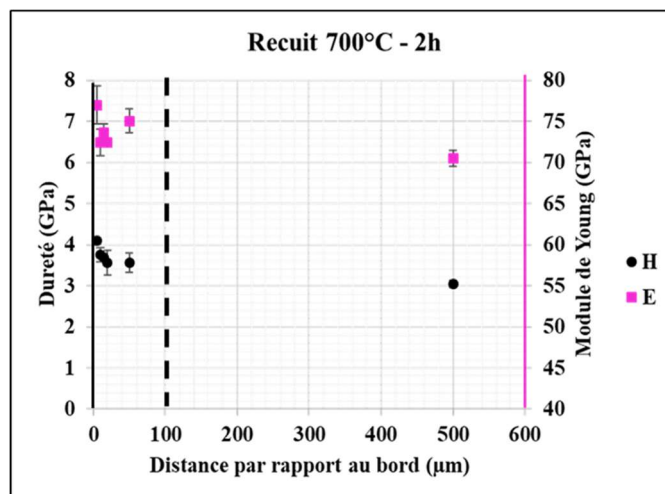


Figure 86 : Profils de dureté et de module de Young en fonction de la profondeur de l'alliage NiTi recuit à 700°C pendant 2h.

Conclusion

Ce chapitre a été dédié à l'exploration des essais de traction et de nanoindentation pour caractériser les propriétés mécaniques de l'alliage NiTi, en particulier après un traitement thermique à 700°C pendant 2 heures.

Dans la première section, les essais de traction ont été présentés avec un protocole expérimental détaillé, incluant la mesure des champs cinématiques par corrélation d'images numériques (CIN) et des champs thermiques par thermographie infrarouge (TIR). Les résultats d'un essai de traction cyclique ont été illustrés, offrant des informations précieuses sur la réponse mécanique de l'alliage NiTi, notamment en termes de déformation, vitesse de déformation, champs de température, et sources de chaleur.

La deuxième section a exploré les essais de nanoindentation, une technique permettant d'obtenir des propriétés mécaniques à l'échelle nanométrique. Bien que des variations aient été observées dans la dureté et le module d'Young en fonction de la profondeur de pénétration, elles étaient relativement mineures. Ces résultats soulignent l'importance du traitement thermique sur les propriétés mécaniques, bien que les changements ne soient pas significatifs.

En conclusion, l'utilisation de ces deux approches expérimentales permet d'accéder à des informations complémentaires sur le comportement du NiTi. Les résultats des essais de traction et de nanoindentation serviront de base pour le prochain chapitre, où l'impact du traitement SMAT sera examiné.

Chapitre IV

Impact du traitement
SMAT sur la réponse
thermo-mécanique de
l'alliage NiTi

Sommaire

Introduction

1. Caractérisation thermomécanique
 - 1.1. Caractérisation à l'échelle macro/méso
 - 1.1.1. Caractérisation de l'état de référence
 - 1.1.2. Caractérisation de l'état après traitement SMAT
 - 1.1.2.a) Effet du temps de traitement
 - 1.1.2.b) Effet de la puissance de traitement
 - 1.2. Caractérisation à l'échelle micro/nano
2. Lien entre Phase, Microstructure et Comportement Mécanique

Conclusion

Références

Introduction

Ce chapitre de thèse s'articule autour de la présentation des résultats obtenus grâce aux essais cycliques réalisés sur des échantillons d'alliage NiTi recuits et SMATés.

La première section s'attèle à la caractérisation thermomécanique du NiTi par essais de traction cycliques. Des mesures de champs cinématiques et thermiques ont été réalisés. Ces essais nous ont permis d'analyser l'influence des paramètres du procédé SMAT comme le temps ou la puissance de traitement, mais également l'effet du recuit et le sens de prélèvement de l'échantillon par rapport à la direction de laminage sur la réponse mécanique, cinématique, thermique et calorimétrique du NiTi.

La deuxième section présente les résultats de la campagne d'essais de nanoindentation. Cette technique permet de sonder la matière à des échelles très fines et d'évaluer les propriétés mécaniques à des échelles micro voir sub-micrométrique. Ces essais, complémentaires aux essais de traction cycliques, nous permettent d'élargir notre compréhension du comportement de cet alliage avant et après traitement SMAT.

Au-delà de l'exploration des données, notre objectif est d'établir le lien entre le comportement des échantillons et l'évolution de leur microstructure induite par un éventuel raffinement microstructural et/ou des transformations de phases. Le but est de mieux comprendre les mécanismes sous-jacents mis en jeu dans ces matériaux au cours du traitement SMAT.

1. Caractérisation thermomécanique

Dans cette première section, nous examinons les propriétés mécaniques évaluées à l'aide de mesures de champs cinématiques et thermiques réalisées dans le cas d'une sollicitation de traction cyclique.

1.1. Caractérisation à l'échelle macro/méso

Les essais de cyclage en traction uniaxiale ont été effectués ($n = 7$ cycles) pour différents états du matériau d'étude : recuit et SMATé avec différents temps de traitement et différentes puissances. On s'intéresse ici à la réponse mécanique macroscopique (associée à la réponse globale de l'échantillon : courbe contrainte-déformation, évolution des températures et des sources de chaleur moyenne sur l'échantillon) et à la réponse mésoscopique (réponse au niveau du « point matériel » associé à une mesure qu'elle soit cinématique, thermique ou calorimétrique).

1.1.1. Caractérisation de l'état de référence

Comme présenté précédemment, l'état de référence dans ce travail correspond à l'état recuit à 700°C pendant 2h. Nous nous intéressons ici à la caractérisation de la réponse thermomécanique du matériau dans cet état de référence pour des échantillons prélevés dans trois

orientations par rapport à la direction de laminage de la tôle : sens Long (L), sens Travers (T) et sens Oblique (O) (à 45° par rapport à la direction de laminage). Il est à noter que la réponse du matériau de référence dans le sens Long a déjà été présentée au chapitre précédent. Les réponses mécaniques associées à ces trois directions sont présentées en Figure 87 ci-dessous. Nous pouvons tout d'abord constater des variations significatives dans le comportement mécanique de cet alliage en fonction de la direction de prélèvement des échantillons. Cette différence peut s'expliquer par la texture induite par le laminage qui ne disparaît pas complètement sous l'effet du recuit.

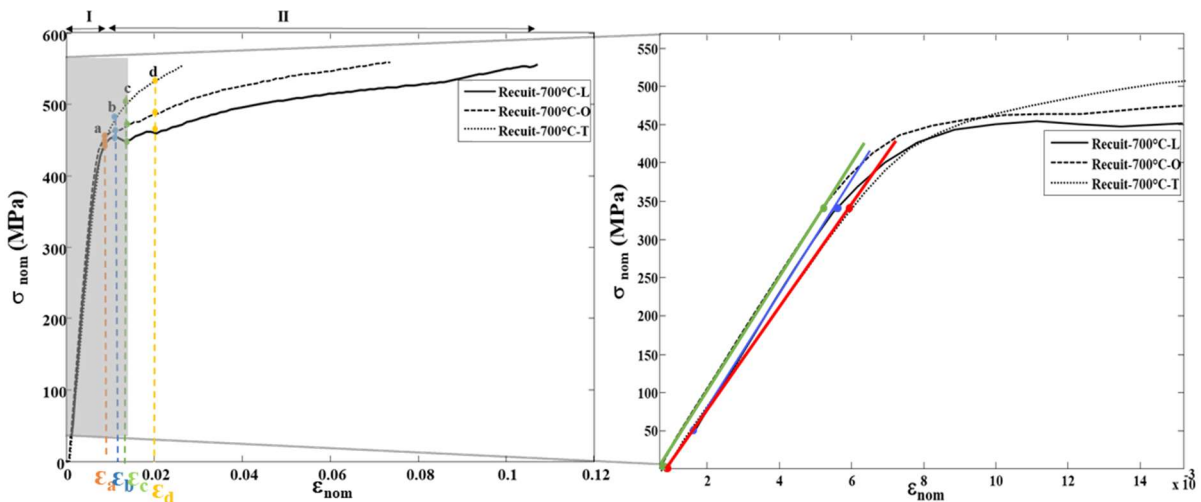


Figure 87 : (a) courbes contrainte-déformation de l'alliage NiTi recuit dans le sens Long (L), travers (T) et oblique à 45° (O) lors du premier cycle de chargement avec (b) zoom sur les seuils de transformation de phase.

Pour les trois orientations testées, la courbe de contrainte-déformation révèle la présence d'un régime quasi-linéaire jusqu'à une contrainte d'environ 350 MPa pour les trois orientations (L, O et T). Au chapitre précédent, nous avons ainsi distingué la réponse du matériau avant le seuil (région I) et après le seuil (région II). Dans les NiTi ce seuil est classiquement associé au début de la transformation de phase²⁷⁴. Etant donné que les essais ont tous été réalisés avec la même consigne de force maximale (imposée à 7 kN), les différences de déformation maximales atteintes en fin de charge illustrent des différences de comportement entre les différentes orientations. Ainsi, on observe une légère évolution de la raideur avec l'orientation (elle décroît entre les directions T, O et L). La « ductilité » des échantillons semble dépendre de manière plus marquée du sens de prélèvement (elle décroît entre les orientations L, O et T). Ces différences dans les réponses mécaniques macroscopiques indiquent l'existence d'une texture relativement marquée malgré le recuit.

La Figure 88 représente respectivement des champs cinématiques (vitesse de déformation équivalente $\|\dot{\epsilon}\|$) et des champs calorimétriques (sources de chaleur w_{ch}) aux quatre états de chargement a, b, c et d repérés sur la Figure 87 et associés aux mêmes niveaux de déformation macroscopiques $\epsilon_a, \epsilon_b, \epsilon_c$ et ϵ_d . L'état de chargement a (associé à la déformation $\epsilon_a \approx 0.01$) correspond sensiblement au crochet observé dans la réponse mécanique des orientations L et O.

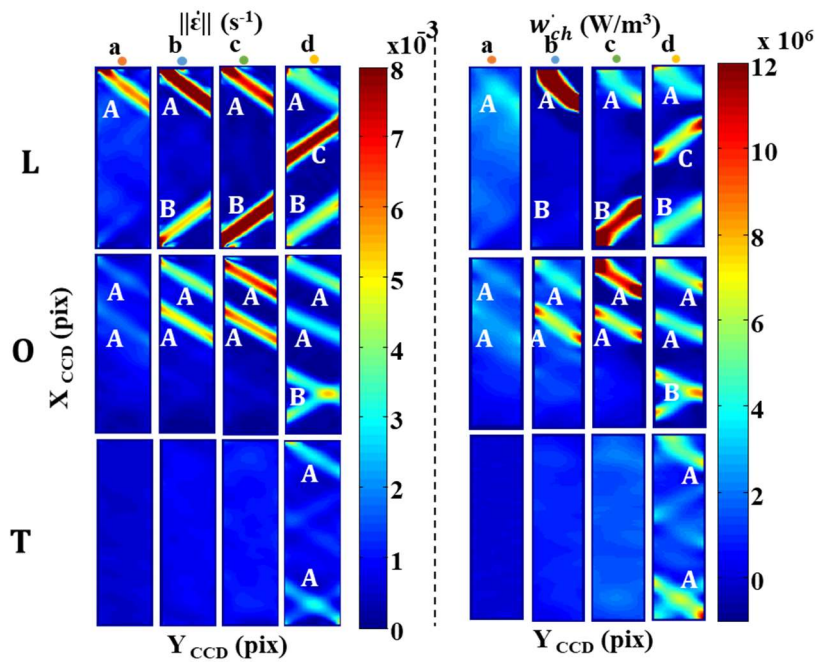


Figure 88 : Cartographies de la vitesse de déformation et des sources de chaleur lors du premier cycle de charge de l'alliage NiTi recuit à 700°C pendant 2h_sens L, O et T.

La Figure 89 illustre les évolutions espace-temps de la vitesse de déformation équivalente, des sources de chaleur et enfin des déformations équivalentes afin de visualiser plus facilement les effets de champs au cours de l'essai.

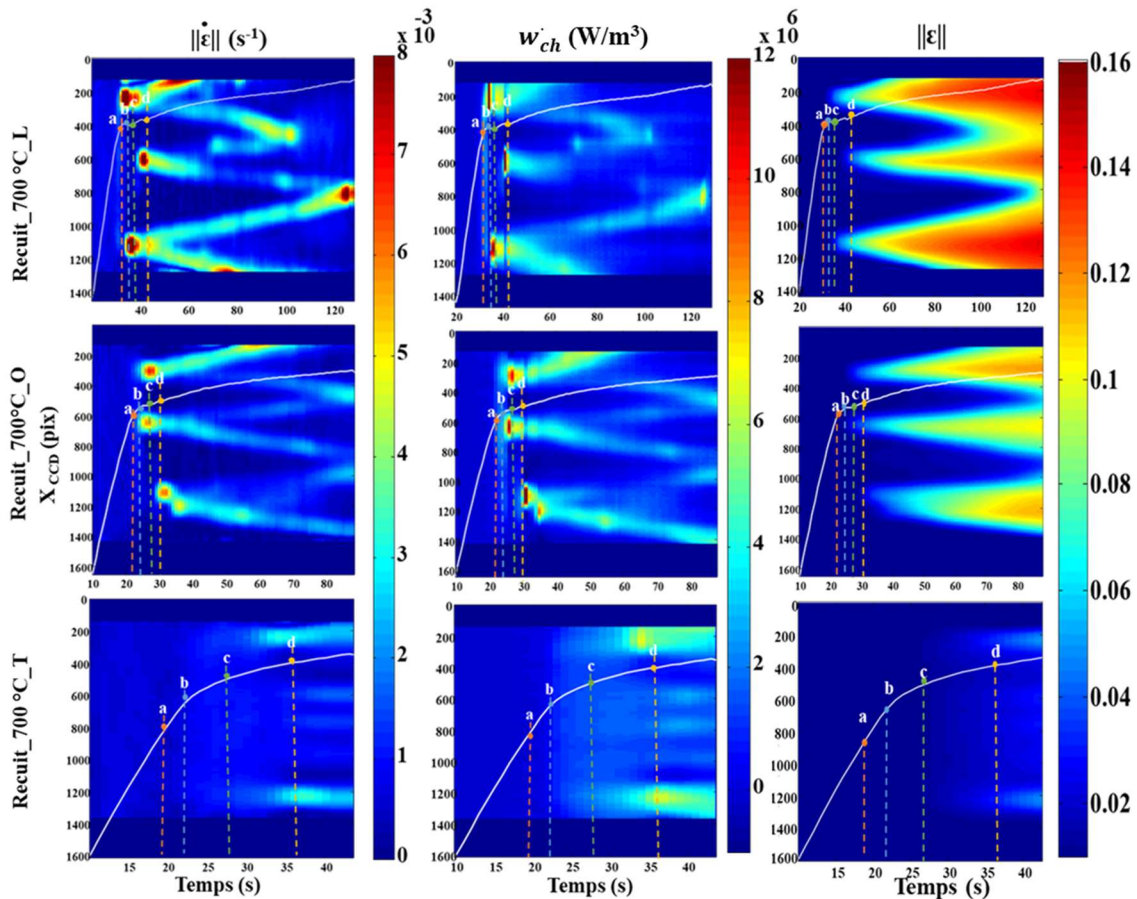


Figure 89 : (a) Champs de vitesse de déformation longitudinale, (b) champs de source de chaleurs et (c) champs de déformation longitudinale -apparition et élargissement de la zone de transformation à différentes orientations.

Dans la Figure 89, on remarque qu'en début d'essai (région I), dans le domaine quasi-linéaire, tous les champs sont sensiblement homogènes. Cette phase est généralement attribuée à la déformation élastique de l'austénite B2²⁷⁵.

La Figure 90 montre l'évolution de la moyenne des sources de chaleur sur l'ensemble de la zone d'étude en fonction du temps superposée à la réponse mécanique globale. Cette figure indique que dans le domaine I (*i.e.* avant l'instant a), les sources de chaleur moyennes sont sensiblement nulles pour chaque direction de prélèvement (L, O et T). Cela indique que les sources de chaleur thermoélastiques (négatives pour un essai de traction) doivent être contrebalancées par des sources positives. Ces sources peuvent provenir d'une transformation de phase exothermique austénite-martensite. Ceci indique que la transformation martensitique débiterait dès les premiers instants de l'essai, et ce de manière homogène en accord avec l'homogénéité des champs observés. L'initiation et le développement de la transformation se ferait ainsi de manière diffuse dans la partie utile de l'échantillon durant ce premier stade. Ces mesures ne permettent pas de déterminer le ou les types de martensite créés.

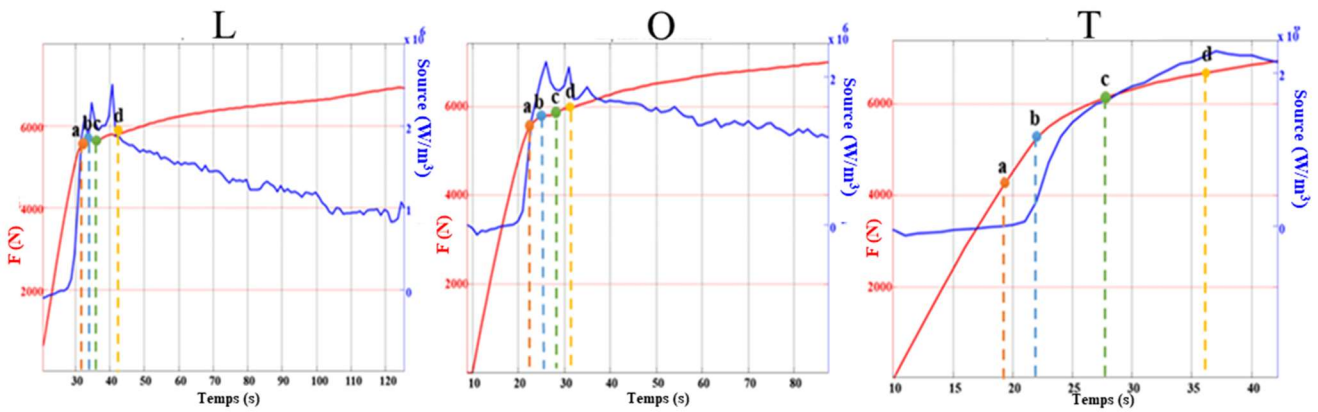


Figure 90: Evolution de la moyenne des sources de chaleur sur l'ensemble du domaine en fonction du temps superposée à la réponse mécanique.

Le domaine II correspond à la réponse du matériau au-delà du seuil (*i.e.* après l'instant a). Dans ce domaine, les Figures 88 et 89 montrent des changements significatifs dans les réponses mécaniques, cinématiques et calorimétriques du matériau.

En particulier, la réponse mécanique montre des différences notables après le passage du seuil nettement marqué sur la Figure 79.b: la réponse dans la direction L montre des fluctuations de contraintes autour d'une valeur sensiblement constante, alors que, dans la direction O, on observe un léger « écrouissage » présentant des fluctuations moins marquées. Enfin la réponse dans la direction T montre un « écrouissage » plus marqué et une absence de fluctuations. L'amplitude de ces fluctuations d'effort sont bien inférieures (d'un facteur 10) à l'erreur de mesure sur la force. Elles peuvent être attribuées à la relaxation induite par la localisation²⁷⁶ ou encore à la formation de la phase R au début de plateau. L'effet de la formation de la phase R sur le comportement mécanique a été observé pour la première fois par *Khachin* et al lors d'essais de traction sur des alliages Ti-Ni^{277 278}. Ils ont observé deux phénomènes et ont attribué le premier (chute de contrainte) à la transformation en phase R et le second à la transformation martensitique R>M (B19'). La détection de la signature de la formation de la phase R à partir des courbes contrainte-déformation de l'alliage NiTi peut être complexe. La présence de la phase R peut avoir un impact sur les propriétés mécaniques telles que la limite de transformation. Si la transformation de la phase R se produit, nous pourrions observer les caractéristiques suivantes^{279 280 281}:

- modification marquée dans la pente de la courbe contrainte-déformation indiquant un comportement mécanique différent,
- fluctuations dans la réponse mécanique, pouvant indiquer des instabilités associées à la transformation de la phase R,
- localisation de la déformation pouvant être liées à la formation de la phase R dans certaines régions du matériau.

La Figure 88 montre le développement de bandes de vitesses de déformation et de sources de chaleur après le seuil pour les trois directions. Ces grandeurs semblent très bien corrélées tant dans leur répartition spatiale que dans leurs évolutions temporelles. Ces bandes

apparaissent simultanément et aux mêmes endroits sur les champs cinématiques et calorimétriques et elles possèdent des dimensions sensiblement égales sur les différents champs mesurés. On repère les bandes par des lettres majuscules en utilisant l'ordre alphabétique pour rendre compte de leur chronologie d'apparition, les premières bandes sont ainsi repérées **A** *etc.* Les bandes apparaissent d'autant plus tôt et sont d'autant plus localisées pour les échantillons L, puis O, puis T. Ainsi, les premières bandes apparaissent à l'instant de chargement a pour les orientations L et O, et les vitesses de déformations sont plus importantes dans la direction L, alors que la première bande apparaît à l'instant de chargement d pour l'orientation T pour une intensité bien plus faible que celle des premières bandes observées dans les directions L et O.

Le développement de la bande A dans l'orientation L s'accompagne d'une relaxation due à la localisation. Dans la direction O, la localisation de la déformation est moins marquée, et la relaxation est moins visible. Dans la direction T, les vitesses de déformation sont très faiblement hétérogènes et la réponse mécanique ne montre pas de relaxation.

La deuxième bande **B** apparaît pour l'orientation L à l'instant b , alors qu'elle apparaît à l'instant d pour l'orientation O (voir figures **88** et **89**). Il n'y a pas de seconde bande de type B pour l'orientation T.

A l'instant de chargement d , une troisième série de bandes C est observée dans l'orientation L. Il n'est pas possible de comparer les propagations des bandes pour les trois orientations au-delà de l'instant de chargement d dans la mesure où cet instant est très proche de la fin de la charge pour la direction T. La détermination des instants d'apparition des bandes est délicate. En effet, on observe de légères fluctuations dans les champs de vitesse de déformation et de sources de chaleurs aux endroits où naissent les bandes à des instants antérieurs à ceux repérés sur la Figure **88**, ce qui suggère un développement progressif de ces bandes.

En conclusion, dans la phase II, qui débute à l'instant a , on observe le développement progressif et la propagation de bandes pour toutes les orientations. Des observations similaires ont été effectuées sur des NiTi dans la littérature [282](#) [283](#) [284](#) [285](#).

Ces bandes de vitesse de déformation intense sont associées à des sources de chaleur positives importantes. Ces sources sont supérieures à la puissance mécanique localement fournie au matériau pour se déformer (de l'ordre de $5 \cdot 10^6 \text{ W.m}^{-3}$, puisque les contraintes sont de l'ordre de 500 MPa et les vitesses de déformation dans la bande de 10^{-2} s^{-1}) : le matériau rend plus d'énergie sous forme de chaleur que ce qui lui a été fourni mécaniquement. Ces observations sont compatibles avec l'existence d'une transformation de phase induite par la contrainte, comme mentionné par *Gall, Ken, et al* [286](#). Il est connu que la formation, la morphologie et la propagation des bandes dépendent d'un certain nombre de facteurs, notamment la forme de l'échantillon, la vitesse de chargement, les conditions d'essais (mécanique, thermique, *etc.*) [287](#).

Les sources de chaleur associées au changement de phase peuvent être reliées aux conditions d'essai (notamment à la vitesse de déformation) au travers de l'équation suivante²⁸⁸:

$$w_{\phi}^{\dot{}} = T \frac{\rho L_0}{T_0} \sum_{i=1}^n \dot{x}_i \dots (17)$$

où L_0 représente la chaleur latente de changement de phase austénite martensite par unité de masse, n le nombre total de variantes de martensites impliquées dans la transformation et \dot{x}_i le taux d'évolution de la proportion de la i -ème variante de martensite. En supposant que les seuls mécanismes mis en jeu sont la déformation élastique et le changement de phase et que ces mécanismes ne sont pas dissipatifs ($d_1 = 0$), on peut écrire que les sources de chaleur mises en jeu ($w_{ch}^{\dot{}}$) se réduisent aux deux termes suivants :

$$w_{ch}^{\dot{}} = w_{cte}^{\dot{}} + w_{\phi}^{\dot{}} \dots (18)$$

où $w_{cte}^{\dot{}}$ représente les sources de couplages thermoélastiques qui peuvent s'exprimer par²⁸⁹ :

$$w_{cte}^{\dot{}} = -\lambda T_0 \text{tr}(\underline{\dot{\sigma}}) \dots (19)$$

où λ représente le coefficient de dilatation thermique du matériau (supposé isotrope). Ce terme vaut $11 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pour l'alliage NiTi²⁹⁰. En raisonnant sur chaque section de l'échantillon et en faisant l'hypothèse d'un état de contrainte uniaxial, il est possible d'estimer ce terme en utilisant les mesures de forces numérisées pendant l'essai.

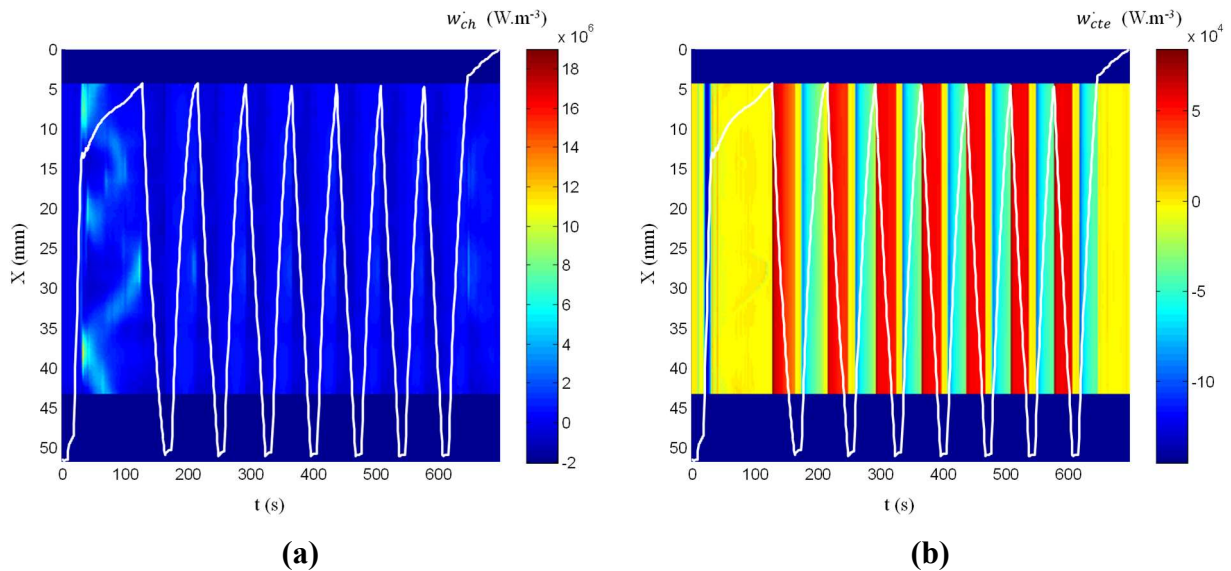


Figure 91 : Evolutions espace-temps (a) des sources de chaleur $w_{ch}^{\dot{}}$ (b) des sources thermoélastiques $w_{cte}^{\dot{}}$ pour l'essai cyclique réalisé sur l'échantillon recuit prélevé dans la direction L.

La Figure 91 représente l'évolution dans l'espace et dans le temps des sources de chaleurs et des sources thermoélastiques ainsi estimées pour l'essai réalisé sur l'échantillon recuit prélevé dans la direction L. Cette figure montre que les sources de chaleurs thermoélastiques

sont plus importantes (en valeur absolue) lors de la première charge mais qu'elles restent très faibles devant les sources de chaleur. Ceci montre que la transformation de phase s'effectue dès la première charge. Des résultats similaires sont observés dans les autres conditions (orientations O et T).

La Figure 92 présente l'évolution des valeurs moyennes sur le domaine de mesure des sources de chaleur globales (\bar{w}_{ch}) et thermoélastiques (\bar{w}_{cte}) pour l'essai cyclique réalisé sur l'échantillon recuit prélevé dans la direction L. Cette figure montre la très faible amplitude des sources thermoélastiques par rapport aux sources de chaleur mises en jeu. Les sources de chaleur \bar{w}_{ch} sont systématiquement d'un signe opposé aux sources thermo-élastiques \bar{w}_{cte} à l'exception des tous premiers instants de la première charge, ce qui montre que la transformation de phase commence très tôt dans le chargement, presque immédiatement après le début de l'essai.

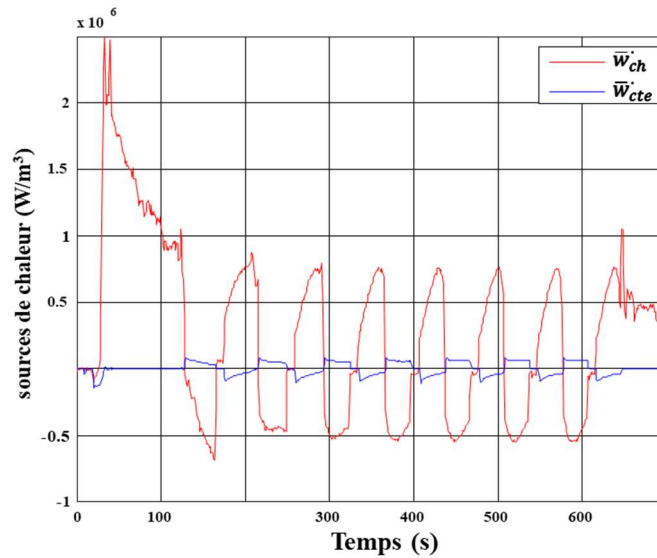


Figure 92 : Evolution des sources de chaleur moyennes sur le domaine de mesure \bar{w}_{ch} et \bar{w}_{cte} pour l'essai cyclique réalisé sur l'échantillon recuit prélevé dans la direction L.

En négligeant les autres déformations que les déformations élastiques et de changement de phase (e.g. : déformations thermique, plastique, visqueuse, ...), le tenseur des déformations s'écrit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}_e + \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi \dots \dots (20)$$

où $\underline{\underline{\varepsilon}}_e = \underline{\underline{C}}^{-1} \underline{\underline{\sigma}}$ représente la déformation élastique et $\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi$ la déformation de changement de phase qui s'exprime :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_\phi = \sum_{i=1}^n x_i \underline{\underline{\beta}}_i \dots \dots (21)$$

où $\underline{\underline{\beta}}_i$ représente le tenseur de déformation de transformation de la i -ème variante de martensite. On en déduit que l'on doit avoir pour toute variante k :

$$\underline{\underline{\beta}}_k : \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi = \sum_{i=1}^n x_i \underline{\underline{\beta}}_k : \underline{\underline{\beta}}_i \dots \dots (22)$$

On pose $A_{ki} = \underline{\underline{\beta}}_k : \underline{\underline{\beta}}_i$. En appelant $\underline{\underline{B}}$ l'inverse de la matrice $\underline{\underline{A}}$, il vient :

$$x_i = \sum_{k=1}^n B_{ik} \underline{\underline{\beta}}_k : \underline{\underline{\varepsilon}}_\phi \dots \dots (23)$$

D'où :

$$\sum_{i=1}^n \dot{x}_i = \sum_{i=1}^n \sum_{k=1}^n B_{ik} \underline{\underline{\beta}}_k : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_\phi \dots \dots (24)$$

On a donc une relation linéaire entre les sources de chaleurs de changement de phase et la vitesse de déformation :

$$w_\phi^\cdot = w_{ch}^\cdot - w_{cte}^\cdot \approx T \frac{\rho L_0}{T_0} \sum_{i=1}^n \sum_{k=1}^n B_{ik} \underline{\underline{\beta}}_k : (\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}_e) \dots \dots (25)$$

La Figure 93 représente les couples $(w_{ch}^\cdot - w_{cte}^\cdot, \dot{\varepsilon}_{xx} - \dot{\varepsilon}_{xx}^e)$ pour l'ensemble des points de la génératrice verticale des échantillons et pour tous les instants du premier cycle de charge-décharge réalisé sur les échantillons L, O et T. Conformément à l'hypothèse de contrainte plane, on prend : $\dot{\varepsilon}_{xx}^e = 1/E_A \dot{\sigma}_{xx}$, avec E_A qui correspond au module d'Young de l'austénite, pris égal à 70 GPa.

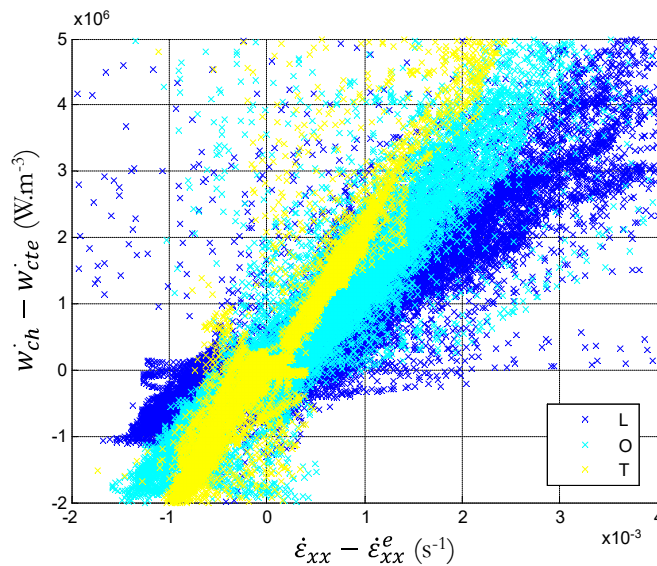
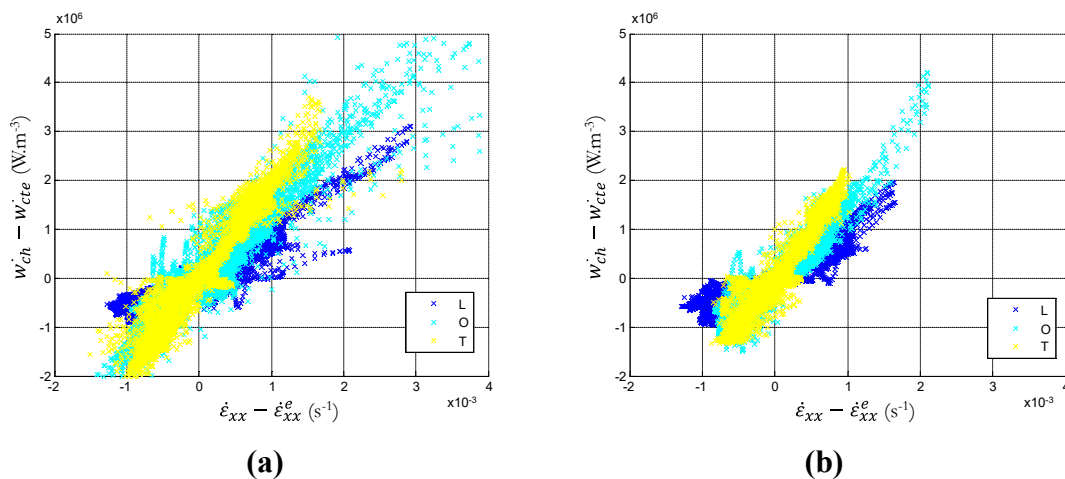


Figure 93: Evolutions de $w_{ch}^\cdot - w_{cte}^\cdot$ en fonction de $\dot{\varepsilon}_{xx} - \dot{\varepsilon}_{xx}^e$ pour les 3 essais réalisés dans les directions L, O et T pour la première charge.

Cette figure montre que les points expérimentaux se regroupent en nuages de points (clusters) montrant des tendances sensiblement linéaires, ce qui traduit une proportionnalité entre les sources « non thermo-élastiques » $w_{ch} - w_{cte}$ et les vitesses de déformation « inélastiques » ($\dot{\epsilon}_{xx} - \dot{\epsilon}_{xx}^e$), en accord avec la présence d'un changement de phase (sources positives à la charge et négative à la décharge). Elle montre aussi que le coefficient de proportionnalité dépend légèrement du sens de prélèvement de l'échantillon, ce qui traduit l'existence d'une anisotropie du matériau qui subsiste malgré la présence du recuit. De plus, on observe une dissymétrie marquée entre la charge ($\dot{\epsilon}_{xx} > 0$) et la décharge ($\dot{\epsilon}_{xx} < 0$) : les vitesses de déformation et les sources de chaleur sont bien supérieures (en valeur absolue) lors de la charge qu'à la décharge.

La Figure 94 représente les mêmes évolutions cycle par cycle. Elle montre que les relations entre les sources de chaleur et les vitesses de déformation évoluent avec le nombre de cycles et qu'elles se symétrisent progressivement. La symétrisation montre que ce sont progressivement les mêmes variantes qui sont mises en jeu lors du changement de phase à la charge et à la décharge (phénomène d'éducation). Pour finir, si on se base sur une pente moyenne ($\Delta(w_{ch} - w_{cte})/\Delta(\dot{\epsilon}_{xx} - \dot{\epsilon}_{xx}^e)$) de $1.5 \cdot 10^9 \text{ J.m}^{-3}$, et si on ne considère qu'une seule variante associée à une déformation de changement de phase de 20% (on sait que les déformations maximales atteintes lors des essais est de l'ordre de 16% (voir Figure 89), on trouve une chaleur latente de changement de phase d'environ 46 J/g. Malgré les hypothèses fortes de cette analyse, cette valeur est bien du même ordre de grandeur que la chaleur latente mesurée par DSC et qui vaut 32.3 J/g.



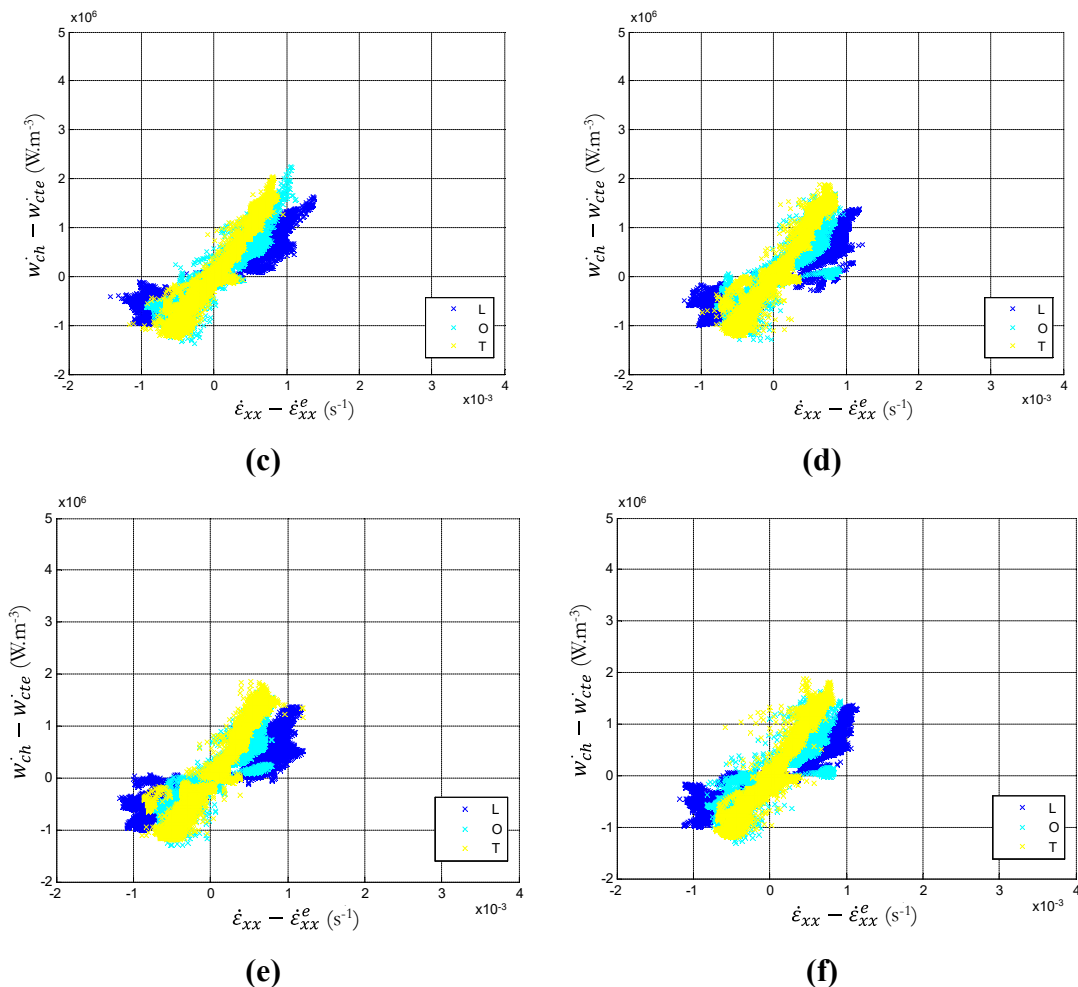


Figure 94 : Evolutions de $w_{ch} - w_{cte}$ en fonction de la vitesse de déformation inélastique $\dot{\epsilon}_{xx} - \dot{\epsilon}_{xx}^e$ pour les 3 essais réalisés dans les directions L, O et T (a) cycle 2, (b) cycle 3, (c) cycle 4, (d) cycle 5, (e) cycle 6 et (f) cycle 7.

La taille importante du nuage de points lors du premier cycle (notamment pour les orientations L et O) peut être expliquée par l'existence d'une large gamme de combinaisons de variantes de martensites dans les différentes zones de l'échantillon. Une fois le cycle stabilisé, ce sont les mêmes variantes de martensite qui se développent à la charge et qui disparaissent à la décharge, donnant ainsi deux nuages symétriques par rapport à l'origine.

Il n'est pas possible de statuer sur le caractère dissipatif ou non de la première charge puisqu'elle est associée à des sources toujours positives. Néanmoins, compte-tenu des très importantes chaleurs mises en jeu (bien supérieures à la puissance mécanique fournie), il est légitime de supposer que cette charge soit associée principalement à un changement de phase. En conséquence, la déformation rémanente à l'issue des cycles stabilisés pourrait être associée à l'apparition de combinaisons de variantes dans la microstructure empêchant la transformation inverse de la martensite en austénite.

On va s'intéresser maintenant à l'évolution des réponses mécaniques du matériau dans l'état recuit lors du cyclage. La Figure 95 montre les réponses mécaniques sur les 6 derniers cycles (Figure 95.a) ainsi que l'évolution de l'énergie de déformation au cours de ces cycles

(Figure 95.b). L'origine des courbes correspond ainsi à la déformation rémanente en fin du premier cycle. Elle vaut respectivement 7.75%, 4.5% et 0.25% pour les orientations L, O et T. Les premiers cycles affichés ne sont pas encore fermés et on observe l'apparition progressive d'un cycle stabilisé. A partir du 5^{ème} cycle et pour toutes les orientations, le cycle mécanique se referme et forme une boucle d'hystérésis. Cette stabilisation du cycle correspond au moment où les réponses en termes de source de chaleur en fonction de la vitesse de déformation se symétrisent (voir Figure 94). Ceci est confirmé par les Figures 95.b qui montrent une stabilisation vers une asymptote horizontale au 6^{ème} cycle. Les valeurs des aires d'hystérésis du dernier cycle valent respectivement 0.65 J, 0.61 J, 0.39 J dans les directions L, O et T. On peut comparer cette énergie à la chaleur mise en jeu sur le volume de mesure pendant un cycle. Pour cela, on intègre les sources de chaleur mesurées sur l'ensemble du domaine et sur le dernier cycle, et on obtient les valeurs suivantes : 0.84 J, 0.77 J et 0.17 J respectivement pour les orientations L, O et T. On constate que ces valeurs sont très proches pour toutes les orientations, ce qui indique que l'aire d'hystérésis est principalement associée aux échanges de chaleur et non à une éventuelle dissipation intrinsèque. Par ailleurs, si on intègre les sources de chaleur sur la charge uniquement, on trouve respectivement 6.28 J, 6.92 J et 6.94 J pour les orientations L, O et T. Ces valeurs sont bien supérieures aux aires d'hystérésis, ce qui traduit bien l'existence de sources de couplage très intenses de signe opposés et d'amplitude sensiblement égales à la charge et à la décharge. Ici les phénomènes irréversibles responsables de l'hystérésis sont donc principalement liés aux échanges de chaleur entre l'échantillon et son environnement.

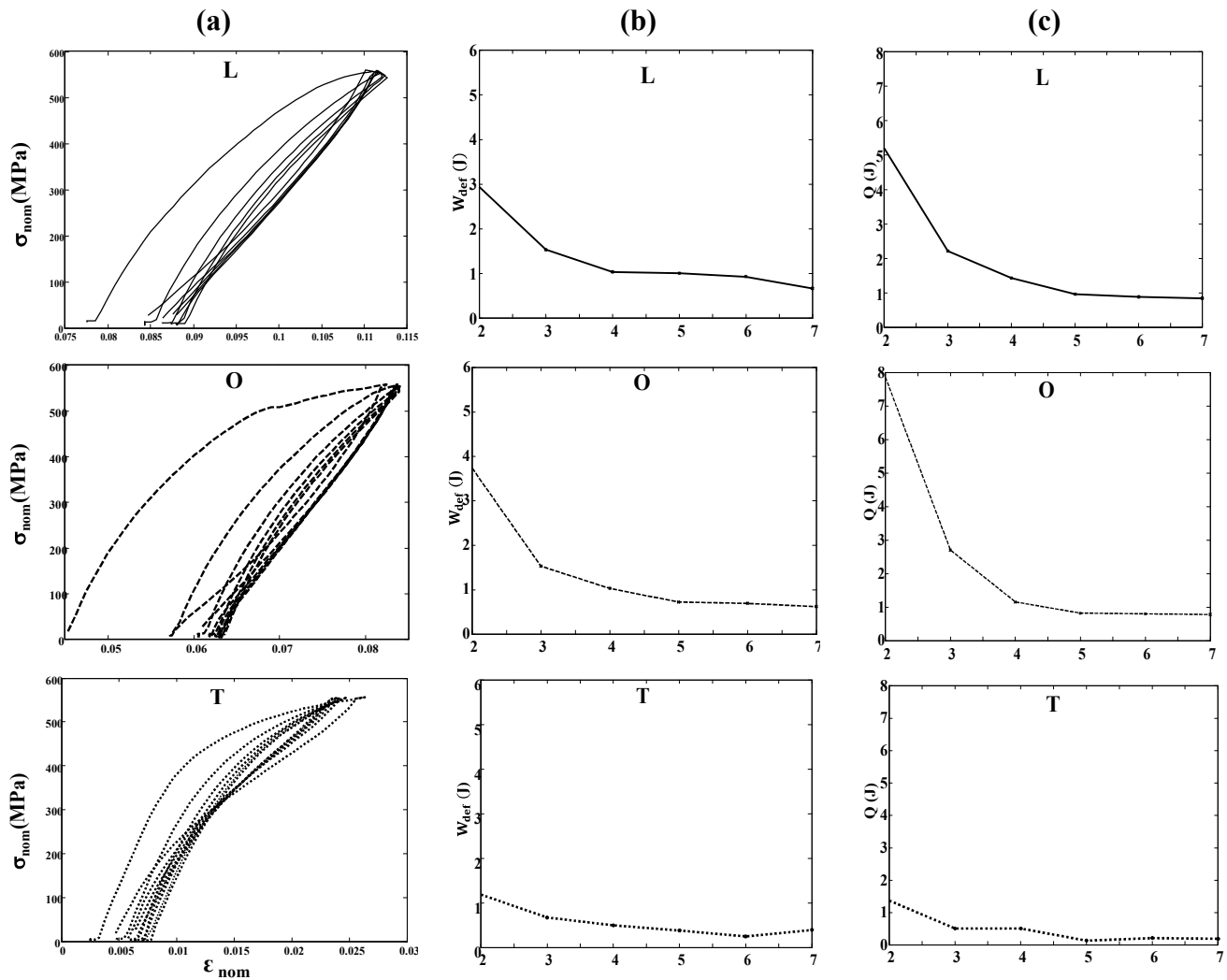


Figure 95 : (a) Courbe contrainte-déformation, (b) évolution de l'air d'hystérésis lors du six derniers cycles de charge /décharge et (c) évolution de la source de chaleur intégrée sur un cycle en fonction du nombre de cycles du NiTi recuit à 700°C pendant 2h_sens L, O et T.

La Figure 96 montre le champ de vitesse de déformation et de source de chaleurs lors des six derniers cycles de charge/décharge. On observe ici encore le bon accord entre les champs de vitesse de déformation et de sources de chaleur. De plus, ces champs s'homogénéisent progressivement au cours des cycles avec l'atténuation progressive des zones de concentrations. Pendant la phase de charge et pour chaque orientation (L, O et T), notamment pour les premiers cycles, nous constatons que l'alliage libère de la chaleur. Ceci se manifeste par des sources de chaleur positives que nous observons sur les trois directions, même si ces sources de chaleur sont plus intenses pour la direction O. Lors de la décharge, ces sources de chaleur sont négatives, témoignant d'une transformation endothermique. Cette transformation peut être associée à la transformation inverse $M > A$ nécessitant une absorption de chaleur plutôt qu'une libération²⁹¹. Ces sources de chaleur tantôt positives, tantôt négatives, créent une signature distincte à chaque cycle de charge/décharge. La répétition de cette tendance à chaque cycle conduit à l'établissement progressif d'un cycle stabilisé au fur et à mesure de l'établissement des échanges thermiques entre l'échantillon et le milieu ambiant.

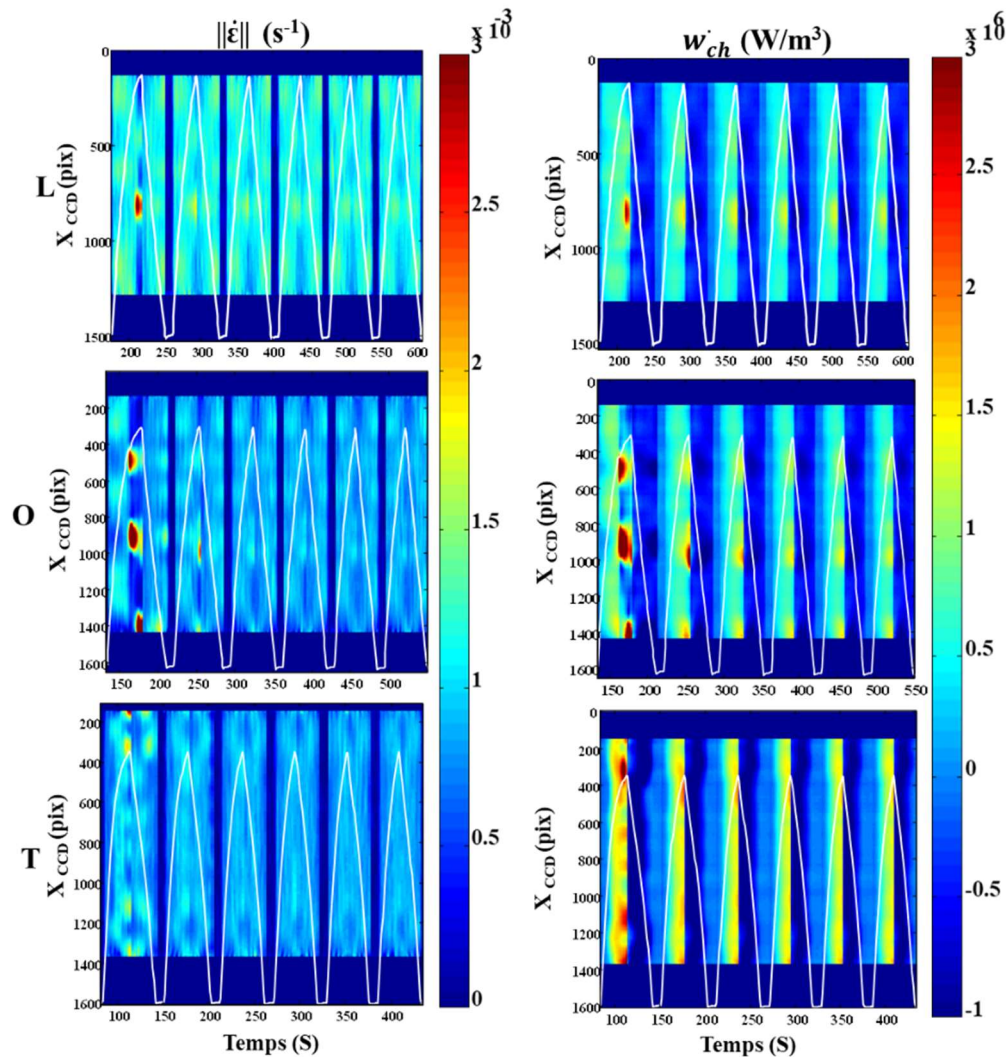


Figure 96: Champs de vitesse de déformation et de source de chaleurs lors des six derniers cycles de charge/décharge de l'alliage NiTi recuit à 700 °C pendant 2h -sens L, O et T.

1.1.2. Caractérisation de l'état après traitement SMAT

Dans ce paragraphe, nous allons nous atteler à la caractérisation de l'effet du traitement SMAT sur la réponse thermomécanique du NiTi en commençant par regarder l'effet du temps de traitement à puissance fixée, puis l'effet de la puissance à temps de traitement fixé.

1.1.2.a) Effet du temps de traitement

Dans cette section, nous présentons les champs cinématiques et thermiques qui ont été obtenus durant des essais de traction réalisés sur des échantillons en alliage NiTi prélevés dans la direction L puis traités par SMAT pour différents temps de traitement (5min, 15min et 30min). La puissance du traitement a été imposée à 50%. Des essais cycliques (7 cycles) ont été réalisés à la même vitesse de chargement ($v_T = 0,02$ mm/s) pour une limite en effort imposée de 7000 N pour la charge et de -5N pour la décharge.

Les courbes présentées à la Figure 97 donnent le comportement contrainte-déformation de l'alliage après traitement SMAT lors du premier cycle. Il convient de noter que, pour une même contrainte maximale, les niveaux de déformation atteints lors de ces essais sont plus importants que ceux atteints sur les échantillons recuits (entre 12% et 15% ici contre 10% environ sur les échantillons recuits). Les courbes de contrainte-déformation se superposent jusqu'à atteindre une contrainte de transformation qui s'est situé à environ 410 MPa indépendamment des durées de traitement SMAT (pour une valeur de 350 MPa pour le matériau de référence après recuit pour l'orientation L). Cette constatation révèle que le comportement dans le domaine linéaire de l'alliage NiTi reste relativement inchangé pour les quatre échantillons, quelles que soient les variations dans la durée du traitement SMAT.

On distingue 3 domaines dans les réponses mécaniques des matériaux SMATés : le domaine linéaire (I) suivi d'un domaine où la réponse est non linéaire (II) et enfin le troisième domaine où l'évolution de la contrainte retrouve une linéarité par rapport à l'évolution de la déformation (III). Seuls les domaines I et II sont observés pour l'échantillon de référence. Il est important de noter que le nombre d'échantillons dans notre étude était limité, avec seulement deux essais réalisés pour chaque condition de traitement SMAT. Cette quantité peut ne pas être suffisante pour une évaluation complète de la reproductibilité des résultats.

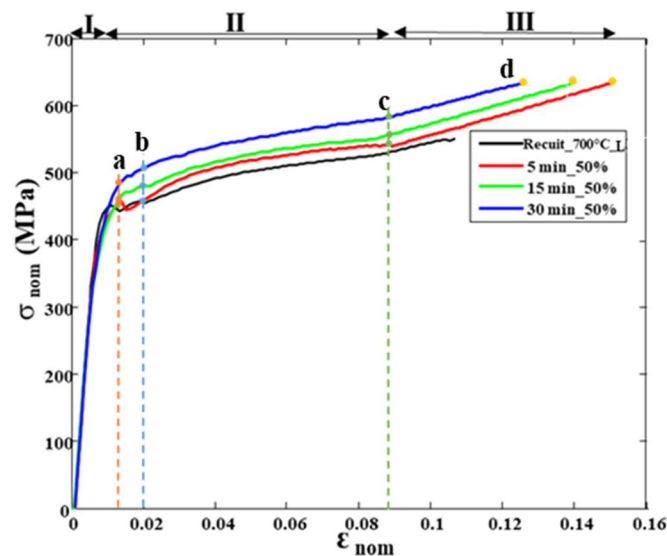


Figure 97: Réponses contrainte-déformation de l'alliage NiTi lors du premier cycle de charge à différents temps de traitement SMAT (5min, 15min et 30min) à 50% de puissance.

L'analyse de la Figure 97 révèle l'impact de la durée de traitement sur la fin du domaine de linéarité de la réponse et la longueur de la région II dans le comportement mécanique de l'alliage NiTi. On constate une fin de domaine linéaire à environ 410 MPa pour les trois conditions. Ainsi, l'instant de chargement (a) associé au début du domaine II correspond aux contraintes de 450 MPa, 480 MPa et 490 MPa pour respectivement 5 min, 15 min et 30 min de traitement SMAT. Ces valeurs de contraintes plus élevées par rapport à l'échantillon de référence et croissantes par rapport au temps de traitement semblent indiquer un effet du temps de traitement sur le comportement mécanique du matériau qui pourrait s'expliquer par différents

facteurs : présence éventuelle d'une couche nanostructurée, présence de martensite et/ou de contraintes résiduelles après traitement. La fin de la charge s'opérant à une contrainte identique pour chaque essai, la déformation maximale atteinte en fin de charge est d'autant plus importante que la contrainte de début de transformation est faible.

Les Figures 98 et 99 illustrent les champs de vitesse de déformation, et sources de chaleur à 4 instants différents repérés par les lettres (a) à (d) sur les courbes de réponses mécaniques données en Figure 97. Les cartographies données en Figure 99 quant à elles montrent l'influence du temps de traitement SMAT sur les champs de vitesses de déformation et de sources de chaleur au cours de l'essai.

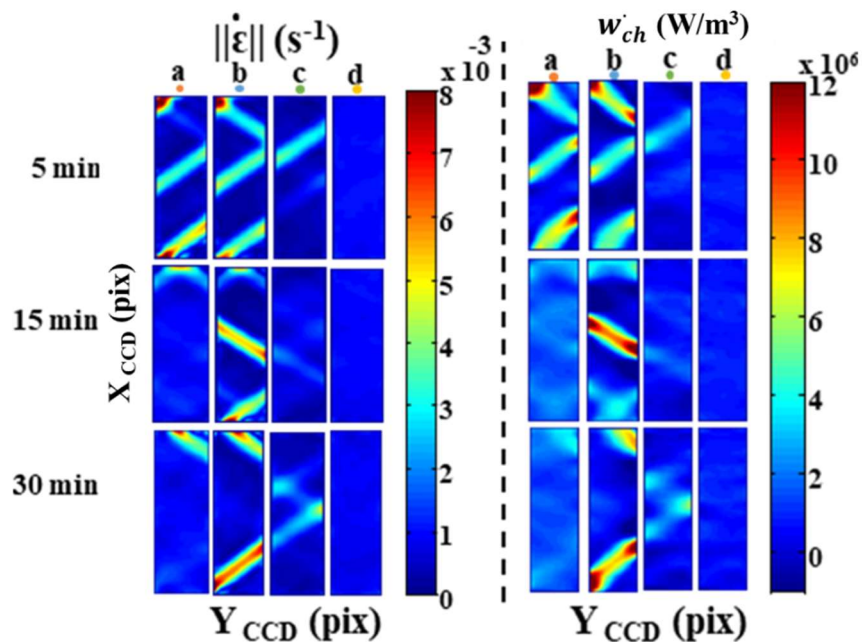


Figure 98 : Cartographies donnant les champs de vitesses de déformation et de sources de chaleur lors du premier cycle de charge de l'alliage NiTi SMATé pendant 5min ,15min et 30min à 50%.

Comme énoncé plus haut, les courbes contraintes-déformations sont ici divisées en plusieurs domaines distincts en suivant l'approche proposée par ²⁹²:

Domaine I : Ce domaine est généralement associé à la déformation élastique de la phase austénitique A (phase initiale) ²⁹³. Au début de l'essai, la température initiale de l'éprouvette (T_0) est uniforme et égale à la température ambiante (T_a), de sorte que le matériau se trouve à l'état austénitique. Cependant, les cartographies de vitesse de déformation et de sources de chaleur présentées dans la Figure 98, avec des valeurs positives, indiquent que malgré cette déformation élastique, la transformation de phase martensitique débute dès les premiers instants de l'essai. Cette transformation ne se produit pas de manière localisée, mais de manière diffuse.

Domaine II (instants de (a) à (c)) : A l'instant (a), on observe une légère chute de contrainte qui est particulièrement prononcée pour le traitement de 5 min. Cette chute de contrainte est moins évidente pour le traitement de 15 minutes et absente après 30 min de traitement.

Dans le domaine II, on assiste au développement de phénomènes de localisation sous forme de bandes inclinées (environ 35°) qui se forment lors des transformations de phase (Figures 98 et 99)^{294 295}.

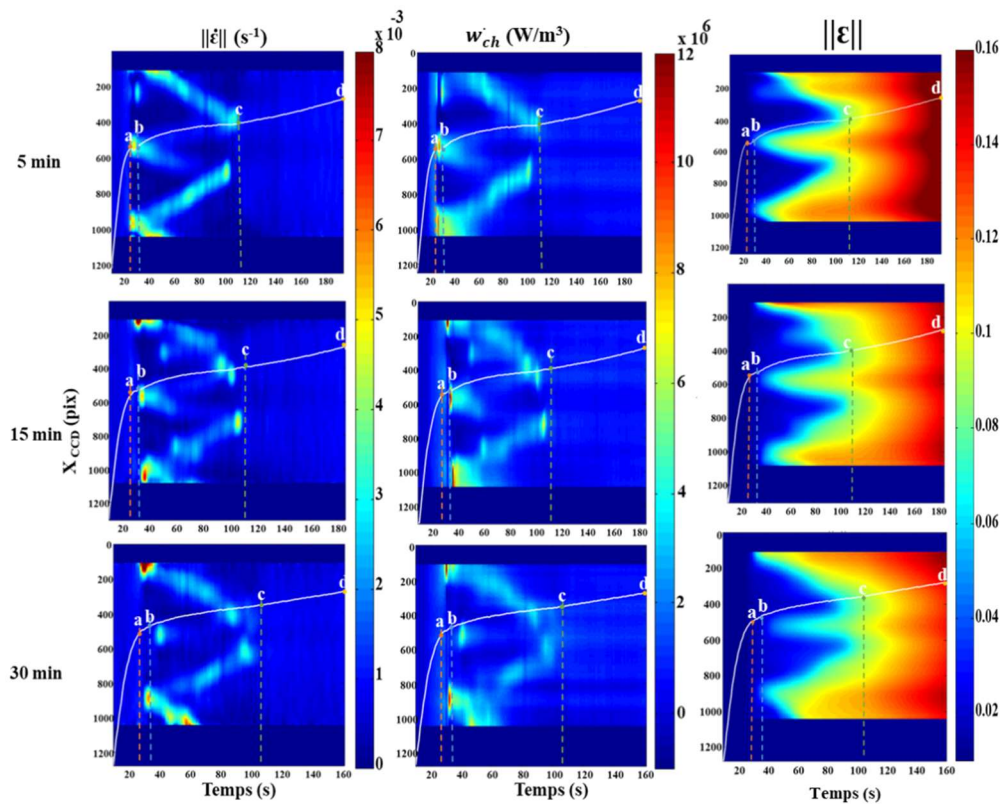


Figure 99: Champs de déformation, de vitesse de déformation longitudinale et champs de source de chaleur calculés par CIN, - pour un NiTi SMATé pendant 5min ,15min et 30min à 50%.

La Figure 98 nous donne les champs de vitesses de déformation et de source de chaleur en fonction du temps de traitement SMAT pour les 4 instants (a), (b), (c) et (d) repérés sur la courbe de traction en Figure 97. Tout d’abord, on peut constater qu’à l’instant (a) les champs de vitesses de déformation sont d’autant plus hétérogènes que le temps de traitement est court. Cette tendance se maintient pour les instants suivants : le nombre de bandes et/ou l’intensité des vitesses de déformation sont d’autant plus importants que le temps de traitement est faible. Ceci conduit à des niveaux de déformation plus faibles lorsque le temps de traitement est long, par exemple au point (d).

Pour ces instants, on observe un échauffement significatif des échantillons au cours de l’essai. On constate également que la localisation des sources indique une libération de chaleur aux endroits associés aux fortes vitesses de déformation, ciblant à chaque instant la zone de l’échantillon où la transformation de phase se produit. Ici encore, la distribution spatio-temporelle des sources de chaleur est en accord avec la distribution des champs de vitesses de déformation. Ces observations sont compatibles avec les résultats de nombreuses études antérieures^{296 297 298 299}.

Domaine III (c-d) : Lorsque la déformation atteint environ 9% à l'instant (c), les bandes de déformation cessent leur propagation et les champs deviennent sensiblement homogènes. La Figure 44 montre que cette homogénéisation intervient lorsque les bandes de changement ont complètement envahi la partie utile de l'échantillon.

La Figure 100 donne les valeurs des sources de chaleur moyennes calculées sur le domaine de mesure avec l'évolution de la contrainte au cours du temps. Elle montre que, sur la première charge et quel que soit le temps de traitement, les sources de chaleurs sont sensiblement nulles en début d'essai puis positives. Ce qui indique que la transformation de phase doit, ici encore, commencer dès le début de l'essai. De plus, le fait que les sources de chaleurs soient toujours positives et supérieures à la puissance mécanique fournie (de l'ordre de $0.5 \cdot 10^6 \text{ W}\cdot\text{m}^{-3}$ puisque la contrainte est de l'ordre de 600 MPa et la vitesse de déformation de $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) après l'instant c indique que la transformation de phase se poursuit vraisemblablement au-delà de cet instant.

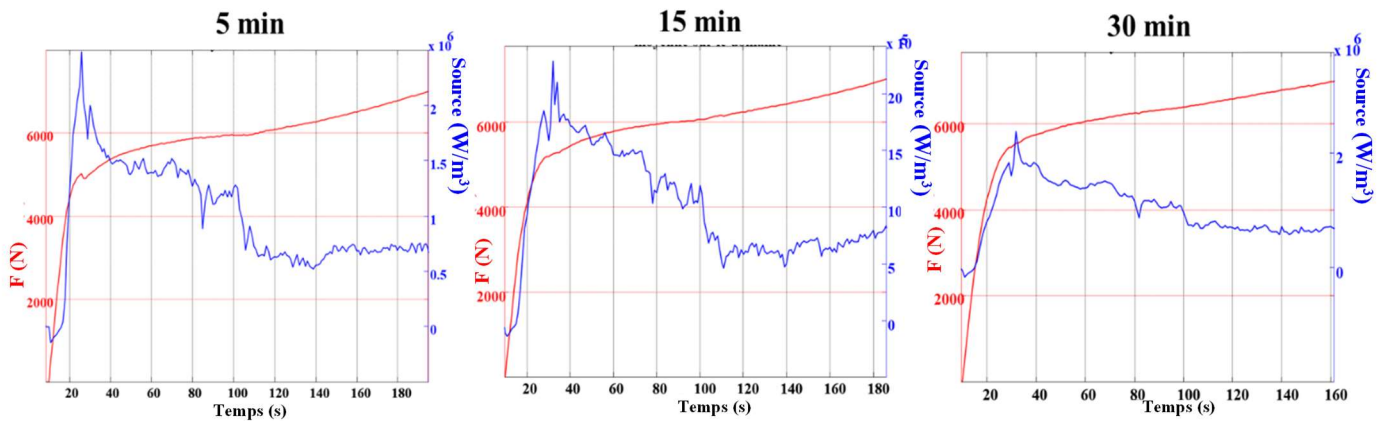
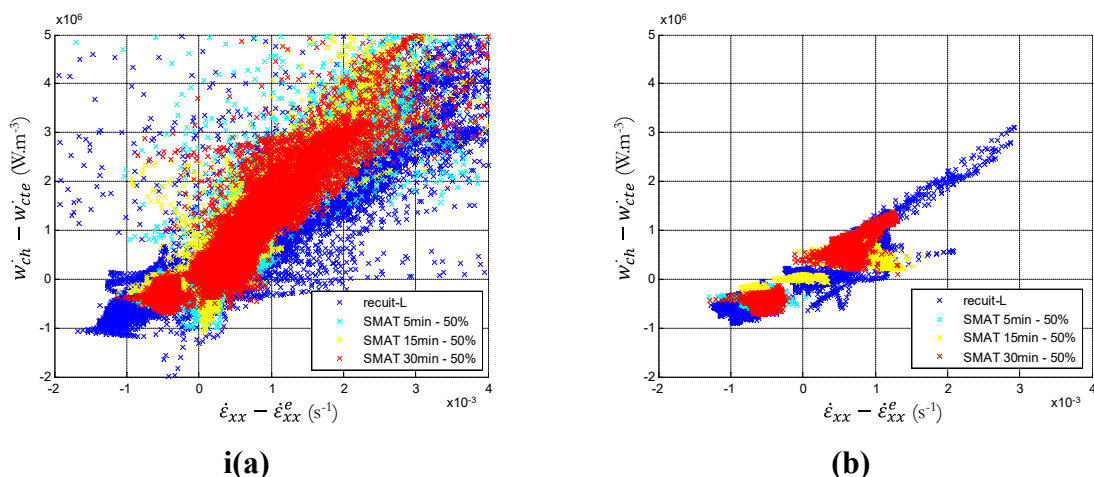


Figure 100: Evolution de la moyenne des sources de chaleur sur l'ensemble du domaine en fonction du temps superposée à la réponse mécanique après 5 min, 15 min et 30 min du traitement SMAT.

La Figure 101 donne la corrélation entre la vitesse de déformation inélastique ($\dot{\epsilon}_{xx} - \dot{\epsilon}_{xx}^e$) et les sources de chaleur non thermo-élastiques ($w_{ch} - w_{cte}$) pour différents traitements SMAT (5, 15 et 30 minutes) pour chaque cycle.



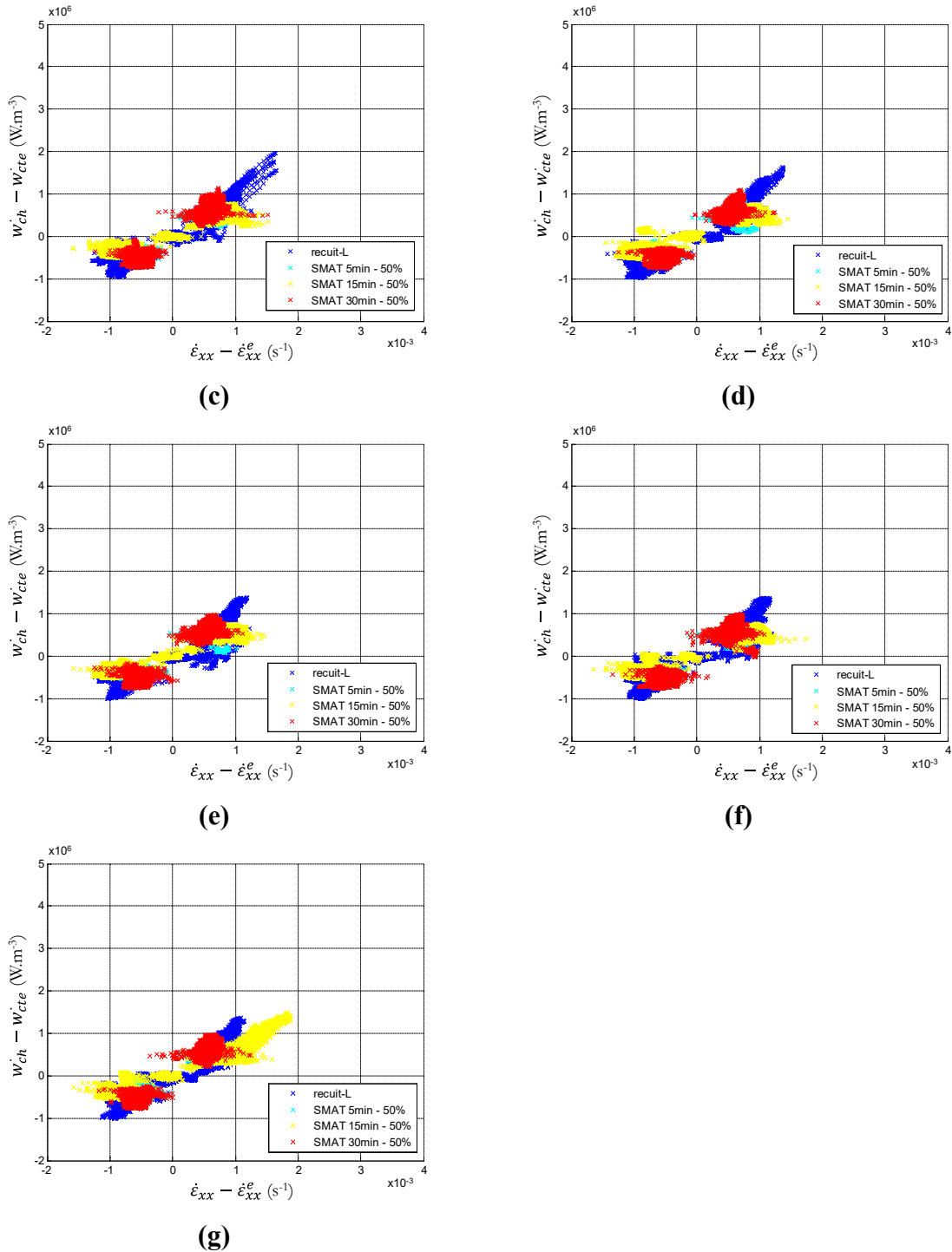
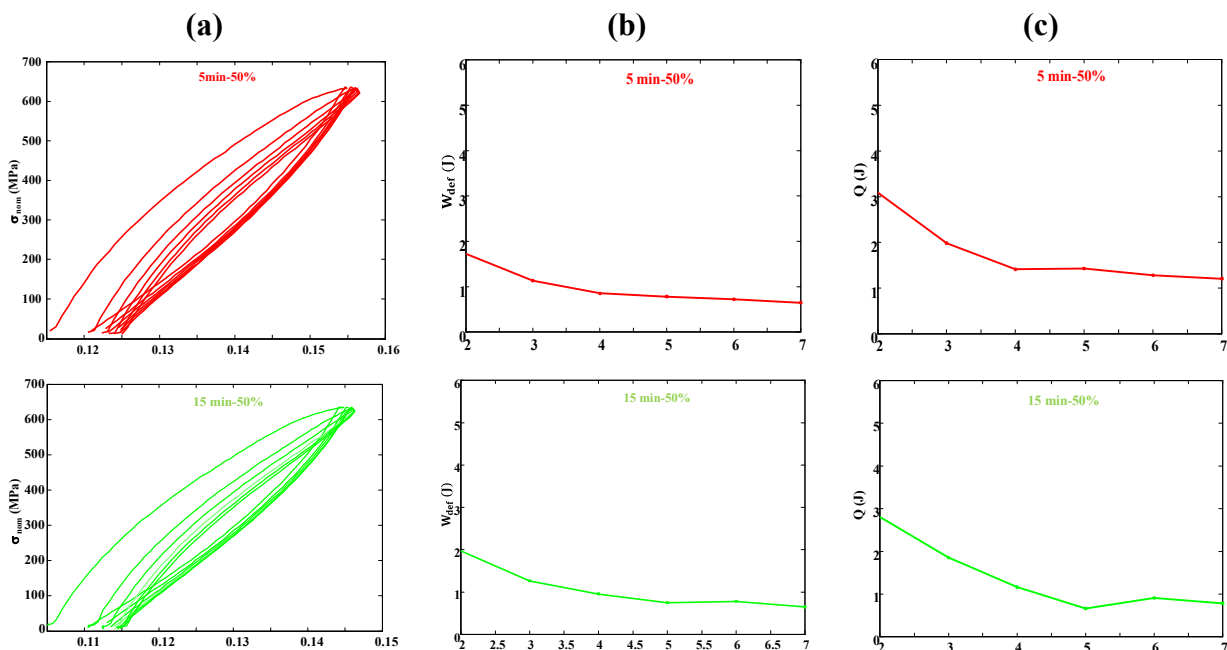


Figure 101: Evolutions des sources de chaleur non thermo-élastiques ($\dot{W}_{ch} - \dot{W}_{cte}$) en fonction de la vitesse de déformation inélastique ($\dot{\epsilon}_{xx} - \dot{\epsilon}_{xx}^e$) après différentes durées du SMAT, (a) cycle 1, (b) cycle 2, (c) cycle 3, (d) cycle 4, (e) cycle 5 et (f) cycle 6 et (g) cycle 7.

Cette figure montre que les nuages de points sont beaucoup plus étalés sur la première charge, ce qui traduit une variabilité plus importante dans les réponses des différents points de l'échantillon aux différents instants. On constate néanmoins que les réponses des différents échantillons s'organisent autour d'une tendance sensiblement linéaire avec une pente différente pour l'échantillon de référence (recuit-L) et les échantillons SMATés. Au fur et à mesure des

cycles, les nuages de points se resserrent autour d'une même tendance linéaire, avec néanmoins des amplitudes de vitesse de déformation et de sources de chaleur plus importantes pour l'échantillon de référence. Ces résultats montrent que les réponses des échantillons ayant subi un traitement SMAT sont différentes de celles de l'échantillon de référence (L) pour tous les cycles, démontrant ainsi l'effet du SMAT sur le comportement du NiTi. Cependant, les trois échantillons SMATés montrent une réponse sensiblement identique dans ce plan, ce qui semble indiquer que cet effet est obtenu après un temps court. Comme précédemment, on observe une dissymétrie entre les réponses à la charge et à la décharge qui s'estompe avec l'augmentation du nombre de cycles. De même, le nuage de points tend à se resserer et à se recentrer autour de deux « points » ($(\dot{\epsilon}_{xx} = 5.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}, w_{ch} - w_{cte} = 5.5 \cdot 10^5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-3})$ et $(\dot{\epsilon}_{xx} = -5.5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}, w_{ch} - w_{cte} = -5.5 \cdot 10^5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-3})$) symétriques par rapport à l'origine.

La Figure 102 montre les réponses mécaniques de ces échantillons sur les six derniers cycles de chargement. Comme précédemment, on observe la présence d'une hystérésis qui devient apparente dès le cinquième cycle et qui se stabilise progressivement. Cette tendance est observée de manière similaire pour les trois conditions étudiées. Il semble que l'asymptote ne soit pas complètement atteinte au dernier cycle. Pour le dernier cycle, ces hystérésis valent respectivement 0.64 J, 0.63 J et 0.69 J pour les durées de traitement de 5 minutes, 15 minutes et 30 minutes alors que les sources de chaleurs intégrées sur un cycle sont de : 1.2 J, 1.33 J et 1.03 J dans les mêmes conditions. Le dernier cycle n'étant pas tout à fait stabilisé, les différences entre les aires d'hystérésis et les chaleurs mises en jeu sont plus importantes que pour le matériau de référence. Comme dans le cas précédent, les sources de chaleur mises en jeu à la charge sont nettement plus importantes que l'aire d'hystérésis : elles valent 5.53 J, 6.22 J et 6.26 J ce qui traduit encore la prépondérance des effets de couplage.



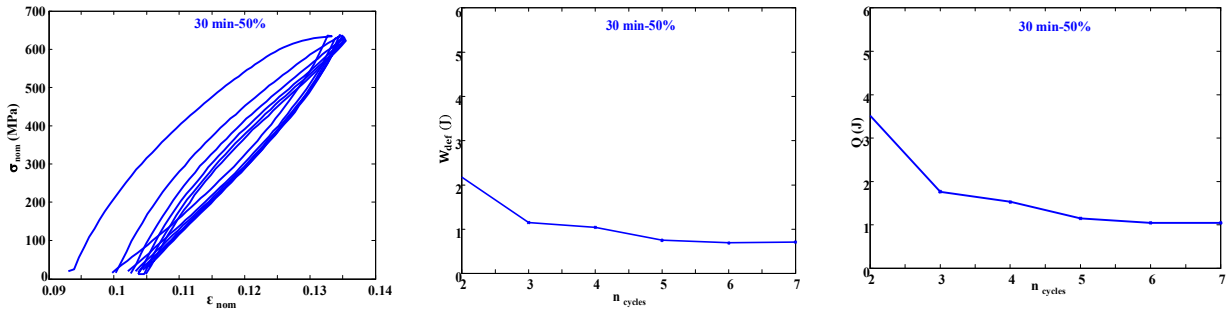


Figure 102 : (a) Courbe contrainte-déformation, (b) évolution de l'air d'hystérésis lors du six derniers cycles de charge/décharge NiTi SMATé pendant 5min ,15min et 30min à 50%.

Les champs de vitesses de déformation et de sources de chaleur au cours de ces cycles (Figure 103) montrent l'établissement de la réponse stabilisée.

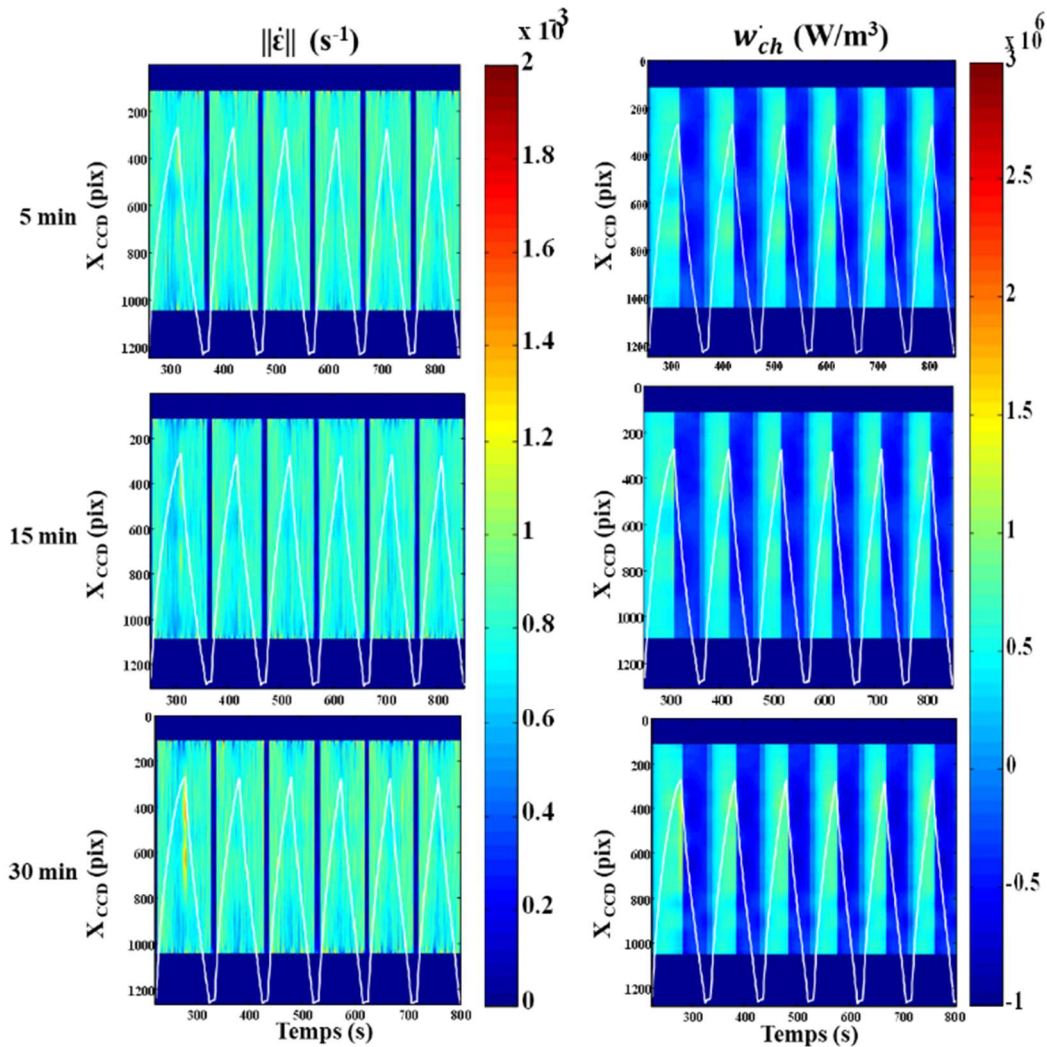


Figure 103: Champs de vitesse de déformation et de source de chaleurs lors des six derniers cycles de charge/décharge de l'alliage NiTi SMATé pendant 5min, 15 min et 30 min à 50%.

1.1.2.b) Effet de la puissance de traitement

Après avoir examiné l'influence du temps de SMAT sur la réponse mécanique du NiTi, on s'intéresse désormais à l'effet de la puissance de traitement. Pour cela, le temps de traitement SMAT a été fixé à 5 minutes tout en faisant varier la puissance du traitement (30%, 50% et 60% du maximum admissible par la machine). Les essais de caractérisation mécanique ont été menés en suivant le même protocole expérimental que précédemment. Les courbes contrainte-déformation ainsi que les champs cinématiques et thermiques obtenus sont présentés dans les Figures 104-106. Comme le montre la Figure 104, les courbes se superposent parfaitement en-dessous de 1% de déformation, ce qui indique un comportement identique dans le domaine linéaire pour les trois conditions de traitement. Au-delà de ce niveau de déformation, on note des valeurs de contrainte différentes, se situant aux alentours de 410 MPa, 450 MPa et 480 MPa pour respectivement 30%, 50% et 60% de puissance de traitement à 1% de déformation.

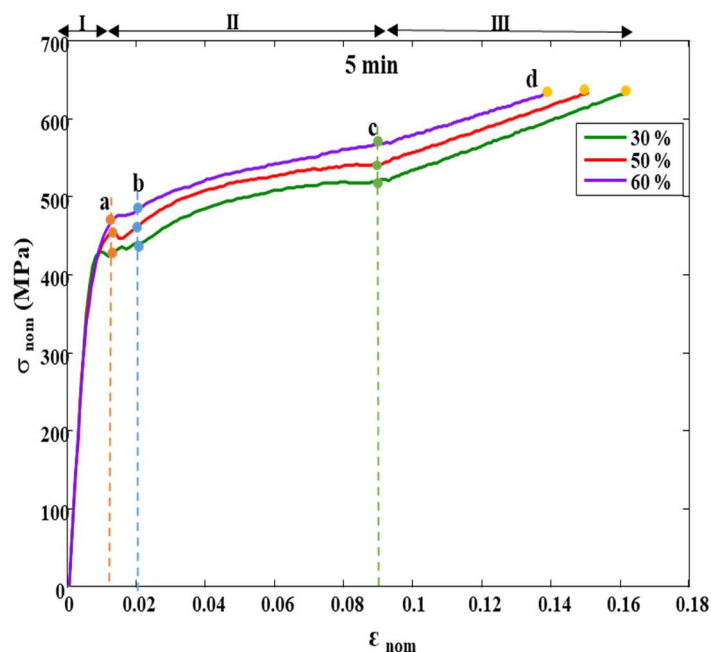


Figure 104: Courbes contrainte-déformation de l'alliage NiTi après 5min de traitement SMAT à 30%_50% et 60% de puissance.

La Figure 104 donne les courbes de traction pour les trois conditions de traitement SMAT de l'étude (30%, 50%, et 60%). Ces courbes sont subdivisées en trois domaines distincts pour faciliter l'analyse. Dans le premier domaine (I), allant de l'instant initial jusqu'à l'instant (a), les champs de vitesse de déformation et de source de chaleur (Figures 105 et 106) montrent une homogénéité marquée. Plus précisément, les champs de vitesse de déformation demeurent relativement faibles au sein de cette phase. Les sources de chaleur positives et uniformément réparties dans tout le matériau dans ce domaine indiquent l'existence d'une transformation exothermique qui survient très rapidement lors du chargement. Le comportement

macroscopique contrainte-déformation observé résulte de l'interaction entre la déformation liée à la transformation diffuse et le comportement élastique de la phase austénitique.

Domaine II : Dans ce domaine, un maximum (a) est à noter suivi d'une légère baisse de contrainte suivie d'une seconde chute un peu plus tard dans le chargement pour la condition 30% de puissance. Pour l'échantillon traité à 50% de puissance, une seule chute est observée, mais elle est plus marquée. Pour l'échantillon traité à 60% de puissance, aucune chute n'apparaît, mais on constate néanmoins la présence d'un plateau. A cet instant, on constate l'apparition de bandes de localisation des vitesses de déformation et des sources de chaleur, signalant l'apparition d'une phase exothermique de la transformation martensitique induite par la contrainte (Figures 105 et 106).

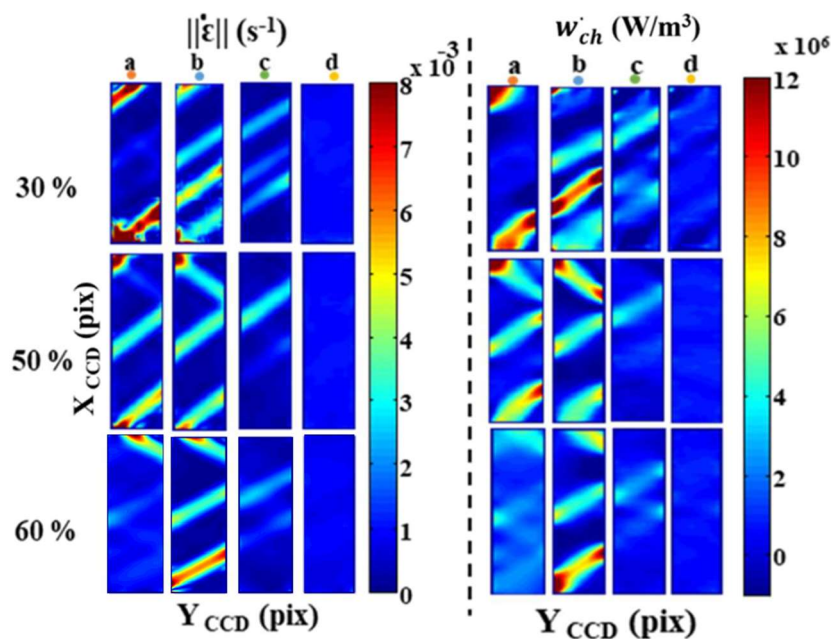


Figure 105: Les cartographies de la vitesse de déformation et champs de sources de chaleur lors du premier cycle de charge de l'alliage NiTi SMATé pendant 5min à 30%, 50% et 60%.

À l'instant (a), deux premières bandes de localisation s'amorcent en bas et en haut de l'échantillon à 30% de puissance de traitement. Pour ce même instant, à 50% de puissance de traitement, on observe la formation de trois bandes, une au milieu de l'échantillon et les deux aux extrémités de l'éprouvette. Pour 60% de puissance traitement, des bandes apparaissent aux mêmes endroits qu'après 30%, bien que la déformation soit moins prononcée.

Le repère (b) est associé au changement de pente de contrainte après environ 2% de déformation. À l'instant (c), la vitesse de déformation et les sources de chaleurs dans les bandes diminuent alors qu'elles augmentent en dehors de ces zones, ce qui conduit progressivement à l'homogénéisation des champs dans l'échantillon.

Domaine III : Dans le domaine III, un second changement de pente entre les instants (c) et (d) suggère la possible fin de la transformation martensitique localisée et le début de la phase homogène. Les courbes possèdent une pente positive pendant cette transformation, ce qui indique que la contrainte requise pour la croissance des bandes par la migration de l'interface a continué d'augmenter en raison de l'effet de chauffage latent³⁰⁰.

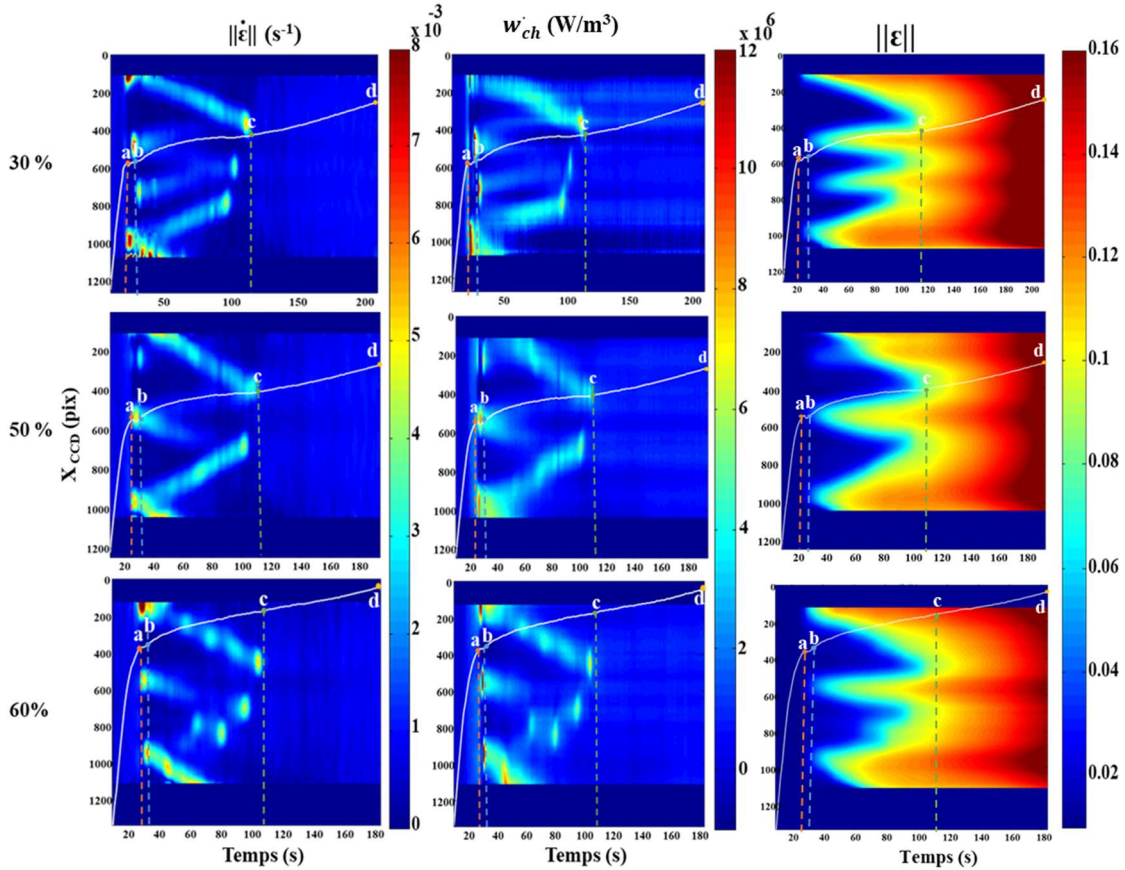


Figure 106 : Champs de vitesse de déformation longitudinale calculés par CIN, et champs de source de chaleurs lors du premier cycle de charge de l'alliage NiTi SMATé pendant 5min à 30%, 50% et 60% de puissance.

La Figure 107 représente les sources de chaleurs moyennées sur l'ensemble du domaine de mesure en fonction du temps pour les 3 niveaux de puissance testés. Ici encore, les sources de chaleurs sont très faibles en début d'essai, ce qui traduit la présence d'une transformation de phase dès le début de l'essai.

5 min- 30%

5 min- 50%

5 min- 60%

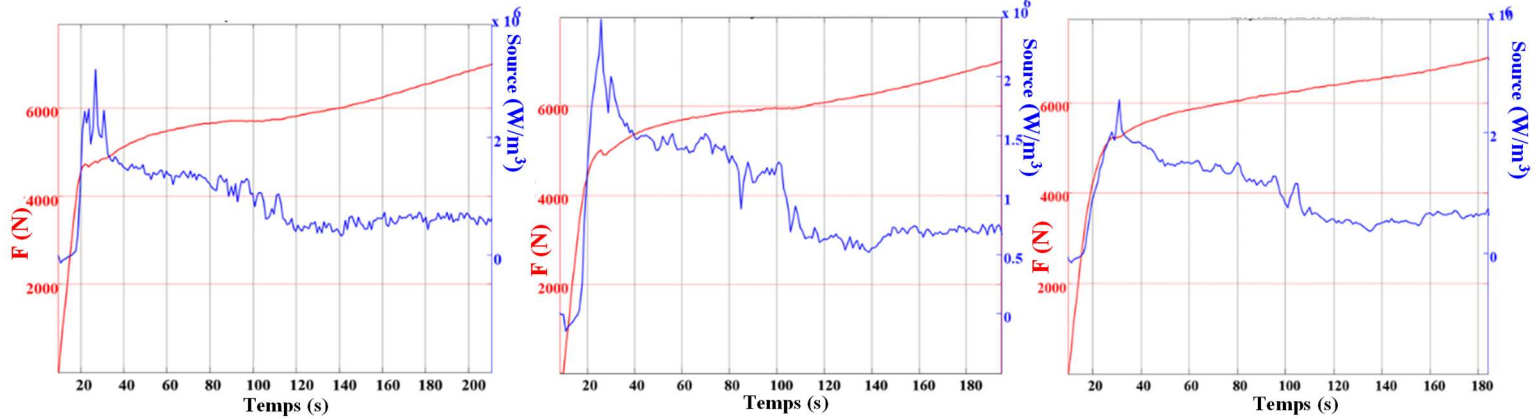
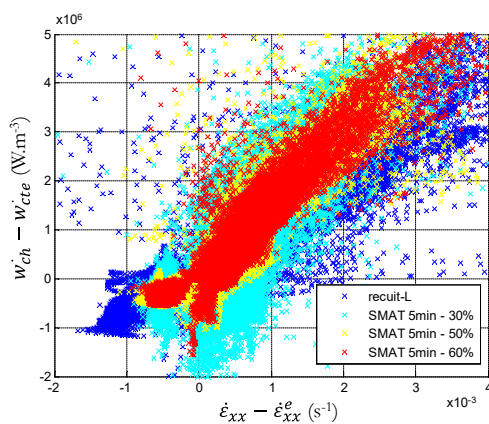
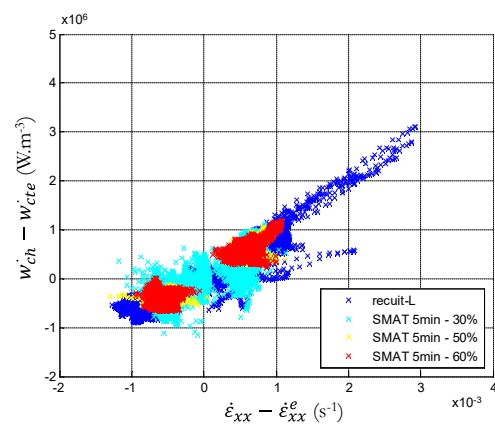


Figure 107 : Evolution de la moyenne des sources de chaleur sur l'ensemble du domaine en fonction du temps superposée à la réponse mécanique après 5 min du traitement SMAT à 30%, 50% et 60% de puissance.

La Figure 108 illustre la corrélation entre la vitesse de déformation inélastique ($\dot{\epsilon}_{xx} - \dot{\epsilon}_{xx}^e$) et les sources de chaleur non thermo-élastiques ($w_{ch} - w_{cte}$) après 5min à différentes puissances de traitement SMAT (30%, 50% et 60%) pour chaque cycle. Les échantillons SMATés affichent des réponses distinctes par rapport à l'échantillon de référence (L), soulignant l'impact significatif du SMAT sur le comportement du NiTi. Notamment, une similarité dans les réponses entre les échantillons SMATés suggère que l'effet du traitement se manifeste rapidement, dès l'application de la puissance désignée. En outre, une asymétrie entre les réponses à la charge et à la décharge diminue avec l'augmentation du nombre de cycles, en accord avec les observations précédentes.



(a)



(b)

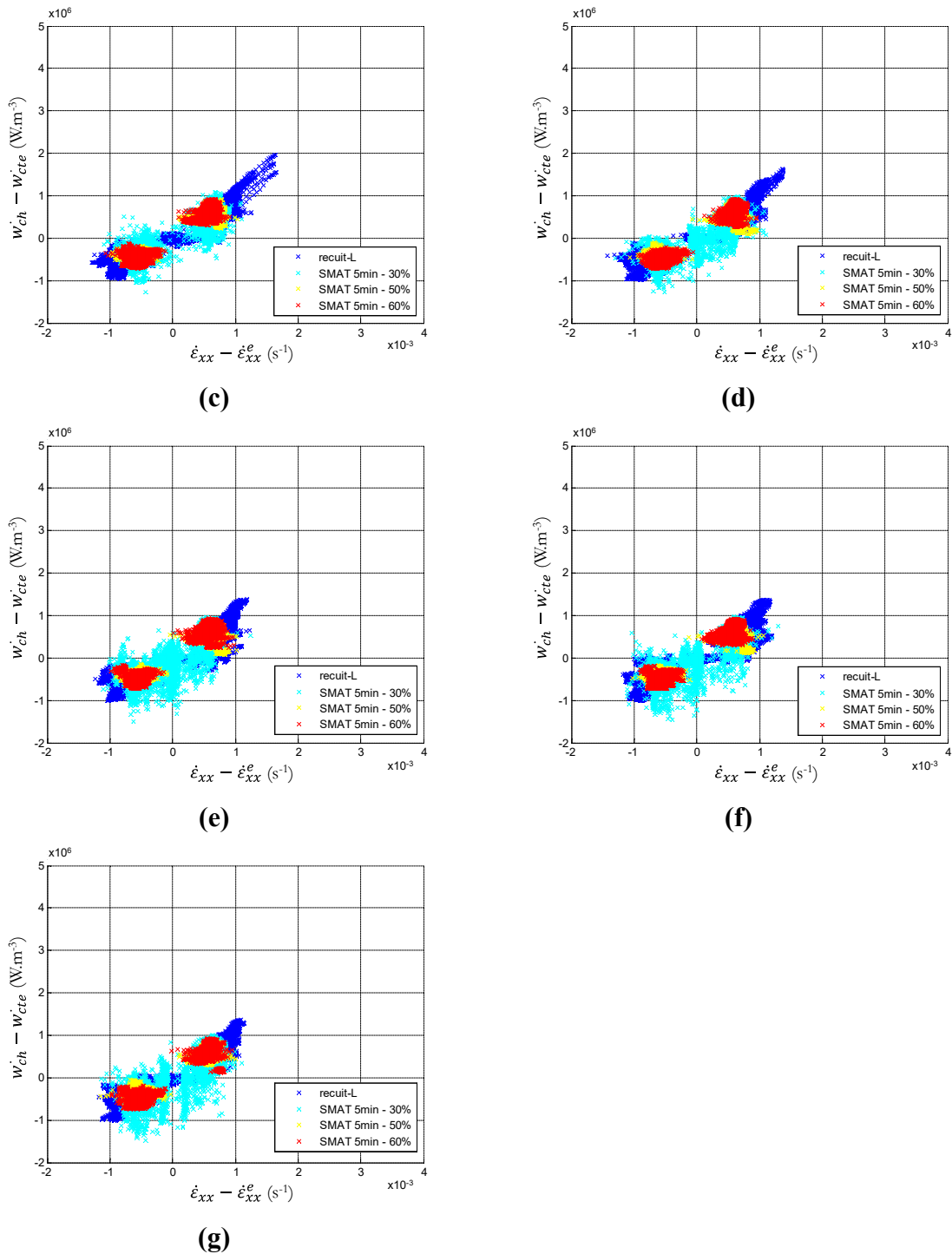


Figure 108 : Evolutions des sources de chaleur non thermo-élastiques ($\dot{W}_{ch} - \dot{W}_{cte}$) en fonction de la vitesse de déformation inélastique ($\dot{\epsilon}_{xx} - \dot{\epsilon}_{xx}^e$) avec différentes puissances du traitement SMAT, (a) cycle 1, (b) cycle 2, (c) cycle 3, (d) cycle 4, (e) cycle 5 et (f) cycle 6 et (g) cycle 7.

La Figure 109 représente l'évolution des énergies mécaniques mises en jeu pour chaque cycle. On observe à nouveau la présence d'une hystérésis, présente dès le cinquième cycle et qui se stabilise progressivement sur les cycles suivants. Cette tendance est similaire pour les trois conditions étudiées. Ici encore la stabilisation n'est pas encore complète au 7^{ème} cycle. Sur

le dernier cycle, les aires d'hystérésis valent respectivement 0.73 J, 0.64 J et 0.57 J pour des puissances de traitement de 30%, de 50 % et de 60%, et alors que les sources de chaleur intégrées sur un cycle valent 0.77J, 1.2 J et 1.06 J pour ces puissances. La chaleur mise en jeu sur la dernière charge vaut respectivement 2.9 J, 5.53 J et 2.63 J, ce qui traduit bien la prépondérance des effets de couplage dans l'aire d'hystérésis et la faiblesse des effets dissipatifs.

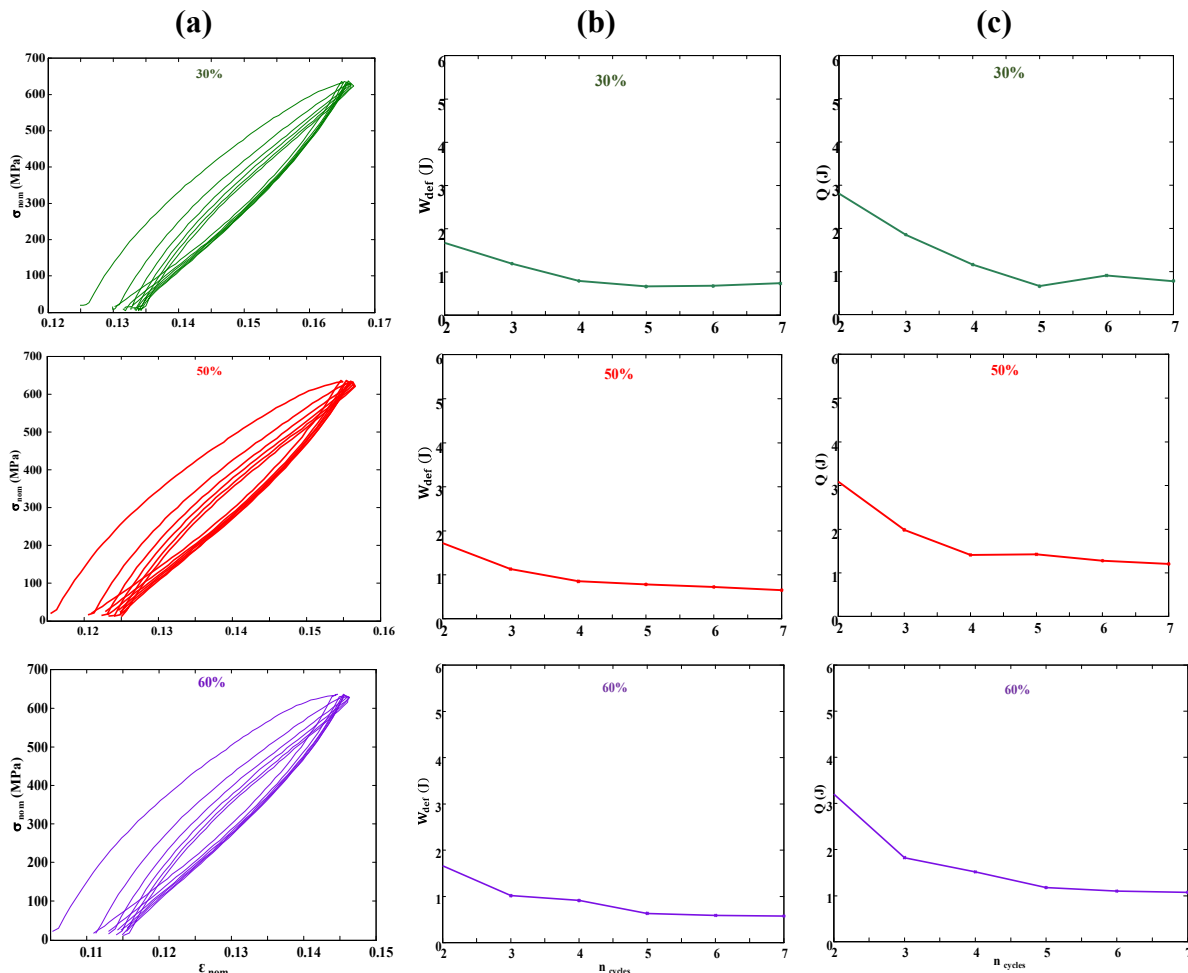


Figure 109: (a) Courbe contrainte-déformation, (b) évolution de l'aire d'hystérésis lors du six derniers cycles de charge /décharge NiTi SMATé pendant 5min à 30%, 50% et 60% de puissance.

Les profils des champs de vitesses de déformation et de sources de chaleur, illustrés dans la Figure 110, mettent en évidence une bonne reproductibilité tout au long des cycles, indiquant une uniformité dans la réponse du matériau. Il est intéressant de noter que cette observation est cohérente pour les différentes puissances de traitement SMAT (30%, 50%, et 60%). Pendant la phase de charge, les sources de chaleur sont positives, tandis qu'à la décharge, elles deviennent négatives pour les six cycles, soulignant la présence du changement de phase pour les différentes intensités de traitement.

En résumé, ces résultats révèlent que le temps et la puissance du traitement SMAT exercent une influence sur le comportement thermomécanique de l'alliage NiTi. Cette influence

est principalement visible au niveau de l'apparition des premières bandes de changement de phase. De plus, le traitement SMAT semble induire des modifications microstructurales retardant la stabilisation lors de chargements cycliques.

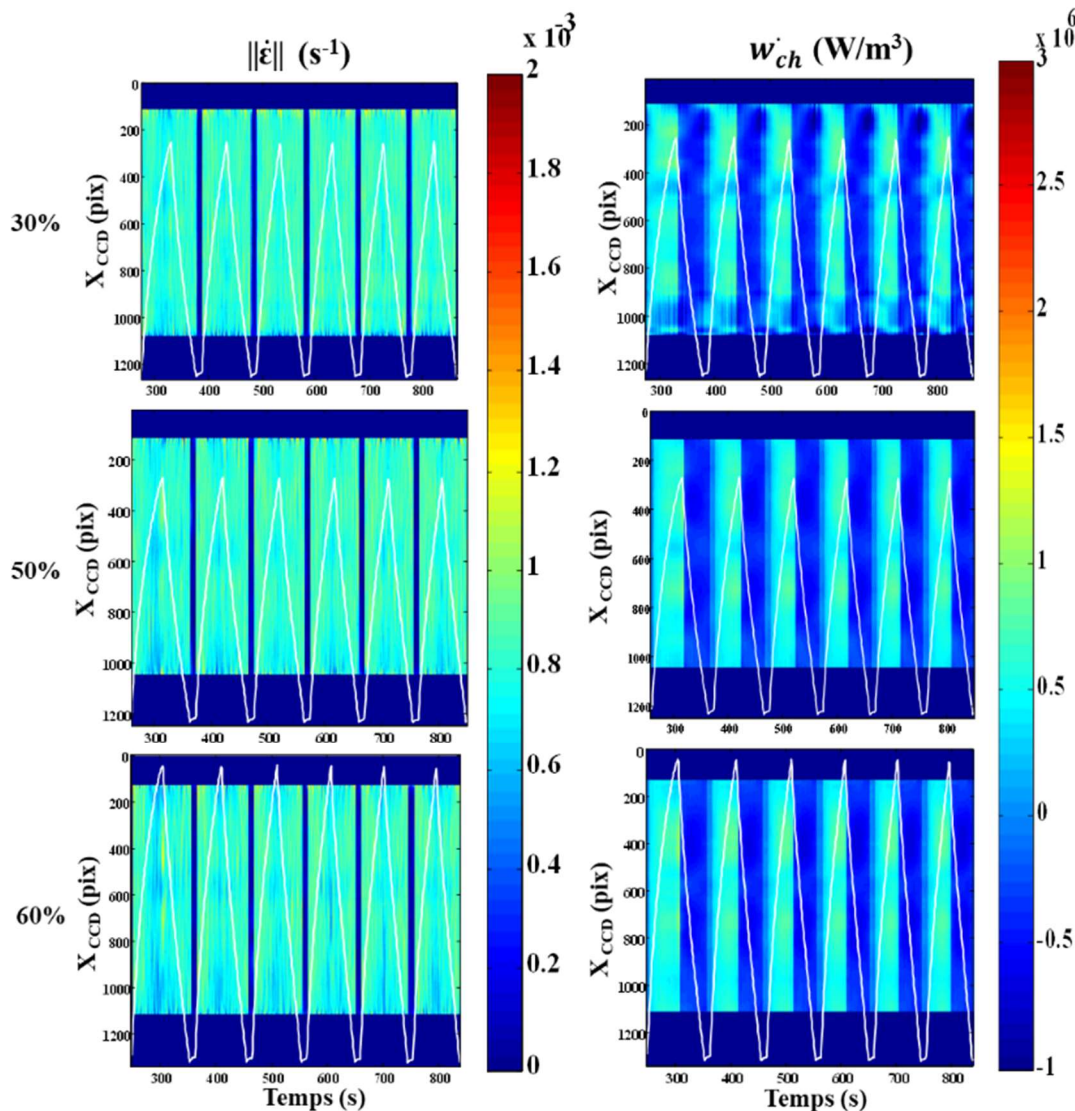


Figure 110 : Champs de vitesse de déformation et de source de chaleurs lors des six derniers cycles de charge/décharge de l'alliage NiTi SMATé pendant 5min à 30%, 50% et 60% de puissance.

1.2. Caractérisation à l'échelle micro/nano

La technique de nanoindentation a été appliquée dans le cadre de cette thèse pour déterminer l'évolution de la dureté en fonction de la section transverse des échantillons SMATés à différentes conditions de traitement (5min, 15min et 30min). Afin d'obtenir une valeur moyenne représentative de la dureté, cinq indents successifs ont été placés à la même profondeur t par rapport à la surface traitée. En effet, réaliser des indents à faibles profondeurs conduit à la mesure d'une dureté très locale, ce qui offre la possibilité de procéder à des mesures au plus près de l'extrême surface traitée. Néanmoins, afin d'éviter de relever de valeurs de dureté erronées et/ou de surévaluer ces dernières par des effets de bord ou d'écrouissage, il est nécessaire de respecter une distance minimum entre deux indents successifs ainsi qu'entre ces

dernier et le bord de l'échantillon. Avant de passer les échantillons à la procédure d'indentation, ils ont été soumis à un protocole strict de polissage mécanique afin d'obtenir une surface polie miroir, sans rayure. On se propose ici de caractériser l'alliage dans son état initial (recuit à 700°C pendant 2h) et après traitement SMAT. Ainsi, trois temps de traitement (5min, 15min et 30min) ont été testés afin d'évaluer d'éventuelles évolutions de la dureté et du module de Young à travers la section droite de ces échantillons.

Les Figures 111 et 112 présentent des profils de dureté et de module de Young en fonction de la profondeur à partir de la surface traitée (mesure sur la tranche) d'échantillons de l'alliage NiTi. Ainsi, des mesures ont été effectuées sur un échantillon à l'état « de référence » (recuit à 700°C pendant 2 heures) et après différents temps de traitement SMAT (5min, 15 min et 30 min). Pour un traitement SMAT de 5 min, la dureté superficielle atteint 3.8 GPa et reste sensiblement constante dans l'épaisseur. Après 15 min, la dureté superficielle monte à 4.5 GPa, mais diminue à environ 3.5 GPa au cœur du matériau. Le traitement de 30 min montre une dureté d'environ 4 GPa en surface, avec une légère diminution pour atteindre environ 3.5 GPa à cœur. Ces variations révèlent l'impact du traitement SMAT sur la dureté.

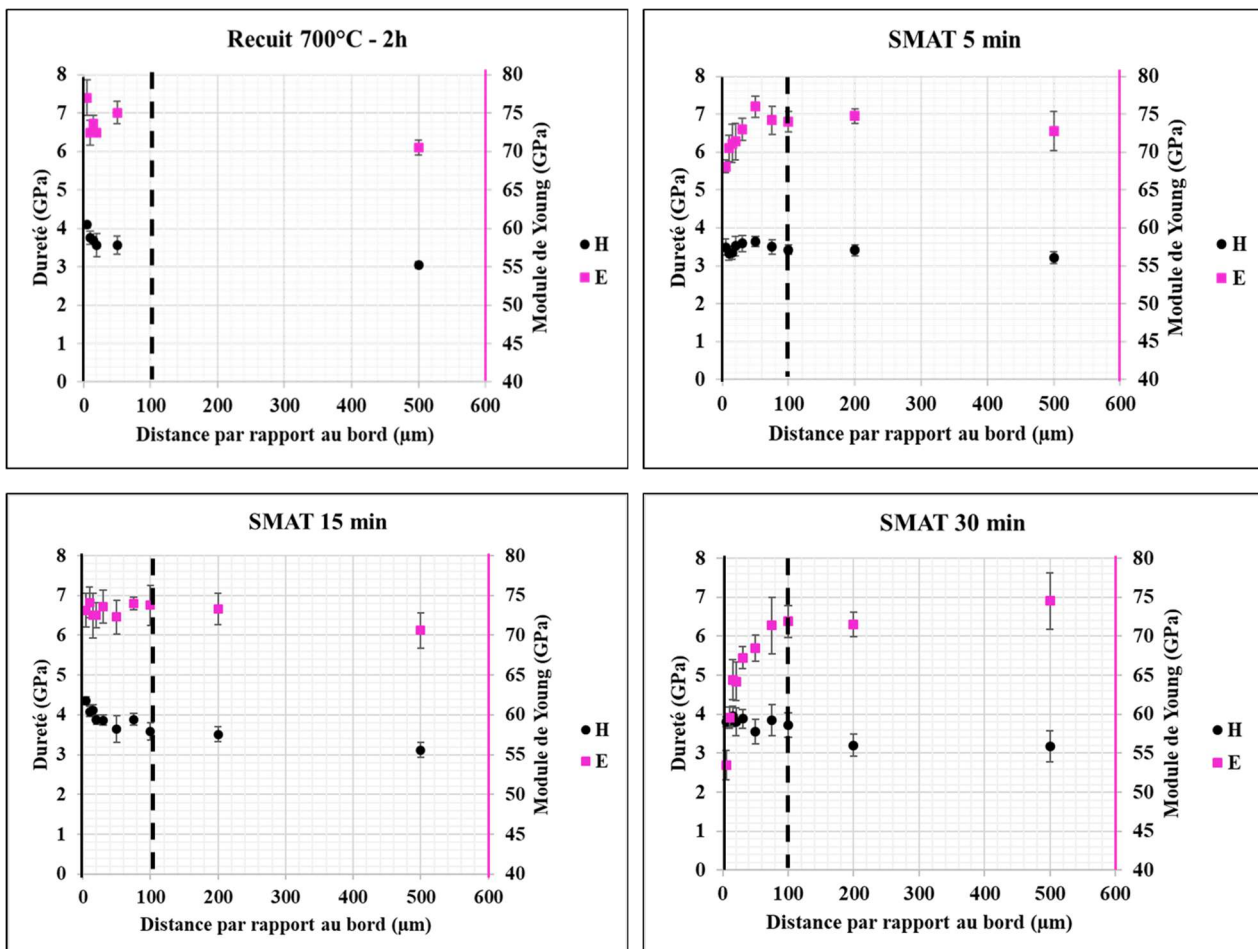


Figure 111 : Profils de dureté et de module de Young en fonction de la profondeur mesurés obtenus sur des échantillons NiTi recuit et SMATés après 5min , 15min et 30min.

En ce qui concerne le module d'Young, il augmente légèrement de 70 GPa à 75 GPa sur les 100 premiers micromètres de la surface et se stabilise ensuite à cette valeur pour un temps de traitement de 5 minutes. Pour une durée de 15 min, le module d'Young reste sensiblement constant à de 74 GPa pour sur tout le profil. En revanche, pour une durée de 30 minutes de traitement, le module de Young varie de 53 GPa à 73 GPa du bord à 100 μm de profondeur puis se stabilise à cette valeur. Ces résultats soulignent la sensibilité du module d'Young aux variations temporaires induites par le SMAT. Il existe de nombreuses références dans la littérature concernant les valeurs du module d'élasticité apparent des alliages NiTi déterminées à partir d'essais de traction-contrainte, aussi bien à l'état austénitique³⁰¹. Les valeurs mesurées varient cependant largement dans la littérature. Les valeurs rapportées du module de Young varient de 70 à 98 GPa pour l'austénite et de 20 à 35 GPa pour la martensite. Comme déjà souligné par *Liu et Xiang*³⁰² et par *Sittner et al*³⁰³, les faibles valeurs des modules d'élasticité apparents déterminées sur des essais mécaniques sur un matériau initialement austénitique, sont des indications de l'apparition de mécanismes de déformation autres que la distorsion élastique pure du réseau cristallin.

On observe que les propriétés (dureté, module d'Young) à cœur ne sont pas affectées par le traitement SMAT quelle que soit la durée de traitement. Pour un temps de traitement suffisant (supérieur à 30 minutes), le traitement SMAT provoque des modifications dans l'état la matière située à la surface qui se traduit par une diminution du module d'Young.

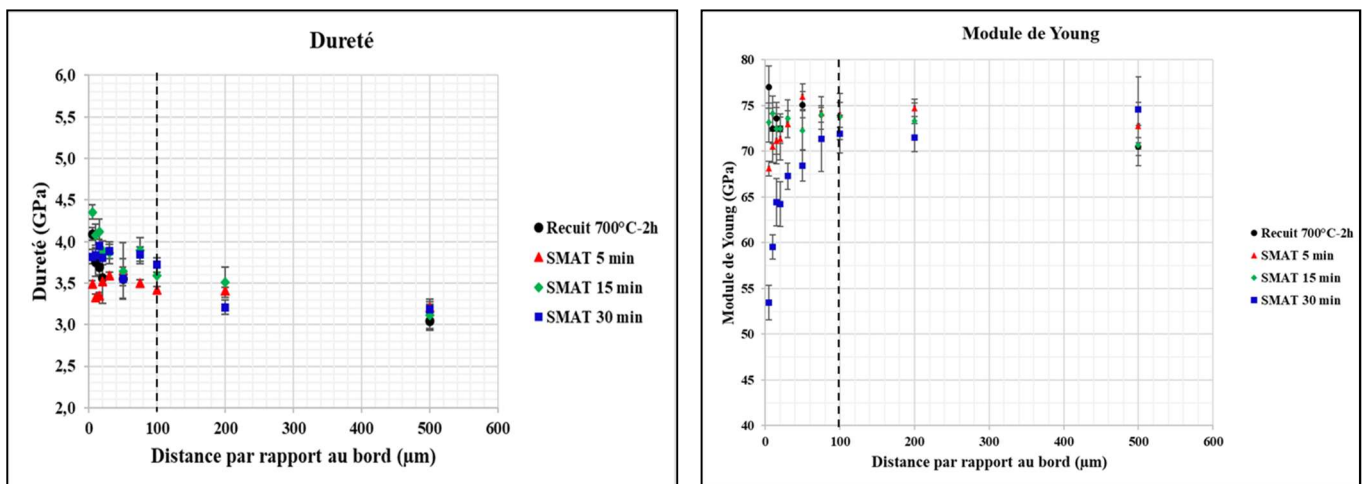


Figure 112 : Profils de dureté et de module de Young avant et après SMAT.

En outre, les variations du profil de dureté révèlent de légères nuances sur l'influence du traitement SMAT. Une augmentation d'environ 10-15% est observée sur les 15-20 premiers micromètres entre un état traité pendant 15 min et 30 min. Par ailleurs, la dureté accrue près de la surface pour l'état recuit à 700°C pendant 2 heures attire l'attention. Cette observation peut être liée à la présence d'oxygène ayant diffusé en surface^{304 305 306} et engendrant une augmentation de la dureté superficielle sur les premiers micromètres. En effet, l'interaction de l'oxygène avec la structure cristalline du NiTi peut influencer l'état de dureté du matériau.

L'estimation de la profondeur affectée pour la condition SMAT de 30 min est basée sur l'évaluation du module d'Young, atteignant son maximum pour cette durée de traitement. Cependant, l'évaluation de la profondeur affectée à partir du profil de dureté indique une plage entre 100 et 200 μm , soulignant la complexité de la réponse du matériau à différentes échelles de mesure.

Ces mesures mettent en lumière que le traitement SMAT appliqué au NiTi présente des effets différents de ceux observés sur des matériaux métalliques "standards" dans lesquels le raffinement de la microstructure en surface se traduit par une forte augmentation de la dureté superficielle^{307 308}. Il n'est pas observé ici de telle augmentations de dureté mais plutôt une diminution du module d'Young. Les moyens de mesure utilisés ne permettent pas de statuer sur le caractère nanostructuré de la microstructure. Des moyens de mesure encore plus locaux, tels que la diffraction des rayons X (DRX) et la microscopie électronique en transmission permettraient de d'apporter des éléments supplémentaires pour confirmer ou infirmer ces hypothèses.

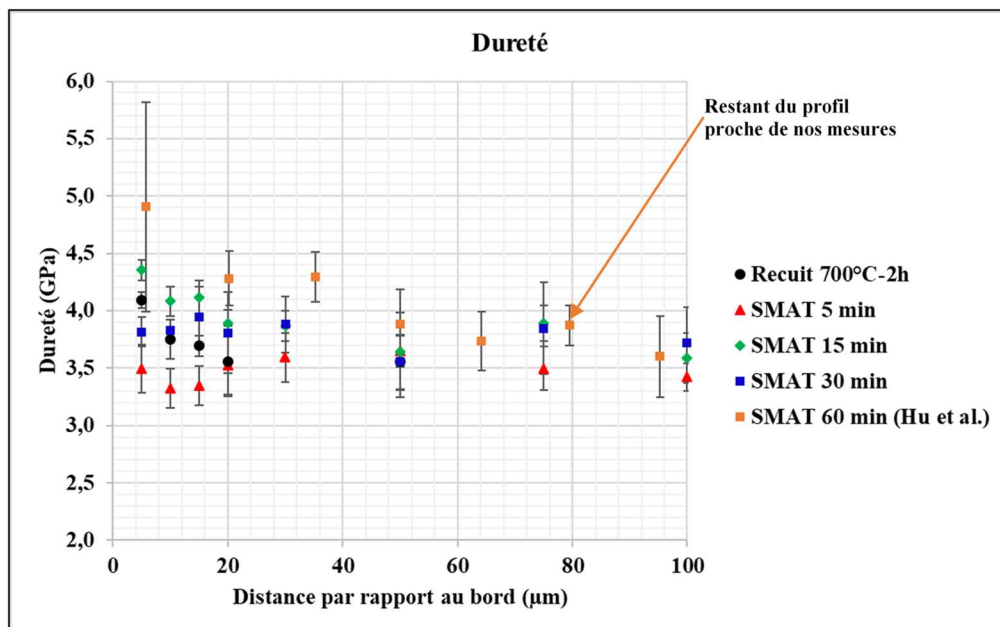


Figure 113 : Profils de dureté de NiTi SMATé après différents temps de traitement.

La confrontation entre nos résultats expérimentaux et ceux de l'étude menée par *Hu et al*³⁰⁹ (voir Figure 113) révèle des convergences notables malgré la disparité dans les durées de traitement (nos expériences couvrant des intervalles de 5 min, 15 min et 30 min, tandis que l'article de référence se concentre sur un temps de traitement de 60 min). Les valeurs de dureté que nous avons obtenues sont en accord avec celles de l'article, soulignant la cohérence des propriétés mécaniques du matériau sous différentes durées de traitement. Cet écart peut être attribué à une éventuelle disparité obtenue sur les mesures proche du bord SMATé comme l'indique la barre d'erreur.

En conclusion, afin d'enrichir notre compréhension, il est impératif de corrélérer ces résultats de nanoindentation avec l'évolution de la microstructure. Cette comparaison permettra d'établir le lien entre les propriétés mécaniques locales et les modifications microstructurales induites par le SMAT.

2. Lien entre Phase, Microstructure et Comportement Mécanique

L'objectif de l'étude était d'explorer les relations entre les phases présentes, l'évolution de la microstructure et le comportement mécanique dans l'alliage NiTi. Les résultats expérimentaux ont permis de mettre en évidence les points suivants :

Influence de la Température de Recuit :

- Les recuits effectués à différentes températures ont eu un impact sur les transitions de phase, notamment en favorisant l'apparition de la phase intermédiaire R et en influençant la stabilité de la phase martensitique.
- Les variations de température ont également entraîné des changements significatifs dans la microstructure, avec des analyses détaillées uniquement disponibles pour le traitement à 700 °C pendant 2 heures.

Influence du traitement SMAT sur la présence de phases :

- Le traitement SMAT a légèrement modifié la structure cristalline, ce qui a favorisé l'apparition de la phase R (rhomboédrique).
- La présence de la phase B19 (martensite) est également détectée après le SMAT, indiquant des transformations de phase induites par la déformation mécanique.

Températures de transformation de phase :

- Les températures de transformation de phase sont affectées par le recuit et le traitement SMAT.
- Les transitions de phase sont sensibles aux conditions de traitement (temps et puissance de traitement).

Microstructure :

- Avant le traitement thermique de recuit, la microstructure présente une variété de grains de tailles différentes.
- Le recuit à 700°C a homogénéisé la microstructure, affectant la taille des grains et éliminant les macles cristallines et l'état du matériau est austénitique avec un petit peu de la martensite.
- Le traitement SMAT induit des changements dans la structure cristalline, révélés par la DRX et les cartes de distribution des orientations des grains obtenues par l'EBS.

Comportement mécanique :

- Les essais de traction révèlent des variations notables dans les réponses mécaniques en fonction du sens de prélèvement de l'échantillon, ce qui suggère une anisotropie de comportement.
- Le traitement SMAT modifie les propriétés mécaniques, influençant la contrainte de transformation de phase et la plage de déformation.
- Les résultats de nanoindentation ont fourni des informations sur la variation de la dureté et du module de Young à différentes profondeurs, mettant en évidence des changements à l'échelle micrométrique.

Liens potentiels :

Les variations des températures de transformation de phase présentent un lien étroit avec les changements microstructuraux résultant du recuit et du traitement SMAT. Après recuit à 700°C pendant 2h, on ne voit pas la phase R. De même, le traitement SMAT induit des déformations sur l'alliage, favorisant l'émergence de la phase R. Ces liens suggèrent une corrélation entre les températures de transformation et les évolutions microstructurales induites par les processus thermiques (recuit) et mécaniques (SMAT).

Avant le traitement thermique de recuit, la microstructure présente une variété de grains de tailles différentes. Le recuit à 700°C homogénéise la microstructure en affectant la taille des grains et en éliminant les macles cristallines, conduisant à un état austénitique avec une petite proportion de martensite. Les modifications microstructurales résultant du SMAT peuvent également influencer la réponse mécanique de l'alliage NiTi. Le traitement SMAT, quant à lui, induit des changements significatifs dans la structure cristalline, comme mis en évidence par la DRX et les cartes de distribution des orientations des grains obtenues par l'EBSD. Ces changements microstructuraux peuvent ainsi être reliés à des variations dans la réponse mécanique, en particulier la contrainte nécessaire pour la transformation martensitique et la plage de déformation.

Les observations calorimétriques montrent que le NiTi, après recuit de 2 heures à 700°C, est bien le siège d'un changement de phase exothermique à la charge et endothermique à la décharge. Les mesures locales montrent que le comportement thermo-mécanique du NiTi est impacté par le traitement SMAT. En particulier la relation entre les sources non thermo-thermo-élastiques et les vitesses de déformation inélastiques lors du premier cycle mécanique après traitement change en fonction du traitement SMAT. Cette relation évolue progressivement au fil du cyclage mécanique pour aboutir à une réponse plus uniforme pour l'ensemble des traitements. Pour aller plus loin dans l'interprétation des données expérimentales, il serait nécessaire d'utiliser un modèle d'interprétation plus évolué qui permettrait la simulation de l'expérience par un modèle de comportement thermo-mécanique associé aux conditions aux limites représentatives de l'essai.

Les observations de nanoindentation montrent des variations de dureté et de module de Young à différentes profondeurs avant et après le SMAT. Ces variations peuvent être reliées à la microstructure et à la présence de phases spécifiques.

Dans l'ensemble, la combinaison des analyses calorimétriques, thermomécaniques et microstructurales sous diverses conditions nous a permis de mieux comprendre le lien entre le comportement mécanique, la microstructure et les phases présentes dans l'alliage NiTi. Ces résultats constituent une base solide pour des recherches futures et apportent une contribution significative à la compréhension de ce matériau. En conclusion, une approche intégrée tenant compte de la microstructure, de la présence de phases et du comportement mécanique est essentielle pour comprendre le comportement de l'alliage NiTi sous différentes conditions de traitement. Des études plus approfondies, notamment des analyses microstructurales détaillées, peuvent fournir des informations supplémentaires pour éclairer ces relations complexes.

Conclusion

Ce chapitre s'est concentré sur la caractérisation thermomécanique de l'alliage NiTi sous différentes conditions, mettant en lumière l'anisotropie du comportement du matériau dans son état « de référence » (i.e. recuit à 700°C pendant 2 heures) et l'influence des paramètres du traitement de SMAT (temps et puissance de traitement) sur les propriétés du matériau. Nous avons également cherché à établir un lien entre le comportement mécanique, l'évolution de la microstructure et la présence des phases.

La caractérisation de l'alliage NiTi à travers des essais de traction et la nanoindentation a permis d'obtenir des informations importantes sur son comportement thermomécanique. L'exploration des effets du recuit à 700°C pendant 2h à différentes orientations de prélèvement a révélé des évolutions dans la réponse mécanique, soulignant l'influence de la structure cristalline sur les propriétés de l'alliage. L'orientation du matériau après le recuit à 700°C pendant 2 heures (dans les directions L, O et T) a été identifiée comme un facteur important. Cela montre que la texture cristalline persiste même après le recuit. De plus, le temps de traitement SMAT s'est avéré être un paramètre important, qui provoque des modifications significatives dans les courbes contrainte-déformation, soulignant la nécessité d'une gestion précise du temps pour atteindre des propriétés spécifiques. La puissance du traitement SMAT joue également un rôle important, induisant des changements notables dans le comportement de NiTi.

Les essais de nanoindentation ont complété cette caractérisation sur la microdureté de l'alliage recuit à 700°C et SMATé après 5min, 15min et 30min.

L'analyse des résultats a montré que traitement thermique de recuit a un impact sur le comportement mécanique, la microstructure et la présence de certaines phases. Il est bien connu en métallurgie que les traitements thermiques conditionnent les propriétés des matériaux, et cette étude confirme cette relation. En parallèle, le traitement SMAT s'est avéré être moyen possible de moduler les propriétés thermiques et mécaniques de l'alliage. Ces résultats offrent des perspectives intéressantes pour la conception et l'optimisation de l'alliage NiTi, ouvrant des possibilités prometteuses pour des applications diverses grâce à une manipulation précise des traitements thermiques de recuit et mécaniques (SMAT).

Conclusion générale et perspectives

Ce travail avait pour objectif d'étudier la sensibilité du comportement thermo-mécanique de l'alliage à mémoire de forme NiTi par rapport aux paramètres du traitement SMAT. Chaque partie de la recherche présentée dans les différents chapitres, apporte des informations essentielles pour comprendre des mécanismes contrôlant la déformation de ce matériau. L'objectif principal est d'étudier comment le procédé SMAT influence le comportement de cet alliage aux sollicitations thermique ou mécaniques. À travers une approche méthodique, chaque chapitre a contribué à une compréhension plus approfondie des mécanismes internes de l'alliage NiTi et des implications du procédé SMAT sur ses performances.

Le *premier chapitre* a établi les bases en présentant une synthèse détaillée sur les AMF, mettant en lumière les propriétés uniques de l'alliage NiTi. En particulier, la caractérisation microstructurale et thermique ainsi que le comportement mécanique ont été explorés, fournissant une fondation essentielle pour les investigations ultérieures.

Le *deuxième chapitre* s'est concentré sur la caractérisation microstructurale, révélant les transformations de phase et les changements résultant des traitements thermiques et du SMAT. L'identification des conditions optimales de traitement thermique a jeté les bases pour la suite de l'étude, tandis que le recuit et le SMAT ont émergé comme des méthodes prometteuses pour modifier la microstructure sans modifier la composition chimique.

Afin d'améliorer et d'optimiser les performances des alliages NiTi, divers traitements thermomécaniques peuvent être appliqués, tel que le recuit post-déformation et le traitement de mécanique de nanocristallisation de surface (SMAT). Après ces traitements, une phase rhomboédrique intermédiaire (phase R) entre les phases austénitique (B2) et martensitique (B19') a été observée, entraînant le changement du chemin de transformation en B2-R-B19'.

L'observation de changements dans le comportement mécanique (courbes de traction), l'analyse microstructurale (résultats DRX) et l'analyse calorimétrique (DSC) nous ont permis d'identifier l'existence de cette phase. Les conditions de traitement thermique comprennent des temps de traitement de 30, 60 et 120 minutes, ainsi que des températures de traitement de 450°C, 600°C et 700°C. Selon les résultats de la DSC, les transformations de phase du Nitinol sont affectées par les températures de traitement thermique. Les transformations de phase et les structures cristallines du NiTi sont étudiées en faisant varier les conditions de traitement thermique par DSC et DRX.

Le *troisième chapitre* a exploré les propriétés mécaniques de l'alliage NiTi après un traitement thermique de recuit à 700°C pendant 2h. Les essais de traction et de nanoindentation fournissent des données importantes pour comprendre la réponse mécanique de l'alliage, préparant ainsi le terrain pour l'investigation du traitement SMAT dans le chapitre suivant.

Enfin, le *quatrième chapitre* regroupe l'essentiel des résultats expérimentaux portant sur l'analyse de la sensibilité de la réponse thermo-mécanique du Nitinol aux paramètres de traitement SMAT. Les variations induites par différents paramètres, tels que l'orientation des échantillons (recuit), le temps et la puissance du traitement SMAT, ont été examinées. Les comportements thermomécaniques du Nitinol dépendent fortement des températures de traitement thermique de recuit et aussi de traitement mécanique de nanocristallisation de surface (SMAT). Les résultats ont permis d'établir des liens significatifs entre le comportement mécanique, l'évolution microstructurale et la présence de phases spécifiques.

Dans l'ensemble, cette thèse offre une compréhension approfondie des effets traitement SMAT sur l'alliage NiTi, non seulement en analysant les mécanismes de transformation de phase, mais aussi en détaillant l'influence de ces transformations sur les propriétés mécaniques. Ces résultats ouvrent des perspectives significatives pour la compréhension des phénomènes agissant dans l'alliage NiTi après procédé SPD, offrant des possibilités prometteuses pour des applications variées grâce à une maîtrise des traitements thermiques et mécaniques.

Ce travail offre un aperçu de larges perspectives futures. Au niveau de la thermique, la plage de température de transformation définie pour DSC peut être étendue à des valeurs inférieures à -85°C. Les alliages NiTi ont de bonnes propriétés qui touchent de nombreux domaines et peuvent apporter de nouvelles perspectives aux industriels grâce à leurs propriétés originales. Cependant, la plage de température dans laquelle se produit la transformation martensitique, limite l'utilisation des propriétés de mémoire de forme pour les applications à basse température.

Optimisation des paramètres de nanostructuration : Explorer davantage les paramètres du traitement SMAT, tels que la durée et l'amplitude, pour optimiser les propriétés thermomécaniques de l'alliage NiTi en vue d'applications spécifiques.

Étude de la stabilité à long terme : Investiguer la stabilité à long terme des propriétés nanostructurés de l'alliage NiTi pour évaluer sa durabilité dans des conditions réelles.

Applications Pratiques et Industrielles : Une orientation future pourrait se concentrer sur le transfert des résultats de cette thèse vers des applications concrètes. Explorer comment les propriétés de l'alliage NiTi après SMAT peuvent être exploitées dans des domaines tels que la robotique médicale, l'aérospatiale, ou d'autres applications industrielles.

Approfondissement des Mécanismes de Transformation : Pour enrichir davantage la compréhension des mécanismes régissant l'alliage NiTi, des recherches approfondies sur les détails microscopiques des transformations de phase sous l'influence de la nanostructuration pourraient être envisagées. Cela pourrait inclure des études avancées de modélisation pour prédire avec précision le comportement thermomécanique et fournir des orientations supplémentaires pour le développement futur.

Développement de nouveaux alliages : Utiliser les connaissances acquises pour guider le développement de nouveaux alliages à mémoire de forme avec des propriétés améliorées, exploitant les procédés SPD comme une stratégie de manipulation des propriétés de ces alliages.

En conclusion, cette thèse ouvre la voie à de nouvelles recherches et applications dans le domaine des alliages à mémoire de forme, élargissant notre compréhension des mécanismes thermomécaniques et des possibilités offertes par la nanostructuration. Les résultats obtenus constituent une base pour des avancées futures dans la conception et l'optimisation des matériaux intelligents pour des applications technologiques innovantes.

Annexes

Annexe I : Rappel

Les alliages à mémoire de forme (AMF) ont suscité un vif intérêt dans divers domaines industriels en raison de leurs propriétés uniques. Parmi les alliages les plus couramment utilisés, on retrouve le Nickel-Titane (NiTi), le cuivre-zinc-aluminium (CuZnAl) et le cuivre-aluminium-nickel (CuAlNi). Leur adoption industrielle est largement attribuable à leurs caractéristiques mécaniques, thermiques et électriques remarquables. Toutefois, les alliages à base de cuivre ont également été envisagés pour des applications industrielles en raison de leur coût relativement plus faible par rapport aux alliages à base de Nickel-Titane, ainsi que de leur facilité de mise en œuvre. Pour mieux comprendre et comparer ces différentes classes d'alliages, le Tableau 10 résume les caractéristiques clés de chaque type d'alliage à mémoire de forme.

Propriétés	Ni-Ti	Cu-Zn-Al	Cu-Al-Ni
Masse volumique (Kg /m ³)	6,5	7,5	7,5
Résistivité électrique (10 ⁻⁸ Ω.m)	60	8	12
Module d'élasticité en traction de l'austénite (10 ⁴ MPa)	9	7	7
Module d'élasticité en cisaillement de l'austénite (10 ⁴ MPa)	3,5	2,5	2,5
Limite de rupture (MPa)	800 à 1000	300 à 600	400 à 700
Température maximale d'utilisation (°C)	300	130	250
Température de transformation Ms (°C)	-200 à 100	-200 à 80	60 à 200
Déformation maximale en traction (%)	8	4 à 6	4 à 6
Conductivité thermique (J/K.m.s)	10	120	75

Tableau 10: Comparaison des différentes propriétés des alliages à mémoire de forme (AMF)³¹⁰.

Le Tableau 11 présente les phases et les paramètres cristallins des alliages NiTi, qui sont des composants essentiels des alliages à mémoire de forme. Ces données fournissent une vue d'ensemble précise des structures cristallines rencontrées dans ces alliages, ainsi que des paramètres de maille associés. Comprendre ces phases et leurs caractéristiques cristallographiques est crucial pour la conception et la fabrication d'applications basées sur les propriétés de mémoire de forme de ces alliages.

Phase		Groupe d'espace	Paramètres de maille	Références
NiTi	B2	Cubique $Pm\bar{3}m$	a= 0.3015 nm à T ambiante	³¹¹
	B19'	Monoclinique $P2_1/m$	a= 0.2898 nm b= 0.4108 nm	³¹²

			c= 0.4646 nm Beta = 97.78°	
	Phase R	Trigonale $P\bar{3}$	a= 0.7338 nm c= 0.5283 nm	313
	B19	Orthorhombique $Pmmb$	a= 0.2881 nm b= 0.4279 nm c= 0.4514 nm	314
Ti_2Ni		Cubique $Fd\bar{3}m$	a= 1.132 nm	315
$TiNi_3$		Hexagonal $P6_3/mmc$	a= 0.51010 nm b= 0.83067 nm	316
Ti_3Ni_4		Rhomboédrique $R\bar{3}$	a= 0.670 nm alpha= 113.8°	317
Ti_2Ni_3	Basse T°C	Orthorhombique $Bbmm$	a= 0.4398 nm b= 0.4370 nm c= 1.3544 nm (298k)	318
	Haute T°C	Tétragonal $I4/mmm$	a= 0.3095 c= 1.3585 nm (373K)	319

Tableau 11 : des Phases et Paramètres Cristallins des Alliages NiTi.

Annexe II :

Enrobage

L'échantillon propre et sec est placé dans le cylindre de montage de l'enrobeuse et la résine de montage appropriée (résine chargée de carbone) est ajoutée. Une température d'environ 180 °C et une pression de chauffage d'environ 250 bar sont appliquées lors de l'enrobage de l'échantillon pendant 3.5 min. Un système de refroidissement par eau est utilisé pour réduire le temps d'enrobage. Les paramètres d'enrobage à charge carbone sont résumés dans le Tableau 12.

Résine	Poly Fast, résine à chaud, conductrice avec charge de carbone
Matériau	NiTi
Type	Thermodurcissable
Dureté de 1 à 3	1 est la plus tendre
Taux d'enlèvement	Elevé
Temps de processus(min)	3,5
Température de chauffe (°C)	180
Quantité (ml)	20
Temps de chauffage (mn)	3,5
Pression de chauffage (bar)	250
Temps de refroidissement (mn)	1,5
Taux de refroidissement	Elevé
Temps du processus total (mn)	5
Application / Caractéristique	Examen MO, MEB, EBSD

Tableau 12: Condition d'enrobage à charge carbone.

La Figure 114 présente la presse d'enrobage utilisée dans le processus de préparation des échantillons pour l'examen métallographique et microscopique.

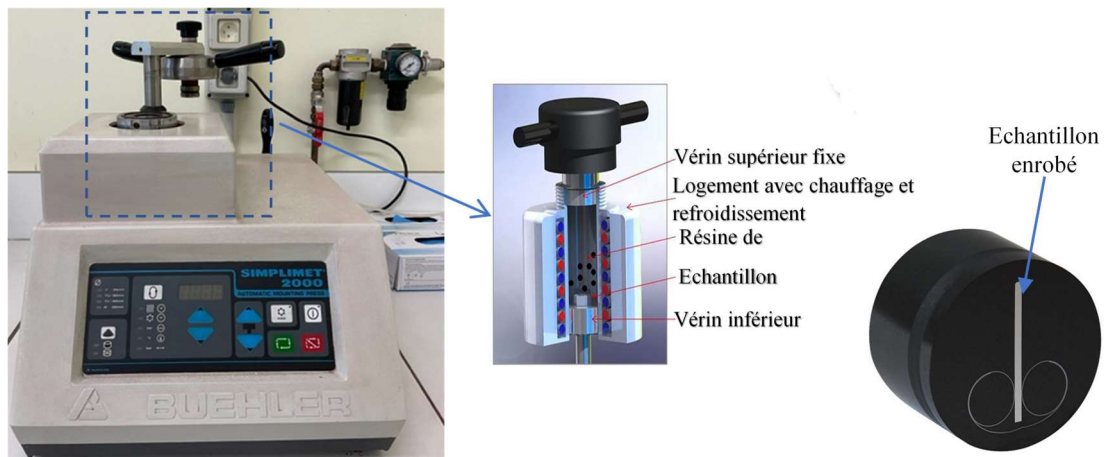


Figure 114 : Presse d'enrobage.

Polissage

Le polissage est une méthode consistant à placer la résine et l'échantillon dans le même plan, cette étape est appelée dressage. Cela permet de supprimer toute trace de résine en surface ou encore les rayures dues au prélèvement. La procédure de polissage appliquée est effectuée sur une machine à polir : *Struers-LaboPol-21*, qui se compose de deux disques tournant à 250 tr/min. A l'aide de cette polisseuse, le polissage a été effectué sur une succession de papiers abrasifs en carbure de silicium à granulométrie décroissante (grade 500 à 2400), Puis, la deuxième étape est le polissage de finition à la pâte diamantée jusqu'à 1 μ m. Cette étape de polissage est pour éliminer les rayures restantes après l'étape du pré-polissage (polissage avec papier abrasif) et d'obtenir un état de surface appelé généralement « poli miroir ».

- **Polissage abrasif** : polissage avec papier carbure de silicium (500–800–1000–1200–2000–2400).
- **Polissage diamanté** : polissage à la pâte diamantée 9 μ m, 6 μ m, 3 μ m et 1 μ m.

Grade du papier	Granulométrie (μ m)	Temps
500	30.2	3 min
800	21.8	3min
1000	18.3	5 min
1200	15.3	5 min
2000	10.3	7 min
2400	10	7 min

Tableau 13: Protocole de polissage mécanique.

Annexe III :

Caractérisation de l'effet du recuit

Le recuit à 450°C pendant 20 minutes sur un échantillon usiné dans le sens horizontal, ayant subi 7 cycles de charge/décharge, a été réalisé dans le but d'évaluer les propriétés mécaniques de l'alliage NiTi dans des conditions atmosphériques non inertes. La courbe

contrainte-déformation obtenue lors du premier cycle du chargement révèlent des régimes différents qui peuvent être divisés en trois phases distinctes (Figure 115).

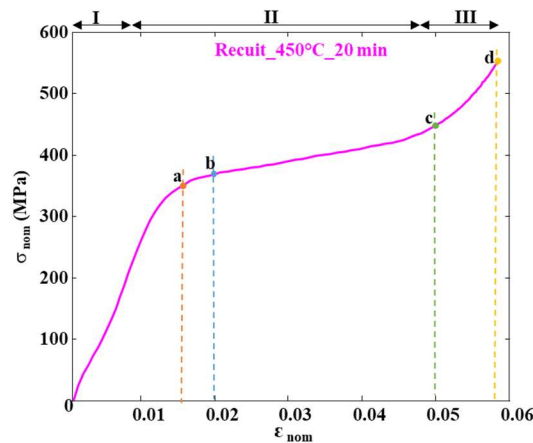


Figure 115: Courbe contrainte-déformation de l'alliage NiTi recuit à 450°C pendant 20 min lors du premier cycle de charge.

Au début de la phase de charge, la région I se caractérise par un comportement quasi-linéaire, indiquant une déformation élastique homogène de la phase austénitique (phase initiale) ³²⁰. Cependant, les observations détaillées dans la Figure 117, présentant les cartes d'espace-temps de vitesse de déformation et de source de chaleur, révèlent que la transformation de phase martensitique commence dès le début de la charge, de manière diffuse à travers tout le matériau. Cette observation est soutenue par l'augmentation simultanée des valeurs de vitesse de déformation et de source de chaleur (positives), indiquant que la transformation est initiée, bien que de manière diffuse.

Nous pouvons noter un léger changement de pente dans la première partie de la courbe, entre l'origine et le repère (a). Ce changement de pente peut être interprété comme étant la transition entre la déformation élastique homogène de la phase austénitique et le début de la transformation martensitique diffuse. En d'autres termes, ce changement de pente traduit une accommodation dans la réponse mécanique du matériau au moment où la transformation de phase débute.

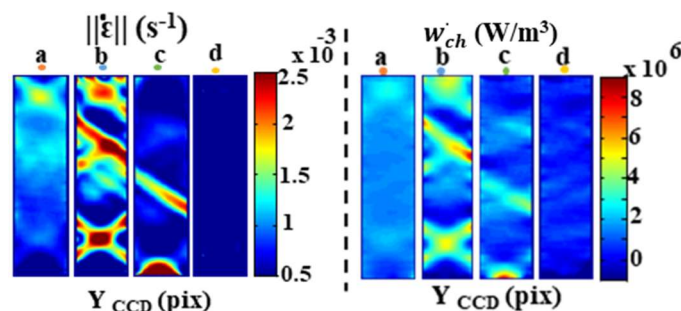


Figure 116: Les cartographies de la vitesse de déformation et champs de source de chaleur lors du premier cycle de charge de l'alliage NiTi recuit à 450°C pendant 20 min.

Une fois que la contrainte atteint environ 350 MPa au point (a), la déformation présente une transition vers un comportement inhomogène, caractérisé par la formation d'une bande de déformation localisée (ou de transformation) macroscopique (la phase II) comme illustré dans les figures 116 et 117. Pendant cette phase, la contrainte augmente moins vite en fonction de la déformation jusqu'à ce que la bande se propage complètement (après point c). Ce comportement peut être lié à des changements structuraux complexes à l'échelle microscopique, tels que la

nucléation et la propagation de la phase martensitique, qui peuvent influencer la réponse mécanique du matériau. Les vitesses de déformation et les sources de chaleur adoptent une configuration en bandes pendant cette phase (figures 116 et 117). Ce phénomène suggère une corrélation entre les variations locales de déformation et les processus de génération de chaleur. Nous pouvons résumer que le stade II est caractérisé par une transformation induite par la contrainte. Comme observé dans les Figures 116 et 117 (zone II), la transformation martensitique induite par la contrainte se manifeste de manière hétérogène. Dans le cas de l'alliage recuit à 450 °C pendant 20 minutes, la formation des bandes de martensite se produit à une contrainte faible (370 MPa). Cette différence de contrainte peut être attribuée à une énergie plus faible requise pour la transformation martensitique induite par la contrainte. Avec l'augmentation de la contrainte, la courbe a subi une évolution graduelle, caractérisée par une transition progressive de sa pente vers celle de la région III.

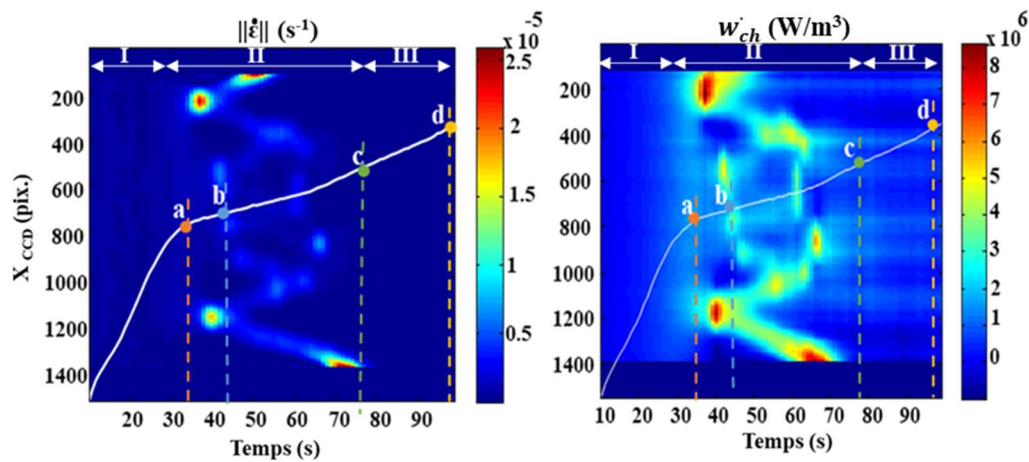


Figure 117 : Champs de vitesse de déformation et champs de sources de chaleurs lors du premier cycle de charge de l'alliage NiTi recuit à 450°C_20 min.

La comparaison entre les résultats obtenus après le recuit à 450°C et ceux après le recuit à 700°C révèle des différences significatives dans le comportement. Au repère (c), la déformation macroscopique atteint 5% lors du recuit à 450°C, marquant une transformation totale de l'austénite en martensite. En revanche, après le recuit à 700°C, une déformation macroscopique de plus de 10% et relevée sans que la zone du second le changement de pente soit atteinte, ce qui laisse à penser à une transformation partielle. Cette observation suggère que la température de recuit a une influence notable sur la transformation de phase.

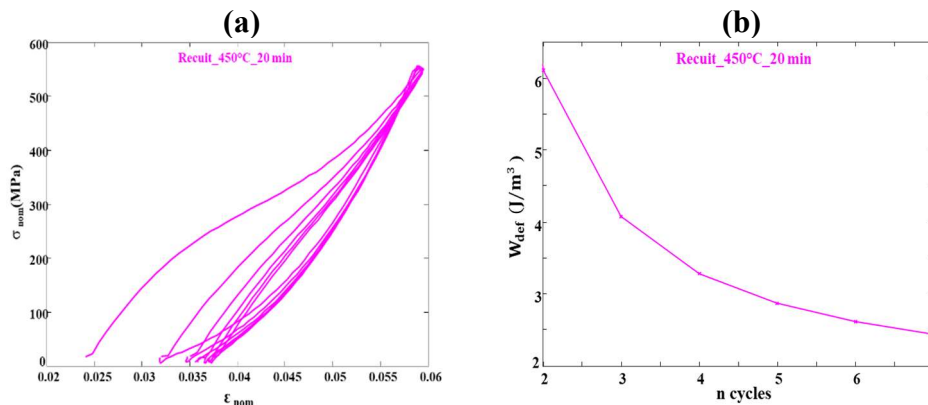


Figure 118: (a) Courbe contrainte-déformation, (b) évolution de l'air d'hystérésis lors du six derniers cycles de charge /décharge NiTi recuit à 450°C_20 min.

La Figure 118(a) illustre l'évolution des 6 derniers cycles de charge/décharge, tandis que la Figure 118(b) représente l'évolution de l'énergie de déformation en fonction du nombre de cycles. Comme observé précédemment, une hystérésis apparaît dès le cinquième cycle et se stabilise progressivement.

La Figure 119 présente les champs de vitesse de déformation et les sources de chaleur pour les six derniers cycles de charge/décharge. Ces champs observés pendant ces cycles démontrent que la réponse se stabilise progressivement.

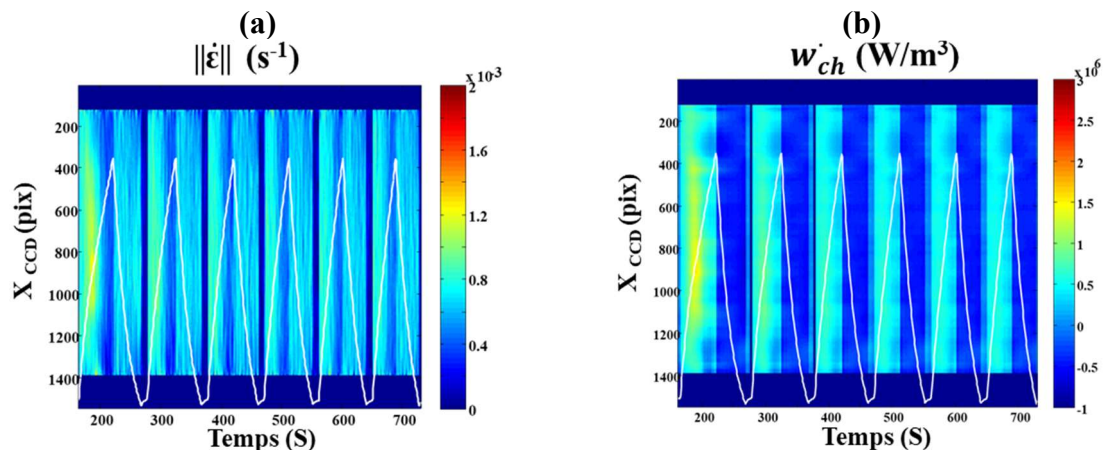


Figure 119 : Champs de vitesse de déformation et de source de chaleurs lors des six derniers cycles de charge/décharge de l'alliage NiTi recuit à 450°C_20 min.

Dans cette section de l'annexe III, les figures suivantes présentent l'évolution de la déformation au niveau du deuxième domaine lors du premier cycle de charge. L'objectif est d'observer l'apparition et l'évolution des bandes de déformation, ainsi que de discerner les différences entre les diverses conditions expérimentales. Cela inclut le recuit à 700°C pendant 2 heures dans les orientations L, O et T, ainsi que les diverses conditions du traitement SMAT. Cette analyse approfondie vise à éclairer les effets du recuit et du traitement SMAT sur la déformation. Elle cherche également à identifier toute variation significative de comportement, non seulement entre les différentes orientations cristallographiques, mais aussi entre l'état initial (après le recuit) et les différentes conditions du traitement SMAT, notamment en termes de durée et de puissance du traitement.

La Figure 120 décrit l'évolution de la déformation selon les orientations cristallographiques L, O et T à quatre moments distincts (a), (b), (c) et (d). À l'instant (a), l'apparition des bandes de déformation est notée pour les orientations L et O, avec une intensité plus marquée pour L par rapport à O. Cependant, l'orientation T présente des déformations très faibles. Jusqu'à l'instant (c), une déformation continue est observée pour L et O, caractérisée par des bandes intensives. En revanche, l'orientation T montre une déformation sans la formation de bandes aussi prononcées que les autres orientations. À l'instant (d), des bandes de déformation plus accentuées sont observées pour toutes les orientations, avec des intensités différentes : jusqu'à 0,07 pour L, jusqu'à 0,06 pour O et jusqu'à 0,03 pour T.

Quant à la Figure 121, elle représente l'évolution de la déformation pour les orientations L, O et T à différents moments, notés de (a) à (g). On observe une évolution des bandes de déformation jusqu'au point (f) pour les deux dernières bandes de l'orientation L, suivie d'une diminution de la déformation des bandes à l'instant (g). Pour l'orientation O, on constate une augmentation de la déformation des deux dernières bandes jusqu'à l'instant (g),

tandis que la première bande montre une diminution de la déformation à ce même instant. En ce qui concerne l'orientation T, l'apparition et l'évolution des bandes sont observées jusqu'à l'instant (e), devenant de plus en plus intenses au fil du temps.

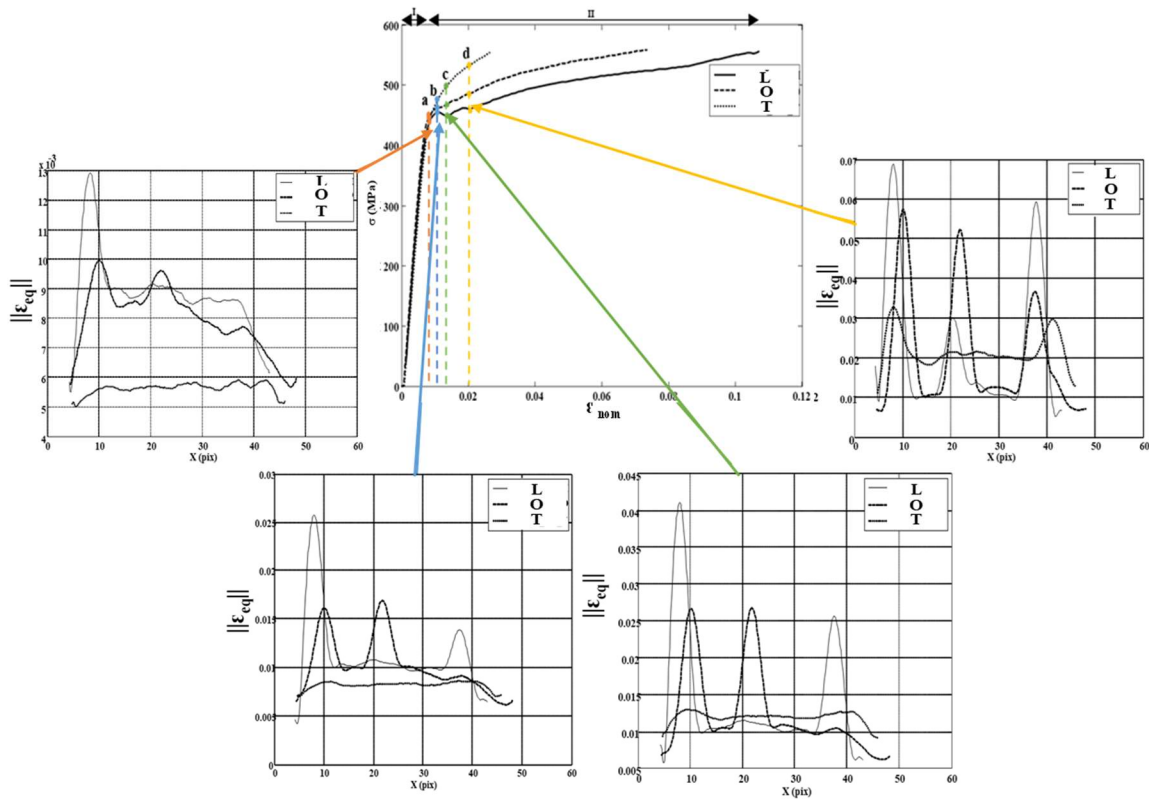
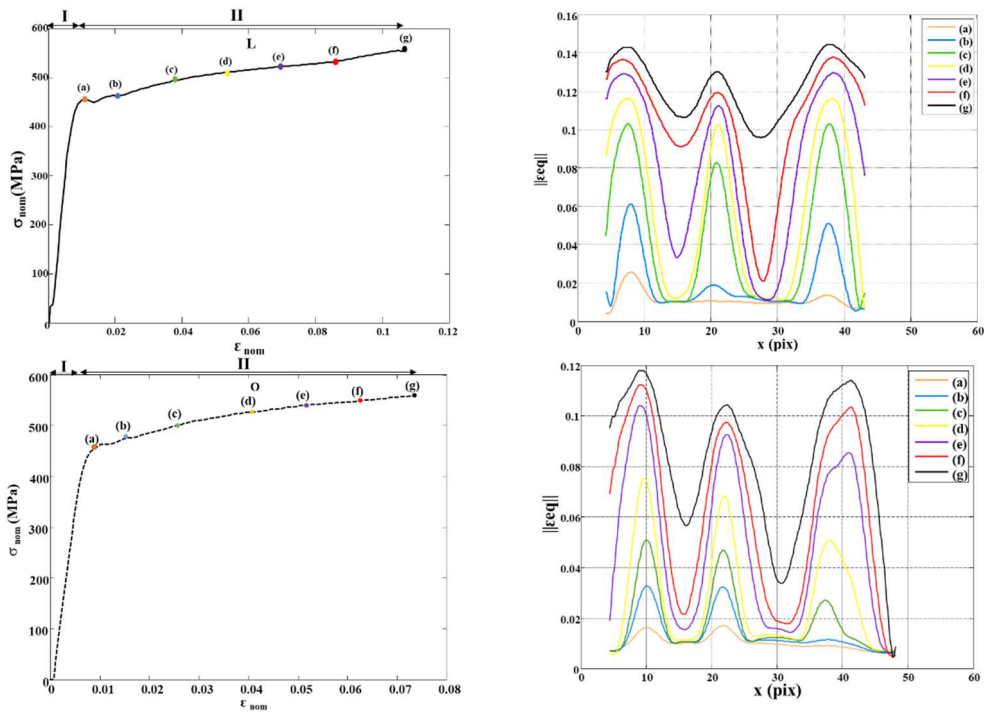


Figure 120 : Evolution de la déformation pour les trois orientations L, O et T.



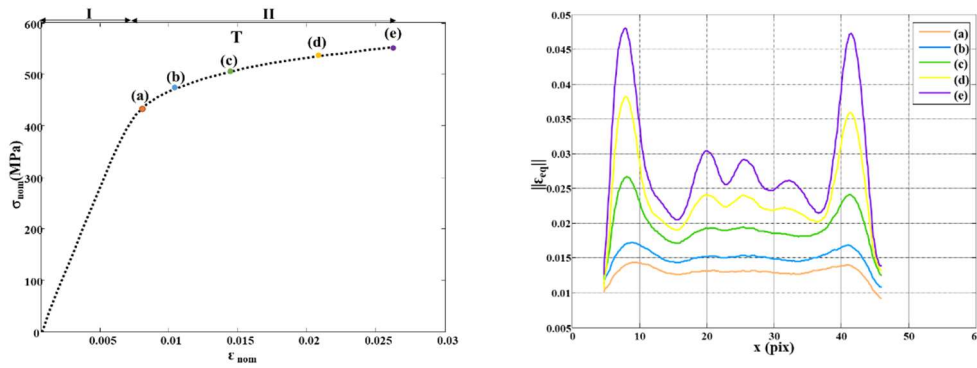


Figure 121 : Evolution de la déformation pour les trois orientations L, O et T à différentes instants.

Les Figures 122 et 123 met en lumière l'évolution de la déformation à l'état de référence (recuit L) et après différentes durées de traitement SMAT (5 min, 15 min et 30 min). Une analyse attentive révèle des différences significatives entre l'état de référence et les trois conditions de traitement SMAT. En effet, les courbes démontrent des variations marquées dans les niveaux de déformation, indiquant l'impact du traitement SMAT sur les propriétés mécaniques du matériau. De plus, bien qu'une distinction significative soit observée entre l'état de référence et les trois conditions de traitement SMAT, on note également une différence qui n'est pas significative entre les différentes conditions du traitement SMAT. Cette constatation souligne l'importance de la durée du traitement dans la modification des caractéristiques de déformation du matériau. Cette analyse comparative entre l'état de référence et les conditions de traitement SMAT est essentielle pour comprendre l'influence de ce traitement sur le comportement mécanique du matériau, soulignant ainsi l'importance de choisir judicieusement les paramètres de traitement pour atteindre les propriétés souhaitées.

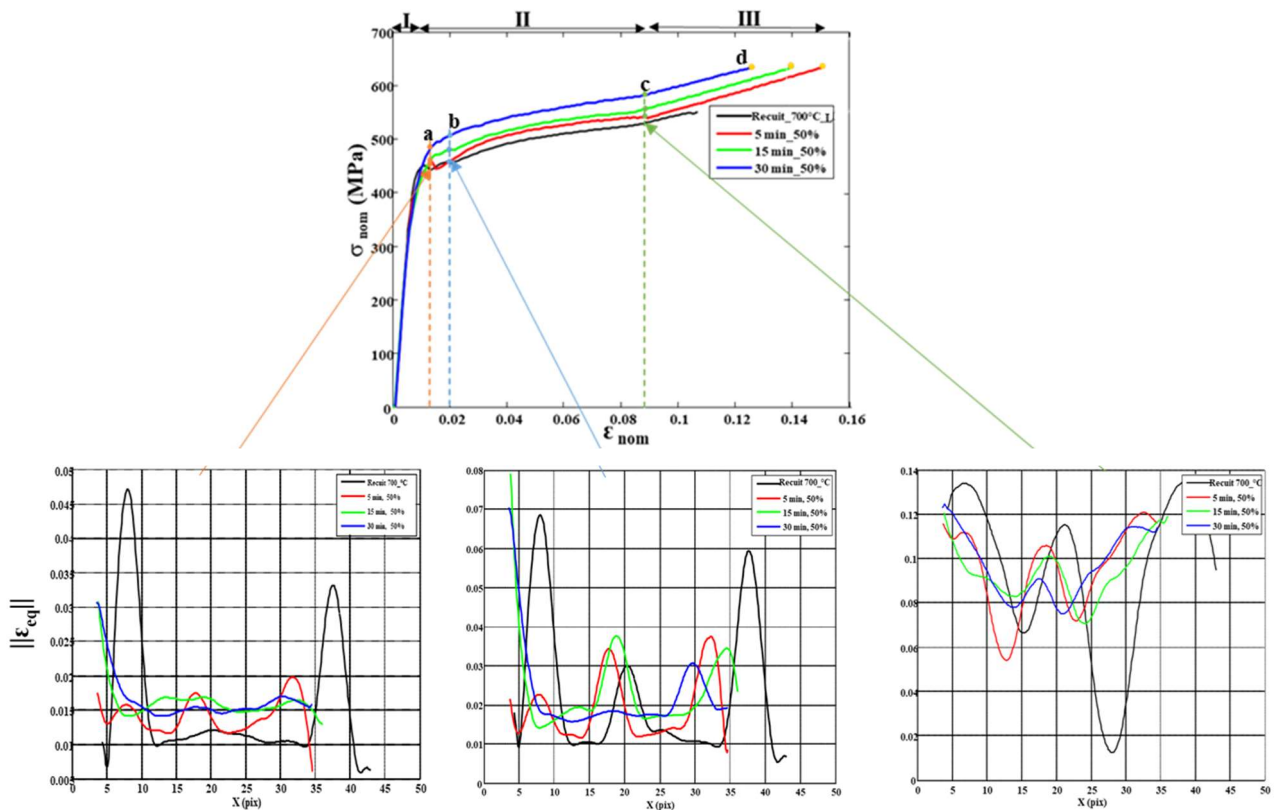


Figure 122 : Evolution de la déformation à l'état de référence et après différentes durées du SMAT.

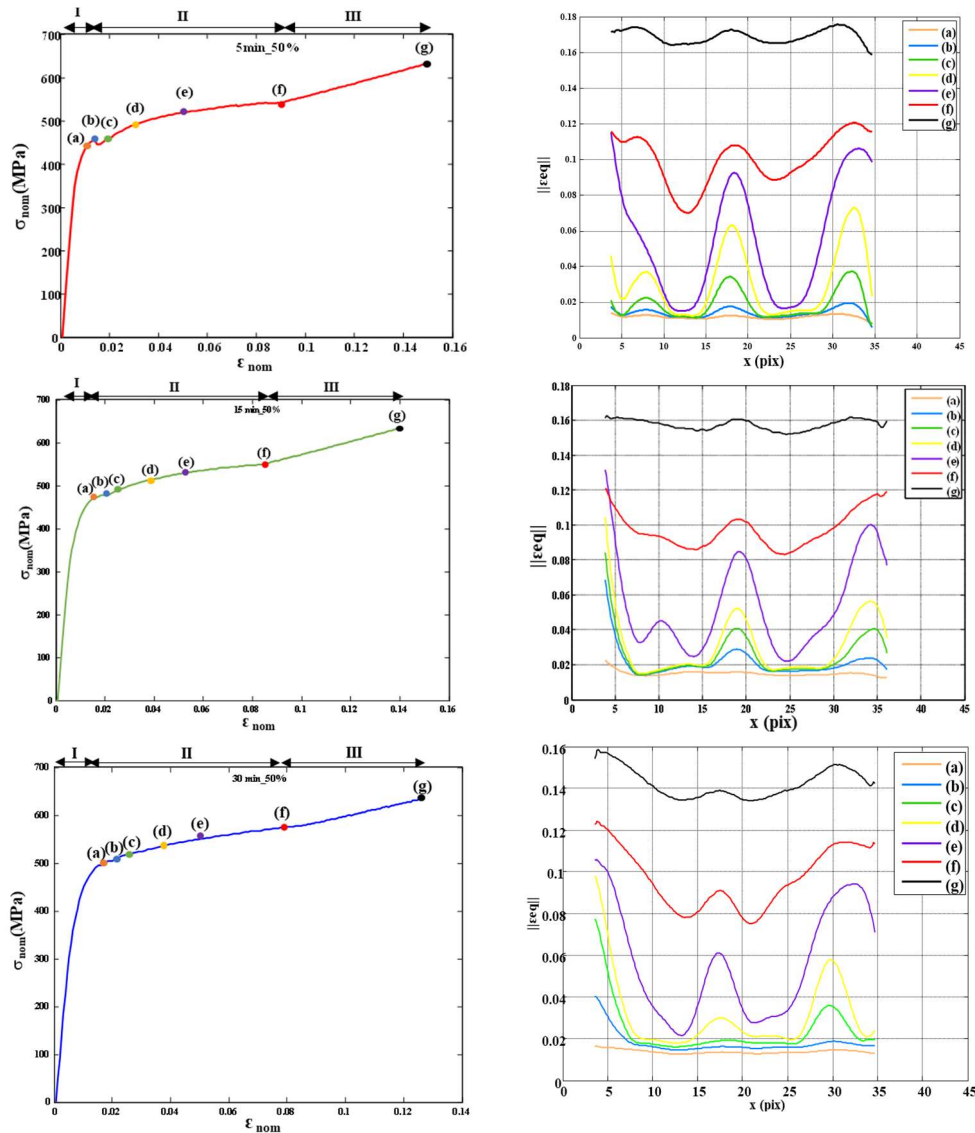


Figure 123 : Evolution de la déformation à l'état de référence et après différentes durées du SMAT à différents instants.

Les Figures 124 et 125 illustrent l'évolution de la déformation à différentes puissances du traitement SMAT (30%, 50% et 60%) après 5min du traitement. Une observation attentive révèle des variations dans les niveaux de déformation entre les différentes puissances du traitement. Cependant, il est important de noter que malgré ces variations, la différence entre les différentes puissances n'est pas significative. Cette constatation suggère que l'impact de la puissance du traitement SMAT sur la déformation peut être négligeable dans une certaine mesure. Il est crucial de poursuivre l'analyse pour évaluer d'autres aspects du comportement mécanique du matériau et pour déterminer si des différences significatives apparaissent dans d'autres paramètres.

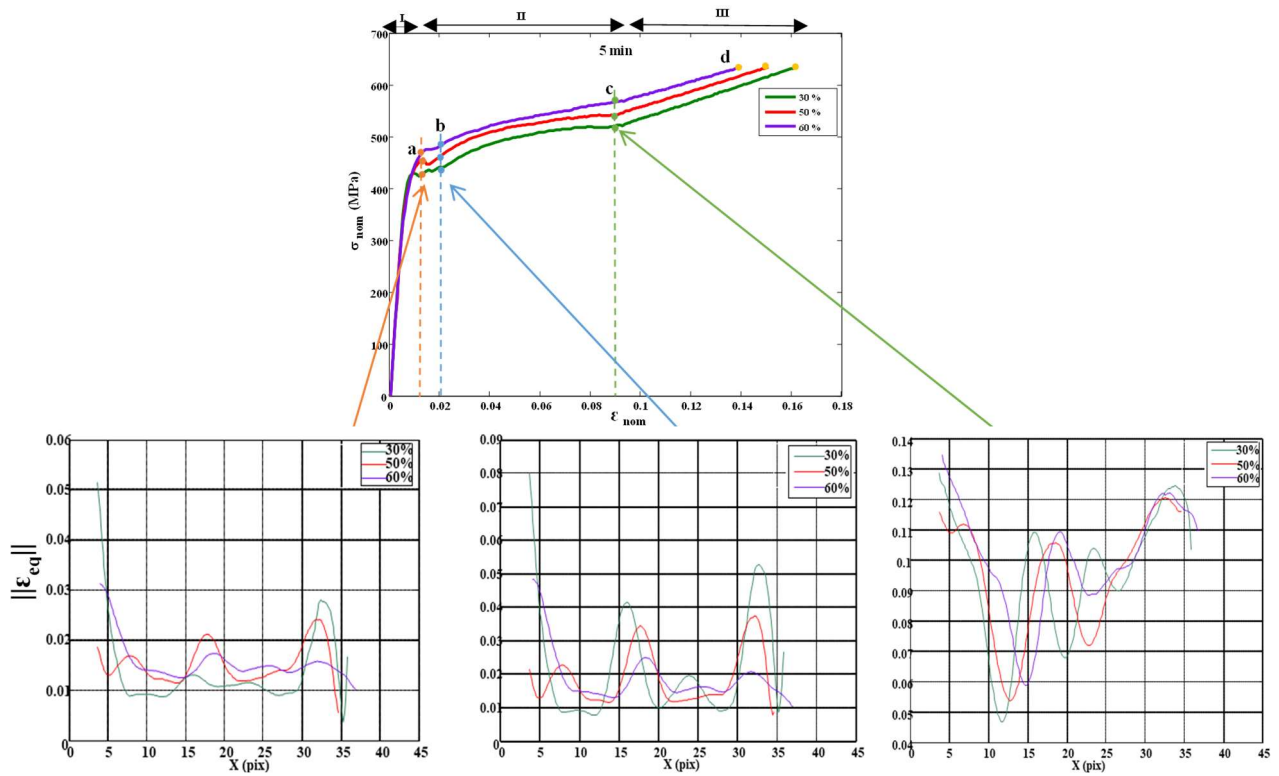


Figure 124 : Evolution de la déformation à différentes puissances du SMAT.

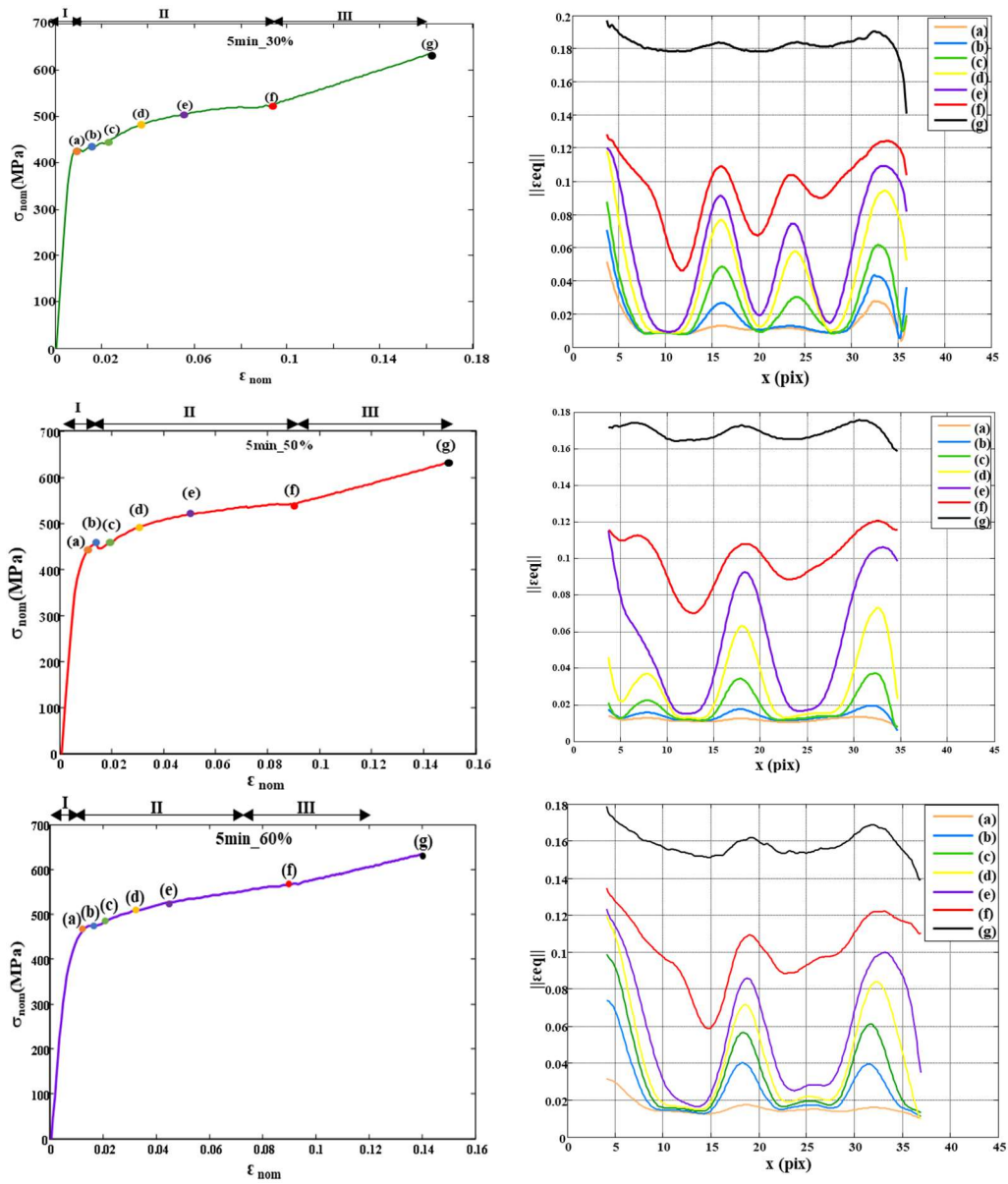


Figure 125 : Evolution de la déformation après différentes puissances du SMAT à différents instants.

Effet de la nanostructuration sur le comportement thermomécanique du Nitinol

Résumé : La présente thèse s'intéresse à l'alliage à mémoire de forme NiTi, en se concentrant sur l'influence du procédé de nanostructuration superficielle SMAT sur son comportement thermomécanique. À travers quatre chapitres distincts, elle rappelle les principales caractéristiques des alliages à mémoire de forme (AMF), mettant en avant les propriétés exceptionnelles de l'alliage NiTi, et explorant le traitement de nanocristallisation superficielle (SMAT). La caractérisation microstructurale est ensuite approfondie, notamment en étudiant les effets du traitement thermique de recuit et du SMAT sur la transition de phase. Le troisième chapitre se concentre sur les méthodes d'analyse thermomécanique adaptées au NiTi, en examinant les essais de traction et de nanoindentation. Enfin, le quatrième chapitre analyse la caractérisation thermomécanique de l'alliage avant et après le traitement SMAT, mettant en évidence les implications de ces transformations sur son comportement global.

La thèse contribue à la compréhension des effets du procédé SMAT sur l'alliage NiTi, révélant des liens entre la microstructure, les phases présentes et les propriétés mécaniques. Les résultats ouvrent des perspectives prometteuses pour la meilleure maîtrise des propriétés de l'alliage NiTi.

Les résultats obtenus pour différents traitements SMAT montrent que ce procédé modifie la réponse mécanique du matériau. Elle a aussi une influence sur son état initial, comme l'illustrent les différences dans les courbes de DSC. Les mesures cinématiques (champs de vitesses de déformation) et calorimétriques (champ de source de chaleur) indiquent aussi l'apparition de différences notables dans les réponses en fonction des paramètres de traitement SMAT. L'exploration du comportement lors de cycles de charge/décharge montre une réponse qui se stabilise après quelques cycles. Les effets de couplage semblent être prépondérants par rapport aux effets dissipatifs. Ces observations devraient être étendues à des chargements en fatigue afin de mieux mettre en évidence les éventuels effets dissipatifs. De même, l'utilisation de modèles d'interprétation plus élaborés permettrait de mieux tenir compte des effets de structure et d'enrichir la compréhension de la relation entre le procédé et les évolutions des propriétés.

Mots clés : NiTi, nanostructuration, thermomécanique, AMF, SMAT, recuit, microstructure, essais de traction, nanoindentation

Nanostructuring effect on the thermomechanical behavior of Nitinol

Abstract: This thesis focuses on the shape memory alloy NiTi, with a specific emphasis on the influence of the surface nanostructuring process SMAT on its thermomechanical behavior. Through four distinct chapters, it revisits the main characteristics of shape memory alloys (SMAs), highlighting the exceptional properties of the NiTi alloy and exploring the surface nanocrystallization treatment (SMAT). Microstructural characterization is then deeply investigated, particularly by studying the effects of annealing heat treatment and SMAT on phase transition. The third chapter focuses on thermomechanical analysis methods suitable for NiTi, examining tensile tests and nanoindentation. Finally, the fourth chapter analyzes the thermomechanical characterization of the alloy before and after SMAT treatment, highlighting the implications of these transformations on its overall behavior.

This thesis contributes to understanding the effects of the SMAT process on the NiTi alloy, revealing links between microstructure, present phases, and mechanical properties. The results offer promising perspectives for better control of the properties of the NiTi alloy.

The results obtained for different SMAT treatments show that this process modifies the mechanical response of the material. It also has an influence on its initial state, as illustrated by differences in DSC curves. Kinematic (strain rate fields) and calorimetric (heat source field) measurements also indicate notable differences in responses depending on SMAT processing parameters. Exploration of behavior during load/unload cycles shows a response that stabilizes after a few cycles. Coupling effects seem to be predominant compared to dissipative effects. These observations should be extended to fatigue loading to better highlight any dissipative effects. Similarly, the use of more elaborate interpretation models would allow better consideration of structural effects and enrich the understanding of the relationship between the process and property evolutions.

Keywords: NiTi, nanostructuring, thermomechanical, SMA, SMAT, annealing, microstructure, tensile tests, nanoindentation

Références bibliographiques :

- ¹ Li, Xin, Jianzhong Shang, and Zhuo Wang. "Intelligent materials: a review of applications in 4D printing." *Assembly Automation* 37.2 (2017): 170-185.
- ² Prabu, SS Mani, et al. "Investigations on the influence of surface mechanical attrition treatment on the corrosion behaviour of friction stir welded NiTi shape memory alloy." *Surface and Coatings Technology* 402 (2020): 126495.
- ³ Hu, Tao, et al. "Wear resistance of NiTi alloy after surface mechanical attrition treatment." *Surface and coatings technology* 205.2 (2010): 506-510.
- ⁴ Wei, Pengbo, et al. "Bending fatigue life enhancement of NiTi alloy by pre-strain warm surface mechanical attrition treatment." *Acta Materialia* 240 (2022): 118269.
- ⁵ Pecora, Rosario, et al. "SMA for Aeronautics." *Shape Memory Alloy Engineering*. Butterworth-Heinemann, 2021. 527-559.
- ⁶ Riccio, Aniello, et al. "Shape memory alloys (SMA) for automotive applications and challenges." *Shape Memory Alloy Engineering* (2021): 785-808.
- ⁷ Auricchio, Ferdinando, et al. "SMA biomedical applications." *Shape memory alloy engineering*. Butterworth-Heinemann, 2021. 627-658.
- ⁸ Patil, Ranjit A., Santosh B. Rane, and Samir B. Kumbhar. "Investigation on dynamic behaviour of shape memory alloy (SMA) wire embedded composite." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 1136. No. 1. IOP Publishing, 2021.
- ⁹ Ben Afia, Souhail. *Influence d'un traitement mécanique de nanocrystallisation superficielle (SMAT) sur l'oxydation à hautes températures de l'acier 316L*. Diss. Troyes, 2016.
- ¹⁰ P. Yasniy, M. Kolisnyk, O. Kononchuk, and V. Iasnii, "Calculation of constructive parameters of SMA damper," *Sci. J. TNTU*, 88, No. 4, 7–15 (2017).
- ¹¹ Saburi, Toshio, Youichi Watanabe, and Soji Nenno. "Morphological characteristics of the orthorhombic martensite in a shape memory Ti–Ni–Cu alloy." *ISIJ international* 29.5 (1989): 405-411.
- ¹² Miyazaki, S., et al. "The habit plane and transformation strains associated with the martensitic transformation in Ti–Ni single crystals." *Scripta metallurgica* 18.9 (1984): 883-888.
- ¹³ Otsuka, K., et al. "Superelasticity effects and stress-induced martensitic transformations in Cu–Al–Ni alloys." *Acta Metallurgica* 24.3 (1976): 207-226.
- ¹⁴ Dutkiewicz, J., et al. "Response of Cu–Al–Mn alloys to ageing in β phase." *Le Journal de Physique IV* 1.C4 (1991): C4-229.
- ¹⁵ Rapacioli, R., and M. Ahlers. "The influence of short-range disorder on the martensitic transformation in Cu–Zn and Cu–Zn–Al alloys." *Acta Metallurgica* 27.5 (1979): 777-784.
- ¹⁶ Delaey, Lucas, and VAN HUMBEECK. "The Cu–Zn–Al Shape Memory Alloys." (1981).
- ¹⁷ Canbay, C. Aksu, et al. "Study on basic characteristics of CuAlBe shape memory alloy." *Brazilian Journal of Physics* 51 (2021): 13-18.
- ¹⁸ Foos, M., C. Frantz, and M. Gantois. "Modele possible de germination de la martensite cc ou qc dans les alliages cfc application aux alliages Fe3Pt." *Acta Metallurgica* 29.6 (1981): 1091-1098.
- ¹⁹ Oshima, Ryuichiro. "Successive martensitic transformations in Fe–Pd alloys." *Scripta metallurgica* 15.8 (1981): 829-833.
- ²⁰ Robinson, J. S., and P. G. McCormick. "Factors influencing shape memory behaviour in an Fe–Mn–Si alloy." *Scripta metallurgica* 23.11 (1989): 1975-1978.
- ²¹ Awaji. Characteristics and applications of Fe–Mn–Si-based shape memory alloys. Technical report, 2008. http://www.awaji-m.jp/english/r_and_d/pdf/memory_alloy.pdf
- ²² S. S. Mohammed, K. Mediha, I. N. Qader and F. Dağdelen. The developments of piezoelectric materials and shape memory alloys in robotic actuator systems. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*. 2019(17):1014-1030
- ²³ . N. Qader, M. Kök and F. Dağdelen. Effect of heat treatment on thermodynamics parameters, crystal and microstructure of (Cu–Al–Ni–Hf) shape memory alloy. *Physica B: Condensed Matter*. 2019; 553:1-5
- ²⁴ R. QADIR, S. MOHAMMED, K. Mediha and I. QADER. A Review on NiTiCu Shape Memory Alloys: Manufacturing and Characterizations. *Journal of Physical Chemistry and Functional Materials*. 2021;4(2):49-56
- ²⁵ D. Mantovani, Shape memory alloys: properties and biomedical applications, *Jom* 52 (10) (2000) 36–44
- ²⁶ K. Otsuka, T. Kakeshita, Science and technology of shape-memory alloys: new developments, *MRS Bull.* 27 (2) (2002) 91–100.
- ²⁷ K. Otsuka, T. Kakeshita, Science and technology of shape-memory alloys: new developments, *MRS Bull.* 27 (2) (2002) 91–100.
- ²⁸ J. M. Jani, M. Leary, A. Subic and M. A. Gibson. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials & Design* (1980-2015). 2014; 56:1078-1113
- ²⁹ Seo, Junwon, Jong Wan Hu, and Kyoung-Hwan Kim. "Analytical investigation of the cyclic behavior of smart recentring T-Stub components with superelastic SMA bolts." *Metals* 7.10 (2017): 386.
- ³⁰ Dye, David. "Towards practical actuators." *Nature materials* 14.8 (2015): 760-761.

- ³¹ Guo, Wei, and Hidemi Kato. "Development of a high-damping NiTi shape-memory-alloy-based composite." *Materials Letters* 158 (2015),1-4.
- ³² Y.J. He, H. Yin, R.H. Zhou, Q.P. Sun, *Mater. Lett.* 64 (2010) 1483–1486.
- ³³ J. Mohd Jani, M. Leary, A. Subic, M.A. Gibson, A review of shape memory alloy research, applications and opportunities, *Mater. Des.* 56 (2014) 1078–1113.
- ³⁴ U. Icardi, L. Ferrero, Preliminary study of an adaptive wing with shape memory alloy torsion actuators, *Mater. Des.* 30 (10) (2009) 4200–4210.
- ³⁵ D. Mantovani, Shape memory alloys: properties and biomedical applications, *Jom* 52 (10) (2000) 36–44.
- ³⁶ W.J. Buehler and R.C. Wiley, U.S. patent 3,174, 851 (1965)
- ³⁷ Funakubo, H., *Shape Memory Alloys*, Gordon and Breach Science Publishers, (1987).
- ³⁸ D. Mantovani, Shape memory alloys: properties and biomedical applications, *Jom* 52 (10) (2000) 36–44.
- ³⁹ K. Otsuka, T. Sawamura, K. Shimizu, *Physica Status Solidi* 5 (1971) 457-470
- ⁴⁰ K. Otsuka, T. Sawamura, and K. Shimizu, "Crystal structure and internal defects of equiatomic TiNi martensite," *physica status solidi (a)*, vol. 5, pp. 457-470, 1971
- ⁴¹ Fan, Genlian, et al. "Origin of abnormal multi-stage martensitic transformation behavior in aged Ni-rich Ti–Ni shape memory alloys." *Acta Materialia* 52.14 (2004): 4351-4362.
- ⁴² Lukáš, P., et al. "In situ neutron diffraction studies of the R-phase transformation in the NiTi shape memory alloy." *Applied Physics A* 74 (2002): s1121-s1123.
- ⁴³ Fukuda, Takashi, et al. "Nucleation and self-accommodation of the R-phase in Ti–Ni alloys." *Materials Transactions, JIM* 33.3 (1992): 271-277.
- ⁴⁴ Šittner, P., et al. "In situ experimental evidence on R-phase related deformation processes in activated NiTi wires." *Materials Science and Engineering: A* 438 (2006): 579-584.
- ⁴⁵ Wu, Z. H., et al. "A two-way shape memory study on Ni-rich NiTi shape memory alloy by combination of the all-round treatment and the R-phase transformation." *Journal of Materials Engineering and Performance* 26 (2017): 5801-5810.
- ⁴⁶ Kus, Krzysztof, and Teodor Breczko. "DSC-investigations of the effect of annealing temperature on the phase transformation behaviour in Ni-Ti shape memory alloy." *Materials Physics and Mechanics* 9.1 (2010): 75-83.
- ⁴⁷ Sharifi, E. Mohammad, and A. Kermanpur. "Superelastic properties of nanocrystalline NiTi shape memory alloy produced by thermomechanical processing." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 28.3 (2018): 515-523.
- ⁴⁸ Urbina, C., S. De la Flor, and F. Ferrando. "Effect of thermal cycling on the thermomechanical behaviour of NiTi shape memory alloys." *Materials Science and Engineering: A* 501.1-2 (2009): 197-206.
- ⁴⁹ JING, Rui-rui, and Fu-shun LIU. "The influence of Co addition on phase transformation behavior and mechanical properties of TiNi alloys." *Chinese Journal of Aeronautics* 20.2 (2007): 153-156.
- ⁵⁰ Otsuka, Kazuhiro, and Xiabing Ren. "Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys." *Progress in materials science* 50.5 (2005): 511-678.
- ⁵¹ Duerig, T. W., and K. Bhattacharya. "The influence of the R-phase on the superelastic behavior of NiTi." *Shape Memory and Superelasticity* 1 (2015): 153-161.
- ⁵² J. A. Shaw, C. B. Churchill, M. A. Iadicola, "Tips and tricks for characterizing shape memory alloy wire: Part 1 – Differential scanning calorimetry and basic phenomena," *Experimental Techniques*, vol. 32, pp. 55-62, 2008.
- ⁵³ Taillard, Karine Lavernhe. *Etude du comportement thermomécanique des Alliages à Mémoire de Forme sous sollicitations multiaxiales complexes*. Diss. École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan, 2006.
- ⁵⁴ Sun, Q. P., and Y. J. He. "A multiscale continuum model of the grain-size dependence of the stress hysteresis in shape memory alloy polycrystals." *International Journal of Solids and Structures* 45.13 (2008): 3868-3896.
- ⁵⁵ Depriester, Dorian, et al. "Thermomechanical modelling of a NiTi SMA sample submitted to displacement-controlled tensile test." *International Journal of Solids and Structures* 51.10 (2014): 1901-1922.
- ⁵⁶ Cohen, Morris. "Martensitic transformations in materials science and engineering." *Transactions of the Japan institute of metals* 29.8 (1988): 609-624.
- ⁵⁷ Delaey, Luc. "Diffusionless transformations." *Material Science and Technology* 5 (1991): 339-404.
- ⁵⁸ Lai, M. J., et al. "Origin of shear induced β to ω transition in Ti–Nb-based alloys." *Acta Materialia* 92 (2015): 55-63.
- ⁵⁹ Otsuka, Kazuhiro, and Xiabing Ren. "Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys." *Progress in materials science* 50.5 (2005): 511-678.
- ⁶⁰ Otsuka, Kazuhiro, and Xiabing Ren. "Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys." *Progress in materials science* 50.5 (2005): 511-678.
- ⁶¹ Cohen, Morris, G. B. Olson, and P. C. Clapp. "On the classification of displacive phase transformations." *Proceedings of the international conference on martensitic transformations*. 1979.
- ⁶² Van Humbeeck J., La transformation martensitique, Patoor E, Berveiller M, *Technologie des alliages à mémoire de forme*, Editions HERMES 1994, ISBN : 2-86601-426-X
- ⁶³ Guo, Y., Klink, A., Fu, C., Snyder, J., 2013. Machinability and surface integrity of Nitinol shape memory alloy. *CIRP Ann. Manuf. Technol.* 62 (1), 83–86.

- ⁶⁴ Kauffman, George B., and Isaac Mayo. "The story of nitinol: the serendipitous discovery of the memory metal and its applications." *The chemical educator* 2 (1997): 1-21.
- ⁶⁵ Otsuka, K., T. Sawamura, and K. Shimizu. "Crystal structure and internal defects of equiatomic TiNi martensite." *Physica status solidi (a)* 5.2 (1971): 457-470.
- ⁶⁶ Frick, Carl P., et al. "Thermal processing of polycrystalline NiTi shape memory alloys." *Materials Science and Engineering: A* 405.1-2 (2005): 34-49.
- ⁶⁷ Tam, Billy. *Micro-Welding of Nitinol shape memory alloy*. MS thesis. University of Waterloo, 2010.
- ⁶⁸ Otsuka, Kazuhiro, and Clarence Marvin Wayman, eds. *Shape memory materials*. Cambridge university press, 1999.
- ⁶⁹ Zhang, Xiangyang, and Huseyin Schitoglu. "Crystallography of the B2→R→B19' phase transformations in NiTi." *Materials Science and Engineering: A* 374.1-2 (2004): 292-302.
- ⁷⁰ Wechsler, Monroe S. "On the theory of the formation of martensite." *Trans Aime* 197 (1953): 1503-1515.
- ⁷¹ Bowles, J. S., and J. K. Mackenzie. "The crystallography of martensite transformations I." *Acta metallurgica* 2.1 (1954): 129-137.
- ⁷² Cunat, Pierre-Jean. "Aciers inoxydables. critères de choix et structure." *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques M4540* (2000): M4540-1.
- ⁷³ Khachaturyan, Armen G. *Theory of structural transformations in solids*. Courier Corporation, 2013.
- ⁷⁴ Bataillard, Laurent. *Transformation martensitique multiple dans un alliage à mémoire de forme Ni-Ti*. No. THESIS. EPFL, 1996.
- ⁷⁵ Chopra, Inderjit. "Review of state of art of smart structures and integrated systems." *AIAA journal* 40.11 (2002): 2145-2187.
- ⁷⁶ Jabir, Hamza. *Caractérisation à l'échelle locale des propriétés superélastiques d'alliages de titane massifs et sous forme de revêtements*. Diss. Rennes, INSA, 2018.
- ⁷⁷ Bouvet, Christophe. *De l'uniaxial au multiaxial: comportement pseudoélastique des alliages à mémoire de forme*. Diss. 2001.
- ⁷⁸ Tadayyon, Ghazal, et al. "The effect of annealing on the mechanical properties and microstructural evolution of Ti-rich NiTi shape memory alloy." *Materials Science and Engineering: A* 662 (2016): 564-577.
- ⁷⁹ Arunkumar, S., et al. "Effects of thermal aging on phase transformation and microstructural characteristics of NiTi shape memory alloy." *Materials Research Express* 6.10 (2019): 105708.
- ⁸⁰ Marattukalam, Jithin J., et al. "Effect of heat treatment on microstructure, corrosion, and shape memory characteristics of laser deposited NiTi alloy." *Journal of Alloys and Compounds* 744 (2018): 337-346.
- ⁸¹ Laplanche, G., A. Kazuch, and G. Eggeler. "Processing of NiTi shape memory sheets—Microstructural heterogeneity and evolution of texture." *Journal of Alloys and Compounds* 651 (2015): 333-339.
- ⁸² Churakova, Anna, and Dmitry V. Gunderov. "Microstructural and mechanical stability of a Ti-50.8 at.% Ni shape memory alloy achieved by thermal cycling with a large number of cycles." *Metals* 10.2 (2020): 227.
- ⁸³ Churakova, Anna, and Dmitry V. Gunderov. "Microstructural and mechanical stability of a Ti-50.8 at.% Ni shape memory alloy achieved by thermal cycling with a large number of cycles." *Metals* 10.2 (2020): 227.
- ⁸⁴ Churakova, Anna, and Dmitry V. Gunderov. "Microstructural and mechanical stability of a Ti-50.8 at.% Ni shape memory alloy achieved by thermal cycling with a large number of cycles." *Metals* 10.2 (2020): 227.
- ⁸⁵ Adharapurapu, Raghavendra R., et al. "Influence of cold work and texture on the high-strain-rate response of Nitinol." *Materials Science and Engineering: A* 527.20 (2010): 5255-5267.
- ⁸⁶ Berti, Francesca, et al. "Relevant Choices Affecting the Fatigue Analysis of Ni-Ti Endovascular Devices." *Materials* 16.8 (2023): 3178.
- ⁸⁷ Adharapurapu, Raghavendra R., et al. "Influence of cold work and texture on the high-strain-rate response of Nitinol." *Materials Science and Engineering: A* 527.20 (2010): 5255-5267.
- ⁸⁸ Jabir, Hamza. *Caractérisation à l'échelle locale des propriétés superélastiques d'alliages de titane massifs et sous forme de revêtements*. Diss. Rennes, INSA, 2018.
- ⁸⁹ Mohammed, M. A., A. A. Aljubouri, and S. H. Mohammed. "Preparation and characterization of equiatomic NiTi shape memory alloy." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 757. No. 1. IOP Publishing, 2020.
- ⁹⁰ P. G. Lidquist, C. M. Wayman, *Shape memory and transformation behavior of martensitic Ti-Pd-Ni and Ti-Pt-Ni alloys*, in: T. W. Duerig, K. N. Melton, D. Stöckel, C. M. Wayman (Eds.), *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, Butterworth-Heinemann, London, 1990, 58–68.
- ⁹¹ Yan, Bingyao, et al. "Mechanical properties and fracture mechanisms of martensitic NiTi shape memory alloy based on various thermomechanical-processing microstructures." *Journal of Alloys and Compounds* 883 (2021): 160797.
- ⁹² B. Stradel, S. Ohashi, H. Ohtsuka, T. Ishihara, S. Miyazaki, *Cyclic stress-strain characteristics of Ti-Ni and Ti-Ni-Cu shape memory alloys*, *Material Science & Engineering A* 202 (1995) 148–156.
- ⁹³ H. Funakubo (Ed.), *Shape Memory Alloys*, Gordon and Breach Science Publishers, 1987.
- ⁹⁴ Laureanda, Correlatore. *One Way and Two Way—Shape Memory Effect: Thermo—Mechanical Characterization of Ni—Ti Wires*. Diss. Università degli Studi di Pavia, 2008.

- ⁹⁵ Nayan, Niraj, et al. "Vacuum induction melting of NiTi shape memory alloys in graphite crucible." *Materials Science and Engineering: A* 465.1-2 (2007): 44-48.
- ⁹⁶ Mohammed, M. A., A. A. Aljubouri, and S. H. Mohammed. "Preparation and characterization of equiatomic NiTi shape memory alloy." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 757. No. 1. IOP Publishing, 2020.
- ⁹⁷ Nam, Tae-Hyun, Jae-Hoon K, Mi-Seon C, Hee-Woo L, Yeon-Wook K, Hee-Joong I, Jeung-Sun A and Tadaoki M 2002 *J. mater. Sci. Lett.* 21, no. 10 799-801.
- ⁹⁸ Liu, Yinong, et al. "Effect of ageing on the transformation behaviour of Ti-49.5 at.% Ni." *Materials Science and Engineering: A* 438 (2006): 617-621.
- ⁹⁹ Chang, Xuyang, Karine Lavernhe-Taillard, and Olivier Hubert. "Stochastic multiscale modeling of the thermomechanical behavior of polycrystalline shape memory alloys." *Mechanics of Materials* 144 (2020): 103361
- ¹⁰⁰ Mohammed, M. A., A. A. Aljubouri, and S. H. Mohammed. "Preparation and characterization of equiatomic NiTi shape memory alloy." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 757. No. 1. IOP Publishing, 2020.
- ¹⁰¹ Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "Thermomechanical aspects of NiTi." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 43.8 (1995): 1243-1281.
- ¹⁰² C. Constant, S. Nichols, É. Wagnac, Y. Petit, A. Desrochers, V. Braňlovski, Biocompatibility and mechanical stability of nitinol as biomaterial for intra-articular prosthetic devices, *Materialia* 9 (2020) 100567, <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100567>.
- ¹⁰³ S. Miyazaki, Y. Kohiyama, K. Otsuka, T.W. Duerig, Effects of several factors on the ductility of the Ti-Ni alloys, *Mater. Sci. Forum* 56-58 (1990) 765-770, <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.56-58.765>.
- ¹⁰⁴ Gotthard R, Lehnert T. Alliages à mémoire de forme. In : *Traité des matériaux n°19 : Matériaux émergents*, Lausanne : Presses polytechniques et universitaires romandes ; 2001 : 81-105
- ¹⁰⁵ Lee, Eun Sang, and Tae Hee Shin. "An evaluation of the machinability of nitinol shape memory alloy by electrochemical polishing." *Journal of mechanical science and technology* 25 (2011): 963-969.
- ¹⁰⁶ DesRoches, Reginald, Jason McCormick, and Michael Delemont. "Cyclic properties of superelastic shape memory alloy wires and bars." *Journal of Structural Engineering* 130.1 (2004): 38-46.
- ¹⁰⁷ Liu, Y., et al. "Some results on the detwinning process in NiTi shape memory alloys." *Scripta Materialia* 41.12 (1999): 1273-1281.
- ¹⁰⁸ Olugbade, T.O.; Lu, J. Literature review on the mechanical properties of materials after surface mechanical attrition treatment (SMAT). *Nano Mater. Sci.* 2020, 2, 3-31.
- ¹⁰⁹ Huang, H.W.; Wang, Z.B.; Lu, J.; Lu, K. Fatigue behaviors of AISI 316L stainless steel with a gradient nanostructured surface layer. *Acta Mater.* 2015, 87, 150-160.
- ¹¹⁰ D.V.T. Nkonta, R. Drevet, O. Aaboubi, J. Fauré, D. Retraint, H. Benhayoune, Influence of the surface mechanical attrition treatment (SMAT) on the corrosion behavior of Co28Cr6Mo alloy in Ringer's solution, *J. Solid State Electrochem.* 22 (2018) 1091-1098.
- ¹¹¹ G. Chen, J. Ren, H. Gao, Y. Cui, X. Chen, Pseudoelastic and corrosion behaviors of Mg ZEK100 alloy under cyclic loading, *Int. J. Fatigue.* 103 (2017) 466-477. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.06.028>.
- ¹¹² D. Spd, V. Segal. Modes and Processes of Severe Plastic Deformation (SPD), *Materials (Basel)*. 11 (2018) 1175. <https://doi.org/10.3390/ma11071175>.
- ¹¹³ Shi X Y, Liu Y, Li D J, Chen B, Zeng X Q, Lu J, Ding W J, Microstructure evolution and mechanical properties of Mg-Gd alloy subjected to surface mechanical attrition treatment, *Mat. Sci. & Eng.* A630 (2015)146-154.
- ¹¹⁴ K. Dai, L. Shaw, "Comparison between shot peening and surface Nano crystallization and hardening processes", *Materials Science and Engineering a* 463 (2007) 46-53.
- ¹¹⁵ Jalal Azadmanjiri et al. Development of Surface Nano-Crystallization in Alloys by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT), *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, (2015), 40:3, 164-181, DOI: [10.1080/10408436.2014.978446](https://doi.org/10.1080/10408436.2014.978446).
- ¹¹⁶ Srivatsan, Tirumalai S., and Kannan Manigandan. "Processing, characteristics and applications of bulk nanostructured metals and alloys." *Current Nanomaterials* 6.2 (2021): 90-105.
- ¹¹⁷ Edalati, Kaveh, et al. "Effect of gradient-structure versus uniform nanostructure on hydrogen storage of Ti-V-Cr alloys: Investigation using ultrasonic SMAT and HPT processes." *Journal of Alloys and Compounds* 737 (2018): 337-346.
- ¹¹⁸ B. Arifvianto, S.M. Mahardika, P. Dewo, P.T. Iswanto, U.A. Salim, Effect of surface mechanical attrition treatment (SMAT) on microhardness, surface roughness and wettability of AISI 316L, *Mater. Chem. Phys.* 125 (2011) 418-426.
- ¹¹⁹ Tony Prézeau et Teddy Muler, Winoa, Emmanuel Dransart (EMTT), Yves Giraud (ECM Technologies). Amélioration par un prétraitement mécanique de NanoPeening des performances des traitements thermochimiques. *Traitements & Matériaux* 412; 2011
- ¹²⁰ Samih, Youssef, et al. "In-depth quantitative analysis of the microstructures produced by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT)." *Materials characterization* 83 (2013): 129-138.
- ¹²¹ Azadmanjiri, Jalal, et al. "Development of surface nano-crystallization in alloys by surface mechanical attrition treatment (SMAT)." *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences* 40.3 (2015): 164-181.
- ¹²² J. Lu, K. Lu, in: Milne, Ritchie, Karihaloo (Eds.), *Surface Nanocrystallization (SNC) of Materials and its Effect on Mechanical Behavior*, Comprehensive Structural Integrity, vol. 8, Elsevier, 2003, pp. 495-528.

- ¹²³ X. Liu, L. Sun, L. Zhu, J. Liu, K. Lu, J. Lu, High-order hierarchical nanotwins with superior strength and ductility, *Acta Mater.* 149 (2018) 397–406.
- ¹²⁴ L. Meng et al. The influence of stacking fault energy on mechanical properties of Cu-Al-Zn alloys processed by surface mechanical attrition treatment, *Mater. Sci. Eng., A* 744 (2019) 235–240.
- ¹²⁵ Guo, Hong-Yan, et al. "Nanocrystalline-grained tungsten prepared by surface mechanical attrition treatment: Microstructure and mechanical properties." *Journal of Nuclear Materials* 480 (2016): 281-288.
- ¹²⁶ M. Wen et al. Dislocation evolution in titanium during surface severe plastic deformation, *Appl. Surf. Sci.* 255 (2009) 6097–6102.
- ¹²⁷ H.W. Zhang, Z.K. Hei, G. Liu, J. Lu, K. Lu, Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment, *Acta Mater.* 51(2003),1871-1881.
- ¹²⁸ Wang, Kai, et al. "Plastic strain-induced grain refinement at the nanometer scale in copper." *Acta materialia* 54.19 (2006): 5281-5291.
- ¹²⁹ Wegener, Thomas, et al. "Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) on Microstructure, Tensile and Low-Cycle Fatigue Behavior of Additively Manufactured Stainless Steel 316L." *Metals* 12.9 (2022): 1425.
- ¹³⁰ Wegener, Thomas, et al. "Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) on Microstructure, Tensile and Low-Cycle Fatigue Behavior of Additively Manufactured Stainless Steel 316L." *Metals* 12.9 (2022): 1425.
- ¹³¹ Hu, Tao, et al. "Surface hardening of NiTi shape memory alloy induced by the nanostructured layer after surface mechanical attrition treatment." *Journal of nanoscience and nanotechnology* 11.12 (2011): 10954-10957.
- ¹³² Hu et al., Surface mechanical attrition treatment induced phase transformation behavior in NiTi shape memory alloy, *J. Alloys Compd.* 482 (2009) 298–301. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.04.004>.
- ¹³³ Hu et al, Microstructural evolution in NiTi alloy subjected to surface mechanical attrition treatment and mechanism, *Intermet*, 19(2011), 1136-1145.
- ¹³⁴ Hu et al, Microstructural evolution in NiTi alloy subjected to surface mechanical attrition treatment and mechanism, *Intermet*, 19(2011), 1136-1145.
- ¹³⁵ Zhang, L., Y. Han, and J. Lu. "Nanocrystallization of zirconium subjected to surface mechanical attrition treatment." *Nanotechnology* 19.16 (2008): 165706.
- ¹³⁶ T. Hu et al. Surface hardening of NiTi shape memory alloy induced by the nanostructured layer after surface mechanical attrition treatment." *Journal of nanoscience and nanotechnology* 11.12 (2011): 10954-10957.
- ¹³⁷ Hu et al, Graded Phase Structure in the surface layer of NiTi alloy processed by surface severe plastic deformation, *Scripta*.
- ¹³⁸ T. Hu et al, Surface mechanical attrition treatment induced phase transformation behavior in NiTi shape memory alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 482(2009), 298-301. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.04.004>.
- ¹³⁹ M.A. Meyers et al. Mechanical properties of nanocrystalline materials, *Prog. Mater. Sci.* 51 (2006) 427e556.
- ¹⁴⁰ K.Y. Yu et al. Zhang, Removal of stacking-fault tetrahedra by twin boundaries in nanotwinned metals, *Nat. Commun.* 4 (2013) 1377.
- ¹⁴¹ N.R. Tao et al. Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening, *Nanostruct. Mater.* 11 (1999) 433–440.
- ¹⁴² X.L. Wu et al. Microstructure and evolution of mechanically-induced ultrafine grain in surface layer of Al-alloy subjected to USSP, *Acta Mater.* 50 (2002) 2075–2084.
- ¹⁴³ G. Liu et al. Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening, *Mater. Sci. Eng., A* 286 (2000) 91–95.
- ¹⁴⁴ L.S. Leon, J. Villegas, J.Y. Huang, S. Chen, Strengthening via deformation twinning in a nickel alloy, *Mater. Sci. Eng., A* 480 (2008) 75–83.
- ¹⁴⁵ L. Huang, J. Lu, M. Troyon, Nanomechanical properties of nanostructured titanium prepared by SMAT, *Surf. Coating Technol.* 201 (2006) 208–213.
- ¹⁴⁷ L. Xu, X. Wu, H. Wang, Influence of surface nano-structured treatment on pack boriding of H13 steel, *J. Mater. Sci. Technol.* 23 (2007) 525–528.
- ¹⁴⁸ K.A. Darling et al. Enhancing grain refinement in polycrystalline materials using surface mechanical attrition treatment at cryogenic temperatures, *Scripta Mater.* 69 (2013) 461.
- ¹⁴⁹ Waltz, Laurent. *Comportement mécanique de structures multicouches obtenues par co-laminage de tôles nanostructurées: essais et simulation*. Diss. Troyes, 2009.
- ¹⁵⁰ Hu, Tao, et al. "Surface hardening of NiTi shape memory alloy induced by the nanostructured layer after surface mechanical attrition treatment." *Journal of nanoscience and nanotechnology* 11.12 (2011): 10954-10957.
- ¹⁵¹ Waltz, Laurent, et al. High strength nanocrystallized multilayered structure obtained by SMAT and co-rolling. *Materials science forum*. Vol. 614. Trans Tech Publications Ltd, 2009.
- ¹⁵² X. Yang et al. Zhu, Influence of gradient structure volume fraction on the mechanical properties of pure copper, *Mater. Sci. Eng., A* 645 (2015) 280–285.
- ¹⁵³ M. Novelli, J.-J. Fundenberger, P. Bocher, T. Grosdidier, On the effectiveness of surface severe plastic deformation by shot peening at cryogenic temperature, *Appl. Surf. Sci.* 389 (2016) 1169–1174.
- ¹⁵⁴ D.A. Hughes, N.Hansen, Microstructure and strength of nickel at large strains, *Acta Mater.* 48 (2000) 2985–3004.

- ¹⁵⁵ J. Lu, Enhanced mechanical behavior of a nanocrystallised stainless steel and its thermal stability, *Mater. Sci. Eng., A* 445–446 (2007) 281–288.
- ¹⁵⁶ Jin, Lei, et al. "The formation mechanisms of surface nanocrystallites in β -type biomedical TiNbZrFe alloy by surface mechanical attrition treatment." *Applied Surface Science* 347 (2015): 553-560.
- ¹⁵⁷ S. Bajda, W. Ratuszek, M. Krzyzanowski, D. Retraint, Inhomogeneity of plastic deformation in austenitic stainless steel after surface mechanical attrition treatment, *Surf. Coating. Technol.* 329 (2017) 202–211
- ¹⁵⁸ T.E. Abioye, T.O. Olugbade, T.I. Ogedengbe, Welding of dissimilar metals using gas metal Arc and laser welding techniques: a review, *J. Emerg. Trends Eng. Appl. Sci.* 8 (2017) 225–228.
- ¹⁵⁹ Y. Eyzat et al. Characterization and Mechanical Properties of As-Built SLM Ti-6Al-4V subjected to surface mechanical post treatment. *Procedia CIRP* 81 (2019) 1225–1229.
- ¹⁶⁰ Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) on Microstructure, Tensile and Low-Cycle Fatigue Behavior of Additively Manufactured Stainless Steel 316L.
- ¹⁶¹ Roland, Thierry, et al. "Enhanced mechanical behavior of a nanocrystallised stainless steel and its thermal stability." *Materials Science and Engineering: A* 445 (2007): 281-288.
- ¹⁶² D. Gallitelli, D. Retraint, E. Rouhaud, Comparison between conventional shot peening (SP) and surface mechanical attrition treatment (SMAT) on a Titanium alloy. *Advanced Materials Research* Vol. 996 (2014) 964-968
- ¹⁶³ LU, Jian. "Traitements de surface mécaniques: Principes." *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques M1190v2* (2006).
- ¹⁶⁴ T. Roland, D. Retraint, K. Lu, J. Lu, Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment, *Scripta Mater.* 54 (2006) 1949–1954.
- ¹⁶⁵ Wang, Yao-Mian, et al. "Determination of mechanical properties of pure zirconium processed by surface severe plastic deformation through nanoindentation." *Rare Metals* 38 (2019): 824-831.
- ¹⁶⁶ Portella, Q et al. Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) post-treatment on microstructural, mechanical and tensile behaviour of additive manufactured AISI 316L. *Mater. Charact.* 2020, 167, 1104
- ¹⁶⁷ L. Xu, X. Wu, H. Wang, Influence of surface nano-structured treatment on pack boriding of H13 steel, *J. Mater. Sci. Technol.* 23 (2007) 525–528.
- ¹⁶⁸ G.H. Farrahi, J.L. Lebrun, D. Courtain, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 18 (1995) 211.
- ¹⁶⁹ K. Dai et L. Shaw. Analysis of fatigue resistance improvements via surface severe plastic deformation, *International Journal of Fatigue*,30 (2008),1398-1408.
- ¹⁷¹ J.Tian et al. A study of the effect of nanostructured surface layers on the fatigue behaviors of a C-2000 superalloy. *Materials Science and Engineering*, 468-470 (2007), 164-170.
- ¹⁷² D. Li, H.N. Chen, H. Xu, The effect of nanostructured surface layer on the fatigue behaviors of a carbon steel, *Appl. Surf. Sci.* 255 (2009) 3811–3816.
- ¹⁷³ Dumoulin I, S., and L. Tabourot. "Experimental data on aluminium single crystals behaviour." (2005).
- ¹⁷⁴ Ryklina, E., et al. "On stress-and strain-temperature behavior of titanium nickelide with various grain/subgrain size." *Materials Letters* 328 (2022): 133135.
- ¹⁷⁵ Chen, Yuchen, et al. "Temperature and microstructure dependence of localized tensile deformation of superelastic NiTi wires." *Materials & Design* 174 (2019): 107797.
- ¹⁷⁶ Marattukalam, Jithin J., et al. "Effect of heat treatment on microstructure, corrosion, and shape memory characteristics of laser deposited NiTi alloy." *Journal of Alloys and Compounds* 744 (2018): 337-346.
- ¹⁷⁷ Cho, Gyu-Bong, et al. "Structural and electrochemical properties of thermal sulfurized Ni–Ti alloy for the integration electrode." *Materials Letters* 60.5 (2006): 643-645.
- ¹⁷⁸ Xu, Bo, et al. "Phase field simulation on the grain size dependent super-elasticity and shape memory effect of nanocrystalline NiTi shape memory alloys." *International Journal of Engineering Science* 156 (2020): 103373.
- ¹⁷⁹ Kus, Krzysztof, and Teodor Breczko. "DSC-investigations of the effect of annealing temperature on the phase transformation behaviour in Ni-Ti shape memory alloy." *Materials Physics and Mechanics* 9.1 (2010): 75-83.
- ¹⁸⁰ Wang, Zhiguo, et al. "Effect of thermomechanical treatment on the two-way shape memory effect of NiTi alloy spring." *Materials Letters* 54.1 (2002): 55-61.
- ¹⁸¹ Uchil, Jayagopal. "Shape memory alloys—characterization techniques." *Pramana* 58 (2002): 1131-1139.
- ¹⁸² Tang, W., et al. "Experimental investigation and thermodynamic calculation of the Ti-Ni-Cu shape memory alloys." *Metallurgical and materials transactions A* 31 (2000): 2423-2430.
- ¹⁸³ Mohammed, M. A., A. A. Aljubouri, and S. H. Mohammed. "Preparation and characterization of equiatomic NiTi shape memory alloy." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Vol. 757. No. 1. IOP Publishing, 2020.
- ¹⁸⁴ Frick, Carl P., et al. "Thermal processing of polycrystalline NiTi shape memory alloys." *Materials Science and Engineering: A* 405.1-2 (2005): 34-49.

- ¹⁸⁵ Adelfar, Masoumeh, et al. "Evaluating superelastic and shape memory effects using the photostress technique." *Materials Today Communications* 24 (2020): 101156.
- ¹⁸⁶ Assawakawintip, Thanate, et al. "The Effects of Temperature and Time of Heat Treatment on Thermo-Mechanical Properties of Custom-Made NiTi Orthodontic Closed Coil Springs." *Materials* 15.9 (2022): 3121.
- ¹⁸⁷ Nayan, Niraj, et al. "Vacuum induction melting of NiTi shape memory alloys in graphite crucible." *Materials Science and Engineering: A* 465.1-2 (2007): 44-48.
- ¹⁸⁸ Abel, Eric, et al. "Issues concerning the measurement of transformation temperatures of NiTi alloys." *Smart materials and structures* 13.5 (2004): 1110.
- ¹⁸⁹ Lei, Xu, Wang Rui, and Liu Yong. "The optimization of annealing and cold-drawing in the manufacture of the Ni-Ti shape memory alloy ultra-thin wire." *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 55 (2011): 905-910.
- ¹⁹⁰ Xu, Lei, and Rui Wang. "The effect of annealing and cold-drawing on the super-elasticity of the Ni-Ti shape memory alloy wire." *Modern Applied Science* 4.12 (2010): 109.
- ¹⁹¹ Nam, Tae Hyun, et al. "Effect of alloy compositions on the R phase transformation in Ti-Ni alloy ribbons fabricated by rapid solidification." *Journal of materials science letters* 21.10 (2002): 799-801.
- ¹⁹² Fan, Genlian, et al. "Origin of abnormal multi-stage martensitic transformation behavior in aged Ni-rich Ti-Ni shape memory alloys." *Acta Materialia* 52.14 (2004): 4351-4362.
- ¹⁹³ Wang, X. B., Bert Verlinden, and Jan Van Humbeeck. "R-phase transformation in NiTi alloys." *Materials Science and Technology* 30.13 (2014): 1517-1529.
- ¹⁹⁴ Wang, X. B., Bert Verlinden, and Jan Van Humbeeck. "R-phase transformation in NiTi alloys." *Materials Science and Technology* 30.13 (2014): 1517-1529.
- ¹⁹⁵ Wang, X. B., Bert Verlinden, and Jan Van Humbeeck. "R-phase transformation in NiTi alloys." *Materials Science and Technology* 30.13 (2014): 1517-1529.
- ¹⁹⁶ Miyazaki, S., and K. Otsuka. "Deformation and transition behavior associated with the R-phase in Ti-Ni alloys." *Metallurgical Transactions A* 17 (1986): 53-63.
- ¹⁹⁷ Srivastava, Arvind K., Dominique Schryvers, and Jan Van Humbeeck. "Grain growth and precipitation in an annealed cold-rolled Ni50. 2Ti49. 8 alloy." *Intermetallics* 15.12 (2007): 1538-1547.
- ¹⁹⁸ Park, Su Ho, et al. "Effect of proportional control treatment on transformation behavior of Ti-50.9 at.% Ni shape memory alloys." *Journal of Alloys and Compounds* 577 (2013): S168-S174.
- ¹⁹⁹ Todoroki, Tsunehiko, and Hirokazu Tamura. "Effect of heat treatment after cold working on the phase transformation in TiNi alloy." *Transactions of the Japan institute of metals* 28.2 (1987): 83-94.
- ²⁰⁰ Canbay, Canan Aksu, Oktay Karaduman, and İskender Özkul. "Lagging temperature problem in DTA/DSC measurement on investigation of NiTi SMA." *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 31 (2020): 13284-13291.
- ²⁰¹ Huang, Xu, and Yong Liu. "Effect of annealing on the transformation behavior and superelasticity of NiTi shape memory alloy." *Scripta Materialia* 45.2 (2001): 153-160.
- ²⁰² Mahmud, Abdus Samad, et al. "Effect of annealing on deformation-induced martensite stabilisation of NiTi." *Intermetallics* 16.2 (2008): 209-214.
- ²⁰³ Wang, Xie Bin, et al. "Effect of annealing on the transformation behavior and mechanical properties of two nanostructured Ti-50.8 at.% Ni thin wires produced by different methods." *Materials Science Forum*. Vol. 738. Trans Tech Publications Ltd, 2013.
- ²⁰⁴ Nakayama, H., K. Tsuchiya, and M. Umemoto. "Crystal refinement and amorphisation by cold rolling in TiNi shape memory alloys." *Scripta Materialia* 44.8-9 (2001): 1781-1785.
- ²⁰⁵ Lei, Xu, Wang Rui, and Liu Yong. "The optimization of annealing and cold-drawing in the manufacture of the Ni-Ti shape memory alloy ultra-thin wire." *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 55 (2011): 905-910.
- ²⁰⁶ Todoroki, Tsunehiko, and Hirokazu Tamura. "Effect of heat treatment after cold working on the phase transformation in TiNi alloy." *Transactions of the Japan institute of metals* 28.2 (1987): 83-94.
- ²⁰⁷ Huang, Xu, and Yong Liu. "Effect of annealing on the transformation behavior and superelasticity of NiTi shape memory alloy." *Scripta Materialia* 45.2 (2001): 153-160.
- ²⁰⁸ Kim, J. I., Yinong Liu, and S. Miyazaki. "Ageing-induced two-stage R-phase transformation in Ti-50.9 at.% Ni." *Acta Materialia* 52.2 (2004): 487-499.

- ²⁰⁹ Zhou, Yumei, et al. "Origin of 2-stage R-phase transformation in low-temperature aged Ni-rich Ti–Ni alloys." *Acta materialia* 53.20 (2005): 5365-5377.
- ²¹⁰ Wagner, MF-X., et al. "Effect of low-temperature precipitation on the transformation characteristics of Ni-rich NiTi shape memory alloys during thermal cycling." *Intermetallics* 18.6 (2010): 1172-1179.
- ²¹¹ Chrobak, D., and D. Stróż. "Two-stage R phase transformation in a cold-rolled and annealed Ti–50.6 at.% Ni alloy." *Scripta Materialia* 52.8 (2005): 757-760. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.12.010>.
- ²¹² Duerig, T. W., and K. Bhattacharya. "The influence of the R-phase on the superelastic behavior of NiTi." *Shape Memory and Superelasticity* 1 (2015): 153-161. <https://doi.org/10.1007/s40830-015-0013-4>.
- ²¹³ Otsuka, Kazuhiro, and Xiabing Ren. "Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys." *Progress in materials science* 50.5 (2005): 511-678.
- ²¹⁴ Šittner, P., et al. "Tensile Deformation of B19' Martensite in Nanocrystalline NiTi Wires." *Shape Memory and Superelasticity* 9.1 (2023): 11-34.
- ²¹⁵ Liu, Yong, et al. "Asymmetry of stress–strain curves under tension and compression for NiTi shape memory alloys." *Acta materialia* 46.12 (1998): 4325-4338.
- ²¹⁶ <https://mea.edu.umontpellier.fr/ebsd/camscan-crystalprobe-x500fe/>.
- ²¹⁷ B. Beausir et J. Funderberger, Analysis Tools for Electron and X-ray Diffraction. ATEX-Software, <https://www.atex-software.eu>, Université de Lorraine-Metz (2017)
- ²¹⁸ Sutton, Michael A., et al. "Determination of displacements using an improved digital correlation method." *Image and vision computing* 1.3 (1983): 133-139.
- ²¹⁹ Sutton, Michael A., et al. "Scanning electron microscopy for quantitative small and large deformation measurements part I: SEM imaging at magnifications from 200 to 10,000." *Experimental mechanics* 47 (2007): 775-787.
- ²²⁰ Grégoire, David, et al. "In-situ AFM experiments with discontinuous DIC applied to damage identification in biomaterials." *Experimental mechanics* 51 (2011): 591-607.
- ²²¹ Xu, Zhi-Hui, et al. "Influence of scanning rotation on nanoscale artificial strain in open-loop atomic force microscopy." *Experimental mechanics* 51 (2011): 619-624.
- ²²² Shen, B., and G. H. Paulino. "Direct extraction of cohesive fracture properties from digital image correlation: a hybrid inverse technique." *Experimental Mechanics* 51 (2011): 143-163.
- ²²³ Chen, Fanxiu, et al. "Full-field 3D measurement using multi-camera digital image correlation system." *Optics and Lasers in Engineering* 51.9 (2013): 1044-1052.
- ²²⁴ Reu, P. L. "A study of the influence of calibration uncertainty on the global uncertainty for digital image correlation using a Monte Carlo approach." *Experimental mechanics* 53 (2013): 1661-1680.
- ²²⁵ Adam, J., et al. "Quantitative 3D strain analysis in analogue experiments simulating tectonic deformation: Integration of X-ray computed tomography and digital volume correlation techniques." *Journal of Structural Geology* 55 (2013): 127-149.
- ²²⁶ García-Ibáñez, Maribel I., et al. "Gaining insights into the seawater carbonate system using discrete fCO₂ measurements." *Marine Chemistry* 245 (2022): 104150.
- ²²⁷ Forquin, Pascal, et al. "A method to determine the macroscopic toughness scatter of brittle materials." *International Journal of Fracture* 125 (2004): 171-187.
- ²²⁸ Dupré, Jean-Christophe, et al. "Digital image correlation: displacement accuracy estimation." *EPJ web of conferences*. Vol. 6. EDP Sciences, 2010.
- ²²⁹ Wattrisse, Bertrand, et al. "Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation." *Experimental mechanics* 41 (2001): 29-39.
- ²³⁰ Sutton, M. A., et al. "Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis." *Image and Vision Computing* 4.3 (1986): 143-150.
- ²³¹ Wattrisse, Bertrand. *Etude cinématique des phénomènes de localisation dans des aciers par intercorrélation d'image*. Diss. Montpellier 2, 1999.
- ²³² Wattrisse, Bertrand, et al. "Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation." *Experimental mechanics* 41 (2001): 29-39.
- ²³³ Wattrisse, Bertrand, et al. "Kinematic manifestations of localisation phenomena in steels by digital image correlation." *European Journal of Mechanics-A/Solids* 20.2 (2001): 189-211.
- ²³⁴ Pan, Bing, et al. "Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review." *Measurement science and technology* 20.6 (2009): 062001.

- ²³⁵Hild, François, and Stéphane Roux. "Digital image correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties—a review." *Strain* 42.2 (2006): 69-80.
- ²³⁶Grediac, Michel, Frédéric Sur, and Benoît Blaysat. "The Grid Method for In-plane Displacement and Strain Measurement: A Review and Analysis." *Strain* 52.3 (2016): 205-243.
- ²³⁷Badulescu, C., et al. "Applying the grid method and infrared thermography to investigate plastic deformation in aluminium multicrystal." *Mechanics of Materials* 43.1 (2011): 36-53.
- ²³⁸Tong, Wei. "An evaluation of digital image correlation criteria for strain mapping applications." *Strain* 41.4 (2005): 167-175.
- ²³⁹Hild, François, and Stéphane Roux. "Comparison of local and global approaches to digital image correlation." *Experimental mechanics* 52.9 (2012): 1503-1519.
- ²⁴⁰Xu, Xiaohai, Yong Su, and Qingchuan Zhang. "Theoretical estimation of systematic errors in local deformation measurements using digital image correlation." *Optics and Lasers in Engineering* 88 (2017): 265-279.
- ²⁴¹Wang, Bo, and Bing Pan. "Subset-based local vs. finite element-based global digital image correlation: A comparison study." *Theoretical and Applied Mechanics Letters* 6.5 (2016): 200-208.
- ²⁴²Rodríguez-Jiménez, Silvia, et al. "Analysis of Block Matching Algorithms for the application of image mosaicing to online surface inspection of steel products." *2010 IEEE International Conference on Imaging Systems and Techniques*. IEEE, 2010.
- ²⁴³Peng, Bei, et al. "Modified correlation criterion for digital image correlation considering the effect of lighting variations in deformation measurements." *Optical Engineering* 51.1 (2012): 017004-017004.
- ²⁴⁴Black, Michael J., and Allan D. Jepson. "Eigentracking: Robust matching and tracking of articulated objects using a view-based representation." *International Journal of Computer Vision* 26 (1998): 63-84.
- ²⁴⁵Konik, Hubert, Vincent Lozano, and Bernard Laget. "Color pyramids for image processing." *Journal of imaging science and technology* 40.6 (1996): 535-542.
- ²⁴⁶Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation B. Wattrisse, A. Chrysochoos, J.-M. Muracciole et M. Némoz-Gaillard, *Exp. Mech.*, Vol. 41, n° 1, pp. 29-39, 2001.
- ²⁴⁷Pajani, Dominique. *Thermographie*. Ed. Techniques Ingénieur, 2001.
- ²⁴⁸Chrysochoos, André. *Dissipation et blocage d'énergie lors d'un écrouissage en traction simple*. Diss. Montpellier 2, 1987.
- ²⁴⁹Louche, Hervé. *Analyse par thermographie infrarouge des effets dissipatifs de la localisation dans des aciers*. Diss. Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 1999.
- ²⁵⁰Honorat, Vincent. *Analyse thermomécanique par mesure de champs des élastomères*. Diss. Montpellier 2, 2006.
- ²⁵¹Berthel, Bruno. *Mesures thermographiques de champs de dissipation accompagnant la fatigue à grand nombre de cycles des aciers*. Diss. Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2007.
- ²⁵²Batsale, Jean-Christophe, et al. "Analyse thermographique du comportement des matériaux." (2011): 467-496.
- ²⁵³Sánchez-Arévalo, F. M., and G. Pulos. "Use of digital image correlation to determine the mechanical behavior of materials." *Materials characterization* 59.11 (2008): 1572-1579.
- ²⁵⁴Berfield, T. A., et al. "Micro-and nanoscale deformation measurement of surface and internal planes via digital image correlation." *Experimental Mechanics* 47 (2007): 51-62.
- ²⁵⁵Sánchez-Arévalo, F. M., et al. "Use of digital speckle pattern correlation for strain measurements in a CuAlBe shape memory alloy." *Materials Characterization* 60.8 (2009): 775-782.
- ²⁵⁶Scrivens, W. A., et al. "Development of patterns for digital image correlation measurements at reduced length scales." *Experimental Mechanics* 47 (2007): 63-77.
- ²⁵⁷Merzouki, Tarek, et al. "Coupling between measured kinematic fields and multicrystal SMA finite element calculations." *Mechanics of Materials* 42.1 (2010): 72-95.
- ²⁵⁸Lackmann, J., et al. "High-resolution in-situ characterization of the surface evolution of a polycrystalline NiTi SMA-alloy under pseudoelastic deformation." *Materials Characterization* 62.3 (2011): 298-303.
- ²⁵⁹Louche, Hervé. *Analyse par thermographie infrarouge des effets dissipatifs de la localisation dans des aciers*. Diss. Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 1999.
- ²⁶⁰Chrysochoos, André, and Hervé Louche. "Analyse thermographique des mécanismes de localisation dans des aciers doux." *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences-Series IIB-Mechanics-Physics-Chemistry-Astronomy* 326.6 (1998): 345-352.

- ²⁶¹Wattrisse, Bertrand, Jean-Michel Muracciole, and André Chrysochoos. "Mécanismes dissipatifs liés à la propagation de lèvres de striction dans un polymère semi-cristallin." *Mécanique & industries* 4.6 (2003): 667-671.
- ²⁶²Louche, Herve, and Laurent Tabourot. "Experimental energetic balance associated to the deformation of an aluminum multicrystal and monocrystal sheet." *Materials Science Forum*. Vol. 467. Trans Tech Publications Ltd, 2004.
- ²⁶³Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "Thermomechanical aspects of NiTi." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 43.8 (1995): 1243-1281.
- ²⁶⁴Schlosser, Pauline, et al. "Image processing to estimate the heat sources related to phase transformations during tensile tests of NiTi tubes." *Strain* 43.3 (2007): 260-271.
- ²⁶⁵Favier, Denis, et al. "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* 55.16 (2007): 5310-5322.
- ²⁶⁶Heller, L., et al. "Beyond the strain recoverability of martensitic transformation in NiTi." *International Journal of Plasticity* 116 (2019): 232-264.
- ²⁶⁷Miyazaki, S., et al. "Lüders-like deformation observed in the transformation pseudoelasticity of a Ti–Ni alloy." *Scripta Metallurgica* 15.8 (1981): 853-856.
- ²⁶⁸Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy." *Acta materialia* 45.2 (1997): 683-700.
- ²⁶⁹ Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "Thermomechanical aspects of NiTi." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 43.8 (1995): 1243-1281.
- ²⁷⁰ Wang, Xinmei, Baoxing Xu, and Zhufeng Yue. "Phase transformation behavior of pseudoelastic NiTi shape memory alloys under large strain." *Journal of Alloys and Compounds* 463.1-2 (2008): 417-422.
- ²⁷¹ Chrysochoos, André, et al. "Use of full-field digital image correlation and infrared thermography measurements for the thermomechanical analysis of material behaviour." *Strain* 46.1 (2010): 117-130.
- ²⁷² Chen, Xiaowen, et al. "Clustering analysis of grid nanoindentation data for cementitious materials." *Journal of Materials Science* 56 (2021): 12238-12255.
- ²⁷³ Reddy, B. Naveen Kumar, and N. K. Udayashankar. "The effect of annealing temperature on the structural, morphological, mechanical and surface properties of intermetallic NiTi alloy thin films." *Surfaces and Interfaces* 5 (2016): 62-71.
- ²⁷⁴ M. H. L. Chai, W. D. Nix, "On the origins of the shape memory effect in NiTi alloys," *Acta Metallurgica et Materialia*, Volume 41, Issue 5, May 1993, Pages 1285-1294.
- ²⁷⁵ Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "Thermomechanical aspects of NiTi." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 43.8 (1995): 1243-1281.
- ²⁷⁶ Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "Thermomechanical aspects of NiTi." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 43.8 (1995): 1243-1281.
- ²⁷⁷ Khachin VN, Gyunter VE, Sivokha VP, Savvinov AS. Proc Int Conf on Martensitic Transformation (ICOMAT-79), Cambridge, MA, 1979. p. 474.
- ²⁷⁸ Khachin VN, Paskal YI, Gunter VE, Monasevich AA, Sivokha VP. *Phys Met Metallogr* 1978;46:49.
- ²⁷⁹ Ng, K. L., and Q. P. Sun. "Stress-induced phase transformation and detwinning in NiTi polycrystalline shape memory alloy tubes." *Mechanics of materials* 38.1-2 (2006): 41-56.
- ²⁸⁰Miyazaki, S., and K. Otsuka. "Deformation and transition behavior associated with the R-phase in Ti-Ni alloys." *Metallurgical Transactions A* 17 (1986): 53-63.
- ²⁸¹ Wang, X. B., Bert Verlinden, and Jan Van Humbeeck. "R-phase transformation in NiTi alloys." *Materials Science and Technology* 30.13 (2014): 1517-1529.
- ²⁸² Brinson C, Schmidt I, Lammering R (2004) Stress-induced transformation behavior of a polycrystalline NiTi shape memory alloy: micro and macromechanical investigations via in situ optical microscopy. *J Mech Phys Solid* 52:1549–1571.
- ²⁸³ Daly S, Ravichandran G, Bhattacharya K (2007) Stress-induced martensitic phase transformation in thin sheets of nitinol. *Acta Materialia* 55:3593–3600
- ²⁸⁴ Pieczyska E, Gadaj W, Nowacki SP, Tobushi H (2004) Investigation of nucleation and propagation of phase transitions in NiTi SMA. *QIRT J* 1:117–128
- ²⁸⁵ Miyazaki S, Imai Y, Otsuka K, Suzuki Y (1981) Lüders-like deformation observed in the transformation pseudoelasticity of a TiNi alloy. *Scripta Metallurgica* 15:853–856.
- ²⁸⁶ Gall, Ken, et al. "Tension–compression asymmetry of the stress–strain response in aged single crystal and polycrystalline NiTi." *Acta Materialia* 47.4 (1999): 1203-1217.
- ²⁸⁷ Favier D, Liu Y, Orge'as L, Rio G. In: Sun QP, editor. *Solid mechanics and its applications*, vol. 101. New York: Kluwer Academic Publishers; 2001. p. 205–12.

- ²⁸⁸ Vigneron, Silvère. *Analyse thermomécanique multiechelle de la transformation de phase dans les alliages à mémoire de forme*. Diss. Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2009.
- ²⁸⁹ Vigneron, Silvère. *Analyse thermomécanique multiechelle de la transformation de phase dans les alliages à mémoire de forme*. Diss. Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2009.
- ²⁹⁰ Uchil, J., et al. "Thermal expansion in various phases of Nitinol using TMA." *Physica B: Condensed Matter* 270.3-4 (1999): 289-297.
- ²⁹¹ Jury, A., et al. "Reconstruction of heat sources induced in superelastically loaded Ni-Ti wire by localized deformation processes." *Experimental Mechanics* 61 (2021): 349-366.
- ²⁹² Ng, K. L., and Q. P. Sun. "Stress-induced phase transformation and detwinning in NiTi polycrystalline shape memory alloy tubes." *Mechanics of materials* 38.1-2 (2006): 41-56.
- ²⁹³ Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "Thermomechanical aspects of NiTi." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 43.8 (1995): 1243-1281.
- ²⁹⁴ Miyazaki, S., et al. "Lüders-like deformation observed in the transformation pseudoelasticity of a Ti-Ni alloy." *Scripta Metallurgica* 15.8 (1981): 853-856.
- ²⁹⁵ Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy." *Acta materialia* 45.2 (1997): 683-700.
- ²⁹⁶ Brinson C, Schmidt I, Lammering R (2004) Stress-induced transformation behavior of a polycrystalline NiTi shape memory alloy: micro and macromechanical investigations via in situ optical microscopy. *J Mech Phys Solid* 52:1549–1571.
- ²⁹⁷ Daly S, Ravichandran G, Bhattacharya K (2007) Stress-induced martensitic phase transformation in thin sheets of nitinol. *Acta Materialia* 55:3593–3600
- ²⁹⁸ Pieczyska E, Gadaj W, Nowacki SP, Tobushi H (2004) Investigation of nucleation and propagation of phase transitions in NiTi SMA. *QIRT J* 1:117–128
- ²⁹⁹ Miyazaki S, Imai Y, Otsuka K, Suzuki Y (1981) Lüders-like deformation observed in the transformation pseudoelasticity of a TiNi alloy. *Scripta Metallurgica* 15:853–856.
- ³⁰⁰ Ng, K. L., and Q. P. Sun. "Stress-induced phase transformation and detwinning in NiTi polycrystalline shape memory alloy tubes." *Mechanics of materials* 38.1-2 (2006): 41-56.
- ³⁰¹ Liu, Yinong, and Hong Xiang. "Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi." *Journal of alloys and compounds* 270.1-2 (1998): 154-159.
- ³⁰² Liu, Yinong, and Hong Xiang. "Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi." *Journal of alloys and compounds* 270.1-2 (1998): 154-159.
- ³⁰³ Sittner, P., et al. "Stress-Strain-Temperature Behavior Due to B 2-R-B 19' Transformation in NiTi Polycrystals." (2006): 268-278.
- ³⁰⁴ Tan, L., and W. C. Crone. "Surface characterization of NiTi modified by plasma source ion implantation." *Acta Materialia* 50.18 (2002): 4449-4460.
- ³⁰⁵ Reddy, B. Naveen Kumar, and N. K. Udayashankar. "The effect of annealing temperature on the structural, morphological, mechanical and surface properties of intermetallic NiTi alloy thin films." *Surfaces and Interfaces* 5 (2016): 62-71.
- ³⁰⁶ Behera, Ajit, et al. "Processing and characterization of magnetron sputtered Ni/Ti thin film and their annealing behaviour to induce shape memory effect." *Materials Today: Proceedings* 2.4-5 (2015): 1183-1192.
- ³⁰⁷ Waltz, Laurent, et al. High strength nanocrystallized multilayered structure obtained by SMAT and co-rolling. Materials science forum. Vol. 614. Trans Tech Publications Ltd, 2009.
- ³⁰⁸ Olugbade, Temitope Olumide, and Jian Lu. "Literature review on the mechanical properties of materials after surface mechanical attrition treatment (SMAT)." *Nano Materials Science* 2.1 (2020): 3-31.
- ³⁰⁹ Hu, Tao, et al. "Surface hardening of NiTi shape memory alloy induced by the nanostructured layer after surface mechanical attrition treatment." *Journal of nanoscience and nanotechnology* 11.12 (2011): 10954-10957.
- ³¹⁰ E. Weynant. Développement industriel des alliages à mémoire de forme Technologie des alliages à mémoire de forme. Coordonateurs: E. Patoor et M. Berveiller, Paris Hermès, 10(1994). 224-265.
- ³¹¹ Zhou, N., et al. "Effect of Ni₄Ti₃ precipitation on martensitic transformation in Ti-Ni." *Acta Materialia* 58.20 (2010): 6685-6694.
- ³¹² Holec, D. A. V. I. D. *On the precipitation in NiTi based shape memory alloys*. Diss. Diploma thesis, Masaryk University, Brno, 2005.
- ³¹³ Xiao, Fei, et al. "Orientation dependence of elastocaloric effect in an aged Ni-rich Ti-Ni alloy." *Scripta Materialia* 168 (2019): 86-90.
- ³¹⁴ Pourbabak, Saeid. *Influence of nano and microstructural features and defects in finegrained NiTi on the thermal and mechanical reversibility of the martensitic transformation*. Diss. University of Antwerp, 2020.
- ³¹⁵ Mueller, M. H., and H. W. Knott. "The crystal structures of Ti₂Cu, Ti₂Ni, Ti₄Ni₂O, and Ti₄Cu₂O." *Transactions of American Institute of Metallurgical Engineers* 227.ANL-FGF-396 (1963).
- ³¹⁶ Behera, Ajit. *Synthesis and Characterization of Nanostructured Multilayered Ni-Ti Shape Memory Alloys Thin Film*. Diss. Indian Institute of Technology, Kharagpur, 2012.

- ³¹⁷ Aydoğmuş, Tarık. "Processing and characterization of porous titanium nickel shape memory alloys." (2010).
- ³¹⁸ Hara, Toru, et al. "Phase transformation and crystal structures of Ti₂Ni₃ precipitates in ti–ni alloys." *Materials Transactions, JIM* 38.4 (1997): 277-284.
- ³¹⁹ Hara, Toru, et al. "Phase transformation and crystal structures of Ti₂Ni₃ precipitates in ti–ni alloys." *Materials Transactions, JIM* 38.4 (1997): 277-284.
- ³²⁰ Shaw, John A., and Stelios Kyriakides. "Thermomechanical aspects of NiTi." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 43.8 (1995): 1243-1281.