



**HAL**  
open science

# Multiscales analysis of stress induced martensitic transformation in the shape memory alloys: microstructure-stresses correlation

Belkhiri Kaouache

► **To cite this version:**

Belkhiri Kaouache. Multiscales analysis of stress induced martensitic transformation in the shape memory alloys: microstructure-stresses correlation. Engineering Sciences [physics]. Arts et Métiers ParisTech, 2006. English. NNT : 2006ENAM0034 . pastel-00002209

**HAL Id: pastel-00002209**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00002209>**

Submitted on 9 Mar 2007

**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.



Ecole doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

# THÈSE

pour obtenir le grade de

## Docteur

de

# **l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

Spécialité "Mécanique et Matériaux"

*présentée et soutenue publiquement  
par*

**Belkhiri KAOUACHE**

Le 09 novembre 2006

ANALYSE MULTIECHELLES DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE  
INDUITE PAR CONTRAINTE DANS LES ALLIAGES A MEMOIRE DE FORME.  
CORRELATION CONTRAINTES-MICROSTRUCTURE

*Directeur de thèse : Etienne PATOOR*

*Codirecteur(s) de thèse : Sophie BERVEILLER  
Karim INAL*

Jury :

**M<sup>me</sup>. Elisabeth GAUTIER**, Directeur de Recherche, LSG2M, ENSM, Nancy ..... Président  
**M. Christian LEXCELLENT**, Professeur, LMARC, Université Franche-Comté,  
Besançon ..... Rapporteur  
**M. Manuel FRANCOIS**, Professeur, LASMIS UTT - Troyes..... Rapporteur  
**M. Etienne PATOOR**, Professeur, LPMM ENSAM, Metz ..... Examineur  
**M<sup>me</sup>. Sophie BERVEILLER**, Maître de Conférences, LPMM ENSAM, Metz ..... Examineur  
**M. Karim INAL**, Maître de Conférences - HDR, MécaSurf ENSAM, Aix en  
Provence ..... Examineur  
**M. André EBERHARDT**, Professeur, LPMM Université Paul Verlaine - Metz..... Invité

**Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux**  
ENSAM, CER de Metz



## Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (LPMM) à l'Ecole d'Arts et Métiers (ENSAM) de Metz.

Je tiens tout d'abord à remercier le Professeur Etienne Patoor pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et encadré dans cette thèse. Son savoir, son amabilité, sa bonne humeur et la confiance qu'il m'a témoignée m'ont permis de mener à terme ce travail.

Je remercie aussi Madame Sophie Berveiller et Monsieur Karim Inal d'avoir co-encadré ce travail.

Je remercie également le Professeur Manuel François et le Professeur Christian LExcellent pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de ce travail, ainsi que Madame Elisabeth Gautier pour sa participation au jury.

Je tiens également à remercier le Professeur André Eberhardt pour l'aide et les conseils qu'il m'a octroyés ainsi que pour sa participation au jury.

J'exprime enfin toute ma reconnaissance à l'ensemble du personnel du LPMM et de l'ENSAM de Metz pour leur accueil, leur amitié et pour l'aide qu'ils m'ont apportée. Merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de ma thèse.





# Sommaire

« Analyse multiéchelles de la transformation martensitique induite par contrainte dans les alliages à mémoire de forme. Corrélation contraintes-microstructure »

<b>Introduction Générale</b> .....	001
<b>Chapitre I. Etude bibliographique</b> .....	004
<b>Introduction</b> .....	004
<b>I-1 La transformation martensitique</b> .....	005
I-1.1 Aspect cristallographique de la transformation.....	005
I-1.2 Aspect thermodynamique de la transformation.....	007
I-1.3 Le comportement thermomécanique des AMF.....	008
I-1.3.1 Effet superélastique.....	019
I-1.3.2 Effet mémoire simple sens.....	011
I-1.3.3 Effet mémoire double sens.....	012
I-1.3.4 Effet caoutchoutique.....	012
<b>I-2 Les applications industrielles des AMF</b> .....	012
<b>I-3 Les AMF à base de cuivre</b> .....	015
I-3.1 Caractéristiques des AMF Cu-Al-Be.....	017
I-3.2 Comportement des interfaces dans les AMF à base de cuivre.....	019
<b>I-4 Comportement au cyclage de l'AMF Cu-Al-Be</b> .....	021
I-4.1 Comportement du monocristal.....	022
I-4.2 Comportement du polycristal.....	025
<b>I-5 Mesure des déformations et analyse de contraintes dans les AMF</b> .....	025
<b>I-6 Modélisation du comportement des AMF</b> .....	030
I-6.1 Modèle autocohérent (micro/macro).....	031
I-6.2 Modèle éléments finis.....	034
<b>I-7 Conclusion</b> .....	036
<b>Bibliographie</b> .....	037

<b>Chapitre II. Méthodologie et matériau</b> .....	042
<b>Introduction</b> .....	042
<b>II-1 Techniques expérimentales</b> .....	043
II-1.1 Calorimétrie différentielle à balayage.....	043
II-1.2 Orientation cristallographique par EBSD.....	045
II-1.3 Essais de traction in-situ.....	046
II-1.4 Analyse de contraintes par diffraction des rayons X.....	047
<b>II-2 Méthode d'analyse des <math>\sin^2\psi</math></b> .....	050
<b>II-3 Méthode d'analyse monocristalline</b> .....	052
II-3.1 Description de la méthode.....	053
II-3.2 Exemple d'analyse.....	056
<b>II-4 Matériau étudié</b> .....	059
II-4.1 L'AMF Cu-Al-Be polycristallin.....	059
II-4.1.1 <i>Choix du matériau</i> .....	059
II-4.1.2 <i>Eprouvette à gros grains</i> .....	060
II-4.1.3 <i>Eprouvette à grains fins</i> .....	062
II-4.2 L'AMF Cu-Al-Be monocristallin.....	065
<b>II-5 Description des essais réalisés</b> .....	065
<b>II-6 Conclusion</b> .....	067
<b>Bibliographie</b> .....	068

## **Chapitre III. Observation *in-situ* de la transformation martensitique**

<b>induite par contrainte</b> .....	070
<b>Introduction</b> .....	070
<b>III-1 Comportement du Cu-Al-Be monocristallin</b> .....	071
III-1.1 Orientation des monocristaux et indexation des variantes activées.....	071
III-1.1.1 <i>Orientation des monocristaux par DRX</i> .....	071
III-1.1.2 <i>Calcul du facteur de Schmid</i> .....	071
III-1.1.3 <i>Indexation des variantes de martensite activées</i> .....	074
III-1.2 Comportement macroscopique du monocristal.....	075
III-1.3 Evolution microstructurale du monocristal.....	076
<b>III-2 Comportement du polycristal à gros grains</b> .....	080
III-2.1 Comportement macroscopique.....	080
III-2.2 Orientation des grains analysés.....	082

III-2.3 Evolution microstructurale.....	084
III-2.3.1 Epreuve P1.....	084
III-2.3.2 Epreuve P2.....	090
III-2.3.3 Epreuve P3.....	092
<b>III-3 Comportement du polycristal à grains fins.....</b>	<b>116</b>
III-3.1 Comportement macroscopique.....	116
III-3.2 Evolution microstructurale.....	117
<b>III-4 Conclusion.....</b>	<b>120</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>122</b>
<b>Chapitre IV. Analyse multi-échelles de contraintes (<i>in-situ</i>) .....</b>	<b>123</b>
<b>Introduction.....</b>	<b>123</b>
<b>IV-1 Analyse de contraintes dans le monocristal.....</b>	<b>124</b>
IV-1.1 Monocristal M1.....	124
IV-1.2 Monocristal M2.....	126
IV-1.3 Conclusion.....	128
<b>IV-2 Analyse de contraintes dans le polycristal à gros grains.....</b>	<b>128</b>
IV-2.1 Etude de l'influence des paramètres expérimentaux.....	128
IV-2.1.1 Maintien des éprouvettes par les mors de la machine de traction.....	128
IV-2.1.2 Changement d'orientation des grains au cours de la transformation.....	129
IV-2.1.3 Nombre de pics de diffraction exploités.....	130
IV-2.2 Calcul du paramètre de maille du matériau non contraint et critique de l'hypothèse ( $\sigma_{33}=0$ ) .....	132
IV-2.3 Contraintes intergranulaires.....	135
IV-2.4 Contraintes intragranulaires.....	141
<b>IV-3 Analyse de contraintes dans le polycristal à grains fins.....</b>	<b>143</b>
<b>IV-4 Interprétation des résultats et discussion.....</b>	<b>147</b>
IV-4.1 Superélasticité du Cu-Al-Be.....	147
IV-4.2 Critère de sélection des variantes.....	148
IV-4.2.1 Evolution des cissions résolues dans les éprouvettes monocristallines.....	149
IV-4.2.2 Evolution des cissions résolues dans les éprouvettes polycristallines.....	150
IV-4.3 Relation contrainte-microstructure.....	153
IV-4.4 Comparaison expérience-simulation.....	156
IV-4.4.1 Comparaison avec le modèle éléments finis.....	157
IV-4.4.2 Comparaison avec le modèle auto-cohérent.....	161

<b>IV-5 Conclusion</b> .....	165
<b>Bibliographie</b> .....	167
<b>Chapitre V. Analyse de contrainte au cours du cyclage du Cu-Al-Be</b> .....	170
<b>Introduction</b> .....	170
<b>V-1 Description des essais réalisés</b> .....	170
<b>V-2 Comportement macroscopique du Cu-Al-Be polycristallin au cyclage</b> .....	172
<b>V-3 Evolution microstructurale et analyse de contraintes internes</b> .....	174
V-3.1 Evolution microstructurale au premier cycle.....	175
V-3.2 Evolution des contraintes au cyclage.....	177
V-3.3 Evolution microstructurale au cyclage.....	179
V-3.4 Martensite résiduelle.....	182
<b>V-4 Evolution de la cission critique de transformation dans le grain analysé</b> .....	184
<b>V-5 Evolution du profil des pics de diffraction</b> .....	185
<b>V-6 Conclusion</b> .....	190
<b>Bibliographie</b> .....	191
<b>Conclusion Générale</b> .....	193
<b>Annexe : Mesure de déformation et détermination des contraintes par diffraction des rayons X dans les monocristaux</b> .....	198

## Introduction générale

Les relations microstructure-propriétés sont au cœur de l'utilisation des matériaux modernes. Pour comprendre ces relations, des efforts considérables ont été réalisés au cours de ces dernières décennies pour identifier et décrire les principaux mécanismes à l'origine des différentes classes de comportement des matériaux. Le mécanisme de déformation plastique par mouvement de dislocations a ainsi fait l'objet d'un très grand nombre de travaux conduisant à l'élaboration des modèles de plasticité cristalline, modèles actuellement largement utilisés dans un grand nombre de secteurs industriels comme l'automobile, l'emballage métallique ou la construction nucléaire pour ne citer que quelques exemples. D'autres mécanismes comme le maclage ou la transformation martensitique ont fait l'objet de travaux plus récents. L'ensemble des résultats issus de ces travaux d'identification et de description des mécanismes de déformation a joué un rôle capital dans le développement à partir du milieu des années 70, d'une nouvelle classe de modèles de comportement : les modèles multiéchelles. Par rapport aux approches classiques, macroscopiques phénoménologiques, les approches multiéchelles font preuve de réelles capacités de prédiction du comportement des matériaux, ce qui explique leur développement en dépit d'une mise en œuvre beaucoup plus lourde.

Les approches multiéchelles établissent également la formation d'une très forte hétérogénéité du champ de contrainte à l'intérieur du matériau et cela même dans le cas de sollicitations imposées simples (traction uniaxiale) appliqués sur des matériaux macrohomogènes (polycristaux).

Les observations expérimentales dans ce domaine restent principalement qualitatives avec notamment la mise en évidence d'un élargissement des raies de diffraction des rayons X, associé à cette hétérogénéité des contraintes. Mais les difficultés expérimentales liées à la réalisation d'une analyse locale des contraintes ont empêché jusqu'à présent toute analyse quantitative de cette hétérogénéité. L'objectif de ce travail de thèse vise à combler cette lacune en développant une approche expérimentale originale à même d'accéder à des informations de contraintes locales à l'échelle du grain dans un polycristal. L'objectif ultime de cette démarche est de disposer d'une méthodologie de validation des modèles de transition d'échelle à partir d'informations obtenues à l'échelle micro et non plus uniquement à partir de

grandeurs globales moyennées (courbes de comportement, texture). Pour s'approcher de cet objectif ambitieux, il a fallu combiner différentes techniques d'analyses : observations microstructurales, caractérisation mécanique in situ, analyse de contrainte par diffraction des rayons X (DRX). Ce travail a été réalisé sur un alliage à mémoire de forme superélastique de type Cu-Al-Be.

Le choix d'un alliage à mémoire de forme base cuivre permet de disposer de matériaux polycristallins présentant des tailles de grains importantes. Cela autorise la réalisation d'une analyse locale des contraintes grain par grain tout en conservant des moyens d'analyses relativement classiques. Le choix d'un alliage à mémoire de forme par rapport à un matériau élasto-plastique à gros grains comme le fer-silicium par exemple est lié à une caractéristique propre aux alliages à mémoire de forme base cuivre : il existe une forte variation de contrainte seuil de transformation prédite par les modèles, pour ce type d'alliage, entre les grains bien orientés par rapport à l'axe de sollicitation mécanique et les grains mal orientés. Ce fort contraste permet d'espérer obtenir des résultats plus différenciés avec la transformation martensitique sous contrainte qu'avec la plasticité.

Le premier chapitre de ce mémoire rappelle les caractéristiques générales de la transformation martensitique et celles des alliages à mémoire de forme de type cuivre-aluminium. Ce chapitre à caractère bibliographique situe le présent travail par rapport aux analyses par diffraction de neutrons effectuées sur des alliages à mémoire de forme par les équipes de P. Sittner et E.C. Olivier. Il rappelle également les principaux résultats obtenus au sein du Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux en ce qui concerne la modélisation multiéchelles du comportement des alliages à mémoire de forme.

Le second chapitre introduit véritablement ce travail en présentant les différentes techniques expérimentales utilisées. L'accent est principalement mis sur la présentation de la méthode d'analyse monocristalline des contraintes par diffraction des rayons X, initialement introduite par Ortner. Cette méthode permet de réaliser des analyses locales dans un grain d'orientation cristallographique donnée. Ce chapitre décrit également les caractéristiques des différents matériaux étudiés ainsi que la mise en œuvre détaillée des essais mécaniques in situ.

Les troisièmes et quatrièmes chapitres rassemblent les résultats expérimentaux obtenus. Le choix a été fait de présenter tout d'abord les résultats les plus classiques, c'est-à-dire les observations métallographiques liées à la formation des variantes de martensite au cours du chargement mécanique. Différents échantillons ont ainsi été étudiés, ce qui a permis de proposer une classification des différents modes de formation de la martensite sous contrainte observés dans les grains des polycristaux. Les résultats les plus innovants, c'est-à-dire ceux concernant l'analyse multiéchelles des contraintes, sont présentés et discutés dans le chapitre quatre. La transformation martensitique sous contrainte est étudiée de cette façon pour trois matériaux possédant des microstructures différentes : des monocristaux, un polycristal à grains fins, et des polycristaux à gros grains, ceci afin de bien identifier l'influence des contraintes intergranulaires sur la transformation. Le chapitre quatre comporte également le tout premier résultat jamais obtenu sur le développement des contraintes intragranulaires.

Le dernier chapitre de ce mémoire applique la méthodologie mise au point dans ce travail, à l'étude d'un phénomène très important pour le développement des applications en alliages à mémoire de forme : la fatigue sous cyclage mécanique. Un alliage polycristallin à gros grains en Cu-Al-Be est soumis à 120 cycles charge-décharge. Les évolutions microstructurales sont observées en microscopie optique et des analyses de contraintes par DRX sont effectuées pour un grain particulier, à différents niveaux de déformation macroscopique et cela pour plusieurs cycles de chargement.



# Chapitre I. Etude bibliographique

## Introduction

Les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) constituent une famille de matériaux possédant des propriétés mécaniques tout à fait remarquables : mémoire de forme simple et double sens, superélasticité. Habituellement, quand un métal ou un alliage est soumis à une contrainte mécanique supérieure à sa limite d'élasticité, il subit une déformation plastique qui subsiste après cessation de la contrainte. Les alliages à mémoire de forme semblent échapper à ce comportement ; un AMF, déformé de façon apparemment plastique à une température donnée, peut récupérer intégralement sa forme initiale par simple chauffage. Ce phénomène est appelé « mémoire de forme ». Ces alliages montrent aussi un comportement thermomécanique complètement différent de celui des matériaux conventionnels : c'est leur superélasticité qui se manifeste par une déformation réversible qui peut atteindre 8 à 10% pour les monocristaux et 3 à 5% pour les polycristaux [1].

Le comportement mécanique particulier de ces alliages est lié à l'existence d'une transformation de phase structurale, « la transformation martensitique ». Les AMF de type Cu-Al-Be sont l'objet de nombreuses études, leurs propriétés en font des alliages très intéressants pour des applications industrielles. Ils présentent une stabilité thermique supérieure aux AMF Cu-Zn-Al, une mise en œuvre plus facile que la famille Cu-Al-Ni (absence de précipités  $\gamma$  fragilisants), des propriétés mécaniques supérieures à celle des AMF Cu-Zn-Al et un coût de production moins élevé que les AMF NiTi [2, 3].

Ce premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur les AMF, où sont détaillés la transformation martensitique et les différents comportements thermomécaniques de ces alliages ainsi que leur comportement au cyclage mécanique. Nous avons recensé les principaux travaux réalisés sur les mesures de déformations et l'analyse de contraintes par méthodes de diffraction dans ces types d'alliages et fait un bref rappel des résultats de modélisation qui s'inscrivent dans la même démarche que cette étude. Dans un dernier temps, quelques applications industrielles seront présentées.

## **I-1. La transformation martensitique**

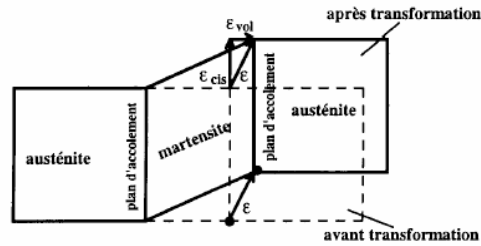
### **I-1.1 Aspect cristallographique de la transformation martensitique**

Le terme transformation martensitique est à l'origine associé à la transformation qui se produit lors de la trempe des aciers : l'austénite formée à haute température se transforme en martensite, par refroidissement rapide, sans diffusion. Par extension, le terme transformation martensitique désigne des transitions se produisant dans un certain nombre d'alliages et présentant des caractéristiques analogues décrites par la définition suivante :

"La transformation martensitique est une transition structurale displacive du premier ordre présentant une déformation homogène de réseau cristallographique, constituée essentiellement d'un cisaillement" [4].

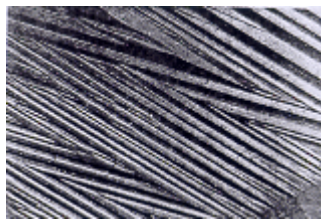
Cette transformation est une transformation displacive (par cisaillement) : les déplacements atomiques sont faibles (inférieurs aux dimensions de la maille). Le réseau subit un cisaillement homogène qui s'effectue par un mouvement coopératif des atomes. La transformation s'accompagne d'un léger changement de volume. Cette transformation se propage de façon indépendante du temps, par un déplacement des interfaces entre les deux phases. La vitesse de déplacement est uniquement limitée par la vitesse du son dans le matériau. Comme il n'y a pas de diffusion, les deux phases ont la même composition chimique et la martensite hérite de l'ordre et des défauts de l'austénite.

La transformation est du premier ordre, pour un domaine de température, les deux phases coexistent. L'existence de relations d'orientation définie et d'un plan d'habitat entre le réseau de la phase mère et celui de la phase martensitique est un aspect généralement associé aux transformations martensitiques. Le plan d'habitat désigne le plan séparant la phase mère de la phase martensitique (figure I-1) : c'est le plan le long duquel le cisaillement s'effectue pendant la transformation. Le plan d'habitat appartient aux deux phases, c'est un plan invariant : un vecteur de ce plan ne subit ni déformation ni rotation à l'échelle macroscopique.



**Figure I-1 : représentation schématique de la formation d'une plaquette de martensite**

Il existe plusieurs possibilités d'orientation de plaquettes de martensite, appelées variantes (figure I-2), correspondant à des plans d'accolement et à des cisaillements d'orientation différente, mais équivalents du point de vue cristallographique. Pour une phase mère cubique, il existe vingt-quatre variantes différentes. En l'absence de contrainte, lors du refroidissement, ces variantes sont équiprobables. Quand elles se forment de façon à compenser les déformations des autres variantes : on parle d'autoaccommodation, (Figure I-2). La croissance de plusieurs variantes implique la présence de nouvelles interfaces entre ces variantes. Ces interfaces sont, elles aussi, des plans invariants.



**Figure I-2 : Variantes autoaccommodantes de martensite induites par refroidissement, sans contrainte appliquée (Gx100) [1]**

Le tableau suivant (I-1) précise les coordonnées des 24 variantes susceptibles d'être activées au cours du chargement mécanique d'un AMF de type Cu-Al-Be [5, 6].

**Tableau I-1: Normales aux plans d'habitat  $\vec{n}$  ( $n_1, n_2, n_3$ ) et directions de glissement  $\vec{m}$  ( $m_1, m_2, m_3$ ) de la transformation martensitique pour l'AMF Cu-Al-Be [5, 6]**

Variante	$n_1$	$n_2$	$n_3$	$m_1$	$m_2$	$m_3$
Var 1	0,1786	0,6628	0,7271	0,1606	-0,7448	0,6476
Var 2	0,1786	0,7271	0,6628	0,1606	0,6476	-0,7448
Var 3	-0,1786	0,6628	0,7271	-0,1606	-0,7448	0,6476
Var 4	-0,1786	0,7271	0,6628	-0,1606	0,6476	-0,7448
Var 5	-0,6628	0,1786	0,7271	0,7448	0,1606	0,6476
Var 6	-0,7271	0,1786	0,6628	-0,6476	0,1606	-0,7448
Var 7	-0,6628	-0,1786	0,7271	0,7448	-0,1606	0,6476
Var 8	-0,7271	-0,1786	0,6628	-0,6476	-0,1606	-0,7448
Var 9	0,1786	-0,6628	0,7271	0,1606	0,7448	0,6476
Var 10	0,1786	-0,7271	0,6628	0,1606	-0,6476	-0,7448
Var 11	-0,1786	-0,6628	0,7271	-0,1606	0,7448	0,6476
Var 12	-0,1786	-0,7271	0,6628	-0,1606	-0,6476	-0,7448
Var 13	0,7271	0,1786	0,6628	0,6476	0,1606	-0,7448
Var 14	0,6628	0,1786	0,7271	-0,7448	0,1606	0,6476
Var 15	0,7271	-0,1786	0,6628	0,6476	-0,1606	-0,7448
Var 16	0,6628	-0,1786	0,7271	-0,7448	-0,1606	0,6476
Var 17	0,6628	-0,7271	-0,1786	-0,7448	-0,6476	-0,1606
Var 18	0,7271	-0,6628	-0,1786	0,6476	0,7448	-0,1606
Var 19	-0,6628	0,7271	-0,1786	0,7448	0,6476	-0,1606
Var 20	-0,7271	0,6628	-0,1786	-0,6476	-0,7448	-0,1606
Var 21	-0,7271	-0,6628	-0,1786	-0,6476	0,7448	-0,1606
Var 22	-0,6628	-0,7271	-0,1786	0,7448	-0,6476	-0,1606
Var 23	0,7271	0,6628	-0,1786	0,6476	-0,7448	-0,1606
Var 24	0,6628	0,7271	-0,1786	-0,7448	0,6476	-0,1606

### I-1.2 Aspect thermodynamique de la transformation martensitique

La transformation martensitique peut être caractérisée par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) [7]. Quatre températures caractéristiques sont ainsi mises en évidence. La transformation de phase austénite-martensite au cours du refroidissement débute à une température  $M_s$ , qui désigne la température de formation de la première plaquette de martensite au sein de la phase austénite. Cette transformation s'achève à une température  $M_f$ . Les plaquettes de martensite qui se forment au sein des différents grains sont autoaccomodantes c'est-à-dire que la déformation macroscopique de l'échantillon est nulle. Au réchauffement, la transformation est caractérisée par une température de début de transformation inverse  $A_s$  pour laquelle commence à disparaître la première plaquette de martensite et une température  $A_f$  où toute la martensite est transformée.

La transformation martensitique peut aussi être induite sous l'action d'une contrainte externe. Les températures caractéristiques  $M_s$ ,  $M_f$ ,  $A_s$ ,  $A_f$  seront décalées, sous l'effet de cette contrainte extérieure suivant la loi de Clausius-Clapeyron:

$$\frac{d\sigma}{dT} = \rho \frac{\Delta H}{\varepsilon^t \cdot T_0} \quad (\text{I-1})$$

Avec :

$\sigma$  : la contrainte appliquée,

$T_0$  : la température d'équilibre thermodynamique de la transformation,

$\rho$  : la masse volumique,

$\Delta H$  : l'enthalpie massique de transformation,

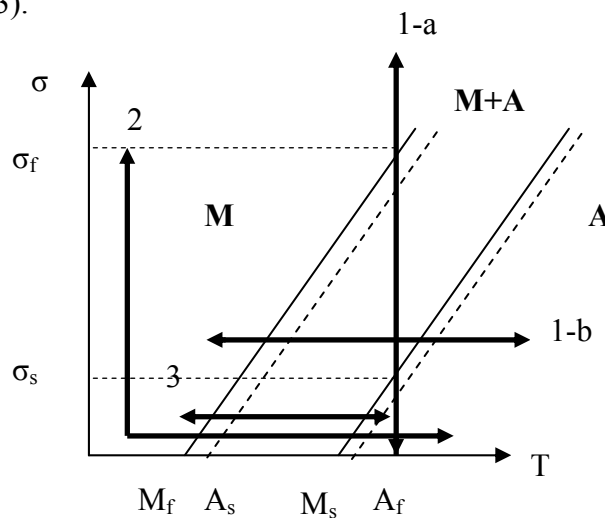
$\varepsilon^t$  : la déformation de transformation.

### I-1.3 Le comportement thermomécanique des AMF

Comme déjà cité, le comportement d'un AMF est complètement différent de celui d'un matériau usuel. Il existe quatre classes de comportement dû aux différents trajets de chargement ainsi qu'aux différents traitements thermomécaniques [3] :

- 1- l'effet superélastique,
- 2- l'effet mémoire simple sens,
- 3- l'effet mémoire double sens,
- 4- l'effet caoutchoutique.

Les différents chargements thermomécaniques d'un AMF sont représentés sur le diagramme d'état ( $\sigma, T$ ) (figure I-3).

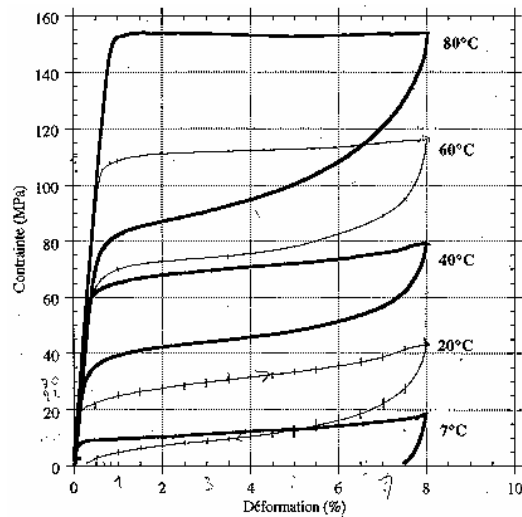


**Figure I-3 : Diagramme d'état ( $\sigma, T$ ) des chargements thermomécaniques associés aux différents comportements d'un AMF**

### I-1.3.1 L'effet superélastique

#### a- Transformation induite par la contrainte

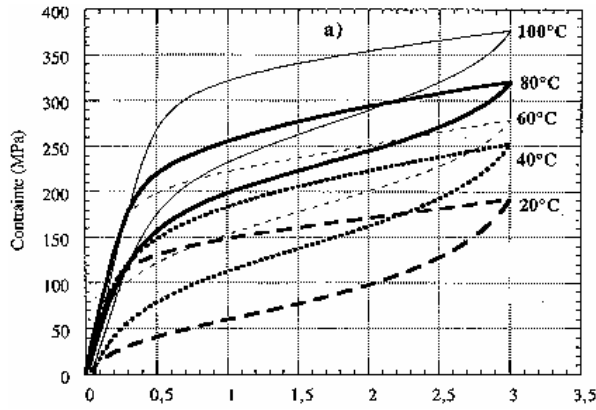
L'effet superélastique dans les AMF a été étudié par plusieurs chercheurs [7, 8, 9] ; des résultats obtenus sur un monocristal de composition (Cu- 11,6%Al- 0,5%Be) sont représentés dans la figure I-4.



**Figure I-4 : Comportement superthermoélastique (traction uniaxiale) du Cu-Al-Be monocristallin [7]**

Ces résultats montrent que la transformation martensitique se produit à contrainte quasi-constante. Le plateau de transformation est horizontal pour une température d'essai élevée (80°C) mais cela devient moins marqué pour des températures plus faibles. La différence de contrainte de transformation entre le début et la fin du plateau peut être due à l'état de contrainte interne du matériau ; les contraintes locales associées à l'apparition de la première variante peuvent être supérieures à la contrainte macroscopique et entraîne l'apparition d'une deuxième variante [7]. Ces résultats montrent aussi l'augmentation sensible de l'hystérèse avec la température d'essai.

Par rapport au monocristal, les essais sur les polycristaux sont plus difficiles à interpréter, dû à la complexité de la microstructure et la nature polyvariante de la transformation. De même les interactions intergranulaires et la présence des joints de grains rendent la transition entre le domaine élastique et le domaine de transformation moins marquée que dans le cas du monocristal. Un exemple des résultats obtenus sur un polycristal de même composition que le monocristal est représenté en figure I-5.



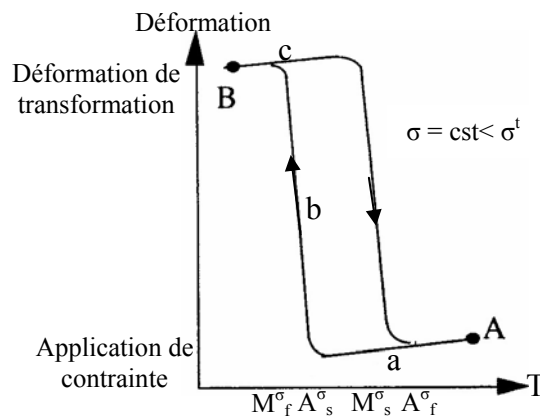
**Figure I-5 : Comportement superthermoélastique d'un AMF Cu-Al-Be polycristallin [7]**

Ces résultats montrent que contrairement au monocristal où la transformation a lieu pour une contrainte quasiment constante, le domaine de transformation d'un polycristal a une pente remarquable. Cette pente est due au fait que plusieurs variantes peuvent apparaître pendant la transformation et aux interactions intergranulaires [10, 11]. Une déformation peut subsister à la fin de la sollicitation, due à la déformation plastique qui se produit localement dans l'échantillon (notamment aux joints de grains) et à la martensite résiduelle [12].

**b- Transformation induite par refroidissement sans contrainte**

Il s'agit d'un chargement thermique sans contrainte ou à contrainte constante, avec  $\sigma < \sigma^t$ . Au début, l'échantillon est complètement austénitique. La transformation martensitique commence lorsqu'on atteint  $M_s$  et s'achève dès qu'on est en-dessous de  $M_f$ . Sur la courbe déformation-température (figure I-6) trois segments sont observés :

- a- comportement élastique (thermoélastique) de l'austénite,
- b- transformation martensitique : la déformation observée est due à cette dernière,
- c- comportement thermoélastique de la martensite.



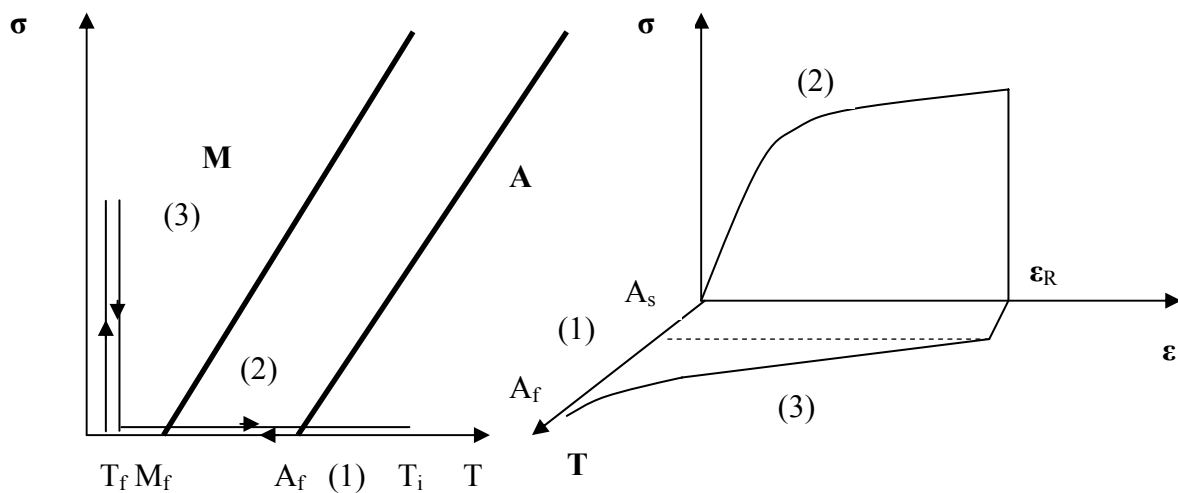
**Figure I-6 : Effet superélastique (cyclage thermique)**

Lors du chauffage, la transformation inverse martensite-austénite débute à une température  $A_s^\sigma$  différente de  $M_f^\sigma$  et s'achève une fois qu'on atteint de  $A_f^\sigma$ . L'échantillon retrouve son état initial et la déformation disparaît.

### I-1.3.2 Effet mémoire simple sens

Cet effet est observé lors d'un chargement séquentiel indiqué sur la figure I-7.

- 1- refroidissement, sans contrainte ( $\sigma=0$ ), à partir d'une température  $T_i > A_f$  jusqu'à une température  $T_f < M_f$ ,
- 2- application d'une contrainte croissante pour  $T_f$  constante. ( $T_f < M_f$ ),
- 3- réchauffage jusqu'à une température  $T_i > A_f$  sous contrainte nulle.



**Figure I-7 : Cycle thermomécanique et effet mémoire simple sens**

Pendant la première séquence, on forme de la martensite sous forme autoaccommodante avec une déformation de transformation nulle ( $\sigma=0$ ). Lors de la deuxième séquence, il n'y a pas de transformation de phase mais réorientation des variantes de martensite déjà formées, qui est accompagnée d'une forte déformation inélastique  $\epsilon_R$ . Au cours de la dernière séquence, cette transformation disparaît par une transformation de phase inverse induite par le chauffage jusqu'à une température  $T_i > A_f$ . L'échantillon retrouve sa forme initiale.



### I-1.3.3 Effet mémoire double sens

Des cycles thermomécaniques tels que ceux décrits dans le cas de l'effet mémoire simple sens peuvent être répétés un certain nombre de fois. On obtient alors un phénomène d'éducation. Un échantillon éduqué se déforme spontanément au refroidissement et reprend sa forme initiale au chauffage au-dessus de  $A_f$ . Ce comportement ne nécessite aucune contrainte extérieure : c'est l'effet mémoire double sens. Il existe plusieurs façons de réaliser les traitements d'éducation [1].

### I-1.3.4 Effet caoutchoutique

Le refroidissement d'un AMF à une température inférieure à  $M_s$  engendre la transformation martensitique et l'apparition de variantes autoaccommodantes. L'application d'une contrainte sur un tel matériau conduit à un déplacement des interfaces et génère une déformation  $\varepsilon$ . Lors de la suppression de la contrainte, cette déformation se divise en deux parties : une partie réversible lors de la décharge mécanique et une partie réversible uniquement au chauffage. Le comportement associé à la déformation réversible mécaniquement est appelé l'effet caoutchoutique (Figure I-8).

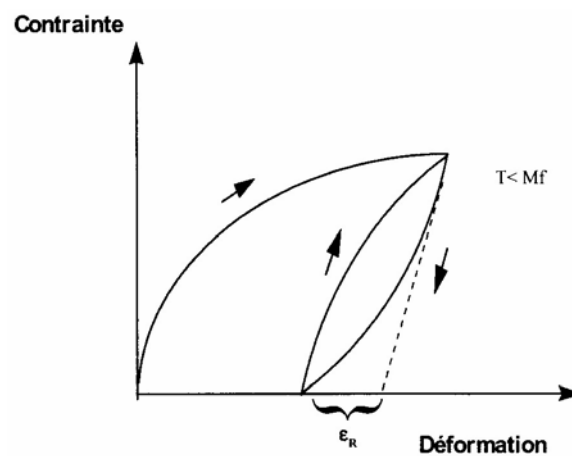


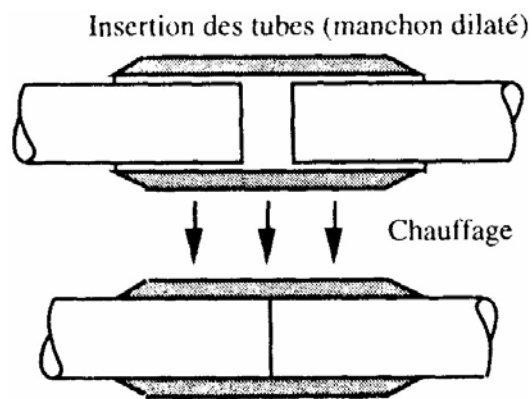
Figure I-8 Effet caoutchoutique

## I-2 Les applications industrielles des AMF

Les premières applications industrielles des AMF (principalement des alliages Ni-Ti) sont apparues à la fin des années soixante, développées par la société américaine Raychem dans le domaine de l'aéronautique [1, 10]. Dans les années quatre-vingt de nouvelles classes

d'alliages (cuivreux et aciers), moins coûteux que les alliages Ni-Ti et de mise en œuvre plus facile, ont permis d'espérer un développement industriel important. Actuellement les AMF trouvent des applications dans de nombreux domaines tels que l'automobile, l'aéronautique le bâtiment, la robotique, la lunetterie, le textile, le biomédical...

L'utilisation la plus connue des propriétés de mémoire est le couplage de tubes par des manchons Ni-Ti. Cette application a été développée par Raychem (figure I-9). Le diamètre intérieur du manchon en AMF en phase austénitique est inférieur au diamètre du tube à raccorder. Le manchon est refroidi et expansé, en phase martensitique, pour que son diamètre devienne supérieur à celui du tube à raccorder. On place alors facilement le manchon sur les deux tubes à raccorder et au chauffage celui-ci exerce un effort de serrage très important pour tenter de retrouver son diamètre initial ; dans ce cas, il s'agit d'un retour contraint.

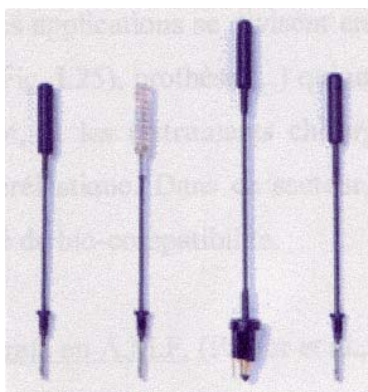


*Figure I-9 : Manchon d'accouplement Raychem*

Plusieurs applications qui utilisent l'effet superélastique ont été développées :

- a- les branches de lunettes superélastiques,
- b- les fils superélastiques pour le textile,
- c- les prothèses dentaires,
- d- les antennes de téléphone portable (figure I-10).

Le secteur biomédical est devenu le domaine majeur des applications de ces alliages. Elle se divisent en deux grandes catégories : les implants (agrafe, prothèse...) qui utilisent en général les forces développées en retour contraint et les instruments chirurgicaux qui utilisent l'effet élastique [13, 14].



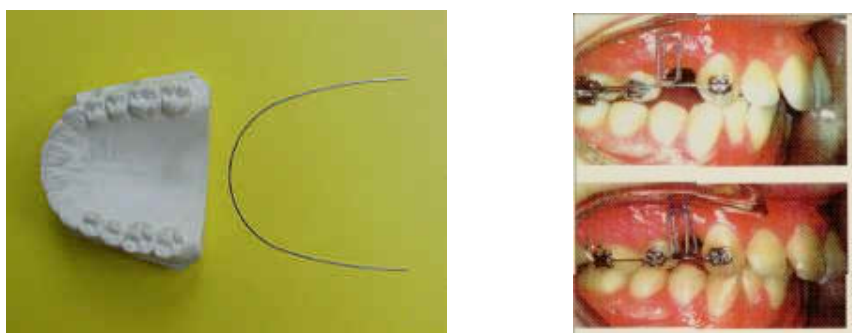
**Figure I-10 : Antennes de téléphone en AMF**

Dans l'utilisation des agrafes, il s'agit d'exercer une contrainte de compression sur les fragments d'os afin de resserrer les parties ouvertes et accélérer le processus de ressoudage (figure I-11).



**Figure I-11 : Agrafes d'ostéotomie [14]**

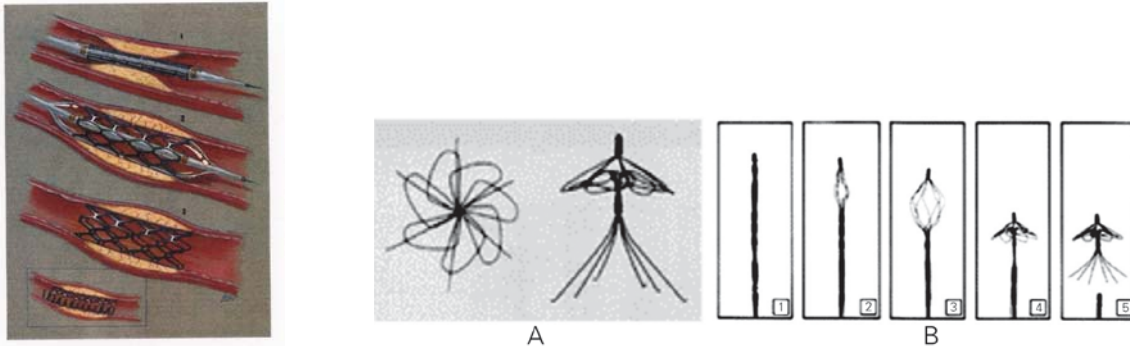
Des ressorts de redressement en AMF sont utilisés en orthodontie, afin d'assurer le remplacement et le redressement des dents. Différents fils peuvent être utilisés pour avoir différentes forces (figure I-12).



**Figure I-12 : Utilisation des AMF en orthodontie [14]**

Une autre application médicale très importante des AMF est dans le domaine cardiovasculaire. La pose d'un implant endovasculaire (stent) assure la dilatation de l'artère

bloquée et sert aussi comme filtre pour les caillots sanguins. Le filtre est inséré à basse température. La température du corps humain assure l'échauffement du filtre. Ce dernier, placé au bon endroit, s'ouvre pour permettre une circulation sanguine (figure I-13).



**Figure I-13 : Utilisation des AMF pour les maladies Cardiovasculaires [14]**

Après ce bref rappel des différents aspects de la transformation martensitique et des caractéristiques des AMF ainsi que de leurs différentes applications, nous allons nous intéresser aux AMF à base de cuivre et en particulier à l'AMF Cu-Al-Be, objet de cette étude.

### **I-3 Les AMF à base de cuivre**

Il existe essentiellement trois familles d'alliages à mémoire de forme à base de cuivre ; Cu-Sn, Cu-Zn et Cu-Al. Un troisième élément est souvent ajouté aux alliages Cu-Zn et Cu-Al qui présentent des températures de transformation  $M_s$  très élevées, pour ramener le point  $M_s$  à la température souhaitée.

L'AMF étudié au cours de cette thèse appartient à la famille Cu-Al avec une faible fraction de béryllium. Le diagramme d'équilibre binaire Cu-Al (figure I-14) présente les différentes phases ainsi que les lignes de transformation dans la zone riche en cuivre (pourcentage massique en Al < 16%).

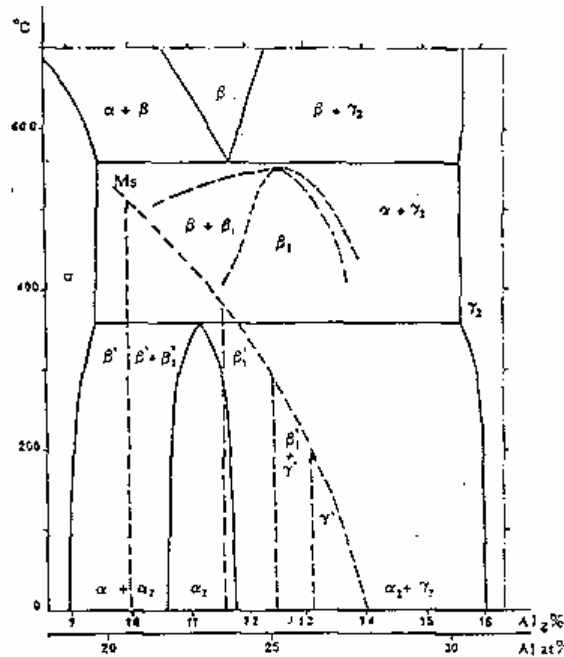


Figure I-14 : Diagramme d'équilibre Cu-Al pour la partie riche en cuivre [15]

Les différentes phases qui peuvent exister sont :

#### Les phases d'équilibre

$\alpha$  : solution solide de substitution d'atomes d'aluminium dans une matrice cubique à faces centrées de cuivre. Le paramètre de maille est fonction du pourcentage d'aluminium. Il est proche de  $3,6\text{\AA}$ ,

$\gamma_2$  : structure cubique complexe à 52 atomes par maille,

$\beta$  : phase haute température, de structure cubique centrée désordonnée,

$\alpha_2$  : structure proche du cubique à faces centrées. C'est une structure ordonnée avec des parois d'antiphase périodiques.

#### Les phases métastables

$\beta_1$  : structure cubique centrée ordonnée, forme ordonnée de la phase  $\beta$ ,

$\beta'$  : martensite désordonnée M9R obtenue par trempe de la phase  $\beta$ . Elle est constituée d'un empilement de 9 plans compacts,

$\beta_1'$  : martensite désordonnée M18R obtenue par trempe de la phase  $\beta_1$ . Sa structure est la même que celle de la martensite  $\beta'$  mais elle est ordonnée ; c'est un empilement de 18 plans compacts,

$\gamma'$  : martensite de structure hexagonale compacte.

### I-3.1 Caractéristiques de l'AMF Cu-Al-Be

Les alliages Cu-Al sont d'autant plus stables que leur composition chimique est proche du point eutectoïde (Al% massique  $\approx 11,5\%$ ) [15]. Une composition hypoeutectoïde facilitera la précipitation de la phase  $\alpha$  et une composition hypereutectoïde facilitera la précipitation de la phase  $\gamma_2$ . Pour l'alliage binaire Cu-Al eutectoïde, la température de transformation  $M_s$  se situe vers les  $400^\circ\text{C}$ , une température très élevée et sans intérêt pour les applications en effet mémoire, car la diffusion est très active à ce niveau de température. L'adjonction de béryllium permet de baisser la température  $M_s$  de l'alliage Cu-Al sans modifier ses autres propriétés. On peut ainsi obtenir de l'austénite à température ambiante.

Les travaux de Belkahla [15] ont permis d'établir une relation entre la température de transformation  $M_s$  et la composition de l'alliage :

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 1245 - 71(\% \text{Al}) - 893(\% \text{Be}) \quad (\text{\% massique}) \quad (\text{I-2})$$

Où: (%Al) et (%Be) sont les pourcentages en poids de l'aluminium et du béryllium respectivement.

Une addition d'un pourcentage minime de béryllium peut modifier sensiblement la température de transformation  $M_s$  d'un AMF Cu-Al. L'addition de 0,5% Be à l'alliage Cu-Al contenant 12 % d'Al fait varier  $M_s$  de  $+394^\circ\text{C}$  à  $-53,5^\circ\text{C}$ .

À température ambiante, la phase austénitique ( $\beta_1$ ) des alliages étudiés est de type cubique à faces centrées avec une structure ordonnée. C'est une structure  $\text{DO}_3$ . Elle est constituée de 8 mailles élémentaires cubiques centrées (figure I-15) [16].

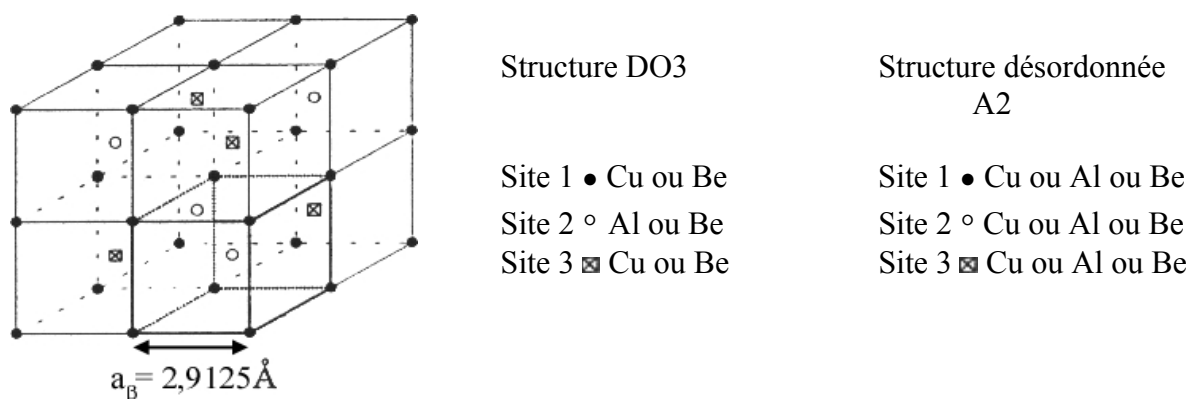
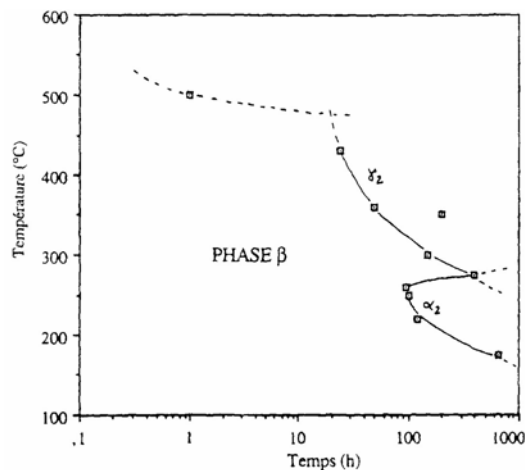


Figure I-15 : Phase austénitique du Cu-Al-Be [16]

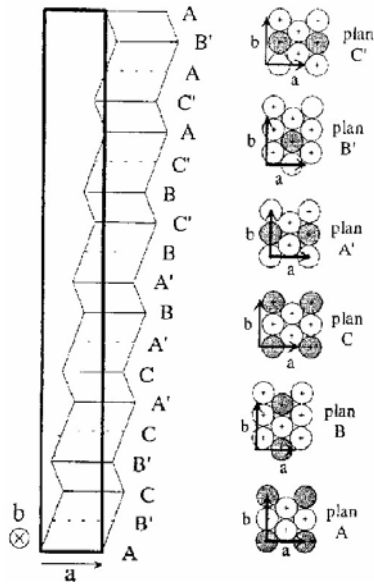
Les caractéristiques de la transformation martensitique dépendent essentiellement de la stabilité de la phase  $\beta_1$ . L'apparition des précipités peut modifier d'une façon très sensible les caractéristiques de cette transformation. Les travaux de Flores [17] ont permis d'établir un diagramme Temps-Température-Précipitation (TTP) qui permet de délimiter les différents domaines (ou conditions) de précipitation (figure I-16).



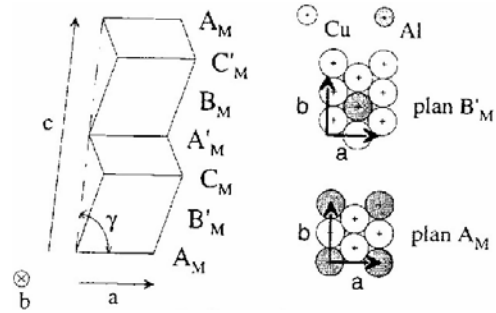
**Figure I-16 : Diagramme Temps-Température-Précipitation [17]**

La partie gauche du diagramme représente le domaine où la phase  $\beta_1$  est stable. Les applications des AMF Cu-Al-Be (concernés par cette étude) sont limitées par cette région de stabilité. La partie droite du diagramme correspond à la formation des précipités de phase d'équilibre ; cependant la phase  $\beta_1$  est toujours présente mais sa composition a changé, et par conséquent sa température de transformation.

Lors de la transformation martensitique, la martensite hérite de l'ordre de l'austénite. Cette martensite est appelée 18R car sa maille est un empilement de 18 plans compacts (les plans de base- Figure I-17). Son réseau cristallin peut également être décrit par une maille monoclinique (figure I-18), qui a l'avantage d'être trois fois plus petite que la maille orthorhombique.



**Figure I-17 : Maille orthorhombique de la martensite 18R**

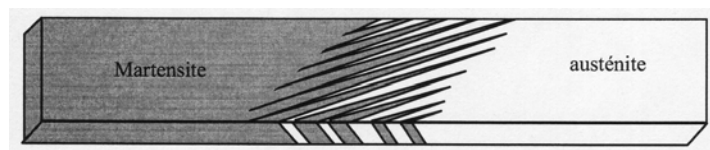


**Figure I-18 : Maille monoclinique de la martensite 18R**

### I-3.2 Comportement des interfaces dans les AMF

La transformation martensitique génère l'apparition d'interfaces entre la phase mère et la nouvelle phase, ainsi qu'entre les différentes variantes de martensite. Plusieurs travaux ont été consacrés à l'étude du comportement de ces interfaces [18, 19]. La transformation martensitique induite par contrainte engendre une déformation du matériau par un mécanisme de mouvement d'interfaces.

Dans le cas du monocristal, il est possible d'obtenir une seule variante et deux interfaces austénite/martensite. À la fin du chargement, quand la transformation est totale, on obtient un monocristal de martensite. Dans ce cas, le front de la transformation (ou l'interface) est un plan invariant qui se déplace en balayant tout le cristal. Saburi [20] a observé l'évolution de la transformation dans un monocristal Cu-Zn-Ga. Il a pu contrôler cette transformation afin de propager une seule interface austénite/martensite. La figure I-19 illustre le front de transformation entre les deux phases et l'apparition de variante de martensite sous forme d'un peigne.

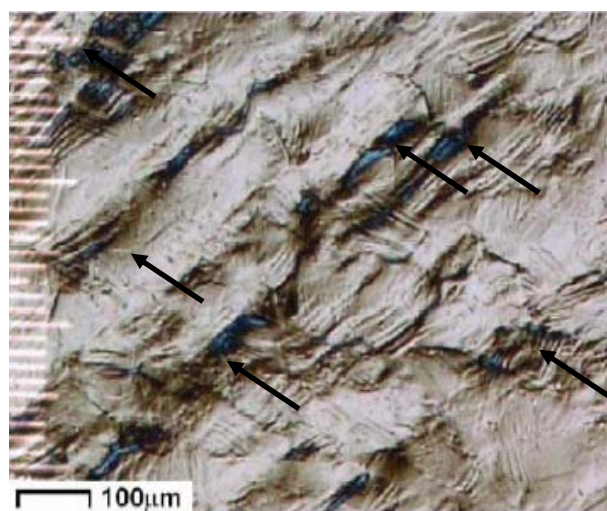


**Figure I-19 : Front de la transformation dans un monocristal Cu-Zn-Ga [20]**



Lovey [21] s'est intéressé au comportement des interfaces et en particulier à leur interaction avec les défauts cristallins lors de la transformation martensitique dans les monocristaux Cu-Zn-Al. Cette interaction joue un rôle déterminant dans la transformation, car la présence de défauts cristallins peut empêcher la croissance d'une unique plaquette et la transformation dans ce cas, se produit par activation successive de nouvelles plaquettes.

Une étude expérimentale a été réalisée par Brinson [22] qui a examiné le comportement microstructural et macroscopique lors de la transformation martensitique des AMF polycristallins de NiTi au cours de chargement en traction uniaxiale. Les expériences mises en place ont été conçues pour permettre le chargement et l'observation simultanés en microscopie optique. Les résultats ont mis en évidence une grande hétérogénéité de déformation de l'éprouvette : bien que la transformation martensitique se produise dans toute l'éprouvette, elle est localisée dans des zones en forme de bandes macroscopiques, ces bandes sont alternées par des zones partiellement transformées (figure I-20). La fraction maximale de martensite formée est approximativement de 70%. Brinson [22] a interprété la présence de ce mode particulier de transformation par le fait que la transformation successive des grains de l'éprouvette peut modifier l'état de contraintes local de façon que certains grains ne se transforment plus. Cependant, aucune analyse de contraintes n'a été réalisée dans cette étude pour vérifier l'état de contraintes local dans les différents grains selon leur orientation et/ou leur état individuel de transformation.



**Figure I-20 : Localisation de la transformation martensitique et formation de bandes dans l'AMF NiTi [22]**

Des observations en microscopie électronique à transmission réalisées par Xu [23] sur un AMF de TiNi en traction uniaxiale ont révélé que la transformation martensitique s'amorce préférentiellement au niveau des joints de grains et en particulier près des joints triples. Les plaquettes formées dans un grain croissent et la déformation de transformation générée au bout de ces plaquettes peut induire la transformation de grain adjacent.

#### **I-4 Comportement au cyclage et fatigue des AMF**

On trouve l'origine de la fatigue des AMF dans l'accumulation des changements structuraux parasites induits soit par des chargements cycliques mécaniques soit par un cyclage en température comprise entre  $A_f$  et  $M_f$ . La transformation martensitique étant une transformation par cisaillement, elle agit comme une source supplémentaire de contraintes internes par rapport aux matériaux classiques. En conséquence, dans les AMF les dislocations et les joints de grains ne sont pas les seuls défauts à jouer un rôle important dans les phénomènes de fatigue. Il faut considérer également:

- a- la modification de structure des dislocations par la transformation de phase,
- b- l'existence de la martensite résiduelle dans la phase d'austénite,
- c- les interfaces intervariantes et/ou austénite-martensite et les joints de macles à l'intérieur de la martensite.

Dans tous les cas, on distingue deux types de fatigue [1, 24] : la fatigue mécanique ou la fatigue de mémoire de forme. Dans le premier cas, les propriétés mécaniques sont affectées. Dans le deuxième cas, ce sont les caractéristiques de l'effet mémoire de forme qui évoluent, les températures de transformation sont modifiées ou la valeur de changement de forme réversible n'est plus la même.

##### ***a) La fatigue mécanique***

Elle est caractérisée par un durcissement cyclique, l'amorce de fissures, leur propagation et la rupture finale. La structure interne de la martensite (joint de grains et dislocations) est responsable de l'apparition de fissurations multiples. Cependant, la croissance de ces fissures est retardée grâce à la transformation sous contrainte de l'austénite résiduelle en tête de fissure.

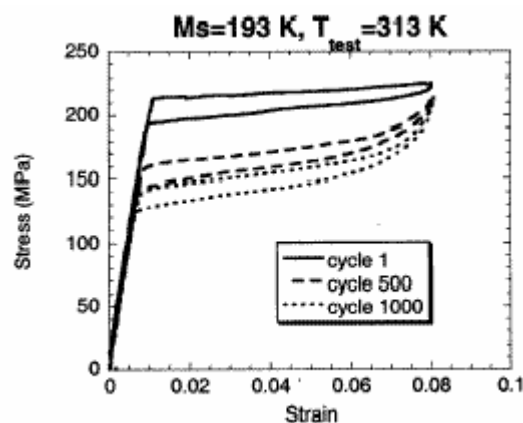
### ***b) La fatigue de mémoire de forme***

Elle est caractérisée par des changements dans le comportement pendant la transformation incluant l'accroissement de l'effet simple ou double sens. La présence d'empilements de dislocations dans l'austénite génère des contraintes internes au sein du matériau, qui favoriseront à leur tour la transformation austénite-martensite, donc augmenteront la température  $M_s$ . Il en est de même pour les petites zones de martensite résiduelle. Ces structures se forment pendant le cycle thermique et contribuent à l'augmentation de la température  $M_s$ . Ces défauts de structures déjà cités sont intentionnellement introduits pendant l'éducation. Dans le premier cas, l'accumulation de ces défauts est nécessaire pour produire les contraintes internes conduisant à l'effet double sens mais dans le second cas, cela conduit à une diminution de l'effet à cause d'une déformation trop grande.

Le développement des AMF à base de cuivre pour des applications industrielles est encore limité. L'un des principaux problèmes est l'évolution de leur comportement thermomécanique avec le cyclage. Ce problème a été l'axe de plusieurs recherches. S'il est mal maîtrisé dans les monocristaux, il est encore plus compliqué dans les polycristaux.

#### **I-4.1 Comportement au cyclage du monocristal**

Plusieurs auteurs ont constaté la diminution de la contrainte de transformation  $\sigma_t$  dans le Cu-Al-Be au fur et à mesure du cyclage [7, 11, 16, 24, 25] (figure I-21).



**Figure I-21 : Diminution de la contrainte de transformation avec le cyclage de CuAlBe [11]**

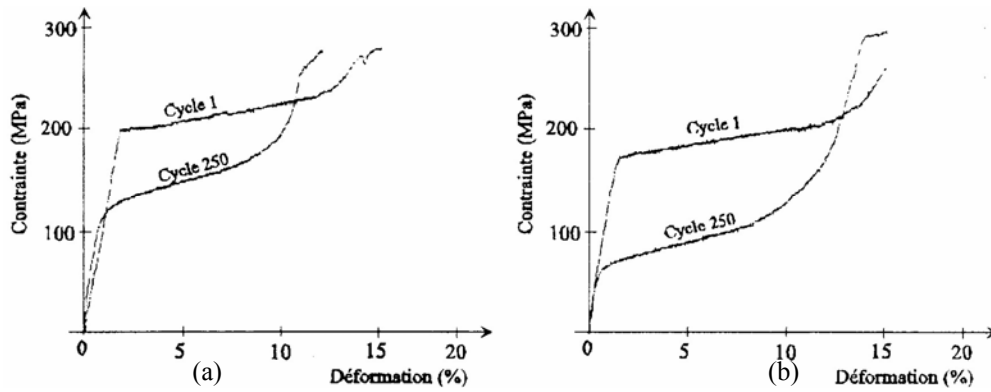
Cette diminution de  $\sigma_t$  a été également constatée dans les AMF Cu-Zn-Al. Plusieurs interprétations sont proposées :

- Pour Adel [26], les forces de friction internes freinent le déplacement des interfaces austénite/martensite et participent à la stabilisation des plaquettes de martensite. Un phénomène de diffusion atomique en phase martensitique modifie l'ordre à courte distance de cette phase et contribue à la stabilisation des variantes formées.

- Roqueta [27] a remarqué que la présence des précipités dans les monocristaux Cu-Zn-Al ne peut être évitée même après une trempe à l'eau. Le passage à de multiples reprises de l'interface austénite/martensite sur les précipités provoque des amas de dislocations autour de ceux-ci. Le champ de contraintes dû à ces dislocations finit par être suffisant pour bloquer de la martensite résiduelle de chaque côté du précipité.

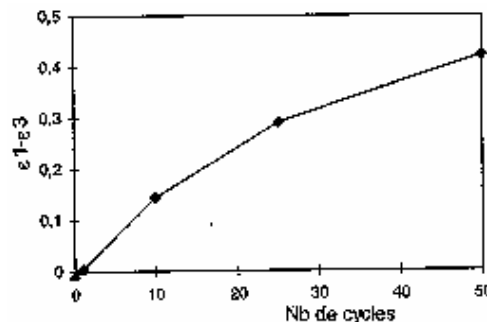
- Mallaria et Sade [28] distinguent deux types de comportement lors du cyclage d'un monocristal CuZnAl ; à basse température la courbe contrainte-déformation varie fortement avec l'augmentation du nombre de cycles. Cette évolution se manifeste par la diminution de la contrainte de début de transformation et l'augmentation de la contrainte de fin de transformation. A haute température, pour les mêmes valeurs de contraintes, l'évolution de la courbe contrainte-déformation est moins importante. La contrainte de fin de transformation reste la même pour tous les cycles. Ces derniers attribuent ce phénomène de fatigue à la création de bandes de dislocations au cours de cyclage, des variantes de martensite restent piégées par ces dislocations et la déformation inverse martensite→austénite ne peut pas être complète. Les auteurs expliquent que la différence du comportement en fatigue entre les hautes et les basses températures est due à la différence de densité de dislocations. A basses températures l'annihilation de dislocations ne peut pas se produire et leur densité augmente sensiblement au fur et à mesure du cyclage.

La diminution de la contrainte de début de transformation  $\sigma_t$  au cours du cyclage est encore plus grande si l'échantillon a été préalablement trempé à l'eau depuis une température élevée (figure I-22). Ceci suppose qu'il y a un phénomène de diffusion qui intervient dans la phase martensitique et qui est accéléré par la présence de lacunes piégées lors de la trempe.



**Figure I-22 : Comportement macroscopique lors d'un essai de traction ; (a) échantillon non trempé, (b) échantillon trempé (AMF Cu-Al-Be) [16]**

L'analyse des déformations internes par diffraction des rayons X montre que les pics ne s'élargissent pas mais se décalent en position  $2\theta$  [16]. Cet écart, qui peut aller jusqu'à  $1^\circ$ , traduit la présence d'une déformation élastique importante du réseau cristallin. Ceci a été expliqué par une distorsion orthorhombique du réseau cristallin. Ce dernier se déforme progressivement au cours du cyclage. Cette déformation semble croître de façon asymptotique (figure I-23).



**Figure I-23 : Déformation ( $\varepsilon_1-\varepsilon_3$ ) de la maille au cours du cyclage [16]**

Moreau [16] a interprété la présence de la déformation résiduelle par un phénomène de diffusion à courte distance en phase martensitique. Les coefficients de diffusion dans les alliages à base de cuivre étant relativement grands, cela permet une très lente diffusion à température ambiante. Les permutations d'atomes peuvent être considérées comme de la diffusion sur une distance extrêmement courte. Comme la transformation martensitique se fait sans diffusion l'austénite formée hérite donc de l'ordre de la martensite. Cette austénite pourrait également présenter une distorsion orthorhombique de la maille.

#### **I-4.2 Comportement au cyclage du polycristal**

D'une façon générale la sensibilité des polycristaux au cyclage est plus importante que celle des monocristaux et leur durée de vie est plus courte [24]. La forte anisotropie élastique des polycristaux Cu-Al-Be (constante d'anisotropie  $A=13$ ) [3] est à l'origine de contraintes internes très importantes, qui entraînent un endommagement rapide de l'alliage. Lors du cyclage mécanique d'un AMF à base de cuivre bétatisé à une température élevée puis trempé à l'eau, le nombre de cycles à rupture dépend de la température de bétatisation de l'échantillon [25, 29] : plus elle est élevée, plus le nombre de cycles à rupture diminue. Cela est dû à l'augmentation de la taille des grains et de la densité de lacunes, qui affectent à leur tour les propriétés mécaniques du matériau et diminuent sa résistance à la rupture intergranulaire.

#### **I-5 Mesures de déformations et analyses de contraintes par méthodes de diffraction dans les AMF**

Depuis la découverte par L.W. Bragg [30] de la relation fondamentale entre l'angle de diffraction  $\theta$  et la distance interréticulaire des plans cristallographiques, les techniques de diffraction n'ont cessé de prendre de plus en plus de place dans la science des matériaux et dans la mécanique. L'utilisation du décalage des pics de diffraction comme jauge intrinsèque de déformation dans les matériaux cristallins remonte au début des années 1920. Les premiers travaux ont été réalisés par Lester et Aborn sur des aciers [31]. Quelques papiers de synthèse ont résumé les travaux réalisés jusqu'aux années soixante [32, 33, 34]. L'ensemble de ces travaux a été consacré aux matériaux polycristallins, car le développement de méthodes de diffraction pour déterminer les déformations ou les contraintes dans les monocristaux a pris beaucoup de retard par rapport à celles appliquées aux polycristaux. L'une des raisons est, entre autres, la difficulté de production de matériaux monocristallins et leur faible utilisation dans le domaine industriel. Les développements technologiques et l'utilisation de plus en plus importante des monocristaux dans l'industrie ont sollicité la mise en œuvre d'une technique d'analyse applicable aux monocristaux.

Les plus anciens travaux sur des monocristaux ont été réalisés sur des alliages de type AlCu (3,85%) et CuAu (50%) [35, 36, 37]. Ils utilisent un montage de diffraction de Laue et les faisceaux diffractés sont enregistrés sur un film photographique. Le développement des goniomètres de diffraction et des détecteurs linéaires a donné un nouveau souffle à ces

méthodes d'analyse et a ouvert de nouvelles voies. La méthode proposée par Imura et Slade [35, 37] a été reprise et améliorée par Ortner [38, 39, 40] ; ce dernier a introduit le tenseur métrique qui lie le tenseur de déformation aux distances interréticulaires mesurées.

En France, les pionniers de ces méthodes d'analyses et en particulier de leur application sur les monocristaux, sont les chercheurs du Laboratoire LM3 de l'ENSAM de Paris. Leurs premières analyses monocristallines ont débuté au milieu des années 80 [41]. La méthode d'analyse monocristalline adoptée dans cette thèse est basée sur les travaux d'Ortner. Elle a été précisée par Reimers [42] et Zou [43] puis appliquée par Gergaud [44] aux cas des polycristaux à gros grains en silicium et enfin étendue aux cas d'autres matériaux [45, 46, 47]. Par contre cette méthode n'a jamais été utilisée pour des alliages à mémoire de forme, ce travail est une première.

Les récents travaux portant sur les mesures de déformation in-situ dans des AMF, sont réalisés par deux principales équipes. L'équipe de P. Sittner [48, 49, 50] (Institut de Physique de Prague) qui a travaillé sur des AMF à base de cuivre et de NiTi et l'équipe de E. C. Oliver [51, 52] (ISIS Facility RA Laboratory Chilton UK) qui a étudié des AMF de Fe-Pd. Dans les deux cas la méthode utilisée est la diffraction des neutrons sur des éprouvettes à grains fins. Les auteurs ne mesurent que des déformations dans les différentes phases du matériau. Ces mesures sont moyennées sur plusieurs grains et ne donnent pas d'informations locales dans chaque grain en fonction de son orientation individuelle. Aucune analyse de contraintes n'est donnée dans ces travaux. On note également que ces analyses n'ont pas été couplées à des observations microscopiques pour suivre l'évolution microstructurale des éprouvettes et la corrélérer avec les mesures des déformations par diffraction des neutrons.

Un exemple de résultats de mesure de déformation sur un AMF Cu-Al-Zn-Mn obtenu par diffraction des neutrons lors d'un essai in situ en traction uniaxiale est représenté en figure I-24 [49].

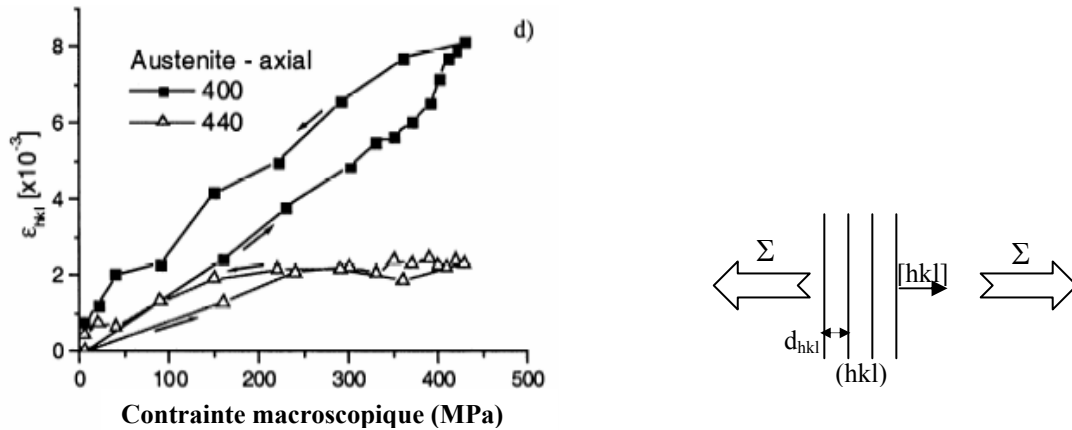


Figure I-24 : Mesure in-situ de déformation de l'austénite par diffraction des neutrons dans le polycristal Cu-Al-Zn-Mn [49]

L'effet de l'anisotropie cristalline du matériau est mis en évidence par ces travaux. Les grains qui ont une orientation favorable par rapport à la direction de traction (proches de [400]) se déforment plus facilement que les grains proches de [440]. Le même phénomène est observé pour les AMF NiTi (figure I-25) mais il est beaucoup moins important [48]. Cela est expliqué par le fait que l'anisotropie élastique des TiNi est inférieure à celle du Cu-Al-Zn-Mn.

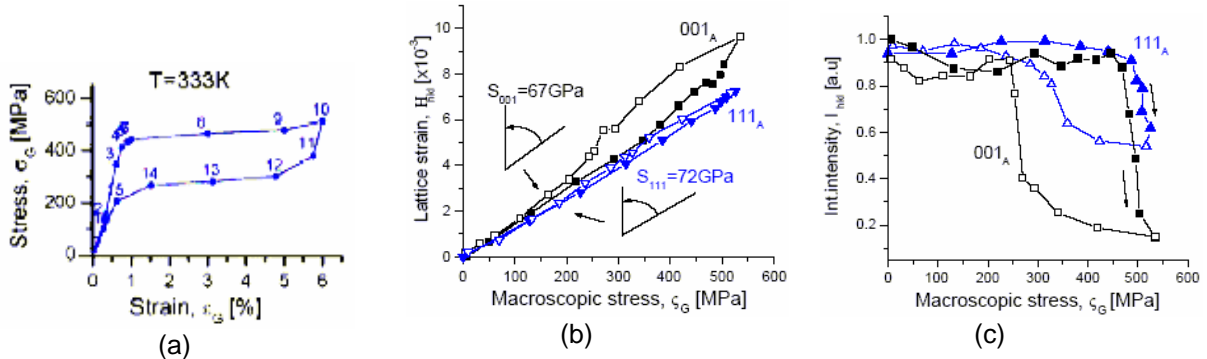


Figure I-25 : a) Comportement macroscopique du polycristal NiTi, b) Mesure de déformation in situ dans l'austénite dans le polycristal NiTi, c) Evolution de l'intensité des pics de diffraction de l'austénite et de la martensite [48]

Au cours du chargement, le matériau se transforme en martensite : les variantes s'activent successivement dans les grains favorablement orientés. L'ensemble des grains ne se transforme pas en même temps. La coexistence des grains austénitiques et des grains martensitiques ou biphasés est une source de contraintes internes intragranulaires. La figure I-26-C compare les résultats des intensités de réflexion des pics (111) et (001), des grains orientés [111] et [001]. Ces résultats montrent que les grains orientés [111] se transforment



après ceux orientés [001] et leur taux de transformation est inférieur. Dans le domaine de transformation (biphasé), l'évolution des déformations des plans (111) est linéaire, contrairement à celle des plans (001) qui est non-linéaire avec une hystérésis (figure I-25-b). Cela reflète le mécanisme de transformation du polycristal NiTi et le fait que les grains orientés [111] se transforment peu et leur comportement reste élastique. Cette configuration implique une redistribution des contraintes interphases, entre l'austénite et la martensite mais aussi intergranulaire entre les grains, selon leur état de transformation et donc selon leur orientation. Ce résultat montre la nécessité et l'importance de la mise au point d'une nouvelle approche expérimentale permettant l'analyse de contraintes inter et intragranulaires in-situ dans les AMF.

Un exemple de mesure de déformation dans les deux phases lors de la transformation martensitique de NiTi est reporté en figure I-26 [48].

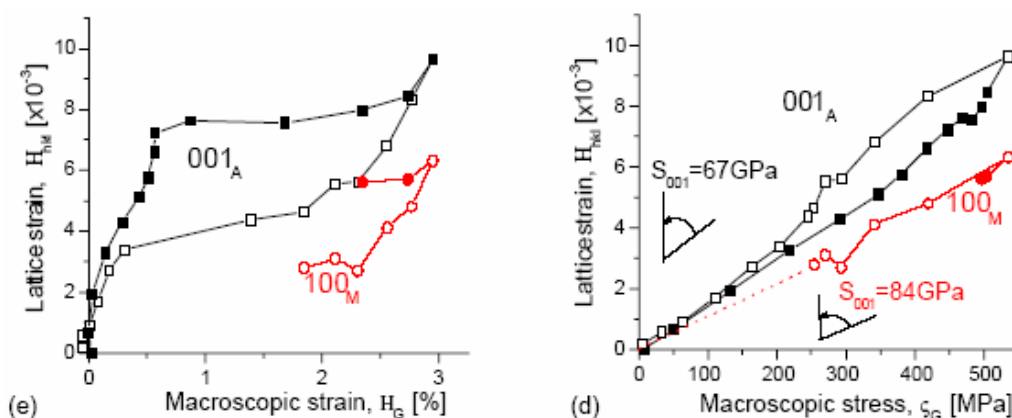


Figure I-26 : Mesure de déformation in situ dans l'austénite dans le polycristal NiTi [48]

Pour la même déformation et/ou contrainte macroscopique imposée, la déformation dans l'austénite est supérieure à celle dans la martensite. Ces mesures de déformation ont été effectuées dans la direction [001] de l'austénite et de la martensite. A partir de l'évolution des déformations mesurées par diffraction  $\varepsilon=f(\zeta_G)$  Sittner [48] a calculé la « constante élastique de diffraction » ( $S_{hkl}$ ) de chaque phase dans la direction de traction. Cette dernière est donnée par la pente de la courbe  $\varepsilon=f(\zeta_G)$  dans le domaine linéaire de l'austénite et/ou de la martensite respectivement. Pour l'austénite  $S_{001}=67\text{GPa}$  et pour la martensite  $S_{001}=84\text{GPa}$ . Compte tenu de l'évolution de la déformation dans les deux phases et de leurs constantes élastiques de diffraction, l'auteur estime que les contraintes sont approximativement égales dans les deux phases. Cette estimation est très approximative et ne peut être totalement vraie, car dans le cas de l'analyse de contraintes dans les matériaux à grains fins il est important de prendre en

considération les constantes élastiques radiocristallographiques de la phase analysée et il est insuffisant de tenir compte uniquement des constantes élastiques de diffraction dans la seule direction de traction.

Le comportement mécanique et l'évolution des contraintes internes dans les AMF de Cu-Al-Be ont été étudiés par Moreau [16] qui s'est intéressé, en plus du comportement macroscopique, à l'évolution des déformations internes dans l'austénite. L'échantillon utilisé dans cette étude est un polycristal AH38 (Cu-12%Al-0,5%Be  $M_s=-20^\circ\text{C}$ ) recuit à  $700^\circ\text{C}$  pendant 1 heure pour faire grossir les grains. La taille des grains obtenue est d'environ 0,5mm. Les résultats obtenus sur deux grains de l'échantillon non cyclé montrent que la déformation interne de ces deux derniers est très faible, de l'ordre de 0,02% à 0,03% dans la direction de traction. Une déformation proche de la limite de résolution de la méthode. Les résultats d'analyse par DRX obtenus sur le même échantillon après 20 cycles de chargement à  $\varepsilon=4,5\%$  (figure I-27) montrent un élargissement des raies de diffraction (figure I-28). Cet élargissement est caractéristique de la présence de défauts dans le réseau cristallin. Ces résultats montrent également que la déformation élastique n'a pas augmenté dans la direction de traction, par contre les autres composantes de tenseurs ont augmenté.

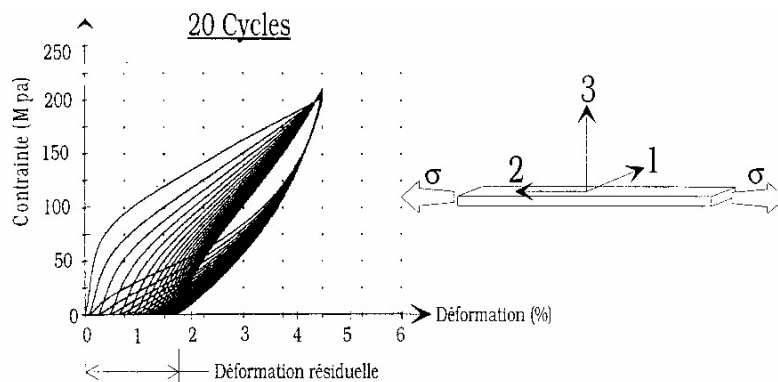


Figure I-27 : Evolution de la déformation d'un polycristal Cu-Al-Be au cours du cyclage [16]

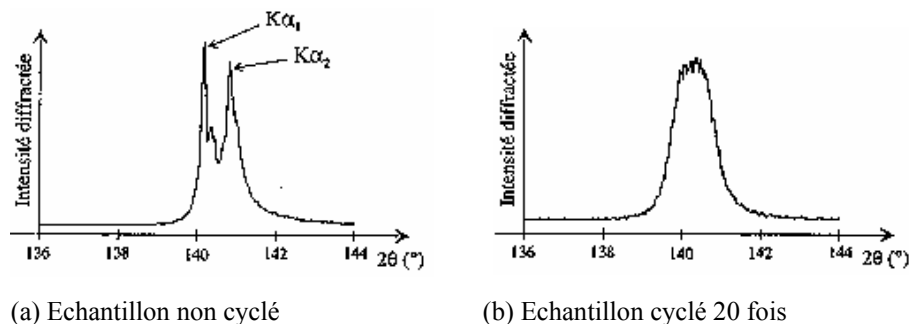


Figure I-28 : Elargissement des pics de diffraction d'un polycristal Cu-Al-Be cyclé [16]

Les résultats présentés auparavant montrent la grande influence de l'orientation cristallographique des grains sur la transformation martensitique des AMF et par conséquent sur le comportement macroscopique du matériau. Les études réalisées se divisent en deux grandes catégories ; des études qui s'intéressent uniquement à l'évolution microstructurale au cours du chargement, sans regarder l'aspect analyse de contraintes (et/ou déformations), ou par contre, des études qui se focalisent sur les mesures de déformations et l'analyse de phase par diffraction, sans faire le lien avec l'évolution microstructurale du matériau. Un point commun entre ces deux types d'études est le fait qu'elles concernent le comportement moyen de l'ensemble des grains du matériau et ne font pas de corrélation directe entre le comportement individuel d'un grain du matériau et ses propriétés microstructurale. Inspirés par ces travaux, nous pensons qu'il est indispensable de mettre au point un protocole expérimental qui permet de réaliser des analyses de contraintes inter et/ou intra-granulaires (et pas seulement des mesures de déformations) dans les AMF et de corréler ces analyses avec l'état microstructural du matériau au cours d'un chargement.

## **I-6 Modélisation du comportement des AMF**

La modélisation du comportement d'un AMF consiste à déterminer l'évolution de sa déformation de transformation au cours du chargement. Cette déformation est liée directement à l'évolution de la fraction de martensite formée et à l'orientation des variantes. Plusieurs travaux ont été consacrés à ce problème et divers modèles sont proposés pour déterminer les lois d'évolution de ces deux paramètres. Une étape très importante dans la construction d'un modèle est le choix des variables internes et de l'échelle de description des mécanismes de déformation. À partir de ce choix, il se dégage deux grandes classes de modèles :

- des modèles macroscopiques phénoménologiques où les variables internes sont définies à l'échelle de l'échantillon,
- des modèles microscopiques où les variables internes sont définies à une échelle locale, en général celle du cristal ou du grain.

L'approche phénoménologique est basée sur la description macroscopique du phénomène à modéliser. Elle n'utilise qu'un nombre réduit de variables internes qui sont identifiées à partir d'essais macroscopiques usuels. Cette approche est très utilisée car elle est bien adaptée aux cas des chargements monotones et proportionnels, elle donne des résultats rapides et elle s'intègre facilement dans les codes de calcul de structure. Ce type d'approche

ne tient pas compte explicitement de la microstructure et elle ne permet pas de prévoir l'effet de l'évolution microstructurale sur les propriétés mécaniques. Dans ces modèles la martensite est souvent décomposée en deux types : une martensite orientée de fraction  $f^\sigma$  et une martensite autoaccommodée  $f^T$  [53, 54]. Peultier et al. [55] ont proposé une autre approche avec une variable interne scalaire : la fraction volumique de la martensite et une variable interne tensorielle : la déformation moyenne de transformation.

À l'inverse des modèles phénoménologiques, les modèles microscopiques décrivent la microstructure du matériau. Les variables internes introduites dans ces modèles sont généralement les 24 fractions volumiques des variantes de martensite pour chaque grain [56-59]. Ces modèles ont un pouvoir prédictif élevé car les nombreuses variables internes introduites permettent de décrire finement la microstructure du matériau et son évolution au cours du chargement.

L'objectif de ce travail de thèse ne portant pas sur la modélisation mais sur le développement d'une technique expérimentale d'analyse locale des contraintes lors de la transformation martensitique, cette partie d'analyse des modèles se limitera à deux modèles développés au LPMM. Ces derniers ont été choisis car ils permettent de simuler l'état de contraintes à l'intérieur d'un grain dans un polycristal.

Ces deux modèles sont des modèles de transition d'échelles. Le premier est un modèle autocohérent bien adapté à la description du comportement des polycristaux massifs. Le second est un modèle par éléments finis, développé pour décrire le comportement de films minces.

### **I-6.1 Modèle autocohérent (micro/macro)**

Les principaux modèles autocohérents sont ceux proposés par Patoor [60], Gao [61], Sun [62] et Lim [63] qui a utilisé le modèle de Patoor [60] pour simuler des chargements multiaxiaux. Ce modèle a été utilisé également par Arbab Chirani [64] pour déterminer la surface de charge de début de transformation dans un AMF Cu-Zn-Al. Bouvet [65] a repris le modèle de L'excellent [66] afin de déterminer la surface de charge de début de transformation de l'AMF Cu-Al-Be sous chargement uniaxial et/ou multiaxial. Qualitativement, les résultats de ce modèle sont en bon accord avec les résultats expérimentaux [65]. Le modèle autocohérent qui nous intéresse ici est celui développé par Entemeyer [7] et appliqué à des

AMF à base de cuivre. Ce modèle est bien adapté aux matériaux massifs et il fournit des informations à une échelle très comparable à celle accessible par les expériences réalisées au cours de cette étude.

Entemeyer [7] a modélisé le comportement thermomécanique lors d'essai superélastique ou de fluage anisotherme des AMF à base de cuivre et en particulier les Cu-Al-Be et Cu-Zn-Al. Ses travaux ont montré qu'une variante (n) ne peut être activée que lorsque sa contrainte résolue atteint une valeur critique, dépendante de la température et de la fraction volumique des autres variantes déjà formées. Ils ont montré que dans le cas du monocristal, le début de la transformation n'est fonction que du mode de sollicitation, mais la fin de la transformation est fortement dépendante de l'état microstructural. Dans un monocristal l'évolution de la fraction volumique d'une variante (n) est donnée par :

$$df^n = \sum_m [H^{nm}]^{-1} (\varepsilon_{ij}^n d\Sigma_{ij} - BdT) \quad (I-3)$$

B : constante du matériau,

$\varepsilon_{ij}^n$  : déformation de transformation associé à la variante n,

$\Sigma_{ij}$  : tenseur de contrainte appliqué sur le cristal,

T : température,

$H^{nm}$  : matrice d'interaction (24x24). Cette matrice tient compte des interactions entre les variantes.

Deux modes d'interactions sont distingués, ils correspondent aux interactions entre variantes auto-accommodantes et aux interactions entre variantes incompatibles. L'équation (I-3) montre que la progression d'une variante dépend non seulement de la contrainte appliquée mais aussi de la présence d'autres variantes. La matrice d'interaction  $H^{nm}$  influe sur la progression des variantes en privilégiant certaines variantes au détriment des autres.

Pour modéliser le comportement du polycristal il faut prendre en compte la texture cristallographique donnée par les orientations cristallographiques de chaque grain du polycristal par rapport au repère de l'éprouvette.

Entemeyer [7] a utilisé le modèle autocohérent pour simuler le comportement des AMF de type Cu-Zn-Al, les deux phases (austénite et martensite) sont supposées élastiquement isotropes et identiques.

Les travaux d'Entemeyer [7] ont montré que l'orientation cristallographique des grains est un facteur déterminant dans leur comportement. L'initiation de la transformation dans l'éprouvette est caractérisée par la coexistence des grains plus au moins transformés avec des grains qui ne se déforment qu'élastiquement. On observe alors une forte hétérogénéité de la contrainte interne des différents grains. Entemeyer [7] a défini la contrainte interne dans la direction de traction dans les grains ( $\sigma^{int}$ ) par :

$$\sigma^{int} = \sigma_{11} - \Sigma_{11} \quad (I-4)$$

Avec :

$\sigma_{11}$  : la contrainte dans le grain dans la direction de traction

$\Sigma_{11}$  : la contrainte macroscopique

Selon leur orientation, Entemeyer [7] classe les grains en trois catégories ;

- a) les grains qui ont une orientation proche de [111], sont des grains mal orientés par rapport à la direction de traction. Ces grains développent une contrainte interne de traction très importante ( $\sigma^{int} > 150\text{MPa}$ ). Ils se transforment peu en début de chargement puis cette tendance s'inverse et ils sont les premiers à être transformés complètement en martensite, mais pour des niveaux de contraintes très élevés. Le départ tardif de la transformation est dû à la mauvaise orientation de ces grains, mais la forte contrainte interne provoque une transformation rapide une fois que cette dernière s'amorce. Cette contrainte interne augmente de façon importante suite aux interactions avec les autres grains qui continuent de se transformer et de se déformer,
- b) les grains qui ont une orientation proche de [001], sont des grains bien orientés par rapport à la direction de traction. Ils se transforment rapidement mais la fraction de martensite formée sature à 60% en fin de chargement pour une fraction globale de 75%, par exemple. L'interaction avec le milieu environnant (les grains peu transformés) bloque leur transformation et ces grains développent une contrainte interne de compression très importante ( $\sigma^{int} < -200\text{MPa}$ ),
- c) les grains qui ont une orientation intermédiaire ont des comportements très différents les uns par rapport aux autres. Leur comportement et leur transformation sont intermédiaires aux deux cas précédents. En général, de nombreuses variantes sont activées dans ces grains.

Au niveau de l'évolution microstructurale dans les grains, le modèle proposé par Entemeyer [7] prédit une transformation de l'éprouvette en trois étapes :

- a) Initiation de la transformation : une première étape au cours de laquelle tous les grains s'activent, la déformation de transformation générée reste faible, environ 0,4%,
- b) Transformation homogène : tous les grains sont actifs et les variantes apparues lors de la phase (a) croissent sans apparition de nouvelles variantes,
- c) Durcissement : le nombre de grains actifs diminue, quelque grains ne sont plus actifs parce qu'ils sont entièrement martensitique.

Ce modèle prédit également que le nombre de variantes actives par grain est faible. Cet effet est lié directement au pouvoir d'orientation de la contrainte macroscopique qui privilégie les variantes les mieux orientées. Pour une fraction globale de martensite de 75%, aucun grain n'a produit plus de six variantes. Entre 2% et 3% de déformation de transformation (des valeurs comparables à celle des essais expérimentaux) le nombre de variantes actives par grain est moins de trois variantes. On note que ce modèle suppose que le comportement élastique de grain est isotrope est homogène. Cette hypothèse sera vérifiée et comparée avec les résultats expérimentaux.

### **I-6.2 Modèle éléments finis**

Niclaeys [67] et Ben Zineb [68] ont implanté la loi de comportement micromécanique de monocristal dans le code éléments finis Abaqus® via la routine UMAT. L'hétérogénéité du matériau est prise en compte par la méthode des éléments finis en représentant la forme géométrique de chaque micro-domaine homogène, donc de chaque grain de l'éprouvette. La forme et l'orientation de chaque grain sont obtenues expérimentalement. La loi constitutive décrivant le comportement thermomécanique à l'échelle du monocristal est identique à celle utilisée au paragraphe précédent. Ce modèle a permis d'étudier l'effet des hétérogénéités du comportement dans un film mince AMF.

Niclaeys [67] a modélisé un film mince de 0,1 mm d'épaisseur, contenant six grains d'orientations cristallographiques différentes. Le facteur de Schmid de ces derniers, varie de  $R_{11}=0,49$  pour le grain le mieux orienté à  $R_{11}=0,21$  pour le grain mal orienté. Ces grains ont une taille millimétrique qui est du même ordre de grandeur que celle des grains analysés dans cette thèse. Ces résultats montrent que le premier grain à s'activer est le mieux orienté ( $R_{11}=0,49$ ) et le dernier à s'activer est le grain le plus mal orienté ( $R_{11}=0,21$ ) par rapport à la

direction de traction. La correspondance est parfaite entre l'ordre (décroissant) du facteur de Schmid  $R_{11}$  et l'ordre d'apparition de la transformation dans ces grains. Ces modélisations prédisent :

- une initiation de la transformation au niveau des joints triples et des bords de l'éprouvette,
- une localisation de la transformation dans des zones particulières de l'éprouvette, qui sont des zones regroupant les grains les mieux orientés par rapport à la direction de traction.

Ben Zineb [68] a étudié de la même façon des éprouvettes formées d'un nombre de grains plus important (figure I-29). Ses résultats montrent que la transformation apparaît avec une seule variante de martensite, dans des grains bien orientés ( $R_{11} > 0,4$ ).

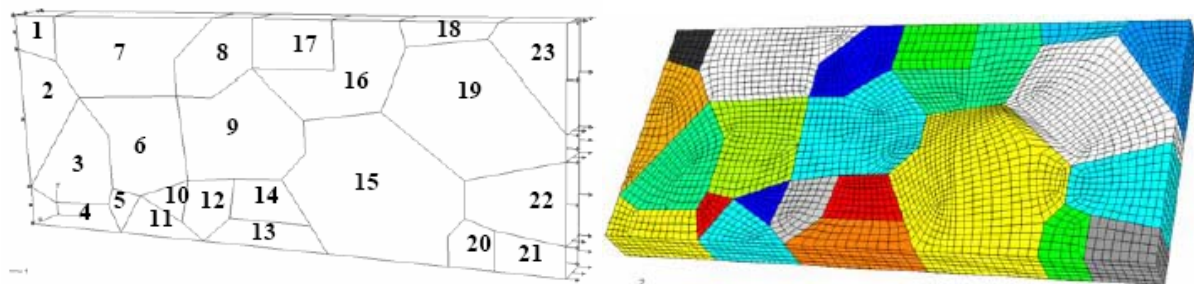


Figure I-29 : Forme des grains et maillage de l'éprouvette [68]

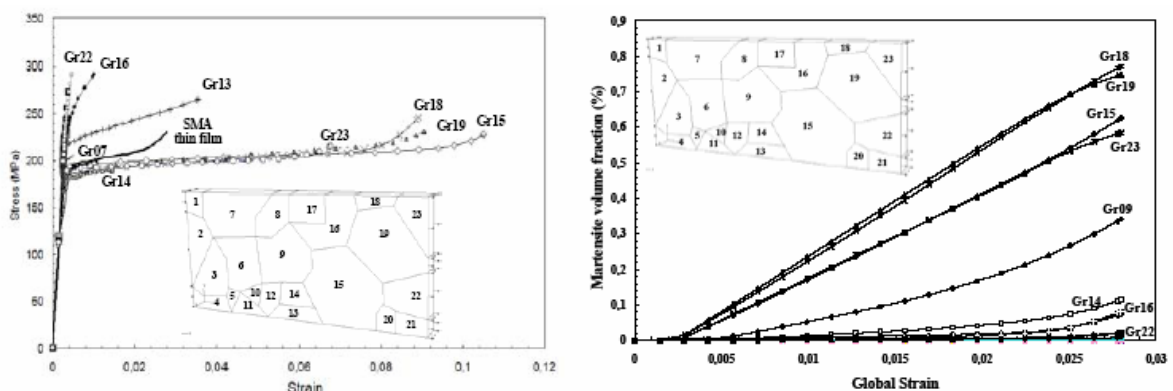


Figure I-30 : Evolution de la contrainte et de la fraction volumique de martensite formée dans les grains de l'éprouvette au cours de chargement [68]

La fraction volumique de martensite formée est forte dans les grains 18( $R_{11}=0,5$ ), 19( $R_{11}=0,49$ ), 15( $R_{11}=0,48$ ) et 23( $R_{11}=0,5$ ). Ces grains sont adjacents et présentent des orientations cristallographiques assez proches et bien orientés par rapport à la direction de



traction. La transformation est très faible dans les autres grains (figure I-30). Cette modélisation met en évidence les hétérogénéités du comportement du polycristal et la localisation de la transformation martensitique dans un nombre limité de grains. Très souvent la transformation d'un grain est assurée par une variante prédominante. Ce modèle décrit également la redistribution des contraintes qui s'opère entre les grains qui se transforment, et dont la contrainte se relaxe relativement, et les grains qui ne se transforment pas et où la contrainte continue à croître. Ce second modèle apparaît a priori comme le plus proche de nos conditions expérimentales.

## **I-7 Conclusion**

Dans cette première partie bibliographique, nous avons présenté les principales caractéristiques de la transformation martensitique. Les différents types de comportement dans ces alliages ont été également évoqués. Nous nous sommes intéressés également au comportement de ces alliages au cours du cyclage thermomécaniques et à la dégradation de leurs propriétés. Cette dégradation qui se manifeste souvent par une perte de l'effet superélastique et de l'effet mémoire de forme. Un bref rappel des simulations du comportement des AMF et des mesures de déformations dans ces alliages au cours de chargement superélastique a été fait. L'ensemble de ces travaux ouvre plusieurs perspectives et montre la nécessité de disposer d'un outil performant d'analyse de contraintes et l'intérêt que peuvent apporter des analyses multiéchelles de contraintes, en terme de compréhension des phénomènes locaux, d'interprétation et d'explication du comportement des AMF.

## Bibliographie

- [1] E. Patoor, M. Berveiller, "Technologie des Alliages à Mémoire de Forme", Edition Hermès (1994).
- [2] G. Guénin, « Alliages à mémoire de forme », Technique de l'ingénieur, Traité des matériaux métalliques, M530 (1995) pp. 1-14.
- [3] J.P. Moniroli, « Microscopie électronique », Edition Société française de la microscopie (2001).
- [4] S. Kajiwara, "Theoretical analysis of the crystallographic of the martensitic transformation of BCC to 9R close-packed structure", Transaction of the Japan Institute of Metals, Vol. 17 (1976) pp. 435-446.
- [5] S. Kajiwara, "Experimental aspects of the crystallography of the martensitic transformation of BCC to 9R close-packed structure", Transaction of the Japan Institute of Metals, V. 17 (1976) pp. 447-456.
- [6] M. Fremond, S. Miyazaki, « Shape memory alloys », Edition Springer (1996).
- [7] D. Entemeyer, « Etude micromécanique du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme », Thèse université de Metz (1996).
- [8] Novak, P. Sittner, D. Vokoun, N. Zarubova, « On the anisotropy of martensitic transformation in Cu-based alloys », Material Science and Engineering A, Vol 273 (1999) pp. 280-285.
- [9] C.Y. Chung, C.W.H. Lam, « Cu-based shape memory alloys with enhanced thermal stability and mechanical properties », Material Science and Engineering A, Vol. 273 (1999) pp. 622-624.
- [10] J.V. Humbeeck, « Non medical application of shape memory alloys », Material Science and Engineering A, Vol. 273 (1999) pp. 134-148.
- [11] N. Siredey, A. Eberhardt, « Fatigue behavior of Cu-Al-Be shape memory single crystals », Materials Science and Engineering A, Vol. 290 (2000) pp. 171-179.
- [12] L. Contardo, « Etude des traitements d'éducation, de la stabilité et de l'origine de l'effet mémoire double sens dans un alliage CuZnAl », Thèse INSA de Lyon (1988).
- [13] M. Ninomi, "Recent research and development in titanium alloys for biomedical applications and healthcare goods", Science and Technology of Advanced Materials, (2003). pp. 445-454.
- [14] D. Mantovani, "Shape Memory Alloys: Properties and Biomedical Applications", Journal of the Minerals, Metals & Materials Society (2000) pp. 36-44.

- [15] S. Belkahla, « Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoire de forme basse température type CuAlBe », Thèse INSA de Lyon (1990).
- [16] F. Moreau, « Etude par diffraction des rayons X des effets du cyclage pseudoélastique de l'alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be », Thèse université de Metz (1998).
- [17] Z.H. Flores, « Stabilité thermique de la phase  $\beta$  et de l'effet mémoire double sens d'un alliage à mémoire de forme de type Cu-Al-Be », Thèse INSA de Lyon (1993).
- [18] J. W. Christian, "Deformation by moving interfaces", Metallurgical Transactions, Vol. 13 (1982) pp. 509-538.
- [19] F.C. Lovey, M. Sade, V. Torra, A. Amengual, "Role of dislocations on the properties of shape memory alloys" Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformations, Monterey (1992) pp. 365-370.
- [20] T. Saburi, S. Nenno, M. Inuishi, "A thermally produced large single crystal of CuZnGa martensite", Scripta Metallurgica, Vol. 10 (1976) pp. 875-877.
- [21] F.C. Lovey, A. Amengual, V. Torra, M. Ahlers, "on the origin of the intrinsic thermoelasticity associated with a single-interface transformation in CuZnAl shape memory alloys", Philosophical magazine A, Vol. 61 (1990) pp. 159-165.
- [22] L.C. Brinson, I. Schmidt, R. Lammering, « Stress-induced transformation behavior of a polycrystalline NiTi shape memory alloy : micro and macromechanical investigations via in situ optical microscopy », Journal of the Mechanics and Physics of Solids, Vol. 52 (2004) pp. 1549-1571.
- [23] Y.B. Xu, R.J. Wang, Z.G. Wang, "In-situ investigation of stress-induced martensitic transformation in the Ti-Ni shape memory alloy during deformation", Materials Letters, Vol. 24 (1995) pp.355-358.
- [24] A. Hautceour, A. Eberhardt, E. Patoor, M. Berveiller, « Thermomechanical behavior of monocrystalline CuAlBe shape memory alloys and determination of the metastable phase diagram », Journal de Physique IV, Vol. 5 (1995) pp. 459-464.
- [25] L. Lu, M.O. Lai, A.S. Lim, « Mechanical fatigue of Cu-based shape memory alloy after different heat treatment », Scripta Materialia, Vol. 34 (1996) pp. 157-162.
- [26] A. Abu-arab, M. Chandrasekaran, M. Ahlers, "Aging behavior in the martensitic and the bcc phase of Cu-Zn-Al single crystals" Scripta Metallurgica, Vol. 18 (1984) pp. 1125-1130.
- [27] D.O. Roqueta, F.C. Lovey, M. Sade, "Hysteresis evolution in the martensitic transformation cycling in  $\beta$ -Cu-Zn-Al samples with  $\gamma$ -phase precipitates", Scripta Materialia, Vol. 36 (1997) pp. 385-391.

- [28] J. Malarria, M. Sade, "The effect of temperature on pseudoelastic cycling of Cu-Zn-Al single crystals", *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 30 (1994) pp. 241-246.
- [29] V. Torra, A. Isalgue, F.C. Lovey, « Microstructure and thermodynamics of the martensitic transformation », *Canadian Metallurgical Quarterly*, Vol. 39 (2000) pp. 207-214.
- [30] W.L. Bragg, *Proc. Camb. Phil. Soc.*, Vol. 17 (1912) pp. 43.
- [31] H. Lester, R. Aborn, *Army Ordnance*, Vol. 6 (1925) pp. 120-127.
- [32] G.B. Greenough, *Prog. Met. Phys.*, Vol. 3 (1952) p. 176.
- [33] H.R. Isenburger, "Bibliography on X-Ray stress analysis", 2nd edition (1953) New Jersey, St. John X-Ray Laboratory.
- [34] D.M. Vasilev, B.J. Smirnov, *Usp. Fiz. Nauk.*, Vol. 73 (1961) p. 503.
- [35] T. Umura, S. Weissmann, J.J. Slade, *Acta Crystallographica* Vol. 15 (1962) pp. 786-793.
- [36] T. Ellis, E. Al, *Journal of Applied Physics*, Vol. 35 (1964) p. 3364.
- [37] J.J. Slade, *Journal of Applied Physics*, Vol. 35 (1964) pp. 3373-3385.
- [38] B. Ortner, « Choice of lattice planes in X-Ray strain measurements of single crystals », *Advances in X-Ray Analysis*, Vol.29 (1986) pp. 113-118.
- [39] B. Ortner, « Simultaneous determination of the lattice constant and elastic strain in cubic single crystal », *Advances in X-Ray Analysis*, Vol.29 (1986) pp. 387-394.
- [40] B. Ortner, "Lattice-constant and stress measurement in single crystals: A new method", *Journal of Applied Crystallography*, Vol. 38 (2005) pp. 678-684.
- [41] M. Barral, *Rapport de recherche interne, LM3 ENSAM Paris*, (1987).
- [42] W. Reimers, « Entwines eikornmess und auswertungsverfahrens unter antw von beugungsmethoden zur analyse von def und eigenspannungen im mikrobereich“ *Habilitation de recherche de l'université de Dortmund* (1989).
- [43] Z. Zou, « Détermination des déformations et des contraintes dans les matériaux monocristallins par diffraction des rayons X », *Thèse ENSAM Paris* (1994).
- [44] P. Gergaud, G. Dour, K. Inal, J.L. Lebrun, « X-ray determination of stresses distribution in a coarse grained silicon billet » *Advances in X-ray analysis*, Vol. 39 (1996) pp. 225-235.
- [45] F. Eberl, "Second order heterogeneities in a multicrystal : experimental developments using X-Ray diffraction and comparison with a finite element model", *Thèse ENSAM Paris*, (1999).
- [46] L. M'cirdi, « Comportement et endommagement sous sollicitation mécanique d'un acier auténo-ferritique moulé vieilli », *Thèse ENSAM de Paris* (2000).
- [47] J. Turki, D. Löhe, "Influence of crystalline orientation on the distribution of the stress in coarse grains", *Materials Science Forum*, Vol. 404 (2002) pp. 477-482.

- [48] P. Sittner, P. Lukás, V. Novák, M.R. Daymond, G.M. Swallowe, “In situ neutron diffraction studies of martensitic transformations in NiTi polycrystals under tension and compression stress”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 378 (2004) pp. 97-104.
- [49] P. Sittner, P. Lukás, D. Neov, M.R. Daymond, V. Novák, G.M. Swallowe, “Stress-induced martensitic transformation in Cu–Al–Zn–Mn polycrystal investigated by two in-situ neutron diffraction techniques”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 324 (2002) pp. 225-234.
- [50] P. Lukás, P. Sittner, D. Neov, V. Novák, P. Strunz, M. Vrána, P. Mikula, “In situ neutron diffraction study of metals under external mechanical loading”, *Physica B: Condensed Matter*, Vol. 276-278 (2000) pp. 845-846.
- [51] E.C Oliver, T Mori, M.R Daymond, P.J Withers, “Neutron diffraction study of stress-induced martensitic transformation and variant change in Fe–Pd shape memory alloy”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 378 (2004) pp. 328-332.
- [52] E.C. Oliver, T. Mori, M.R. Daymond, P.J. Withers, “Neutron diffraction study of stress-induced martensitic transformation and variant change in Fe–Pd”, *Acta Materialia*, Vol. 51 (2003) pp. 6453-6464.
- [53] A. Bekker, L.C. Brinson, “Phase diagram based description of the hysteresis behavior of shape memory alloys”, *Acta Materialia*, Vol.46 (1998) pp. 3649-3665.
- [54] S. Leclercq, C LExcellent, “A general macroscopic description of the thermomechanical behavior of shape memory alloy”, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 44 (1996) pp. 953-980.
- [55] B. Peultier, T. BenZineb, E. Patoor, “Macroscopic constitutive law of shape memory alloy thermomechanical behaviour. Application to structure computation by FEM”, *Mechanics of Materials*, Vol. 38 (2006) pp. 510-524.
- [56] E. Patoor, A. Eberhardt, M. Berveiller, « Thermomechanical behavior of shape memory alloy », *Archives of Mechanics*, Vol. 40 (1988) pp. 775-794.
- [57] T.J. Lim, D.L. McDowell, “Cyclic thermomechanical behavior of a polycrystal-line pseudoelastic shape memory alloy”, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol.50 (2002) pp. 651-676.
- [58] P. Thamburaja, L. Anand, “Superelastic behavior in tension-torsion of an initially-textured Ti-Ni shape memory alloy”, *International Journal of Plasticity*, Vol. 18 (2002) pp. 1607-1617.
- [59] P. Blanc, L. LExcellent, « Micromechanical modelling of a CuAlNi shape memory alloy behavior », *Materials Science and Engineering A*, Vol. 378 (2004) pp. 465-469.

- [60] E. Patoor, A. Eberhardt, M. Berveiller, « Micromechanical modeling of superelasticity in shape memory alloy », *Journal de Physique IV*, Vol. 1 (1996) pp. 277-292.
- [61] B.C. Goo, C. LExcellent « Micromechanics-based modeling of two way memory effect of a single crystalline shape memory alloy », *Acta Metallurgica*, Vol. 45 (1997) pp. 727-737.
- [62] Q.P. Sun, K. Hwang, S. Yu « Micromechanics constitutive modeling of transformation plasticity with shear and dilatation effect », *Advanced Applied Mechanics*, Vol. 31 (1994) pp. 249-298.
- [63] T.J. Lim, D.L. McDowell « Mechanical behavior of an NiTi shape memory alloy under axial-torsional proportional and nonproportional loading », *Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 121 (1999) pp. 9-18.
- [64] S. ArbabChirani, E. Patoor, « Influence of the crystallographic texture on transformation surfaces in shape memory alloy », 3<sup>rd</sup> Japan-France Seminar on Intelligent Materials and Structures (2000) pp. 188-192.
- [65] C. Bouvet, « De l'uniaxial au multiaxial : Comportement pseudoélastique des alliages à mémoire de forme », Thèse de l'université de Franche-Comté (2001).
- [66] C. LExcellent, C. Bouvet, S. Calloch, « Sectional lecture : Experimental investigations under multiaxial loading on CuAlBe shape memory alloy », ICTAM Chicago (2000).
- [67] C. Niclaeys, « Comportement des monocristaux en AMF. Application au comportement des polycristaux », Thèse ENSAM de Metz (2002).
- [68] T. Ben Zineb, S. Berveiller, F. Meraghni, E. Patoor, « Identification du comportement local d'un grain dans un multicristal en alliages à mémoire de forme », Congrès Français de Mécanique (2005) Université de Troyes.

## Chapitre II. Méthodologie et matériau

### Introduction

Dans le premier chapitre, nous avons rappelé les caractéristiques des AMF et en particulier ceux à base de cuivre, leur structure cristallographique ainsi que leurs propriétés physiques et mécaniques. Nous avons également rappelé les principaux travaux réalisés, notamment sur la caractérisation du comportement thermomécanique, l'analyse de contraintes et les mesures de déformations, lors d'un chargement mécanique ou au cours d'essais de cyclage.

Avant de présenter l'ensemble des résultats obtenus au cours de cette étude, nous allons détailler dans le présent chapitre la méthodologie et la procédure expérimentale de l'analyse de contraintes dans la phase austénitique d'un AMF Cu-Al-Be, puis nous présenterons les caractéristiques du matériau étudié et sa méthode de préparation. Deux méthodes différentes d'analyse de contraintes par diffraction des rayons X sont utilisées et qui permettent d'analyser des matériaux avec différentes microstructures. La première s'applique aux polycristaux à grains fins, tandis que la deuxième est adaptée à l'étude des contraintes dans les monocristaux et les polycristaux à gros grains. Remarquons que les notions « gros grains » et « grains fins » sont relatives à la dimension de la zone irradiée et par conséquent à la taille du faisceau incident des rayons X.

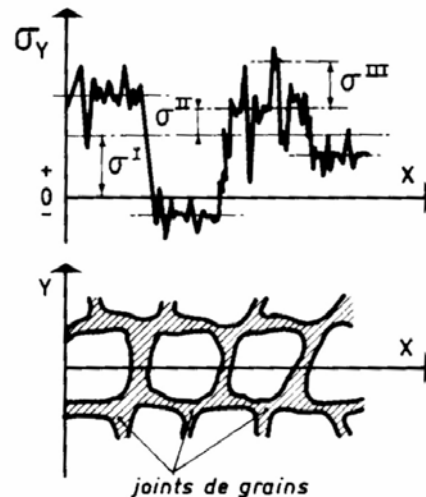
La diffraction des rayons X est devenue un outil incontournable dans l'étude des matériaux et en particulier de leur comportement mécanique. La possibilité de réaliser des analyses in-situ lors d'une sollicitation thermomécanique est un grand avantage. Cela permet en plus de l'étude du comportement mécanique de chaque phase, la mise en évidence de la redistribution des contraintes lors de la transformation martensitique.

Macherauch [1] a défini trois ordres différents de contraintes par rapport aux différentes échelles de la microstructure, du microscopique au macroscopique (figure II-1) :

**Ordre I :** les contraintes d'ordre I ( $\sigma^I$ ) sont considérées homogènes sur une grande échelle (plusieurs grains) et décrivent l'état de contraintes du matériau à l'échelle macroscopique.

**Ordre II :** Les contraintes d'ordre II ( $\sigma^{II}$ ) décrivent l'état de contraintes du matériau à l'échelle mésoscopique. Elles sont représentatives des contraintes moyennes dans un grain.

**Ordre III :** Les contraintes d'ordre III ( $\sigma^{III}$ ) sont les contraintes microscopiques. Elles sont inhomogènes sur quelques distances interatomiques. L'état de contraintes locales est lié aux perturbations engendrées par les défauts de structure (défauts ponctuels, dislocations, joints de grains,...)



*Figure II-1 : Les différents ordres de contraintes dans un polycristal [1]*

Ce travail porte sur l'étude du comportement mécanique des grains individuels du polycristal et l'analyse de l'évolution de contraintes dans ces grains (contraintes d'ordre II) en fonction des différents paramètres microstructuraux. Etant donné que la technique classique de diffraction des rayons X ne permet pas une analyse sur des surfaces micrométriques, vue la taille du faisceau, nous avons donc fabriqué des éprouvettes avec des grains suffisamment gros, d'une taille de l'ordre de grandeur du faisceau des rayons X, pour pouvoir accéder à la contrainte dans les grains individuels du polycristal. Ceci nous permet de déterminer la contrainte seuil et la cission critique de transformation dans chaque grain, d'étudier la redistribution des contraintes dans l'austénite entre les différents grains et de relier cet état de contraintes à l'état de transformation de chacun.

## **II-1 Techniques expérimentales**

Plusieurs techniques expérimentales ont été utilisées pour mener à bien ce travail.

### **II-1.1 Calorimétrie différentielle à balayage**

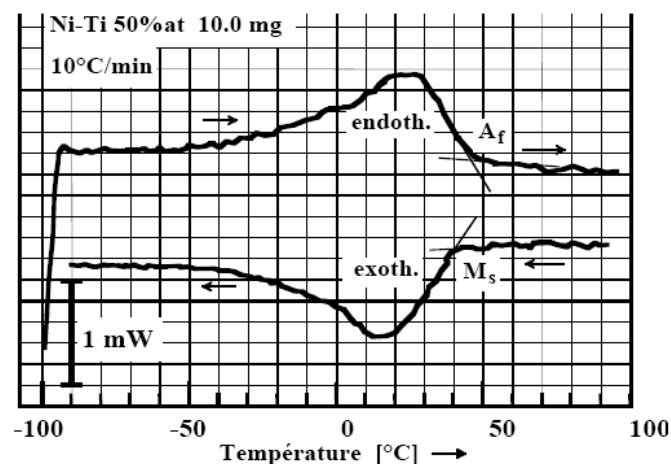
Afin de déterminer la température de début de transformation martensitique, nous avons effectué des mesures de DSC (Differential Scanning Calorimetry). Ces mesures ont été réalisées avec un appareil « SETARAM DSC131 », qui permet des balayages en température



entre  $-170^{\circ}\text{C}$  et  $700^{\circ}\text{C}$  avec des vitesses comprises entre  $0,01^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et  $99,99^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . L'échantillon est placé dans un creuset en aluminium situé dans une enceinte thermique qui contient également un autre creuset identique vide, utilisé comme référence. L'appareil mesure en permanence la différence de température entre les deux creusets.

La calorimétrie permet de mesurer la chaleur dégagée pendant la transformation et de détecter ainsi le début de transformation (figure II-2). Lors de la transformation martensitique (ou la transformation inverse), le dégagement de chaleur (ou l'absorption) provoque une fluctuation de la température de l'échantillon par rapport à celle du creuset de référence. On peut ainsi mesurer le flux de chaleur qui provient de l'échantillon pendant la transformation et déterminer les températures de transformation. D'après la norme Française AFNOR NF A 51-0801 (1991), les points de transformation conventionnels  $M_{s10}$  et  $A_{f90}$  sont déterminés pour une fraction de martensite de 10%, les températures  $M_{f90}$ , et  $A_{s10}$  correspondent à 90% de fraction de martensite. Une autre méthode consiste à prendre comme points de début et/ou de fin de transformation, les points d'intersection des tangentes du pic de l'enthalpie de transformation avec l'axe des températures (figure II-2). Dans notre travail nous avons adopté cette deuxième méthode pour déterminer la température de transformation  $M_s$  des différentes éprouvettes analysées.

Nous avons effectué un balayage en température entre la température ambiante ( $\sim 20^{\circ}\text{C}$ ) et  $-120^{\circ}\text{C}$ , avec une vitesse assez faible ( $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), afin d'obtenir une température homogène entre le creuset et l'échantillon. Nous avons utilisé de l'azote liquide pour refroidir l'enceinte. Les mesures ont été effectuées sur des échantillons parallélépipédiques dont la masse est d'environ 50 mg.



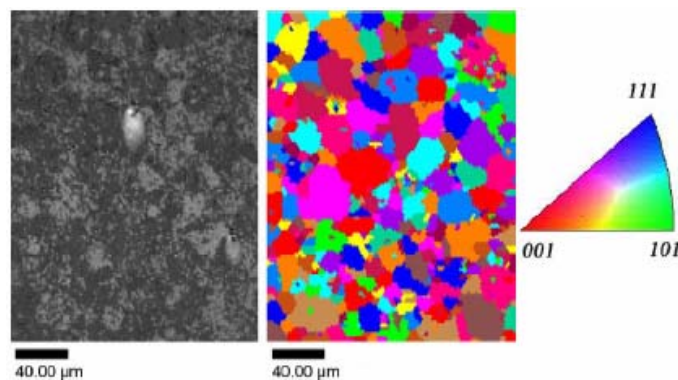
*Figure II-2 : Exemple de mesure de températures de transformation dans un AMF Ni-Ti [2]*

## II-1.2 Orientation cristallographique par EBSD

Un matériau cristallin balayé par un faisceau électronique est le siège de divers phénomènes : diffusion et diffraction d'électrons, émission d'électrons secondaires et électrons Auger, émission de photons X et de photons lumineux, absorption d'électrons, création de défauts et de phonons, etc... [3]. Chacun de ces effets peut donner lieu à la formation d'une image, si on dispose d'un détecteur correspondant capable de transformer l'effet objet en signal électrique.

Le principe de l'EBS (Electron BackScatter Diffraction ou "diffraction des électrons rétrodiffusés") s'appuie sur la diffusion élastique des électrons primaires d'un faisceau incident. Ces électrons interagissent avec la surface du matériau et diffusent à l'intérieur en subissant des chocs élastiques. On obtient alors une source ponctuelle divergente d'électrons rétrodiffusés possédant la même énergie que le faisceau incident, ce qui conduit pour un plan (hkl) donné, à l'existence d'une probabilité importante pour que la condition de Bragg de diffraction des électrons ( $2 d_{hkl} \sin\theta = \lambda$ ) soit satisfaite, conduisant ainsi à l'obtention d'un cône de diffraction. L'intersection de l'ensemble de ces cônes avec un plan (écran photoluminescent ou camera CCD, comme dans notre cas) conduit à l'obtention des clichés de diffraction appelés "diagramme de Kikuchi". Avec la connaissance de la maille élémentaire du matériau, il est possible par comparaison entre le cliché de diffraction expérimental et le cliché de simulation théorique, d'obtenir des informations de nature cristallographique sur les éprouvettes : orientations des grains, texture, etc... (figure II-3).

Le microscope utilisé dans cette étude est un "Leica S440" équipé d'un analyseur X numérique et d'une camera CCD pour effectuer des analyses EBSD. L'indexation des lignes de Kikuchi a été réalisée avec le logiciel HKL Flamenco.

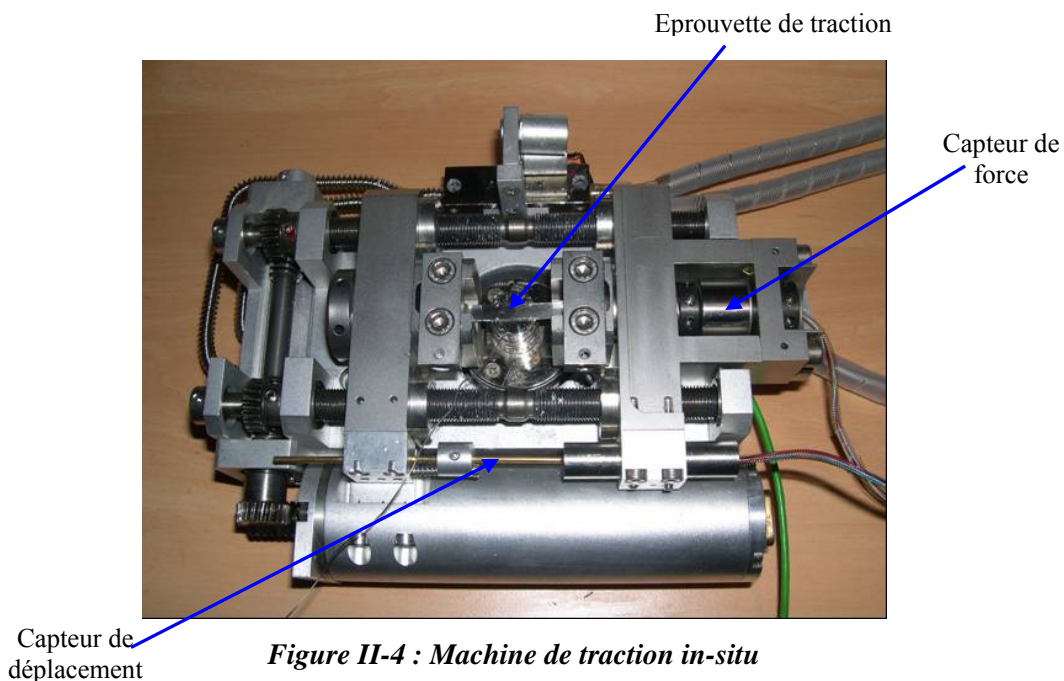


**Figure II-3 : Exemple d'une micrographie en MEB et de sa cartographie EBSD dans un AMF à grains fins [4]**

### II-1.3 Essais de traction in-situ

Dans ce travail, les éprouvettes d'AMF Cu-Al-Be sont soumises à un chargement macroscopique de traction simple, permettant de créer de la martensite induite par contrainte. Ces essais de traction sont couplés à des observations métallographiques et à des analyses de contraintes à chaque incrément de chargement.

La machine de traction in-situ utilisée dans cette étude est de type « Kammrath-Weiss » (figure II-4). Elle a la particularité d'être conçue pour être utilisée dans un microscope (à balayage ou optique) ou dans un diffractomètre à rayons X. Cela permet d'accéder à plusieurs informations en temps réel : la caractérisation mécanique, l'analyse de contraintes et l'observation microscopique de la microstructure. Elle est équipée d'un capteur de force piézoélectrique et d'un capteur de déplacement qui mesure le déplacement des mors. La force appliquée par cette machine peut atteindre 5kN, avec des vitesses de déplacement de traverse comprises entre 0,2 $\mu$ m/s et 100 $\mu$ m/s.



**Figure II-4 : Machine de traction in-situ**

Les observations métallographiques sont réalisées à température ambiante avec un microscope optique du type « Olympus BX60M ». Ce microscope ne dispose pas de polarisateur de lumière, les observations sont faites en lumière blanche. L'acquisition et le traitement des images sont faits avec le logiciel « Analysis ». Un travail de traitement d'image est nécessaire afin d'augmenter le contraste entre les zones transformées et les zones austénitiques dans chaque grain. Ce traitement permet aussi d'assembler des micrographies

pour réaliser une cartographie complète des éprouvettes et avoir une information intégrale sur l'évolution de la transformation martensitique dans chaque éprouvette avec le chargement. En moyenne, 80 à 100 micrographies prises avec un grossissement faible (x5) sont nécessaires pour cartographier toute la zone utile de chaque éprouvette.

#### II-1.4 Analyse de contraintes par diffraction des rayons X

La diffraction a pour origine un phénomène de diffusion d'un faisceau par un très grand nombre d'atomes. Ces atomes étant arrangés de façon périodique en un réseau, les rayons X diffusés ont des relations de phase entre eux, ces relations peuvent être destructives ou constructives suivant les directions. Les directions constructives correspondant aux faisceaux diffractés sont définies par la loi de Bragg :

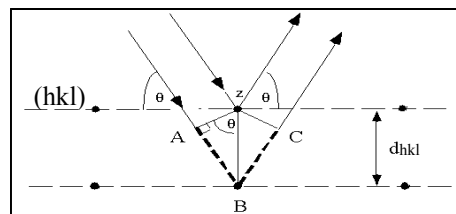
$$2 d_{hkl} \sin\theta = \lambda$$

Avec :

$d_{hkl}$  : La distance entre les plans cristallographiques (hkl)

$\theta$  : L'angle entre le faisceau incident et le plan cristallin (hkl)

$\lambda$  : La longueur d'onde du faisceau des rayons X incidents



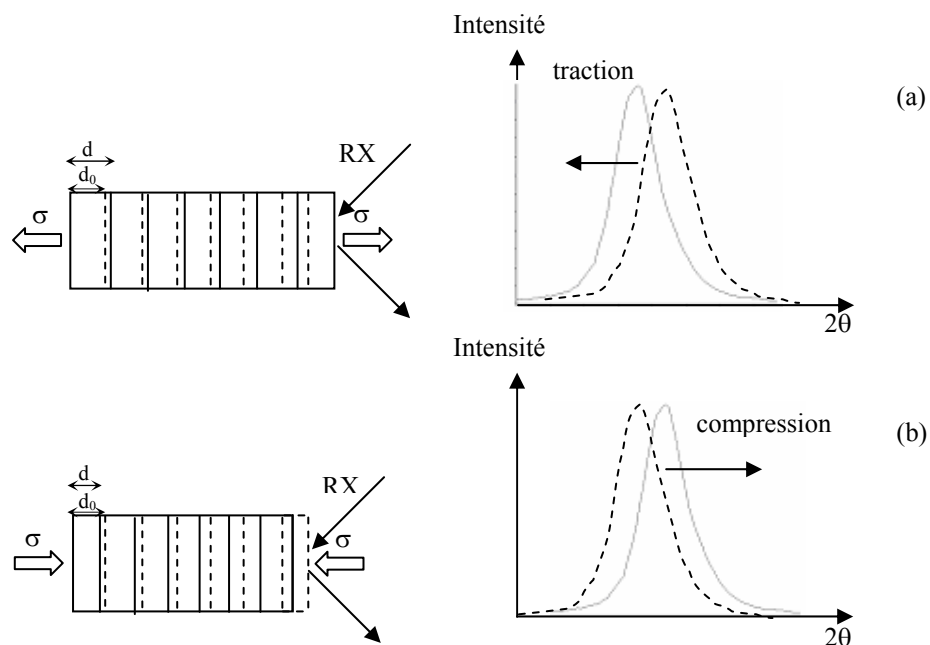
*Figure II-5 : Principe de la diffraction des rayons X*

Il est important de noter que d'un point de vue géométrique :

- le faisceau incident et le faisceau diffracté sont coplanaires et le plan formé par ces deux derniers est normal au plan diffractant,
- la bissectrice des faisceaux incident et diffracté est confondue avec la normale au plan diffractant.

La diffraction des rayons X permet d'avoir des informations sur les matériaux analysés : nature des phases, orientation cristalline, déformation du volume diffractant, écrouissage... Cette technique est actuellement la plus utilisée dans l'analyse de contraintes dans les matériaux. On parle de contrainte mais en pratique seule la déformation est mesurable. Les distances interréticulaires  $d_{hkl}$  sont utilisées comme jauge de déformation et la

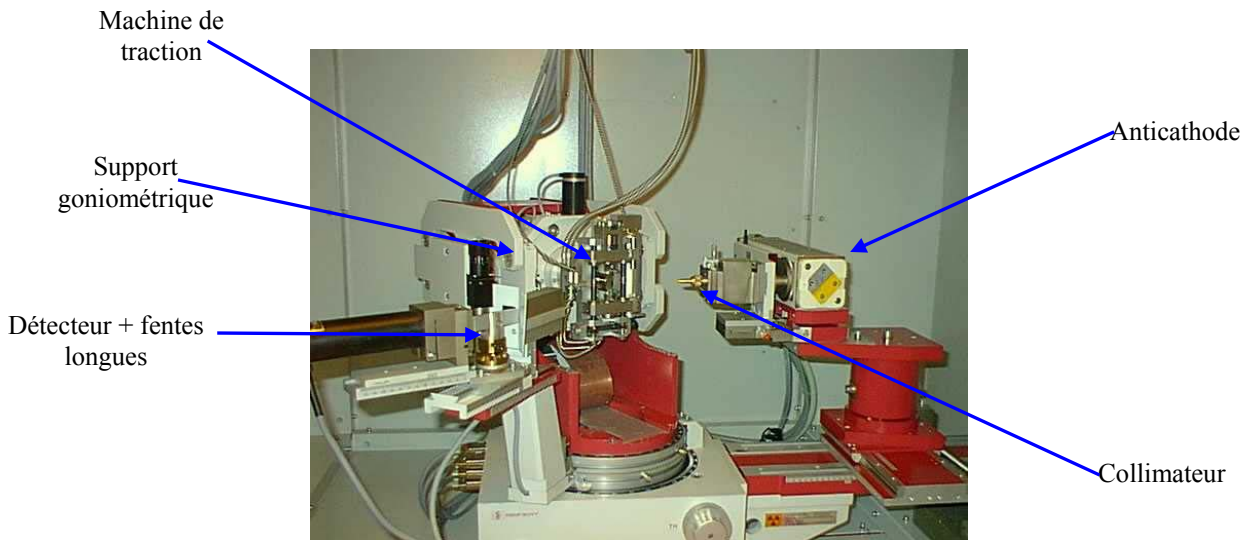
contrainte est ensuite obtenue par l'application de la loi de Hooke. Une contrainte produit une déformation élastique dans le cristal si la limite d'élasticité n'est pas atteinte. Les paramètres de maille du cristal sont donc modifiés. Prenons l'exemple simple de plans cristallins perpendiculaires à la direction de traction/compression uniaxiale. Une contrainte de traction écarte ces plans atomiques, leur distance interréticulaire  $d_{hkl}$  augmente tandis que leur angle de diffraction  $\theta$  diminue. Dans le cas où la contrainte appliquée est une contrainte de compression, cette dernière rapproche ces plans atomiques et la distance  $d_{hkl}$  diminue (figure II-6). La déformation mesurée est exprimée par rapport à un état de référence du matériau appelé état sans contrainte (ou matériau non contraint). Dans cet état, la distance interréticulaire des plans  $\{hkl\}$  ( $d_0$ ) est la distance interréticulaire des plans  $\{hkl\}$  du matériau non contraint.



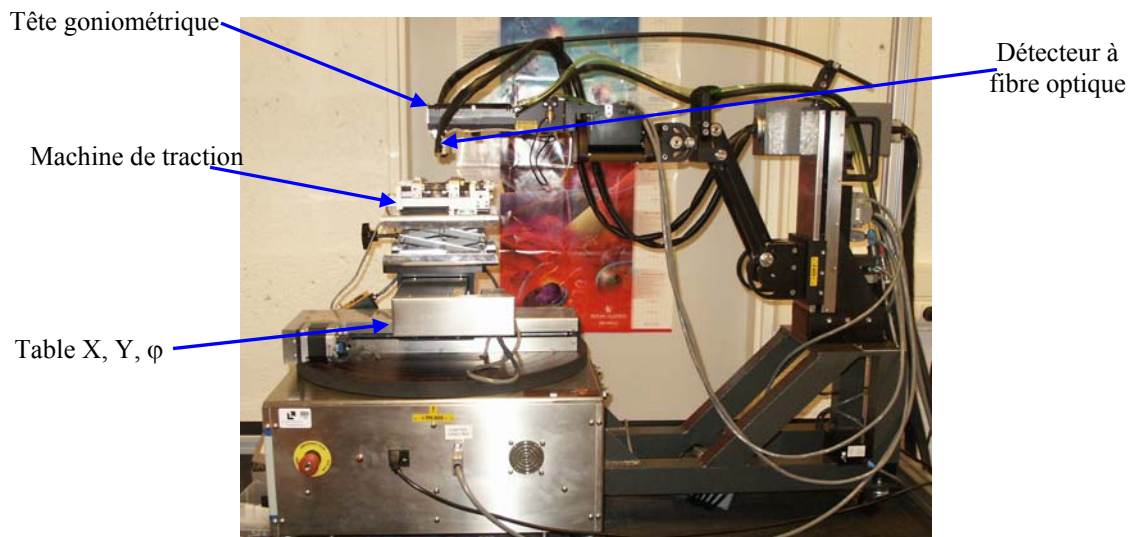
**Figure II-6 : Effet de déformation cristalline sur la position des pics de diffraction**

Dans cette étude, nous avons utilisé deux diffractomètres différents. Le premier est un diffractomètre à quatre cercles ; cette appellation vient du fait qu'il permet quatre mouvements de rotation différents : une rotation en  $2\theta$ , une rotation en  $\Omega$ , une rotation en  $\varphi$  et une rotation en  $\Psi$ . Il s'agit d'un « Seifert 3003 PTS » (figure II-7) équipé d'un détecteur ponctuel, d'un monochromateur plan secondaire en graphite et de fentes longues de Soller arrières verticales. Il est adapté pour l'analyse de contraintes dans les monocristaux et les polycristaux à gros grains. Le deuxième est de type « Proto iXRD » (figure II-8) portatif, équipé d'une table de déplacement ( $x, y, \varphi$ ) et d'une tête goniométrique avec deux détecteurs

à fibres optiques. La tête goniométrique est conçue pour pouvoir osciller autour de  $\Psi$ . Il est adapté pour l'analyse de contraintes dans les polycristaux à grains fins.



**Figure II-7 : Diffractomètre (Seifert) avec la machine de traction in-situ**



**Figure II-8 : Diffractomètre (Proto iXRD) avec la machine de traction in-situ**

Le choix du rayonnement X est très important, il dépend de la ou les familles des plans cristallographiques  $\{hkl\}$  utilisées pour la mesure des déformations du réseau cristallin. En particulier, il est important de travailler avec des plans qui diffractent à des angles  $2\theta$  élevés pour avoir une précision optimale. Dans notre cas, nous avons utilisé une anticathode de fer ( $\lambda K_{\alpha}=1,9360 \text{ \AA}$ ) et un collimateur de 2mm de diamètre pour le diffractomètre à quatre cercles, tandis qu'au diffractomètre « Proto iXRD » nous avons utilisé une anticathode de chrome ( $\lambda K_{\alpha}=2,2897 \text{ \AA}$ ) et un collimateur de taille  $1 \times 3 \text{ mm}^2$ . Le tableau II-1 précise les

positions des plans cristallographiques des familles avec lesquelles les analyses de contraintes ont été effectuées.

**Tableau II-1 : familles des plans {hkl} et angles de diffraction**

Rayonnement X	Famille des plans cristallographiques de l'austénite	Angle de diffraction $2\theta$
$K_{\alpha}(\text{Fe})$	{422}	109 degrés
	{440}	140,8 degrés
	{531}	160,5 degrés
$K_{\alpha}(\text{Cr})$	{422}	148,7 degrés
	{440}	ne diffracte pas
	{531}	ne diffracte pas

Le montage utilisé dans le goniomètre à quatre cercles lors de l'acquisition des pics est un montage à faisceaux parallèles. L'utilisation des fentes longues limite les erreurs de décentrement qui entraînent un déplacement instrumental du pic de diffraction en  $2\theta$ . L'utilisation d'un collimateur avant de diamètre de 2mm permet d'avoir un faisceau incident d'une taille du même ordre de grandeur que la taille des grains.

## II-2 Méthode d'analyse des $\sin^2\psi$

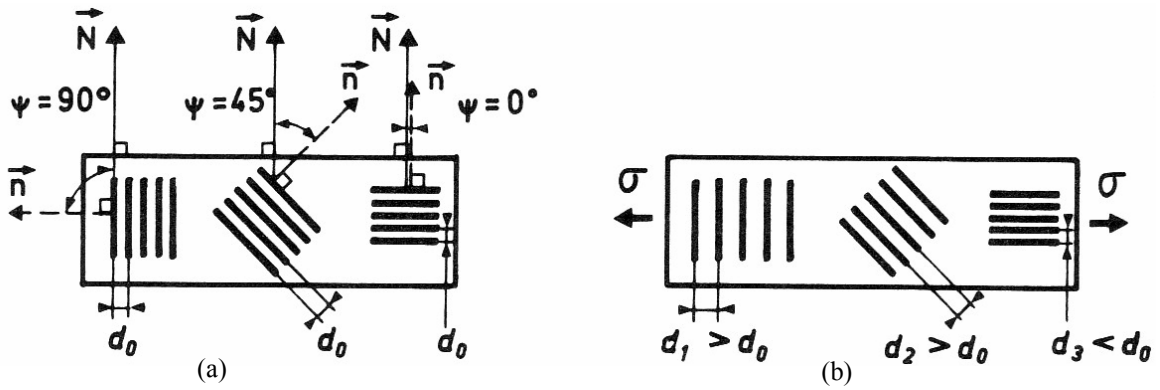
Comme toutes méthodes d'analyse de contraintes par DRX, la méthode des  $\sin^2\psi$  utilise les distances interréticulaires  $d_{hkl}$  comme jauge de déformation du réseau cristallin. Sous l'effet d'une contrainte  $\sigma$ , la distance  $d_{hkl}$  varie et passe de  $d_0$  à  $d$  et la déformation qui en résulte est donnée par :

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{\Delta d}{d_0}$$

Selon la loi de Bragg, cette déformation peut être exprimée par :

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = -\cotan\theta \cdot \Delta\theta = -\frac{1}{2} \cotan\theta \cdot \Delta 2\theta \quad (\text{II-1})$$

Pour un matériau non contraint, la valeur de  $d_{hkl}$  est indépendante de l'orientation des plans (hkl) par rapport à la surface, cette orientation étant définie par les angles  $\psi$ . Par contre, dans un matériau soumis à une contrainte  $\sigma$ , uniaxiale par exemple, la variation des distances  $d_{hkl}$  d'une famille des plans {hkl} dépend de l'orientation de ces plans par rapport à la surface. La déformation  $\varepsilon$  mesurée est une fonction de  $\psi$  ( $\varepsilon \equiv \varepsilon_{\psi}$ ) (figure II-9).



**Figure II-9 : Variation de la déformation en fonction de l'angle  $\psi$**

**(a) : état du matériau non déformé**

**(b) : application d'une contrainte  $\sigma$ , les plans cristallins se déforment selon leur angle par rapport à la direction de traction**

La loi de Hooke permet de relier la déformation  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  dans une direction définie par les angles  $(\varphi, \psi)$  aux contraintes  $\sigma_{ij}$  par la relation [5] :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\varphi} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} \text{tr}(\sigma) \quad (\text{II-2})$$

Avec :  $\nu$  le coefficient de Poisson et  $E$  le module d'Young

Cette équation peut être écrite en fonction des constantes radiocristallographiques  $S_1$  et  $S_2$  :

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{\varphi\psi} \sin^2 \psi + S_1 \text{tr}(\sigma) \quad (\text{II-3})$$

Avec :

$$S_1 = -\frac{\nu}{E} \quad \text{et} \quad \frac{1}{2} S_2 = \frac{1+\nu}{E} \quad (\text{II-4})$$

Ces relations permettent de relier la déformation à la variable  $\sin^2\psi$ . Les caractéristiques mécaniques du matériau ( $\nu$  et  $E$  ou  $S_1$  et  $S_2$ ) étant supposée connues, elles permettent de déduire la contrainte à partir de la mesure de pente de la courbe  $\varepsilon_{\varphi\psi} = f(\sin^2\psi)$ .

« Le principe de la détermination d'une contrainte dans une direction  $\varphi$  est alors le suivant : on trace la déformation mesurée  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  en fonction de  $\sin^2\psi$ , la pente est proportionnelle à  $\sigma_{\varphi}$  et l'ordonnée à l'origine est proportionnelle à la trace du tenseur des contraintes. C'est cette équation qui donne à la technique le nom de « méthode des  $\sin^2\psi$  » (J. L. Lebrun) [6].



Le développement des équations II-2 et II-3 est basé sur les hypothèses suivantes [7, 8] :

- les grains du matériau analysé ont un comportement élastique, linéaire et isotrope,
- la taille des grains doit être fine et leurs orientations aléatoires (pas de texture cristallographique),
- l'état de contrainte est homogène sur l'ensemble du volume irradié.

L'existence d'une texture cristallographique ou d'une anisotropie élastique limite l'application de cette méthode et conduit à des oscillations dans la courbe ( $\varepsilon_{\psi} - \sin^2\psi$ ). Cette dernière n'est plus une ligne droite et il faut alors faire des approximations pour déterminer l'état de contraintes (figure II-10)

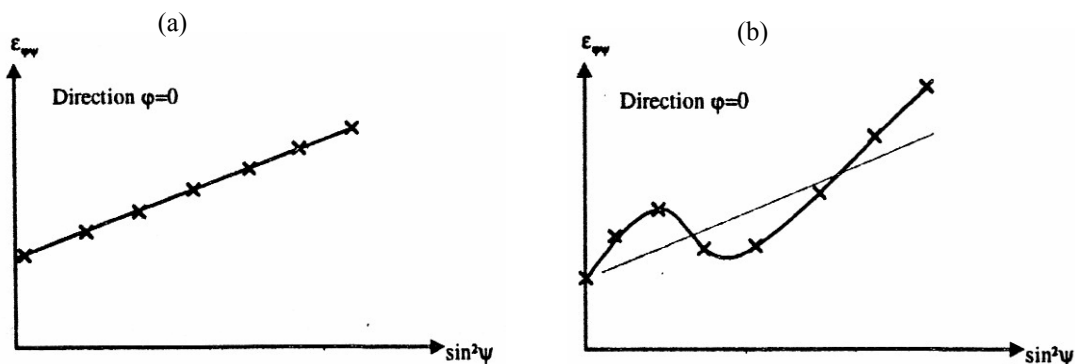


Figure II-10 : Exemple de l'analyse de contraintes par la méthode  $\sin^2\psi$ , a) cas d'un polycristal isotrope, b) cas d'un polycristal anisotrope

Pour calculer les constantes radiocristallographiques ( $S_1$  et  $1/2S_2$ ) d'un matériau cristallin, plusieurs approximations sont possibles : l'approximation de Voigt, l'approximation de Reuss et l'approximation de Kröner [9, 10] qui est celle utilisée dans ce travail. Dans le cas des matériaux fortement texturés, de polycristaux à gros grains ou de monocristaux, la diffraction n'a lieu que dans des directions très particulières et cette méthode d'analyse ne peut être appliquée.

### II-3 Méthode d'analyse monocristalline

Dans le cas d'un matériau polycristallin non texturé constitué d'un très grand nombre de grain vis-à-vis de la dimension du faisceau incident, les orientations sont aléatoires et il existe une certaine quantité de grains où une famille des plans  $\{hkl\}$  qui vérifient la loi de

Bragg, pour un angle connu  $2\theta$ . Dans le cas du monocristal, le matériau ne diffracte que dans des directions bien particulières ; les plans qui diffractent doivent vérifier deux conditions :

- il faut qu'ils soient en position de Bragg,
- la bissectrice des faisceaux incidents et diffractés doit être coplanaire et confondue avec la normale au plan diffractant.

La démarche suivie dans notre travail pour l'analyse de contraintes est basée sur la première méthode d'Ortner [11 - 13]. Elle consiste à introduire un tenseur métrique qui lie le tenseur des déformations et les distances interréticulaires mesurées. Six plans  $(h,k,l)$  indépendants doivent être exploités pour déterminer le tenseur métrique.

### **II-3.1 Description de la méthode**

La procédure expérimentale de détermination de contraintes dans un monocristal (ou dans un grain individuel d'un polycristal à gros grains) est la suivante :

- orientation du grain (ou du monocristal),
- projection des plans cristallographiques utilisés ultérieurement pour la mesure de déformation,
- détermination de la position des pics de diffraction.

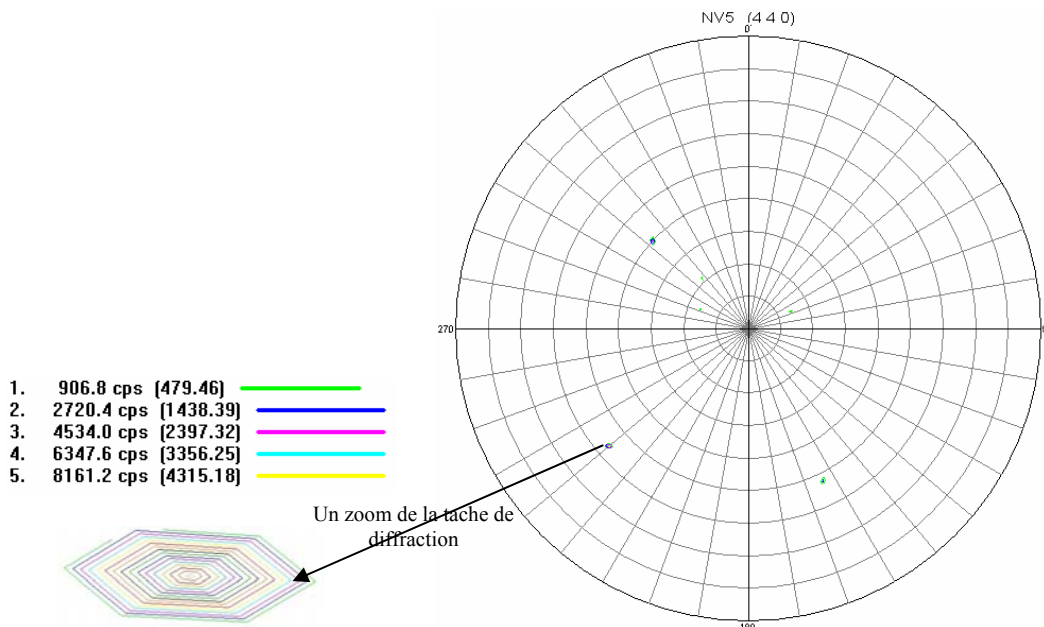
#### ***a) Orientation du grain (ou du monocristal)***

Il s'agit de déterminer les orientations cristallographiques :  $\{HKL\}$  nommé plan de laminage,  $\langle UVW \rangle$  nommé direction de laminage et  $\langle U'V'W' \rangle$  qui est la direction transverse, à partir d'une figure de pôles. Ces désignations sont définies comme suit :

- plan de laminage :  $\{HKL\}$  sont les indices du plan du cristal contenu dans le plan de l'éprouvette, ce qui revient à déterminer les indices de la normale du plan de la surface du grain ou du monocristal dans le repère du cristal (le matériau étudié a une structure cubique),
- direction de laminage (DL) :  $\langle UVW \rangle$  sont les indices de la direction du cristal parallèle à la direction de traction,
- direction transverse (DT) :  $\langle U'V'W' \rangle$  sont les indices de la direction qui forme un repère direct orthonormé avec les deux directions précédentes.

D'un point de vue pratique, il est préférable d'analyser une figure de pôles d'une famille de plans  $\{hkl\}$  de faible multiplicité et qui ont une intensité de diffraction maximale,

de type  $\{hh0\}$  par exemple. Pour les alliages à base de cuivre, l'orientation d'un grain ou d'un monocristal est déduite d'une figure de pôles  $\{440\}$ . Un exemple est montré en figure II-11. Nous avons choisi d'écrire l'orientation d'un grain en majuscule ( $\{HKL\}$ ,  $\langle UVW \rangle$ ) pour ne pas confondre avec les indices des différents plans et/ou directions cristallographiques ( $hkl$ ),  $[uvw]$ .



**Figure II-11 : Exemple d'une figure de pôles  $\{440\}$  utilisée pour déterminer l'orientation du grain**

**b) Projection des plans cristallographiques utilisés ultérieurement, pour la mesure de déformation**

La connaissance de l'orientation cristallographique permet ensuite de déterminer les différentes positions de diffraction de tous les plans de chaque famille  $\{hkl\}$ , par projection stéréographique de ces derniers sur le plan de la surface  $\{HKL\}$ . Ceci correspond en pratique, aux positions théoriques  $\varphi$  et  $\psi$  de ces derniers sur une figure de pôles. Nous calculons donc une projection stéréographique des plans  $\{hkl\}$  utilisés ultérieurement pour l'analyse de contraintes, sur le plan de la surface de l'éprouvette  $\{HKL\}$ .

**c) Détermination de la position des pics de diffraction**

Une acquisition des pics de Bragg est ensuite effectuée en chacune des positions théoriques  $\varphi$  et  $\psi$ . La déviation des angles de Bragg par rapport à la position de référence (matériau non contraint) permet d'en déduire la déformation et de remonter à la contrainte avec la loi de Hooke. Afin de limiter l'erreur engendrée par la détermination de la position du pic, il est indispensable de travailler avec des familles de plans qui diffractent à des angles de

diffraction élevés. Il est également nécessaire pour l'analyse de contraintes de disposer d'un grand nombre de pôles (au minimum 11) pour avoir un résultat fiable. Pour cela il est préférable de travailler avec des familles de grande multiplicité. Les plans de forte multiplicité permettent d'obtenir plusieurs pics et donc de décrire et mesurer les déformations du cristal dans toutes les directions. Ceci permet de déterminer le tenseur de contraintes  $\sigma_{ij}$  avec le maximum de précision. Dans notre démarche expérimentale nous avons exploité les 24 plans de la famille {531} qui diffractent à  $2\theta=160,5$  degrés avec une anticathode de fer. Le mouvement en  $2\theta$  du diffractomètre Seifert est limité à  $166,5$  degrés. Les pics {531} sont donc ceux qui ont un angle  $2\theta$  le plus grand qu'on puisse analyser.

Théoriquement il est possible de faire l'analyse de contraintes à partir des positions de 24 plans {531}, mais expérimentalement cela est impossible pour deux raisons :

- l'intensité des pics de diffraction diminue avec la position en  $\psi$  de ces derniers et à partir d'environ  $\psi=70^\circ$  cette intensité devient relativement faible. Dans ce travail, nous nous sommes limités aux pics de diffraction dont la position est comprise entre  $\psi=0^\circ$  et  $\psi=80^\circ$ , car au-delà de cette position il est quasiment impossible de trouver des pics exploitables.
- l'existence d'une zone masquée par rapport au faisceau de rayons X par les bords de la machine de traction. La conception de la machine de traction et le positionnement de l'éprouvette de traction masquent la partie centrale par rapport au faisceau incident dans certaines positions ( $\varphi, \psi$ ). Les plans de diffraction cachés sont ceux dont la position ( $\varphi, \psi$ ) est comprise dans l'intervalle :  $\psi > 65^\circ$  et  $\varphi = [-40^\circ, 40^\circ]$  et  $[140^\circ, 220^\circ]$

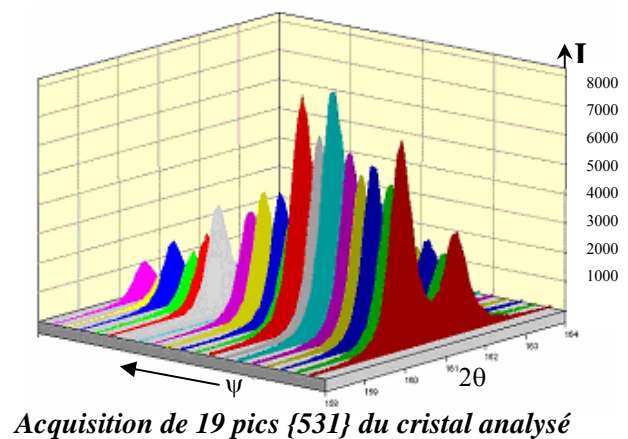
Dans la pratique, les positions théoriques déduites à partir de l'orientation du cristal ne correspondent pas parfaitement aux positions réelles. L'élaboration du matériau (laminage) ou les traitements thermiques effectués sont des sources d'imperfections cristallines. Afin de déterminer avec précision les positions ( $\varphi, \psi$ ) des pics {531}, il est nécessaire d'effectuer des itérations à partir de la position théorique pour se positionner sur le centre du pic qui peut être modélisé par un ellipsoïde. Une série de balayage, autour des deux angles  $\varphi$  et  $\psi$ , fait converger vers le centre de l'ellipsoïde (figure II-11). Cette étape est primordiale dans la procédure de l'analyse monocristalline, car une erreur dans la détermination des positions des pics {531} peut modifier complètement le résultat final.

Lors d'une analyse de contrainte dans un grain d'une éprouvette polycristalline, nous masquons le reste de l'éprouvette avec un adhésif organique pour empêcher la diffraction des autres grains. Le nombre de pics est de 24 pour chaque grain et dans le cas où les grains non concernés par l'analyse de contraintes (dans un polycristal) ne sont pas bien masqués le risque de confondre un pic du grain analysé avec celui d'un grain voisin est élevé, en particulier si la désorientation entre des grains voisins est faible. Il est donc très important de bien masquer les grains non concernés par l'analyse de contraintes et de vérifier les positions des pics {440} à partir desquels l'orientation du cristal est déduite. Pour pouvoir suivre l'évolution microstructurale au cours d'essai de traction in-situ, le masque mis sur les grains voisins du grain à analyser est enlevé dès que ce dernier est orienté et les positions de ses pics {531} connues.

### II-3.2 Exemple d'analyse

Un exemple des positions prélevées à partir d'un balayage en  $2\theta$  autour de la position  $(\varphi, \psi)$  de chaque plan {531} utilisé pour l'analyse de contrainte est reporté sur la figure II-12 :

pic	$\psi$	$\varphi$	$h$	$k$	$l$	$2\theta$
1	9,7	42,8	1	5	3	160,23
2	18,9	241,1	3	5	1	160,30
3	26,7	78,1	-1	5	3	160,26
4	35,3	216,5	3	5	-1	160,31
5	35,7	10,3	1	3	5	160,37
6	42,5	269,0	5	3	1	160,30
7	43,7	38,4	-1	3	5	160,33
8	48,8	110,6	-3	5	1	160,26
9	52,9	248,4	5	3	-1	160,36
10	53,1	338,4	3	1	5	160,44
11	53,7	185,7	1	5	-3	160,37
12	55,8	304,2	5	1	3	160,40
13	57,3	130,9	-3	5	-1	160,26
14	59,6	163,4	-1	5	-3	160,30
15	70,7	46,2	-3	1	5	160,41
16	74,8	308,7	5	-1	3	160,39
17	73,8	97,8	-5	3	1	160,27
18	80,0	242,2	5	1	-3	160,38
19	80,2	116,2	-5	3	-1	160,24



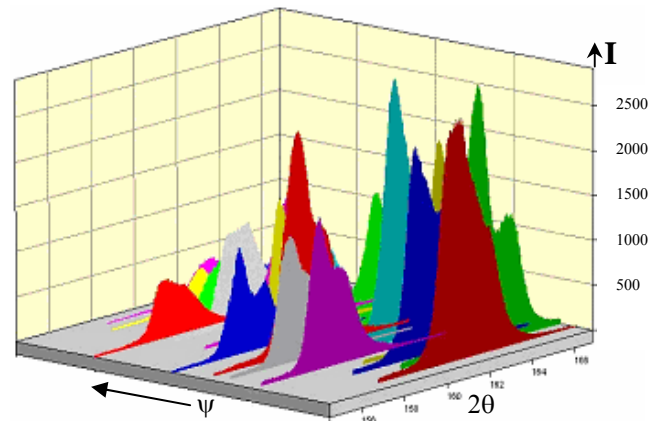
**Figure II-12 : Exemple des positions ( $2\theta$ ) et des profils des pics de la famille des plans {531} utilisés pour une analyse de contraintes monocristalline (matériau non déformé  $\varepsilon=0\%$ )**

Les positions ( $\varphi$ ,  $\psi$ ) des pics {531} sont modifiées avec la déformation du matériau ; elles sont légèrement décalées par rapport aux positions correspondant au matériau non déformé ( $\varphi=\varphi_0+\Delta\varphi$  et  $\psi=\psi_0+\Delta\psi$ ). Ces dernières doivent donc être redéfinies à chaque point d'analyse. Les nouvelles positions sont déduites à partir des anciennes positions et en faisant des balayages en  $\varphi$  et en  $\psi$  autour de cette position de référence pour retrouver les nouvelles coordonnées ( $\varphi$ ,  $\psi$ ) qui correspondent à une intensité maximale du rayonnement X diffracté. Cette étape est réalisée manuellement et nécessite beaucoup de temps (entre 1 heure et 1 heure et demie). Cette détermination des positions des pics devient très compliquée dans les grains biphasés, due à la mosaïcité de l'austénite qui augmente et la qualité des pics qui se dégrade nettement.

Le temps d'acquisition nécessaire pour un point d'analyse est compris entre 2 et 3 heures suivant le nombre de pics {531} et leur qualité. Ce temps devient de plus en plus important au fur et à mesure que la déformation du matériau augmente lors d'un essai de traction in-situ. La qualité des pics se dégrade avec la déformation du matériau et l'analyse devient de plus en plus difficile. Elle est arrêtée quand ces derniers deviennent inexploitable. Au fur et à mesure que la déformation du matériau augmente, le pic de diffraction doit être de plus en plus discrétisé (des pas de 0,02 degrés au lieu de 0,05 degrés à l'état initial) et le temps de comptage plus long (2 à 3 secondes au lieu de 1 seconde). Certains pics s'élargissent considérablement avec la déformation du matériau, ce qui augmente davantage le temps d'acquisition.

Un exemple de changement de profil des pics {531} avec la déformation des éprouvettes est montré sur la figure II-13.

pic	$\psi$	$\varphi$	h	k	l	$2\theta$
1	9,8	44,4	1	5	3	160,98
2	18,9	240,6	3	5	1	162,85
3	26,9	78,7	-1	5	3	160,68
4	35,1	216,2	3	5	-1	162,51
5	35,4	10,6	1	3	5	157,60
6	42,7	269,0	5	3	1	161,89
7	43,8	38,9	-1	3	5	157,68
8	48,7	110,4	-3	5	1	158,82
9	52,6	248,4	5	3	-1	163,32
10	52,8	338,1	3	1	5	157,57
11	53,4	185,4	1	5	-3	160,24
12	55,6	303,7	5	1	3	161,30
13	57,3	130,5	-3	5	-1	162,33
14	59,6	163,0	-1	5	-3	160,19
15	71,0	46,5	-3	1	5	157,66
16	74,6	308,3	5	-1	3	161,03
17	74,0	97,7	-5	3	1	162,98
18	79,7	242,4	5	1	-3	161,67
19	80,5	115,9	-5	3	-1	162,81



Acquisition de 19 pics {531} du cristal analysé

Figure II-13 : Exemple de profil des pics de la famille des plans {531} utilisés pour une analyse de contraintes monocristalline in-situ lors d'un chargement superélastique (matériau déformé  $\varepsilon \approx 3\%$ )

À partir des positions  $2\theta$  des pics de diffraction {531}, on mesure la déformation du matériau. Cela permet de déduire le tenseur de contraintes à partir de la loi de Hooke. Cette méthode est bien détaillée en annexe.

Cette analyse permet de calculer les contraintes dans le cristal à partir de la mesure de six distances interréticulaires. Cependant, comme toutes les méthodes basées sur la diffraction, elle se heurte à la difficulté liée à la méconnaissance de l'état de référence qui intervient dans l'analyse de contraintes sous la forme du tenseur métrique  ${}^0g_{ij}$  ou du paramètre de maille  $a_0$  (voir l'annexe). En effet, il est très difficile, voire impossible, de mesurer le paramètre de maille du matériau non contraint, car tout traitement destiné à relaxer les contraintes est susceptible d'engendrer des modifications physico-chimiques et donc de changer le paramètre de maille. Les conditions aux limites ( $T_i = \sigma_{33} n_j$ ,  $T_3 = 0$ ) exigent que la composante  $\sigma_{33}$  soit nulle exactement sur la surface. Pour contourner la difficulté de la détermination du paramètre cristallin et vu que la DRX ne concerne qu'un faible volume de matière sous la surface libre du cristal, on suppose généralement que la contrainte dans la direction perpendiculaire à cette surface est nulle ( $\sigma_{33} = 0$ ).

## II-4 Matériau étudié

### II-4.1 L'AMF Cu-Al-Be polycristallin

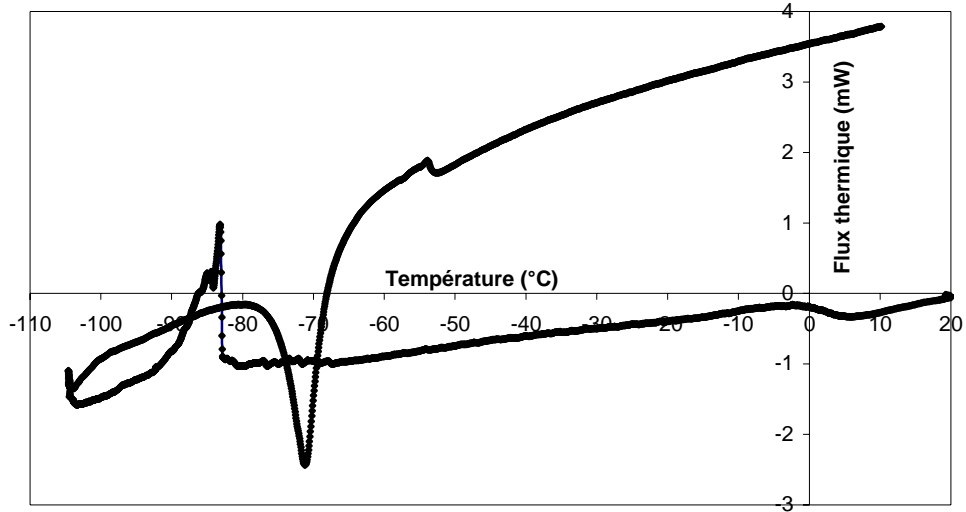
#### II-4.1.1 Choix du matériau

Le matériau étudié est un alliage Cu-Al-Be produit par la société « Tréfinmétaux ». Il est reçu sous forme de tôles de quelques millimètres d'épaisseur. Ces dernières ont été découpées sous forme de bandes de dimension  $10 \times 60 \text{ mm}^2$ , puis laminées à chaud ( $\sim 800^\circ\text{C}$ ) jusqu'à une épaisseur d'environ 1mm et enfin usinées sous forme d'éprouvettes de traction.

Les propriétés mécaniques et la composition chimique ont été déterminantes dans le choix du matériau. Pour réaliser cette étude, il est indispensable de travailler sur un matériau ayant une contrainte de transformation qui ne soit ni trop élevée ni trop faible. En effet, si la contrainte de transformation est trop élevée, le matériau devient fragile et il est difficile d'avoir la transformation martensitique au cours d'essai de traction. Si cette contrainte est trop faible, il est très difficile d'éviter l'apparition de la martensite avec une simple manipulation des éprouvettes ou par polissage mécanique. Nous avons donc cherché un matériau qui ait une contrainte de transformation à température ambiante d'environ 150 à 200 MPa. Ces contraintes correspondent à une température de transformation  $M_s$  comprise entre  $-65^\circ\text{C}$  et  $-80^\circ\text{C}$  [14]. Cette température est liée directement à la composition chimique du matériau et peut être prédite à partir de cette dernière [15].

La composition chimique du matériau choisi donnée par le fournisseur, est : Cu-12%Al- 0,5%Be (pourcentages massiques). Les mesures par DSC réalisées sur les éprouvettes utilisées dans cette étude montrent que la température  $M_s$  est comprise entre  $-70^\circ\text{C}$  et  $-85^\circ\text{C}$  (figure II-14). Des essais de traction ont permis d'estimer la contrainte seuil de transformation à température ambiante entre 160MPa et 190MPa.

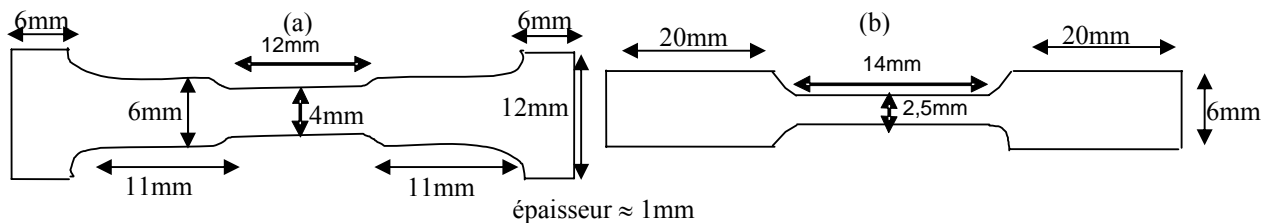




**Figure II-14 : Mesure de la température de transformation par DSC**

#### II-4.1.2 Eprouvettes à gros grains

Pour cette étude nous avons réalisé des analyses de contraintes sur des grains de trois éprouvettes polycristallines nommées P1, P2 et P3 (figure II-15). Pour éliminer les précipités  $\alpha$  et  $\gamma_2$  (§ I-I-2) ainsi que la martensite résiduelle qui peuvent être formés au cours du laminage ou de l'usinage des éprouvettes, il est indispensable de réaliser un traitement thermique au dessus de 650°C (diagramme d'équilibre § I-2) une fois que les éprouvette sont usinées. Cela permet d'avoir un matériau 100% austénitique. Ce traitement thermique contribue également à la croissance de la taille des grains pour pouvoir réaliser l'analyse monocristalline dans les grains individuels.



**FigureII-15 : Forme des éprouvettes de traction du polycristal à gros grains Cu-Al-Be**

(a) éprouvette P2, (b) : éprouvettes P1 et P3

Au début de ce travail nous avons préparé des éprouvettes qui ont une forme bien adaptée pour des observations en microscopie optique (figure II-15-a), nous nous sommes rendus compte que l'usinage de ces éprouvettes crée beaucoup de martensite résiduelle au niveau des congés. Nous avons donc adopté une forme plus simple (figure II-15-b).

La profondeur de pénétration des rayons X dans les matériaux est faible (de l'ordre de 20 micromètres dans un métal de cuivre pour un faisceau incident  $\lambda_{k\alpha Cu}$ , par exemple (tableau II-2) [16]). Les mesures effectuées par cette technique correspondent à des informations de surface. Par conséquent, une préparation minutieuse des éprouvettes est indispensable pour éliminer les contraintes résiduelles dues à l'usinage.

**Tableau II-2 : Profondeur de pénétration des rayons X ( $\lambda_{k\alpha Cu}=1,54\text{\AA}$ ) dans différents métaux [16]**

Métal	Profondeur de pénétration ( $\mu\text{m}$ ) des rayons X
Al	80
Fe	4
Ni	20
Cu	20
Ag	4

Le protocole de préparation des éprouvettes est le suivant :

- polissage mécanique (papiers abrasifs + pâte diamantée 6 $\mu\text{m}$ , 3 $\mu\text{m}$  et 1 $\mu\text{m}$ ),
- traitement thermique (bétatisation) à 800°C pendant 2 à 3 heures,
- trempe à l'huile,
- revenu à 200°C pendant 12 heures,
- polissage mécanique avec la pâte diamantée de granulométrie 1 $\mu\text{m}$  seulement,
- polissage électrolytique (solution D31),
- attaque chimique (solution Mi14).

La trempe permet d'éviter la formation des précipités  $\alpha$  et  $\gamma_2$ , mais elle retient une densité de lacunes non négligeable. Ces dernières peuvent produire un phénomène de stabilisation de la martensite [17, 18] ; la structure ainsi obtenue est 100% austénitique avec une taille de grains de l'ordre du millimètre. Le revenu à 200°C a pour but d'éliminer ces lacunes. Le polissage électrolytique effectué avec la solution D31, permet d'enlever la couche

affectée par le polissage mécanique. Les compositions chimiques des solutions D31 et Mi14 sont données dans le tableau II-3 :

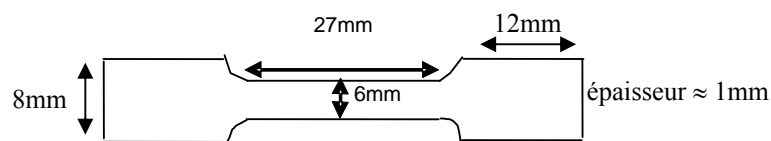
**Tableau II-3 : Composition chimique des solution D31 et Mi14**

D31	Mi14
250 ml d'acide orthophosphorique	10 ml d'acide chlorydrique
5 g d'urée	5 g de chlorure de fer
250 ml d'éthanol	100 ml d'eau distillée
50 ml d'isopropanol	
500 ml d'eau distillée	

La température de début de transformation  $M_s$  a été déterminée par DSC pour les trois éprouvettes P1, P2 et P3. Elle est respectivement de  $-72^\circ\text{C}$ ,  $-80^\circ\text{C}$  et  $-82^\circ\text{C}$ . L'écart mesuré peut être dû au fait que les éprouvettes P2 et P3 sont issues de la même tôle tandis que P1 a été découpée dans une autre tôle, une légère variation de composition chimique peut être à l'origine de cet écart de température  $M_s$ .

#### III-4.1.3 Eprouvettes à grains fins

Le polycristal à grains fins utilisé dans cette étude se présente sous forme d'éprouvette de traction d'une épaisseur de 0,5 mm (figure II-16), laminé à chaud.



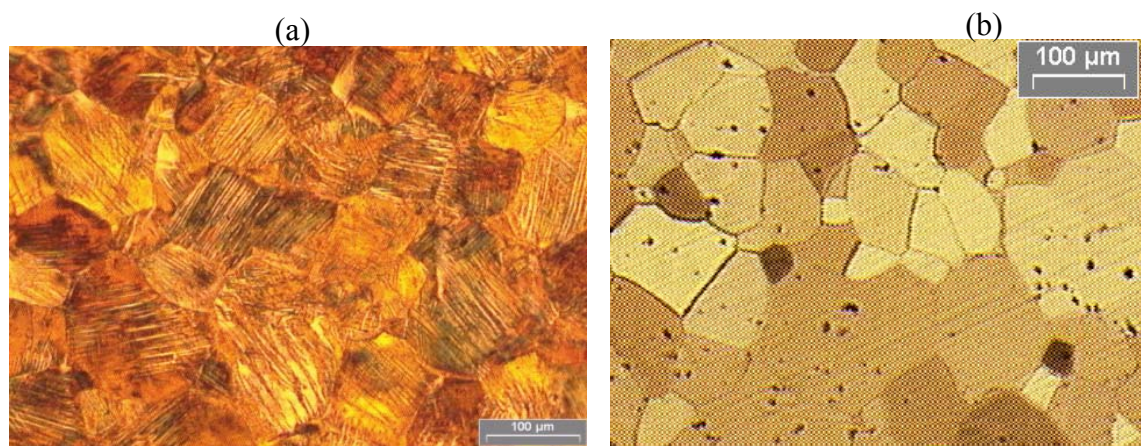
**Figure II-16 : Forme des éprouvettes de traction du polycristal à grains fins Cu-Al-Be**

Pour pouvoir effectuer des analyses de contraintes dans l'austénite par diffraction des rayons X avec la méthode des  $\sin^2\psi$ , il est indispensable d'avoir :

- une éprouvette 100% austénitique à température ambiante,
- une éprouvette non texturée,
- une taille de grains moyenne inférieure à  $100\mu\text{m}$ .

A l'issue de la procédure de laminage nous avons remarqué l'existence de martensite résiduelle générée par ce dernier. Les observations métallographiques (figure II-17-a) montrent une forte présence de martensite dans cette éprouvette. Il est connu aussi que le laminage induit souvent une texture cristallographique du matériau. Il était donc indispensable de faire un traitement thermique qui permette à la fois d'annuler la martensite formée et de retrouver une éprouvette moins texturée. Cependant il faut que ce traitement ne provoque pas un grossissement de la taille des grains au-delà de 100  $\mu\text{m}$ .

Le traitement thermique convenable a été choisi suite à une étude menée au laboratoire [19] sur l'influence des traitements thermiques sur l'évolution de la taille des grains de l'AMF Cu-Al-Be (Figure II-18). Le traitement choisi consiste à faire un maintien à 650°C pendant 1 minute suivi d'une trempe à l'huile et un revenu à 200°C pendant 2 heures. Cela nous a permis d'obtenir un échantillon 100% austénitique tout en gardant une taille de grains moyenne après traitement, de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  (figure II-17-b). Nous avons confirmé par diffraction des rayons X que l'éprouvette est totalement austénitique et qu'elle n'a pas de texture cristallographique (Figures II-19 et II-20).



**Figure II-17 : Micrographie de l'éprouvette de traction du polycristal à grains fins Cu-Al-Be ; a) à l'état initial, b) après traitement thermique**

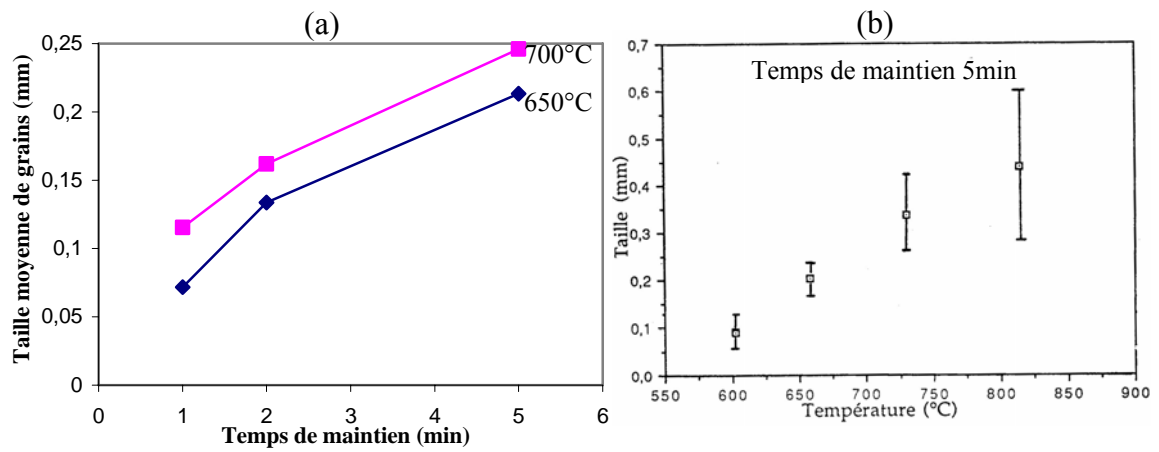


Figure II-18 : Evolution de la taille des grains de l'AMF Cu-Al-Be en fonction du temps et de la température du traitement [19, 20]

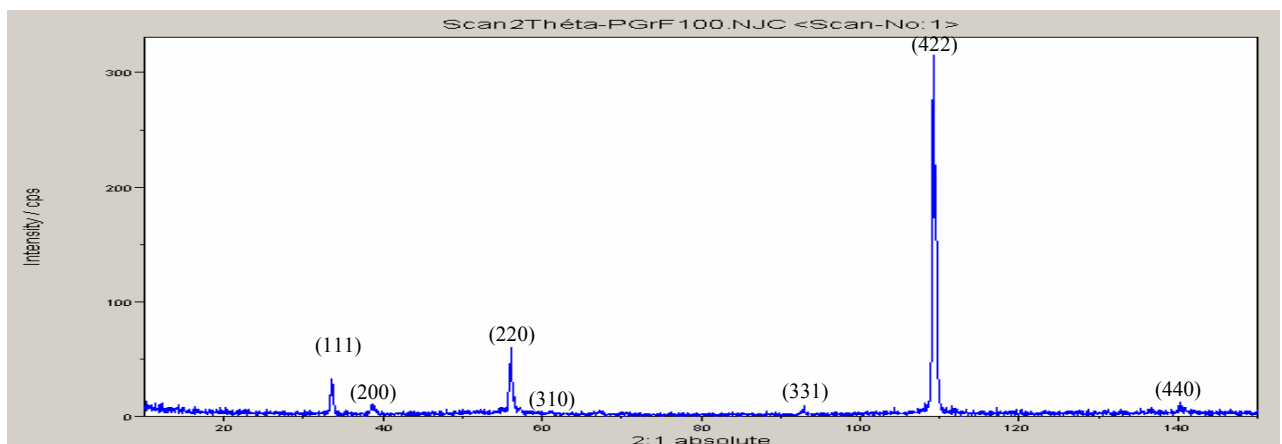


Figure II-19 : Diffractogramme de l'éprouvette de traction du polycristal à grains fins Cu-Al-Be, après traitement thermique

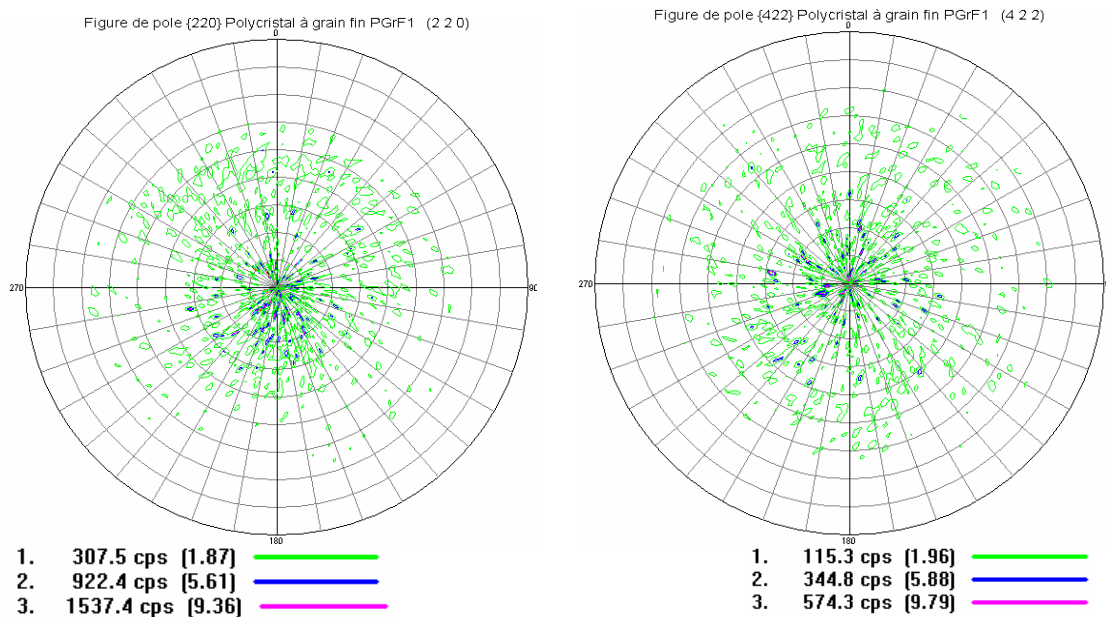
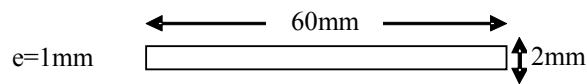


Figure II-20 : Figures de pôle de l'éprouvette de traction du polycristal à grains fins Cu-Al-Be, après traitement thermique, (a) FDP {220}, (b) : FDP {422}

Cette éprouvette a subi une préparation de l'état de surface identique à celle des éprouvettes précédentes. Sa température de début de transformation  $M_s$  est  $-113^\circ\text{C}$ .

#### II-4.2 L'AMF Cu-Al-Be monocristallin

Le monocristal étudié est sous forme d'un ruban sans congé, de dimensions (1mm x 2mm x 60mm) (figure II-21) préparé au LPMM par la méthode de Bridgeman modifiée. Deux éprouvettes monocristallines M1 et M2 ont été le sujet de l'analyse de contrainte au cours de cette étude. Leurs températures de début de transformation  $M_s$  ont été mesurées par DSC et sont respectivement :  $-71^\circ\text{C}$  et  $-67^\circ\text{C}$ .



*Figure II-21 : Forme des éprouvettes monocristallines analysées*

Le monocristal M1 n'a subi aucun traitement thermique, seule une préparation de la surface (comme dans le cas du polycristal) était nécessaire pour les observations microscopiques, tandis que M2 a subi un traitement de bétatisation identique à celui du polycristal car cette éprouvette avait déjà été utilisée pour d'autres études au laboratoire. Il était donc nécessaire de faire un traitement thermique à haute température pour supprimer les contraintes résiduelles et la martensite résiduelle créés lors des précédentes sollicitations.

#### II-5 Description des essais réalisés

L'analyse monocristalline des contraintes par diffraction des rayons X est effectuée dans trois grains des éprouvettes polycristallines : P1 (grains G1P1, G2P1 et G3P1), un grain de P2 (grain G1P2) et deux grains de P3 (grains G16P3 et G37P3), ainsi que dans les éprouvettes monocristallines M1 et M2. Les grains analysés ont été choisis suite à un test de traction préliminaire réalisé sous microscope optique et qui a permis de déterminer les grains convenables à l'étude. Les facteurs déterminant de ce choix sont :

- des grains situés dans la zone centrale de l'éprouvette, c'est-à-dire des grains situés dans la zone analysable par les rayons X car la machine de traction ne dispose pas de liberté de mouvement en translation une fois placé dans le goniomètre pour pouvoir chercher tous les grains.

- des grains qui se transforment au début de la transformation martensitique de l'éprouvette, car on a fixé une déformation globale de l'éprouvette de 3% à ne pas dépasser pour pouvoir réutiliser l'éprouvette plusieurs fois et éviter l'apparition de la décohésion intergranulaire fréquemment observée dans les matériaux à gros grains.
- des grains avec des modes de transformation différents (nombre de variantes apparues dans chaque grain, fraction de martensite formée, distribution des variantes dans le grain...)
- des grains avec un taux de transformation plus ou moins important pour avoir suffisamment d'informations sur l'effet du taux de martensite formée sur la redistribution des contraintes dans le domaine de transformation.

Les mesures diffractométriques sont réalisées pour différentes charges au cours d'essais in situ. Les essais sont réalisés en traction uniaxiale suivant la direction de laminage (DL ou la direction 1 dans le repère de l'éprouvette) par déformation imposée. Etant donné que la machine de traction utilisée n'est pas équipée d'extensomètre, la déformation macroscopique est donnée par le déplacement des mors, et l'effort appliqué est donné par un capteur de force (cellule piézoélectrique). Tous les essais ont été réalisés à température ambiante.

La méthodologie d'analyse est la suivante : la machine de traction est placée dans le microscope optique et l'éprouvette est chargée jusqu'à la contrainte (ou la déformation) macroscopique voulue. Puis elle est placée dans le goniomètre de diffraction pour déterminer l'état de contraintes correspondant dans l'austénite. Une fois l'analyse de contraintes terminée, la machine de traction est retirée du goniomètre puis placée à nouveau sous le microscope pour continuer l'essai de traction in-situ. Cette séquence est reproduite jusqu'à la fin de l'essai, fixée par une déformation macroscopique de 3% pour les polycristaux et de 10% pour les monocristaux. Ces deux limites ont été choisies car au-delà de ces déformations, il apparaît de la décohésion intergranulaire dans le polycristal, tandis que dans le monocristal la transformation martensitique est complète. L'essai peut être également arrêté quand les pics de diffraction utilisés pour cette analyse (les pics {531}) deviennent d'une qualité médiocre et/ou inexploitable.

Pour des raisons expérimentales l'analyse a été effectuée grain après grain, dans les éprouvettes polycristallines. Ces éprouvettes ont donc subi plusieurs cycles de chargement successifs, chaque cycle correspond à l'analyse de contraintes dans un seul grain. Entre deux

essais (chargement + analyse), il est indispensable de refaire un traitement thermique pour annuler la martensite résiduelle et les contraintes internes qui subsistent du précédent chargement.

Les observations métallographiques sont indispensables pour en premier lieu, repérer l'apparition des variantes de martensite dans la phase mère (austénite), et en second, suivre l'évolution de la transformation (progression des variantes, apparition de nouvelles variantes...) dans le grain analysé ainsi que dans l'ensemble des grains de chaque éprouvette. Cela permet de déterminer le début de transformation (apparition de la première variante dans un grain quelconque de l'éprouvette) ainsi que l'apparition de variantes dans le grain analysé. Cette méthode de travail permet de coupler l'évolution microstructurale dans les différents grains (des polycristaux) et monocristaux avec l'état de contraintes déterminé par diffraction.

## **II-6 Conclusion**

Ce chapitre détaille les techniques utilisées dans le cadre de cette étude et explique la méthodologie suivie. Nous avons présenté les deux méthodes d'analyse de contrainte par diffraction des rayons X : la méthode classique dite « méthode des  $\sin^2\psi$  » et la méthode d'analyse monocristalline. Une importance particulière a été donnée à l'analyse monocristalline des contraintes par diffraction des rayons X car c'est la principale technique mise en œuvre dans cette étude. Si les deux méthodes sont identiques du fait qu'elles utilisent la diffraction des rayons X pour mesurer les déformations du réseau cristallin et déduire les contraintes, elle sont complètement différentes dans leur mise en œuvre et s'appliquent à des échelles différentes. Dans le cas de la méthode des  $\sin^2\psi$ , il s'agit de suivre l'évolution des contraintes moyennes dans une phase du polycristal, tandis que dans le cas de l'analyse monocristalline, il s'agit effectivement de mesure locale à l'échelle du grain du polycristal. Bien évidemment, comme les techniques utilisées sont basées sur la diffraction des rayons X, on ne mesure que des déformations élastiques moyennes sur le volume diffractant.

Le matériau de l'étude est un alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be 100% austénitique à l'état initial. Plusieurs types d'éprouvettes ont été utilisées (monocristallines, à grains fins et à gros grains) pour répondre aux différents objectifs de ce travail. Les essais présentés aux chapitres III et IV portent sur l'étude de l'évolution des contraintes dans la phase austénitique en fonction de la microstructure dans des éprouvettes soumises aux essais de traction in-situ.



## Bibliographie

- [1] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg : « Zur zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen » Härtereitechnische Mitteilungen, Vol. 28 (1973) pp. 201-211.
- [2] M. Fremond, S. Miyazaki, « Shape memory alloys », Edition Springer (1996).
- [3] J.P. Eberhart "Analyse structurale et chimique des matériaux" - Dunod 1989, ISBN 2-10-003367-0.
- [4] G.B. Rao, J.Q. Wang, E.H. Han, W. Ke, "Study of residual stress accumulation in TiNi shape memory alloy during fatigue using EBSD", Materials Letters, Vol. 60 (2006) pp. 779-782.
- [5] A.D. Krawitz, « Introduction to diffraction in materials science and engineering », John Wiley & Sons (2001) ISBN: 0-471-24724-3.
- [6] J.L. Lebrun, cours de formation continue CRRX ENSAM de Paris (1999).
- [7] J.M. Sprauel, L. Castex, « Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons », Edition A. Lodini, M. Perrin, DIST CEA/Saclay 96038, ISBN 2 7272 01826 (1996).
- [8] M. Bellassel, « Etude de la distribution des contraintes d'ordre I et II par diffraction des rayons X dans un acier perlitique », Thèse ENSAM Paris (1994).
- [9] J.C. Michel, dans « Méthodes d'homogénéisation des matériaux en mécanique », chap.4, « Ecole thématique du CNRS » (1998) pp. 79-95.
- [10] M. François, dans « Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X » Chapitre 4, Document de formation générale, ENSAM Paris (1997).
- [11] B. Ortner, « Choice of lattice planes in X-Ray strain measurements of single crystals », Advances in X-Ray Analysis, Vol. 29 (1986) pp. 113-118.
- [12] B. Ortner, « Simultaneous determination of the lattice constant and elastic strain in cubic single crystal », Advances in X-Ray Analysis, Vol. 29 (1986) pp. 387-394.
- [13] B. Ortner, "Lattice-constant and stress measurement in single crystals: A new method", Journal of Applied Crystallography, Vol. 38 (2005) pp. 678-684.
- [14] N. Siredey, A. Eberhardt, « Fatigue behavior of Cu-Al-Be shape memory single crystals », Materials Science and Engineering A, Vol. 290 (2000) pp. 171-179.
- [15] S. Belkahla, « Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoire de forme basse température type Cu-Al-Be », Thèse de doctorat, INSA Lyon (1990).
- [16] P. Parnière, « Utilisation des neutrons en métallurgie. Application à l'étude des textures ». Rapport interne IRSID RFP 302 (1980).

- [17] L. Lu, M.O. Lai, A.S. Lim, « Mechanical fatigue of Cu-based shape memory alloy after different heat treatment », *Scripta Materialia*, Vol. 34 (1996) pp. 157-162.
- [18] F. Moreau, « Etude par diffraction des rayons X des effets du cyclage pseudoélastique de l'alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be », Thèse université de Metz (1998).
- [19] Y. Gao, « Etude de la transformation martensitique d'un AMF Cu-Al-Be à grains fins par rayons X et neutrons », Rapport DEA, LPMM ENSAM de Metz (2005).
- [20] H.F. Zuniga, « Stabilité thermique de la phase  $\beta$  et de l'effet mémoire double sens d'un alliage à mémoire de forme du type Cu-Al-Be », Thèse INSA de Lyon (1993).

# **Chapitre III. Observation *in situ* de la transformation martensitique induite par contrainte**

## **Introduction**

Lors d'une sollicitation mécanique d'un matériau métallique polycristallin, l'anisotropie des grains et la diversité de leur orientation cristallographique engendrent une réponse différente d'un grain à un autre. La continuité du matériau implique l'accommodation des déformations des différents grains. Cette dernière est à l'origine de concentration de contraintes et des hétérogénéités de contraintes inter et intragranulaires. Cette hétérogénéité est d'autant plus accentuée dans les AMF à cause de l'aspect particulier de la transformation martensitique.

L'objet de ce chapitre est d'observer et d'analyser l'évolution de la microstructure des éprouvettes d'AMF Cu-Al-Be au cours d'un chargement superélastique en traction uniaxiale. Chaque étape de chargement est accompagnée d'observations métallographiques en microscopie optique et d'analyse de contrainte par DRX. Les observations permettent de suivre l'évolution microstructurale du monocristal ainsi que celle des grains du polycristal (à gros grains et à grains fins) au cours du chargement superélastique. Les éprouvettes polycristallines à gros grains ont la particularité d'avoir un nombre limité des grains dans la zone utile (quelques dizaines par éprouvette). Ces grains sont débouchants et traversent toute l'épaisseur de l'éprouvette. La corrélation de ces observations avec les analyses de contraintes dans chaque grain a pour but de mieux comprendre les mécanismes de la transformation martensitique et la relation contraintes–microstructure lors de la transformation.

Ces observations permettent également de préciser la contribution relative de chaque variante (par comparaison des traces observées) et donnent une information sur leur lieu d'activation dans la microstructure (joints des grains, joints triples, centre des grains...). L'avantage de cette démarche est qu'elle n'est pas destructive, ce qui permet de suivre l'évolution de la microstructure avec la déformation. De ce point de vue, le recours à cette technique d'essai mécanique in-situ permet d'avoir une vision continue (ou un historique) de l'évolution de la transformation martensitique induite par contraintes dans les AMF Cu-Al-Be.

### III-1 Comportement du Cu-Al-Be monocristallin

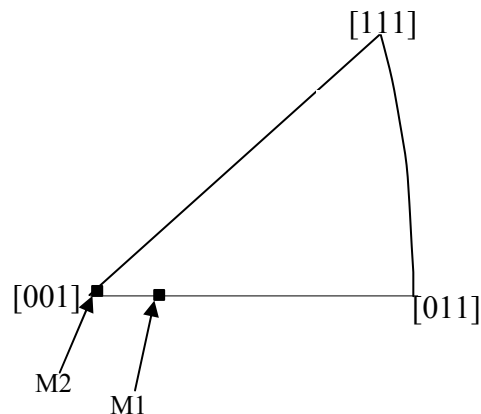
#### III-1.1 Orientation des monocristaux et indexation des variantes activées

##### III-1.1.1 Orientation des monocristaux par DRX

L'orientation cristallographique des éprouvettes monocristallines M1 et M2 obtenue à partir de l'analyse des figures de pôles  $\{440\}$  est donnée dans le tableau III-1 :

**Tableau III-1 : Orientation des monocristaux M1 et M2**

Eprouvette	Plan de laminage $\{HKL\}$	Direction de laminage $\langle UVW \rangle$	Direction transverse $\langle U'V'W' \rangle$
M1	$\{0,08\ 0,90\ 0,42\}$	$\langle 0,98\ 0,00\ -0,19 \rangle$	$\langle -0,17\ 0,43\ -0,88 \rangle$
M2	$\{0,24\ 0,96\ -0,01\}$	$\langle 0,01\ -0,02\ -0,99 \rangle$	$\langle -0,96\ -0,24\ -0,02 \rangle$



**Figure III-1 : Représentation dans le triangle standard de l'orientation cristallographique des monocristaux M1 et M2**

L'orientation  $[UVW]$  des éprouvettes monocristallines M1 et M2 est très proche de  $[001]$  qui est considérée comme une direction de transformation facile dans ce type d'alliages [1]. Horikawa [2] a montré que les monocristaux proches de  $[001]$  ont une contrainte seuil de transformation faible et une déformation de transformation élevée et qui peut atteindre 10%. Cela est en très bon accord avec les résultats obtenus (voir figure III-4 et 5) où la déformation réversible totale obtenue est de 10% pour une contrainte seuil de transformation de 120MPa.

##### III-1.1.2 Calcul du facteur de Schmid [3, 4, 5]

Lors du processus de chargement mécanique d'un AMF, la condition pour faire apparaître une variante de martensite dans l'austénite est que la contrainte résolue  $\tau^n$  de cette

variante (n) atteint une contrainte critique  $\tau_c$ . La relation entre la cisssion résolue  $\tau^n$  et la contrainte est donnée par :

$$\tau^n = R_{ij}^n \sigma_{ij} \quad (\text{III-1})$$

Avec :

$\sigma_{ij}$  : la contrainte moyenne dans le monocristal ou dans le grain

$R_{ij}$  : le tenseur de Schmid, donné par la relation:

$$R_{ij} = 1/2 (n_i m_j + m_i n_j) \quad (\text{III-2})$$

$\vec{n}$  est la normale au plan d'habitat et  $\vec{m}$  la direction de transformation. Il faut noter que, contrairement à la plasticité,  $\vec{m}$  n'est pas contenue dans le plan de normale  $\vec{n}$ .

La variante avec la cisssion résolue maximale apparaît en premier, sa direction de transformation est la direction préférentielle pour la transformation martensitique induite par la contrainte.

Dans le cas de la traction uniaxiale parfaite  $\Sigma$ , le tenseur de contrainte  $\sigma_{ij}$  se réduit à :

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \Sigma & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

On définit le facteur de Schmid  $R_{11}$  par :

$$R_{11} = n_1 m_1 = \cos \varphi \cos \lambda \quad (\text{III-3})$$

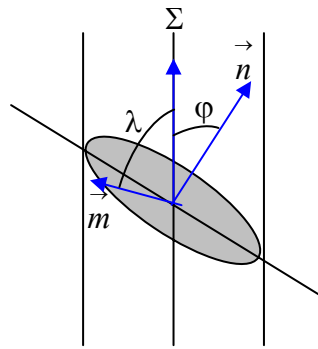
La cisssion résolue appliquée sur une variante ( $\vec{n}, \vec{m}$ ) est donnée par la relation :

$$\tau = \Sigma R_{11} = \Sigma \cos \varphi \cos \lambda \quad (\text{III-4})$$

$\varphi$  : l'angle que fait la normale du plan d'habitat avec l'axe de traction,

$\lambda$  : l'angle entre la direction de transformation et l'axe de traction (figure III-2).

La valeur maximale du facteur de Schmid est de 0,5 lorsque  $\varphi$  et  $\lambda$  sont tous les deux égaux à  $45^\circ$  et tend vers zéro lorsque  $\varphi$  ou  $\lambda$  tend vers  $\pi/2$ . Ainsi, la contrainte de cisaillement sur les différents systèmes de transformation (variantes) dans le cristal dépend de l'orientation des axes cristallographiques du cristal par rapport à l'axe de traction.



**Figure III-2 : Relation entre la contrainte de traction uniaxiale et la contrainte de cisaillement sur un plan de transformation.**

Le tableau III-2 résume les résultats du calcul des facteurs de Schmid des 24 variantes susceptibles d'être activées dans les deux monocristaux ; les indices des 24 variantes sont détaillés au tableau I-1 (§I-1) :

**Tableau III-2 : Facteur de Schmid des 24 variantes susceptibles d'être activées dans M1 et M2**

	Cristal M1	Cristal M2
Var 1	$10^{-3}$	0,46
Var 2	0,01	-0,49
Var 3	0,08	<b>0,47</b>
Var 4	$5.10^{-3}$	-0,49
Var 5	-0,47	<b>0,47</b>
Var 6	0,41	-0,49
Var 7	-0,47	0,46
Var 8	0,41	-0,49
Var 9	$10^{-3}$	0,46
Var 10	0,01	-0,49
Var 11	0,08	<b>0,48</b>
Var 12	$3.10^{-3}$	-0,49
Var 13	0,45	-0,49
Var 14	-0,43	<b>0,47</b>
Var 15	0,45	-0,49
Var 16	-0,43	0,46
Var 17	-0,47	0,03
Var 18	<b>0,49</b>	0,03
Var 19	-0,47	0,02
Var 20	0,41	0,02
Var 21	0,41	0,02
Var 22	-0,46	0,03
Var 23	<b>0,49</b>	0,03
Var 24	-0,47	0,02

Les deux éprouvettes monocristallines ont des variantes avec un facteur de Schmid maximum proche de 0,5. Cela coïncide parfaitement avec le fait qu'elles ont une orientation proche de [001], qui est la direction facile de transformation dans ce type d'alliages.

La description de la plasticité cristalline et/ou de la transformation martensitique repose sur le facteur de Schmid et le critère de Patel et Cohen [12].

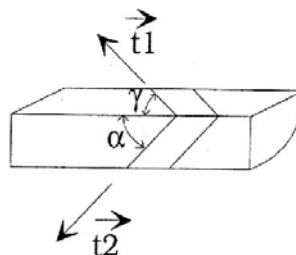
### III-1.1.3 Indexation des variantes de martensite activées

L'orientation cristallographique d'une phase dans un matériau peut être déterminée par la diffraction des rayons X ou par EBSD. Dans ce travail, il était très difficile d'orienter les variantes de martensite formée en utilisant ces deux techniques, pour deux raisons principales :

- la méconnaissance des positions exactes ( $2\theta_{hkl}$ ) des pics de diffraction de la martensite,
- la faible fraction de martensite formée dans les grains des polycristaux analysés et qui ne permet pas d'avoir une intensité de diffraction mesurable.

Nous avons donc utilisé la méthode suivante : les plaquettes de martensite formées dans un cristal d'austénite laissent des traces visibles sur les faces de ce dernier (figure III-3). L'orientation du plan d'habitat peut être déterminée géométriquement à partir de l'orientation de ces traces (t1 et t2 dans figure III-3). Le produit vectoriel des deux traces nous donne la normale au plan d'habitat dans le repère de l'échantillon. L'orientation de cette normale est ensuite calculée dans le repère du cristal et les indices du plan d'habitat sont donc donnés dans le repère de l'austénite.

Dans le cas d'un grain pour un polycristal, la trace t2 est invisible et la méthode précédente ne s'applique plus. Cependant, comme les indices du plan d'habitat des variantes dans un cristal de l'AMF Cu-Al-Be sont connus [6, 7], la détermination des indices d'une seule trace t1 est souvent suffisante pour indexer la variante de martensite activée. Dans ce travail nous avons procédé par comparaison entre l'orientation de la trace t1 écrite dans le repère de l'éprouvette, avec les orientations possibles de chaque direction d'intersection des 24 plans d'habitat avec le plan de laminage (HKL). L'indexation de cette façon n'est pas unique car plusieurs variantes peuvent avoir la même trace. Dans ce cas nous choisirons celle qui a le facteur de Schmid le plus élevé.



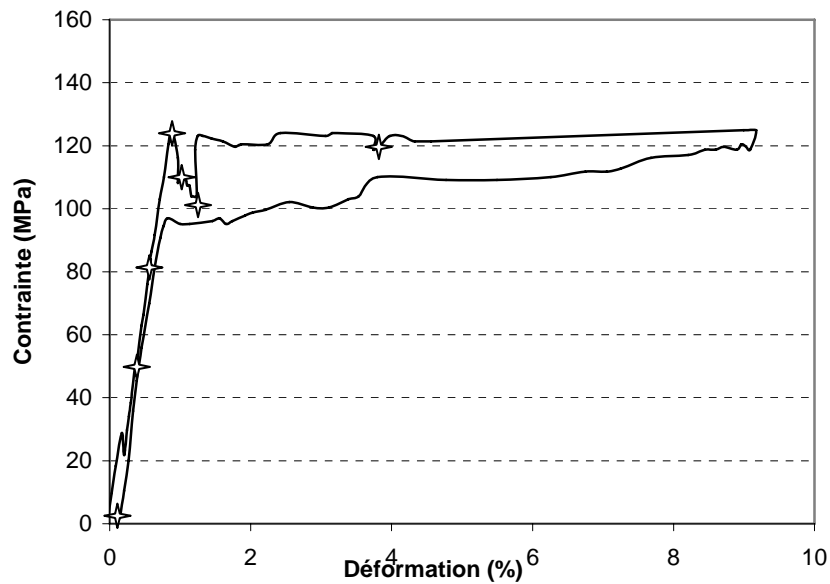
**Figure III-3 : Traces de plaquettes de martensite sur les faces du cristal**

Il est possible également de déterminer les indices des variantes effectivement actives à partir de leur cission critique d'activation. Ceci nécessite de réunir deux conditions

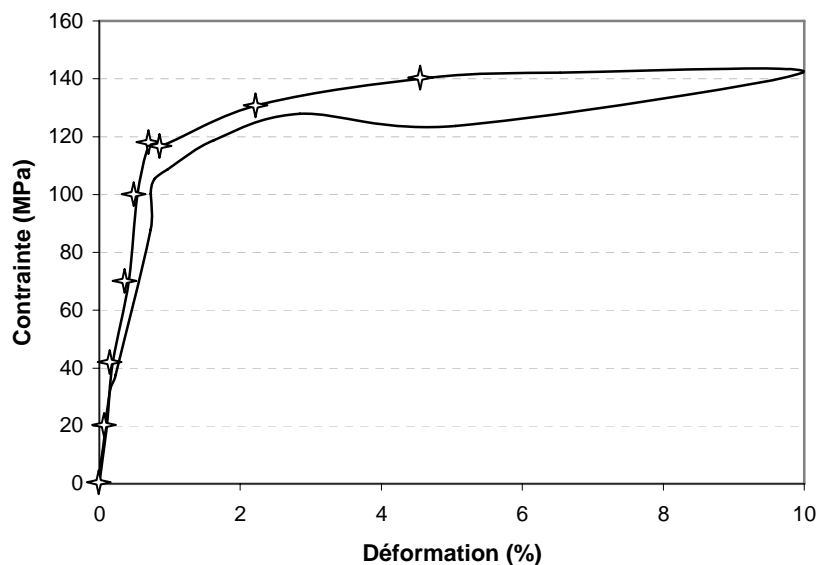
simultanément : détecter l'activation d'une variante et connaître le tenseur de contrainte correspondant. Dans ce travail (voir §IV-4), les cissions critiques et les variantes correspondantes dans chaque grain seront déterminées et comparées avec les résultats des observations métallographiques.

### III-1.2 Comportement macroscopique du monocristal

Le comportement macroscopique des éprouvettes monocristallines au cours d'essai de traction uniaxiale (charge/décharge) est reporté sur les figures III-4 et III-5.



*Figure III-4 : Comportement macroscopique de l'éprouvette monocristalline M1*



*Figure III-5 : Comportement macroscopique de l'éprouvette monocristalline M2*

✦ : Correspond aux différents points d'analyse par diffraction



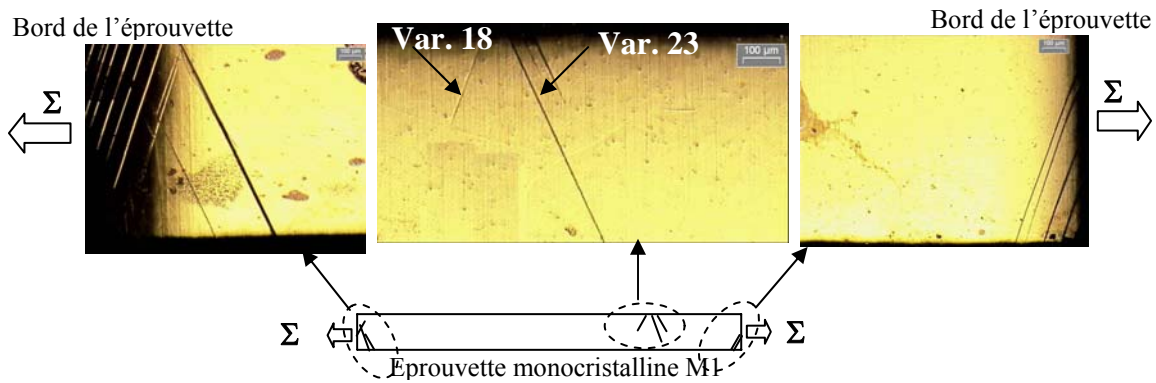
Ces résultats montrent qu'au début du chargement, l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation macroscopique de l'éprouvette M1 est linéaire jusqu'à environ 0,88% de déformation. Lors de cette étape, la réponse du matériau est totalement élastique (déformation élastique de l'austénite). L'observation de la microstructure confirme qu'aucune variante n'est apparue dans l'éprouvette à ce stade. La déviation par rapport à cette linéarité se produit au-delà de  $\epsilon=0,88\%$  de déformation où la contrainte de transformation est atteinte. Cette partie de la courbe représente l'étape de transformation austénite-martensite. Le long de ce plateau, le niveau de contrainte évolue très peu. La valeur de la contrainte seuil de transformation  $\Sigma^t$  est de 125MPa. Le module d'Young estimé à partir de cet essai est d'environ 20GPa.

Le comportement macroscopique de M2 est semblable à celui de M1. La contrainte seuil de transformation ainsi que le module d'Young estimés des deux éprouvettes sont quasiment identiques.

La principale différence entre le comportement des deux éprouvettes est la baisse de contrainte au début de la transformation martensitique dans M1. Dans M2, la contrainte macroscopique se stabilise (entre  $\epsilon=0,7\%$  et  $\epsilon=0,9\%$ ) puis elle augmente légèrement (entre  $\epsilon=0,9\%$  et  $\epsilon=4,7\%$ ) pour se stabiliser à nouveau. Dans M1 elle baisse avec l'apparition de la martensite (entre  $\epsilon=0,88\%$  et  $\epsilon=1,23\%$ ) puis elle augmente à la valeur de la contrainte seuil de transformation pour rester constante jusqu'à la fin du test. Cependant, comme ce mode de déformation est imposé aux deux éprouvettes et que seule M1 présente cette instabilité, seule l'observation de la microstructure nous permettra de déterminer l'origine de ce comportement.

### **III-1.3 Evolution microstructurale du monocristal**

La transformation dans le monocristal M1 est caractérisée par l'apparition de plaquettes de martensite appartenant à deux variantes distinctes, qui se créent simultanément au sein de l'éprouvette (Figure III-6) et sur ses deux extrémités au niveau des mors de la machine de traction. Ce début de transformation correspond à une déformation macroscopique  $\epsilon=0,88\%$  et à une contrainte macroscopique  $\Sigma=125\text{MPa}$ .

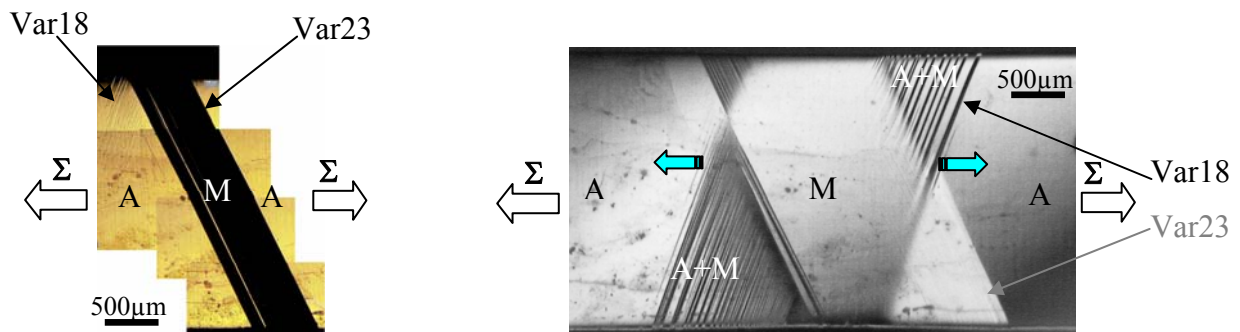


**Figure III-6 : Début de transformation dans le monocristal M1 ( $\epsilon=0,88\%$ ) ; deux variantes différentes apparaissent en même temps.**

L'indexation des traces des variantes apparues sur la surface de ce monocristal montre que ces dernières correspondent respectivement à la variante Var18 et Var23 (dans le tableau I-1). Ces deux variantes sont les mieux orientées par rapport à la direction de traction, parmi les 24 variantes susceptibles d'être activées dans ce monocristal ; leur facteur de Schmid est le plus élevé et il est estimé à 0,49 (tableau III-4).

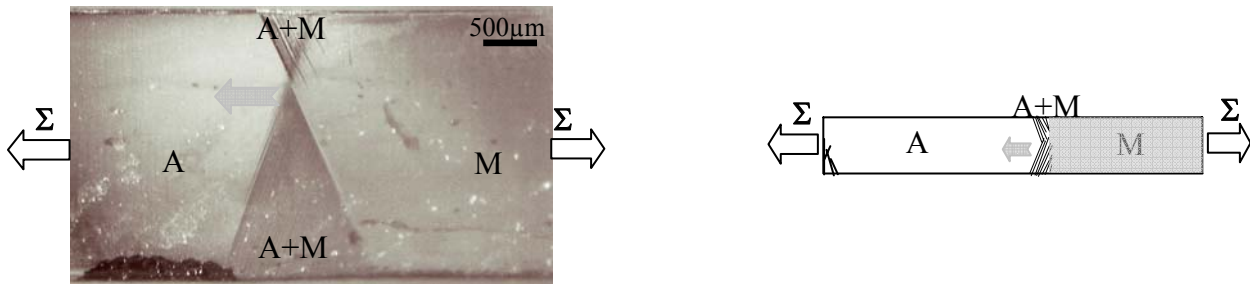
L'évolution de la transformation se réalise tout d'abord par une propagation brutale de la seule variante Var23 (figure III-7-a) conduisant à la formation d'une bande de martensite. Cette évolution microstructurale correspond exactement à la chute de contrainte observée en figure III-4. L'évolution ultérieure du chargement conduit à l'élargissement et la propagation de cette bande dans toute l'éprouvette (figure III-7-b) avec le mécanisme suivant :

- 1- progression des deux variantes dans les deux sens opposés,
- 2- réorientation de la martensite formée à partir de la variante Var23 pour prendre une orientation correspondante à celle de la variante Var18.



**Figure III-7 : Propagation de la transformation pour le monocristal M1,**  
**a)  $\epsilon=0,97\%$  : propagation brutale de la variante Var23,**  
**b)  $\epsilon=1,23\%$  : propagation continue des deux variantes,**

Des plaquettes de ces deux variantes sont également apparues aux deux extrémités de l'éprouvette au début de la transformation,  $\epsilon=0,88\%$  et  $\Sigma=125\text{MPa}$ , (Figure III-6) mais elles ne progressent pas. Les deux variantes formées au sein de l'éprouvette s'étendent pour occuper toute l'éprouvette, au fur et mesure du chargement. Trois domaines de l'éprouvette peuvent être distinguer : un domaine austénitique, un domaine martensitique (Var.18) et un domaine biphasé (austénite + martensite {Var.18 et Var.23}) (figure III-8).

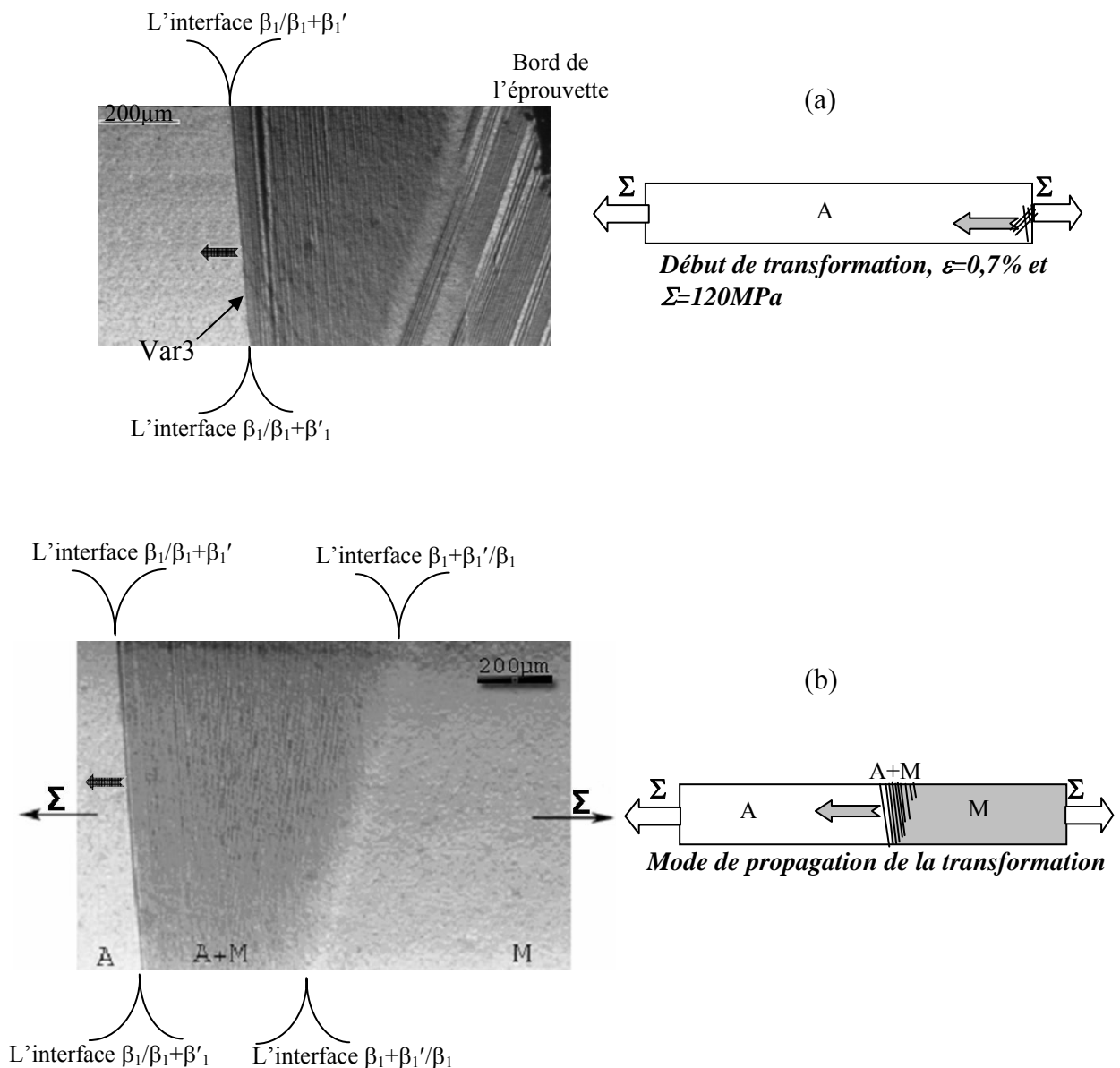


**Figure III-8 : Propagation de la transformation,  $\epsilon=3,73\%$ ,**

**A : Austénite et M : Martensite**

Les observations effectuées au cours de l'analyse de contrainte sur l'éprouvette monocristalline M2 ont montré que l'apparition de la transformation martensitique dans cette dernière s'est produite à une extrémité de l'éprouvette, au niveau des mors. Comme dans le cas du monocristal M1, deux variantes sont apparues en même temps au début de la transformation (figure III-9 (a)). Mais l'évolution de la transformation s'effectue ensuite par progression d'une seule de ces variantes pour former un domaine martensitique monovariant (figure III-9 (b)).

L'apparition des premières plaquettes de martensite correspond à une déformation macroscopique de  $0,7\%$  et à une contrainte macroscopique de  $120\text{MPa}$ . La transformation procède par propagation de cette variante qui s'étend progressivement à toute l'éprouvette, par déplacement du front  $\beta_1/\beta'_1$  au cours du chargement (figure III-9). Ces observations ont également montré qu'aucune autre variante n'est apparue dans cette éprouvette jusqu'à sa transformation totale en martensite. À la différence de l'éprouvette M1, la formation brutale d'un large domaine martensitique n'est pas observée. Cela est cohérent avec l'évolution monotone de la contrainte pour cette éprouvette (figure III-5).



**Figure III-9 : Transformation martensitique du monocristal M2 ;**

**a) Début de la transformation martensitique sur le bord de l'éprouvette, apparition de deux variantes,  $\varepsilon=0,7\%$  et  $\Sigma=120\text{MPa}$**

**b) Propagation de la variante de martensite  $\varepsilon=2,2\%$  et  $\Sigma=130\text{MPa}$**

Du point de vue microstructural, le comportement du matériau est très dépendant de sa nature cristallographique. Dans le cas de ces monocristaux, les essais de traction ont occasionné l'apparition de deux variantes au début de la transformation martensitique. La propagation de cette transformation est homogène et monovariante. La déformation réversible engendrée par cette transformation est de l'ordre de 10%. Cela est complètement différent pour un polycristal. La présence de joints de grains joue un rôle très important, ce qui modifie

sensiblement le mode de transformation par rapport au monocristal ainsi que la déformation de transformation qui en résulte.

## III-2 Comportement du polycristal à gros grains

### III-2.1 Comportement macroscopique

Les chargements relatifs aux essais de traction sur les trois éprouvettes polycristallines P1, P2 et P3 sont présentés sur la figure III-10. Les trois cycles réalisés sur l'éprouvette P1 correspondent aux tests d'analyse de contraintes effectués sur les grains G1P1, G2P1 et G3P1.

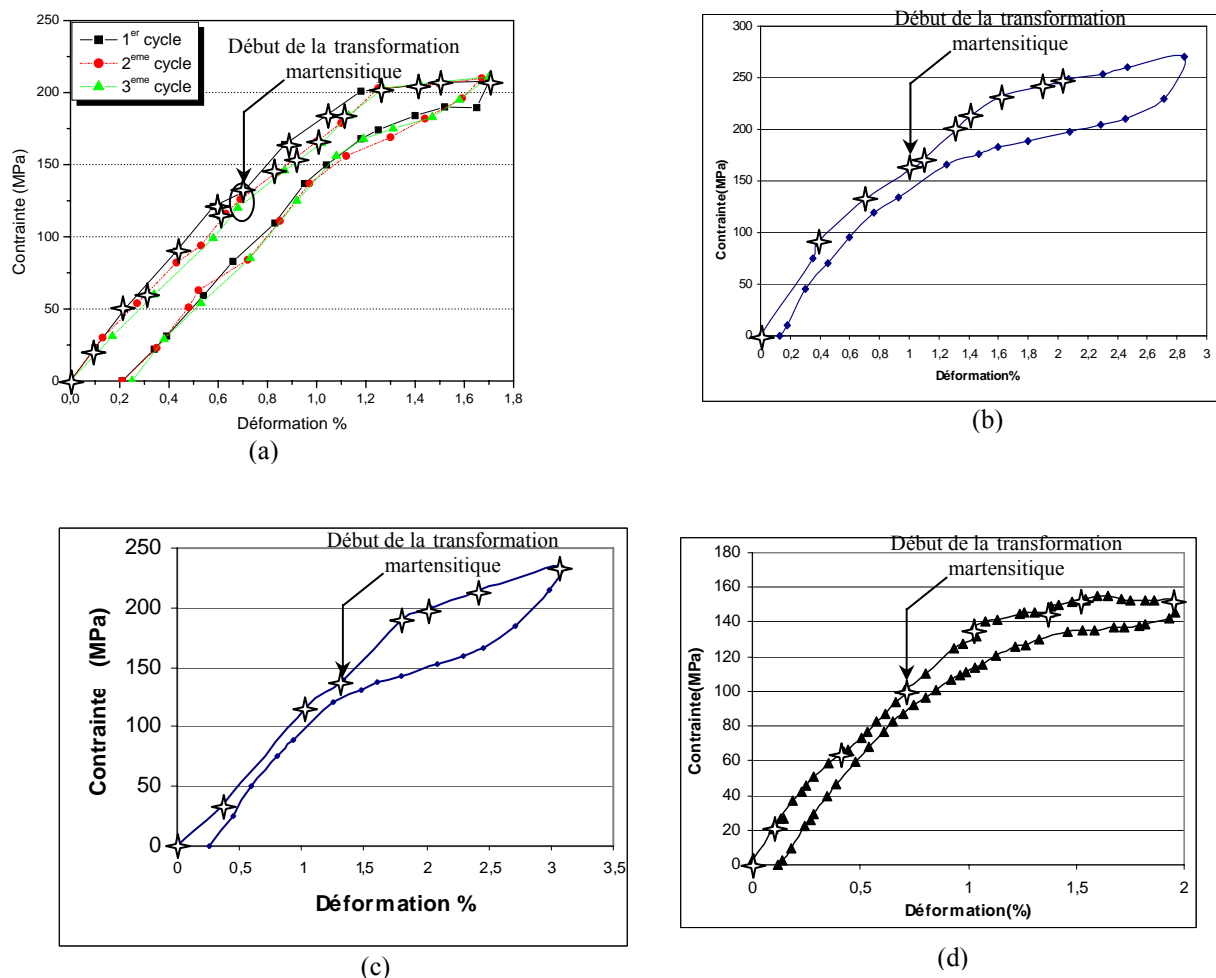


Figure III-10 : Courbes de traction des éprouvettes polycristallines a) Eprouvette P1, b) Eprouvette P2, c) Eprouvette P3 cycle 1, d) Eprouvette P3 cycle 2

✦ : Correspond aux différents points d'analyse in-situ des contraintes dans chaque éprouvette

Ces résultats montrent deux stades d'évolution des contraintes :

- un domaine élastique caractérisé par une évolution linéaire de la contrainte macroscopique avec la déformation imposée à l'éprouvette. Cette évolution linéaire est associée à la déformation élastique de l'austénite.
- un domaine de transformation : une fois la transformation martensitique s'amorce, la linéarité (contrainte-déformation) disparaît. Le palier de transformation est moins remarquable dans le polycristal que dans le monocristal. Contrairement au cas des monocristaux, il est donc difficile de repérer avec exactitude le point de début de transformation à partir de la courbe contrainte-déformation. Seule l'observation simultanée des évolutions microstructurales permet de le déterminer avec exactitude. Ces observations ont permis d'estimer la contrainte macroscopique seuil de transformation pour les trois éprouvettes à  $\Sigma^t(P1)=130\text{MPa}$ ,  $\Sigma^t(P2)=160\text{MPa}$ ,  $\Sigma^t(P3)=140\text{MPa}$  au premier test.

L'éprouvette P1 a subi trois essais chargement-analyse. Chaque chargement est suivi d'un traitement thermique d'homogénéisation (voir procédure §II-5). On observe que la contrainte seuil de transformation est passée de 130MPa au premier cycle à environ 125MPa et 120MPa au deuxième et au troisième cycle. Cela montre que la contrainte de transformation est différente d'une éprouvette à une autre et/ou d'un test à un autre pour la même éprouvette. Cela est probablement dû au changement de la composition chimique du matériau par évaporation du béryllium au cours des traitements thermiques d'homogénéisation. D'après les travaux de Belkahla [6] (voir chapitre I), la température de début de transformation martensitique  $M_s$  est liée directement à la composition chimique de l'AMF Cu-Al-Be (voir § I-2.2) et par conséquent un faible changement de cette composition change d'une manière significative la température de transformation  $M_s$  ainsi que la contrainte seuil de transformation [8]. On note que la composition chimique donnée au chapitre précédent n'est que la composition initiale (avant les traitements thermiques) et que nous n'avons pas fait d'analyse chimique des éprouvette après traitement. Le changement des caractéristiques de transformation après traitement thermique dans les AMF à base de cuivre (Cu-Zn-Al-Mn et Cu-Al-Ni) a été déjà évoqué par plusieurs chercheurs [9, 10] et a été interprété par une évaporation des éléments d'alliage Al et Zn. Les éprouvettes polycristallines ont subi des traitements thermiques à 800°C pendant 30 minutes, avant le premier test, pour obtenir la taille de grains convenable pour l'analyse monocristalline des contraintes, ainsi que les traitements d'homogénéisation (T, t) entre deux essais chargement-analyse. La baisse de la contrainte seuil de transformation après le premier chargement est

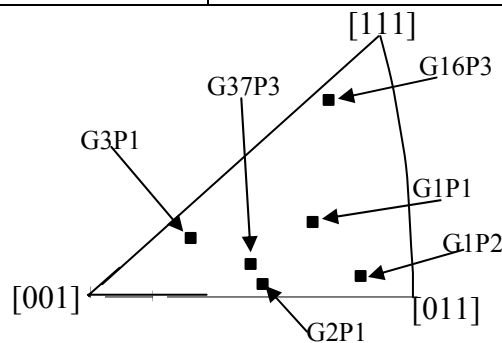
différente entre P1 et P3, cette baisse correspond à une évaporation de béryllium d'environ 1% dans P1 et 4% dans P3. Pourquoi cette différence alors que le traitement thermique est le même ? L'analyse microstructurale permettra de répondre à cette question.

### III-2.2 Orientation des grains analysés

Nous avons également déterminé l'orientation cristalline des grains analysés au cours de cette étude par DRX. Les résultats sont reportés dans le tableau III-3 :

**Tableau III-3 : Orientation des grains des polycristaux**

Grain	{HKL}	<UVW>	<U'V'W'>
G1P1	{-0,18 0,10 0,97}	<-0,55 0,80 -0,19>	<-0,80 -0,57 -0,09>
G2P1	{0,44 0,83 -0,32}	<-0,89 0,45 -0,03>	<0,11 0,29 0,94>
G3P1	{0,84 0,13 0,52}	<0,27 -0,94 -0,16>	<0,47 0,27 -0,83>
G1P2	{0,26 0,88 0,38}	<-0,75 -0,05 0,65>	<0,60 -0,46 0,65>
G16P3	{0,43 0,86 0,26}	<0,55 -0,47 0,68>	<0,71 -0,15 -0,68>
G37P3	{0,28 0,88 0,38}	<0,09 -0,42 0,90>	<0,95 -0,21 -0,20>



**Figure III-11 : Représentation dans le triangle standard de l'orientation cristallographique des grains analysés**

Ce tableau montre que les grains analysés sont bien représentatifs de l'ensemble des orientations pouvant être observées dans une éprouvette polycristalline. Certains sont proches de la direction [001] dite « direction facile de transformation pour la traction » comme G3P1 et G37P3, d'autres proches de [111] dite « direction difficile de transformation pour la traction » comme le grain G16P3 et d'autres sont en position intermédiaire au voisinage de [001] comme les grains G1P1, G2P1 et G1P2.

Ces grains ont été choisis dans le but d'analyser le plus large domaine possible des orientations cristallographiques. Ceci permettra d'obtenir une vue d'ensemble de l'évolution

et de la redistribution des contraintes dans les grains du polycristal en fonction de leur orientation cristallographique et de mieux comprendre la relation orientation-contrainte-transformation dans les AMF Cu-Al-Be.

A partir de l'équation III-3 et de l'orientation cristallographique des grains, nous avons calculé le facteur de Schmid en traction uniaxiale pour les 24 variantes susceptibles d'être activées dans chaque grain des polycristaux analysés (Tableau III-4).

**Tableau III-4 : Facteur de Schmid en traction uniaxiale des 24 variantes, pour les grains analysés. Les valeurs maximales sont indiquées en caractères gras**

	Grain G1P1	Grain G2P1	Grain G3P1	Grain G1P2	Grain G16P3	Grain G37P3
Var 1	-0,24	-0,06	-0,45	0,09	<b>0,24</b>	0,36
Var 2	0,20	0,02	0,33	-0,19	-0,14	-0,28
Var 3	-0,31	-0,09	-0,44	0,32	0,05	0,31
Var 4	<b>0,42</b>	0,21	0,45	-0,19	$-5.10^{-3}$	-0,26
Var 5	-0,15	-0,39	0,03	-0,12	0,03	0,30
Var 6	0,26	<b>0,47</b>	0,09	0,01	0,02	-0,36
Var 7	-0,05	-0,36	-0,03	-0,14	0,20	<b>0,48</b>
Var 8	0,05	0,28	-0,01	-0,01	-0,11	-0,40
Var 9	-0,30	-0,08	-0,42	0,10	0,15	0,27
Var 10	0,38	0,21	<b>0,49</b>	-0,16	-0,09	-0,35
Var 11	-0,32	-0,07	-0,39	0,33	$-2.10^{-3}$	0,23
Var 12	0,18	0,02	0,37	-0,21	-0,20	-0,36
Var 13	0,034	0,27	-0,01	0,10	-0,17	-0,40
Var 14	-0,15	-0,37	0,05	-0,01	-0,03	0,28
Var 15	0,23	0,46	0,11	0,12	-0,07	-0,40
Var 16	-0,10	-0,39	-0,03	-0,03	0,10	0,46
Var 17	0,07	-0,33	0,40	-0,27	-0,12	0,01
Var 18	-0,24	0,2	-0,43	0,38	-0,06	-0,07
Var 19	0,13	-0,33	0,32	-0,26	0,01	0,18
Var 20	-0,20	0,22	-0,44	0,16	0,08	-0,05
Var 21	-0,09	0,31	-0,40	0,16	0,16	-0,02
Var 22	0,16	-0,24	0,45	-0,23	-0,08	0,01
Var 23	-0,15	0,30	-0,37	<b>0,40</b>	-0,0	-0,08
Var 24	0,24	-0,23	0,38	-0,28	0,09	0,19

On observe sur ce tableau que pour les deux grains bien orientés (G3P1 et G37P3), une seule variante possède un facteur de Schmid élevé. Dans le grain mal orienté (G16P3), aucun facteur de Schmid ne dépasse 0,24, ce qui est très faible et conduit à un fort contraste de propriétés entre grains bien orienté et mal orienté. Pour les autres grains, le facteur de



Schmid maximal est compris entre 0,4 et 0,47. Le critère de Schmid prédit que les grains les mieux orientés sont ceux qui se transforment en premier. Les variantes avec le facteur de Schmid le plus élevé sont censées apparaître au début de la transformation. Nous allons donc déterminer l'orientation des variantes effectivement activées dans les grains analysés lors du chargement mécanique pour les comparer avec les variantes dont le facteur de Schmid est le plus élevé.

### **III-2.3 Evolution microstructurale**

Lors de la transformation martensitique dans les différents grains analysés plusieurs configurations de la martensite formée ont été observées. Ces configurations sont plus complexes et plus variées que dans le cas des monocristaux. A cause de l'orientation aléatoire des grains dans l'éprouvette, plusieurs variantes sont généralement formées au cours de la transformation. Le mode de propagation des variantes et de progression de la transformation est également très différent du cas des monocristaux et change d'un grain à l'autre.

C'est pourquoi, l'objectif de cette partie est de caractériser la transformation et d'analyser son évolution sous l'influence d'une contrainte macroscopique appliquée, en fonction des différents paramètres (orientation des grains, voisinage, morphologie, taille, etc...). Nous mettrons en évidence une relation entre le mode de transformation dans chaque grain analysé et l'évolution de son tenseur de contrainte  $\sigma_{ij}$  déduit expérimentalement par DRX.

Six grains représentatifs de l'ensemble des directions, choisis dans trois éprouvettes différentes (P1, P2 et P3), ont fait l'objet d'une analyse simultanée de leur évolution microstructurale et d'une détermination par DRX de leur état de contraintes locales sous sollicitation mécanique.

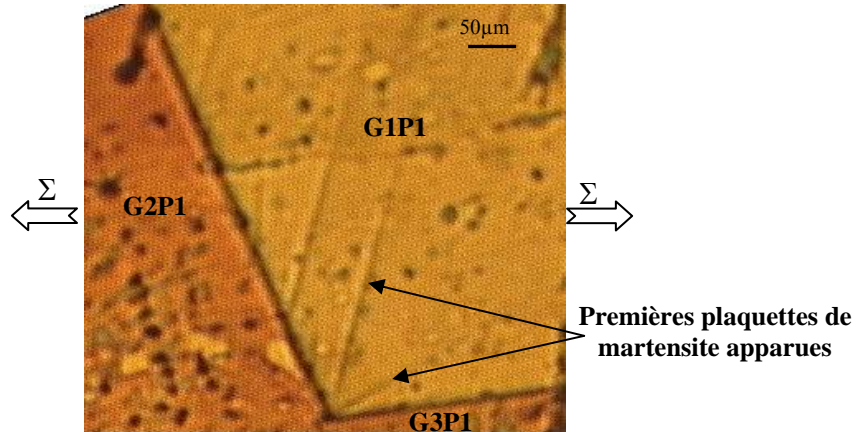
#### *III-2.3.1 Eprouvette P1*

Dans cette éprouvette, trois grains (G1P1, G2P1 et G3P1) ont été analysés. Les observations métallographiques effectuées au cours de chaque étape de chargement montrent que les premières plaquettes de martensite sont apparues dans le grain G1P1 (figure III-12), pour une déformation globale de  $\varepsilon=0,7\%$ . Le début de transformation s'effectue par formation des plaquettes appartenant à deux variantes de martensite. Ces plaquettes apparaissent au voisinage des joints de grains et en particulier du joint triple entre les grains G1P1, G2P1 et

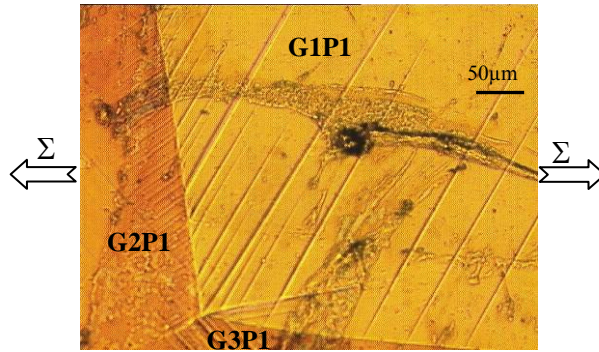
G3P1. Seules les plaquettes d'une seule de ces deux variantes croissent et s'étendent vers le reste du grain, les plaquettes de la seconde variante restent concentrées au niveau du joint triple, comme le montrent les figures III-13 et III-14.

L'indexation des traces des variantes apparues, à partir des micrographies (figures III-12 à 14) montre que la variante prédominante dans ce grain correspond à la variante Var4 (Tableau I-1). On remarque que cette variante est celle qui a le facteur de Schmid le plus élevé ( $R_{11}=0,42$ ) parmi les 24 variantes susceptibles d'être activées dans ce grain. Le mode de transformation dans le grain G1P1 peut être résumé comme suit :

- formation de plaquettes de martensite très fines de deux variantes à partir d'un joint triple (figure III-12),
- plusieurs plaquettes espacées de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres, apparaissent successivement à partir des joints de grains avec G2P1 et G3P1 (figure III-13),
- croissance par épaissement des plaquettes d'une seule variante qui se rejoignent pour former des zones martensitiques sous forme de bandes parallèles à l'intérieur du grain (figure III-14).



*Figure III-12 : Début de la transformation martensitique dans le grain G1P1 ( $\epsilon=0,7\%$ ) par apparition des plaquettes de martensite au voisinage du joint triple*



**Figure III-13 : Progression de la transformation martensitique dans le grain G1P1 par apparition de plusieurs plaquettes fines et parallèles de martensite à partir des joints de grains ( $\varepsilon=1,2\%$ )**



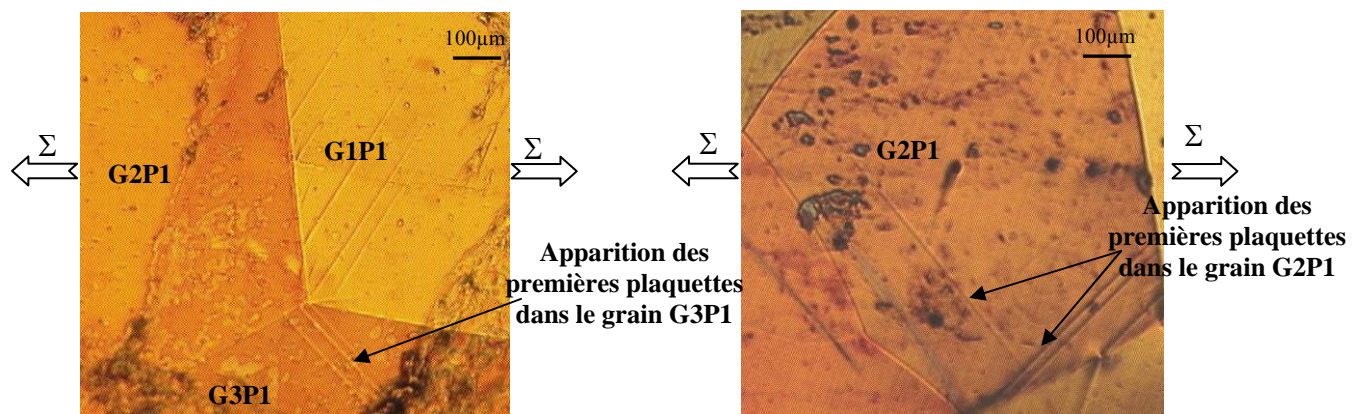
**Figure III-14 : Progression de la transformation martensitique dans le grain G1P1 par épaissement des plaquettes et formation de domaines continus de martensite ( $\varepsilon=1,7\%$ )**

Les deux autres grains analysés G3P1 et G2P1 commencent à se transformer respectivement à  $\varepsilon=0,80\%$  et  $\varepsilon=0,82\%$  (figure III-15). Le début de transformation dans le grain G3P1 s'effectue par apparition de plaquettes fines et parallèles d'une variante à partir du joint triple (figure III-15-a), tandis que dans le grain G2P1, la transformation s'amorce simultanément au centre du grain et au voisinage du joint de grain G2P1-G3P1 (figure III-15-b) par apparition de deux variantes différentes. Une troisième variante est apparue ensuite au voisinage du joint de grain G2P1-G1P1 (figure III-16). L'indexation des traces des variantes apparues, à partir des micrographies montre que les deux premières variantes sont Var6 et Var21 (Tableau I-1). On remarque que la variante Var6 est celle qui a le facteur de Schmid le plus élevé ( $R_{11}=0,47$ ) parmi les 24 variantes susceptibles d'être activées dans ce grain. La variante Var21 a un facteur de Schmid  $R_{11}=0,31$ . Cette dernière est moins bien orientée par rapport à la direction de traction. Le facteur de Schmid de la troisième variante apparue au niveau du joint de grain (Var4) G2P1- G1P1 est très faible ( $R_{11}=0,21$ ). C'est une variante mal orientée par rapport à la direction de traction et sa croissance au cours du chargement reste localisée près du joint de grains et ne s'étend pas vers le centre du grain.

La figure III-16 montre l'évolution de la transformation martensitique dans l'ensemble des grains analysés pour une déformation macroscopique  $\varepsilon=1,4\%$ . Cette vue globale montre l'aspect particulier du mode de transformation dans chaque grain, qui peut être décrit comme suit :

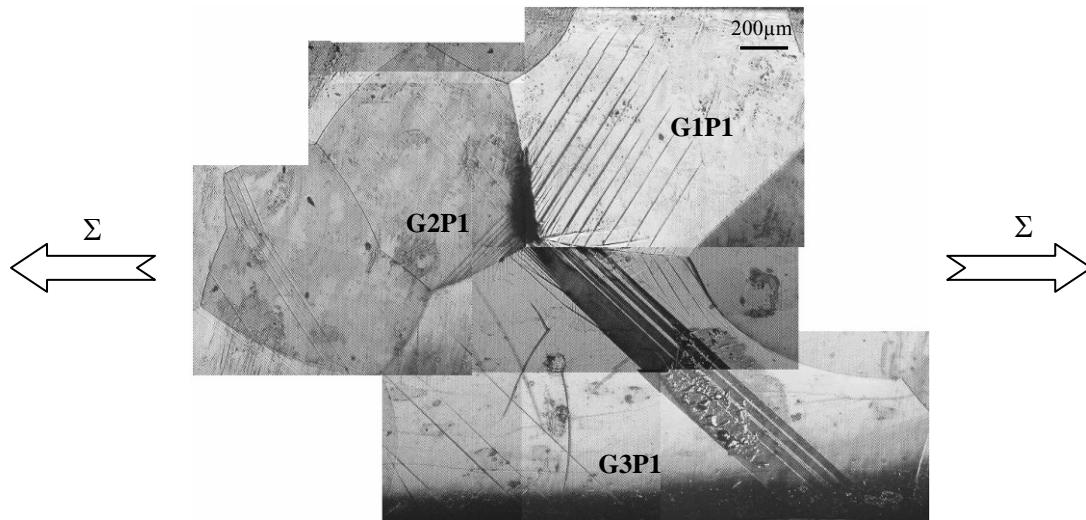
*Grain G2P1 :*

- formation simultanée de plaquettes appartenant à deux variantes : l'une sur le joint de grain G2P1-G3P1 et l'autre au sein du grain. Ces dernières sont Var6 et Var21 dont les facteurs de Schmid sont  $R_{11}=0,47$  et  $R_{11}=0,21$  respectivement,
- formation d'une troisième variante de martensite au niveau du joint de grains G2P1-G1P1. Cette variante est indexée Var4 et son facteur de Schmid  $R_{11}=0,31$ ,
- au fur et à mesure du chargement, les deux premières variantes apparues dans ce grain croissent et progressent avec le mode de croissance déjà observé dans le grain G1P1 : activation progressive et croissance de plusieurs plaquettes pour former des domaines martensitiques alternés avec la phase mère au sein du grain,
- le mode de croissance de la troisième variante apparue au voisinage du joint de grain G2P1-G1P1 est identique à celui de celle apparue au voisinage du joint de grain G2P1-G3P1 mais cette dernière ne s'étend pas à tout le grain au cours du chargement et reste très localisée près du joint de grains.



**Figure III-15 : a) Début de la transformation martensitique dans le grain G3P1 ( $\varepsilon=0,80\%$ )**

**b) Début de la transformation martensitique dans le grain G2P1 ( $\varepsilon=0,82\%$ )**



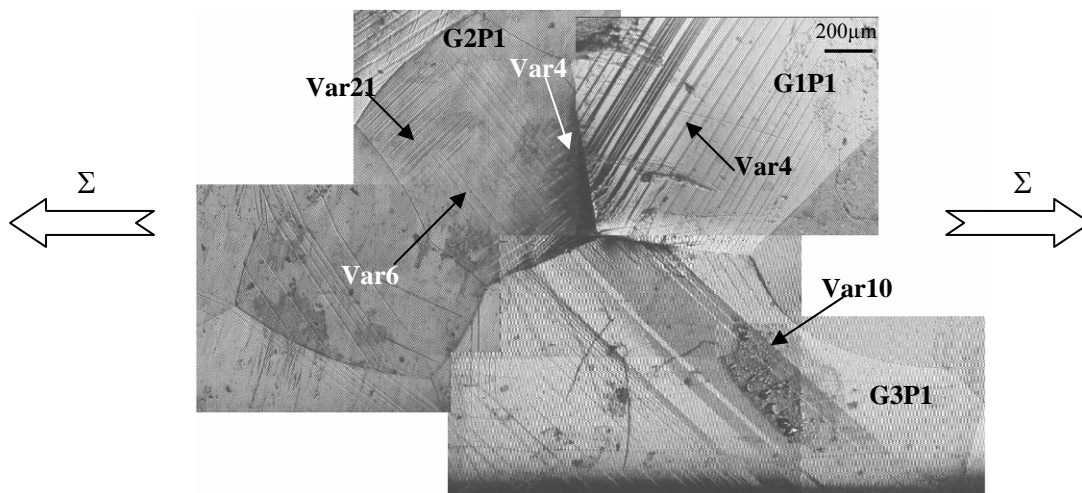
**Figure III-16 : Vue globale de l'évolution de la transformation dans les grains G1P1, G2P1 et G3P1 ( $\epsilon=1,4\%$ )**

**Grain G1P1 : une variante prédominante  $f^m < 5\%$**

**Grain G2P1 : trois variantes sans prédominance nette  $f^m < 5\%$**

**Grain G3P1 : une variante prédominante fortement localisée  $f^m \approx 20\%$**

Il est à noter que la distribution de la martensite dans le grain G2P1 semble plus homogène que dans le grain G1P1. Les variantes de martensite se répartissent sur l'ensemble du grain sous forme de bandes parallèles et distantes. Ces dernières sont moins larges que dans le grain G1P1 où elles sont également localisées près du joint de grain G1P1-G2P1. Aucune prédominance nette n'est observée pour une variante au détriment des autres. Cela est d'autant plus visible sur la figure III-17.



**Figure III-17 : Etat des grains G1P1, G2P1 et G3P1 en fin du chargement ( $\epsilon=1,7\%$ )**

**Grain G1P1 : une variante prédominante  $f^m \approx 10\%$**

**Grain G2P1 : trois variantes sans prédominance apparue  $f^m \approx 10\%$**

**Grain G3P1 : une variante prédominante  $f^m \approx 30\%$**

La formation et la croissance de la troisième variante dans ce grain au niveau du joint de grains avec G1P1 peuvent être reliées directement à la transformation du grain G1P1 et à la localisation des contraintes au niveau des joints de grains. Cette concentration a deux sources principales :

- les incompatibilités de déformation entre grains, exacerbées par la forte anisotropie élastique,
- la déformation de transformation générée par la transformation martensitique de G1P1 peut induire une transformation dans les grains adjacents. Cela a été observé par microscopie électronique à transmission dans des alliages de Ti-Ni [11].

*Grain G3P1 :*

- apparition d'une première variante de martensite sur le joint triple avec les grains G1P1 et G2P1 par formation des plaquettes fines et parallèles qui s'étendent vers l'intérieur du grain,
- formation d'un domaine continu (bande de martensite) qui s'étend pour traverser toute la largeur du grain,
- progression et croissance continue de cette bande de martensite dans la phase mère,
- formation d'une deuxième variante de martensite au niveau du joint du grain, cette dernière reste très localisée et ne s'étend pas vers l'ensemble du grain, sa fraction reste négligeable.

Dans ce grain, la transformation s'effectue par croissance continue de la première variante avec une prédominance absolue par rapport à la deuxième. Le mode de transformation est très semblable à celui du monocristal. La morphologie de ce grain qui a une forme allongée dans la direction de traction ainsi que sa position sur le bord de l'éprouvette et donc une surface libre importante, peuvent être la cause de ce mode de transformation particulier. La variante prédominante apparue au début de transformation correspond à la variante Var10 qui est la mieux orientée dans ce grain ( $R_{11}=0,49$ ).

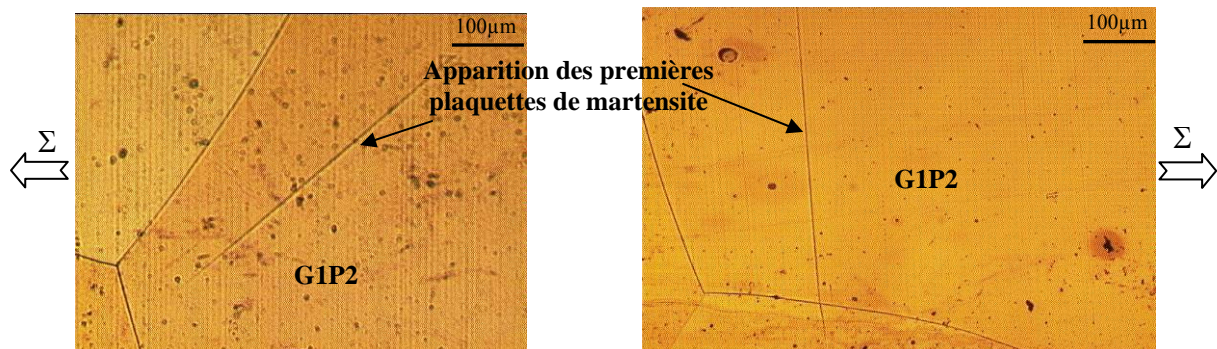
À la fin du chargement (figure III-17) la fraction de martensite formée est très différente d'un grain à l'autre ; elle est plus importante dans G3P1 et G1P1 (30% et 15% respectivement) où une variante est prédominante. En revanche, elle est plus faible dans G2P1 (<10%) où trois variantes, sans prédominance nette d'une variante par rapport aux autres, se sont formées. On note également que si la transformation est très localisée dans G3P1, elle



l'est moins en G1P1, tandis que dans G2P1 la transformation est généralisée et très homogène sur l'ensemble du grain.

### III-2.3.2 Eprouvette P2

Des observations in-situ ont été également effectuées au cours de l'analyse de contrainte dans l'éprouvette P2 lors du chargement superélastique. La transformation martensitique s'amorce dans un grain situé hors de la zone analysée par DRX. Les premières plaquettes de martensite apparues dans le grain analysé G1P2 correspondent à une déformation globale  $\varepsilon=1,1\%$  et à une contrainte macroscopique  $\Sigma=170\text{MPa}$ . Ce début de transformation est caractérisé par l'apparition de deux plaquettes de martensite appartenant à deux variantes différentes sur deux sites de germination particuliers ; une variante est apparue au sein du grain, tandis que l'autre est apparue sur un joint de grains (figure III-18 a et b). Ce début de transformation est semblable à celui observé dans le grain G2P1.



**Figure III-18 : Début de transformation dans le grain G1P2, apparition de deux variantes différentes ( $\varepsilon=1,1\%$ ). a) Au sein du grain. b) Sur le joint de grains**

La progression de la transformation pour  $\varepsilon=1,3\%$  et  $\varepsilon=1,4\%$  est montrée sur les figures III-19 (a et b). Ces dernières confirment l'aspect discontinu de la progression de transformation martensitique, évoqué dans le paragraphe précédent (§III-2.3.1). L'ensemble des observations métallographiques montre que le mode de transformation dans ce grain est le même que dans le grain G1P1, caractérisé par :

- formation simultanée des plaquettes de martensite fines et parallèles de deux variantes (à partir des joints de grains et/ou à l'intérieur du grain),
- croissance de martensite qui s'effectue par progression de ces plaquettes qui se rejoignent pour former des zones martensitiques sous forme de bandes parallèles à l'intérieur du grain et qui traversent tout le grain,

- apparition d'une troisième variante à partir d'un joint triple (figure III-20), cette dernière reste figée localement et ne se développe plus au cours de ce test,
- prédominance absolue d'une seule variante par rapport aux autres.

L'indexation des variantes montre que celle apparue au niveau du joint de grains correspond à la variante Var23. Celle apparue au sein du grain correspond à la variante Var18. Ces deux variantes sont les mieux orientées et leur facteur de Schmid sont respectivement  $R_{11}=0,40$  et  $R_{11}=0,38$ . La troisième variante très minoritaire apparue à partir du joint triple (figure III-20) correspond à la variante Var11, son facteur de Schmid est  $R_{11}=0,33$ .

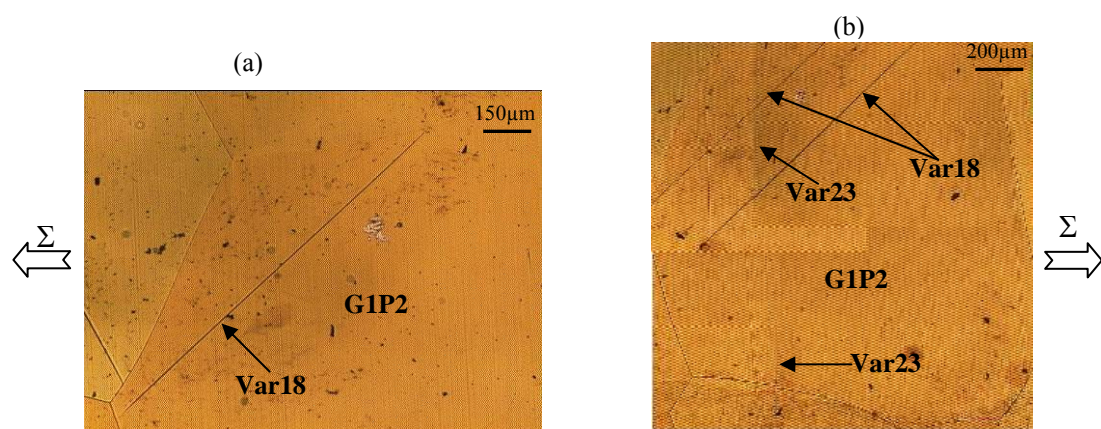


Figure III-19 : Evolution de la transformation dans le grain G1P2, a)  $\epsilon=1,3\%$  b)  $\epsilon=1,4\%$

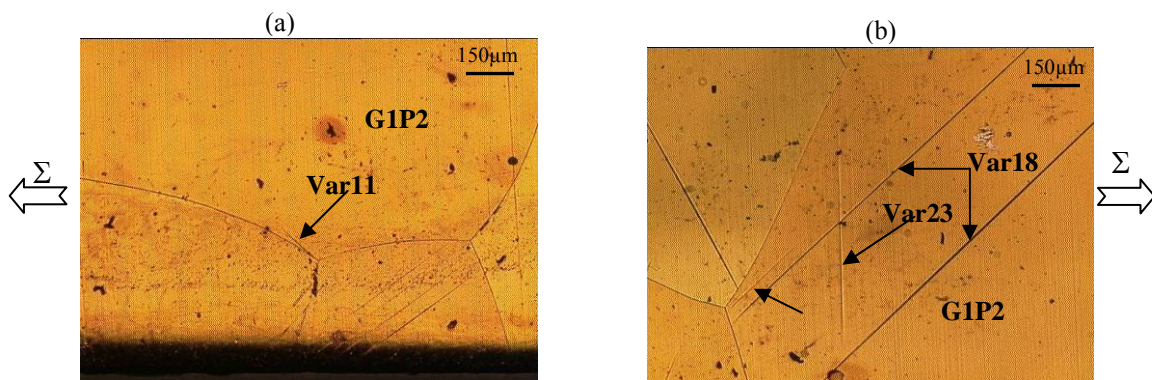


Figure III-20 : Evolution de transformation dans le grain G1P2 ( $\epsilon=1,4\%$ ), a) Apparition d'une troisième variante au niveau du joint triple, b) Progression des deux premières variantes

Les figures III-21 (a-f) montrent l'évolution de la transformation dans le grain analysé ainsi que dans les grains voisins pour des déformations de  $\epsilon=1,6\%$  à  $\epsilon=2\%$ . Ces micrographies montrent la progression de la première variante, la variante dominante, ainsi que celle des autres variantes où on observe clairement la progression discontinue des domaines de



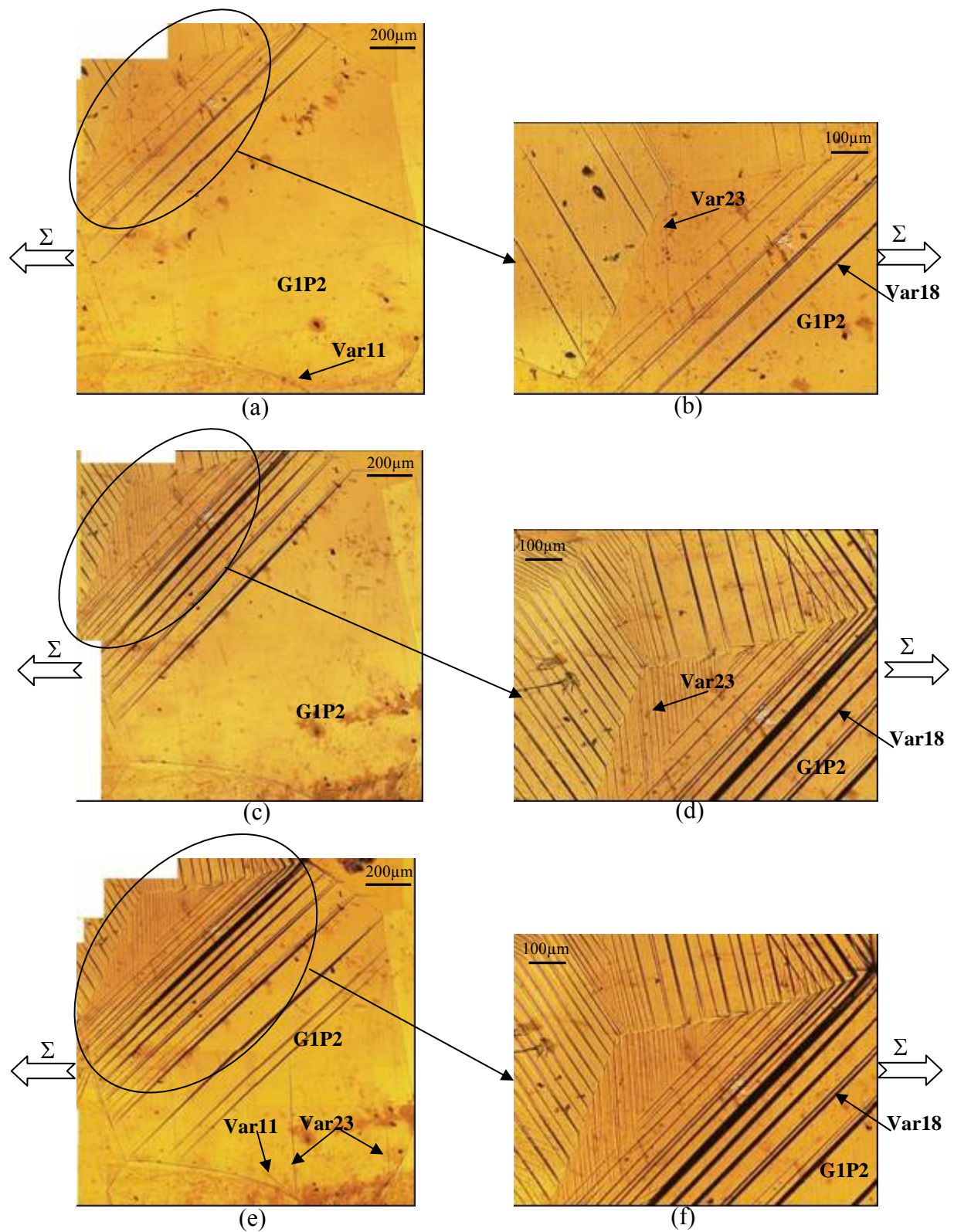
martensite parallèles au sein du grain. Nous avons pu estimer la fraction de martensite formée à la fin du chargement ( $\varepsilon=2,02\%$ ) à environ 15%.

### *III-2.3.3 Eprouvette P3*

Dans cette éprouvette, deux grains ont été étudiés. Ils sont situés dans des endroits différents de l'éprouvette (figure III-22) et ont des orientations différentes : le premier nommé G37P3 est bien orienté par rapport à la direction de traction (facteur de Schmid  $R_{11}=0,48$ ) tandis que le deuxième nommé G16P3 est mal orienté par rapport à cette direction (facteur de Schmid  $R_{11}=0,24$ ). Etant donné l'écart entre l'orientation de ces deux grains, il est évident que leur état mécanique ainsi que leur mode de transformation seront différents. Cette analyse a pour but d'enrichir nos informations sur le comportement individuel des grains et de mieux comprendre la relation orientation-contraintes-microstructure.

Nous nous sommes également intéressés lors des tests réalisés sur cette éprouvette, au mode de transformation de tous les grains. Même si il est impossible de faire une analyse de contrainte sur chaque grain, cette étude permet de caractériser les modes de transformation possibles et les paramètres déterminants, ainsi que de comparer l'ordre d'apparition de la transformation martensitique avec l'ordre de préférence d'orientation déduit de la loi de Schmid.

La figure III-22 montre une cartographie de l'éprouvette P3 où les grains sont numérotés de 1 à 55. Ces grains ont été orientés par EBSD. Le facteur de Schmid de chacune des 24 variantes est calculé (voir paragraphe §III-2-2). L'orientation cristallographique ainsi que le facteur de Schmid calculé pour la variante la mieux orientée par rapport à la direction de traction sont donnés dans les tableaux III-5 et III-6 pour tous les grains.

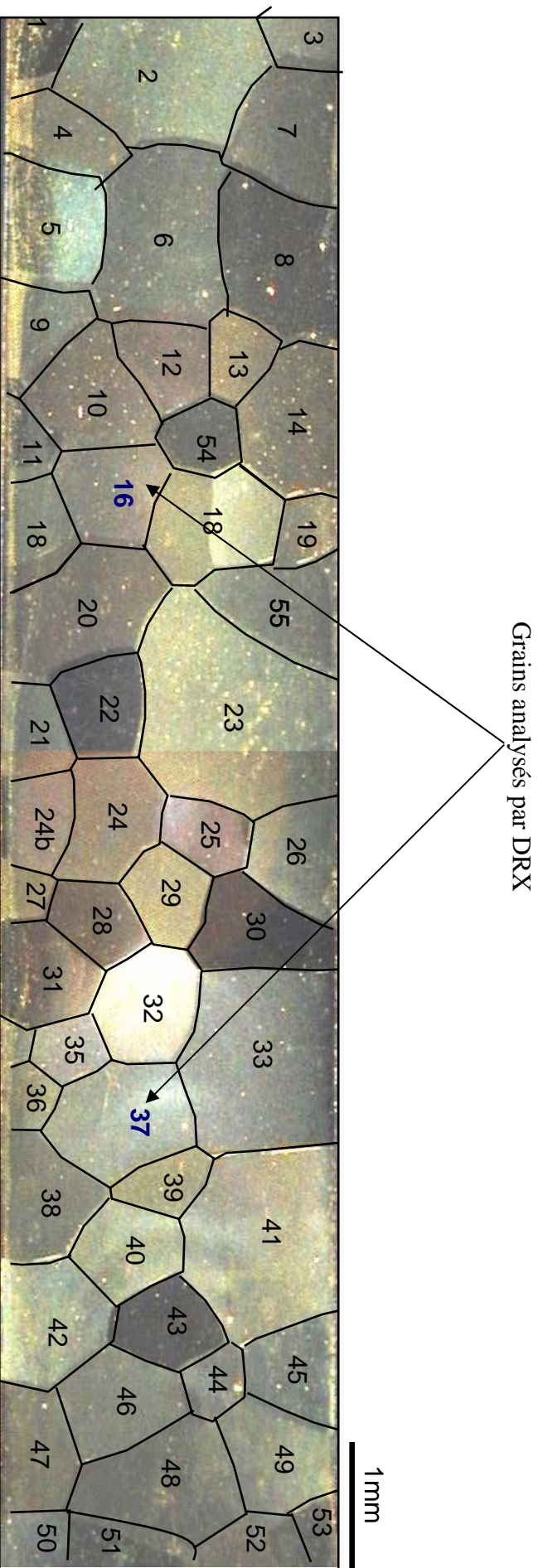


**Figure III-21 : Evolution de transformation dans le grain G1P2 en fonction de la déformation ;**

***a-b) :  $\epsilon=1,6$  une variante prédominante (Var18)***

***c-d) :  $\epsilon=1,9\%$ , apparition de plaquettes de variantes Var18 et Var23***

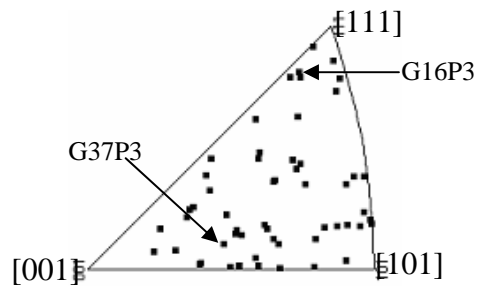
***e-f) :  $\epsilon=2,02\%$ , fin du chargement, une variante prédominante (Var18)***



*Figure III-22 : Cartographie de l'éprouvette P3. L'analyse combinée microstructure-contraintes locales est réalisée sur les deux grains numérotés 16 et 37*

**Tableau III-5 : Orientation des grains de l'éprouvette P3 ; ( $\phi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\phi_2$  les angles d'Euler)**

grain	$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$
G1P3	176,6	8,6	29,8
G2P3	1,1	38,5	16,3
G3P3	291	46,6	69,2
G4P3	67,5	50,8	44,9
G5P3	260	16,8	73,1
G6P3	93,6	44,4	4,8
G7P3	357,6	31,4	42,6
G8P3	264,9	44,9	88,1
G9P3	346,6	38,8	32,2
G10P3	34,9	331	68,4
G11P3	244,8	24,4	26,9
G12P3	40,6	29,7	66
G13P3	177,5	43,3	27,9
G14P3	12,8	38,1	64,5
G15P3	205,2	33	65,5
G16P3	117,3	34,5	11,4
G17P3	62,9	40,4	34,4
G18P3	65,6	45,6	24,5
G19P3	220,8	45,5	65,7
G20P3	69,4	30,6	60,2
G21P3	335,4	33,6	66,4
G22P3	326,2	32,9	1,7
G23P3	9,4	45,6	20,9
G24P3	65,2	52,5	83,8
G24bP3	98,1	33,2	31,1
G25P3	308,7	15,7	8,9
G26P3	251,7	37,7	17,2
G27P3	347,1	24,3	34,7
G28P3	119,9	18,8	1,7
G29P3	234	18,4	4,1
G30P3	85,3	13,1	65,4
G31P3	127	21,3	70,8
G32P3	143,2	22,4	64,3
G33P3	55,1	36,3	4,2
G34P3	46,3	7,3	20,4
G35P3	254,8	26,3	81,7
G36P3	317,7	47,4	35,9
G37P3	238,1	27,4	41,5
G38P3	22,7	27,3	66,8
G39P3	96,9	40,3	28,2
G40P3	312,6	21,4	35,9
G41P3	137,5	27,4	24
G42P3	276,6	28,9	77,2
G43P3	192,4	30,1	0,4
G44P3	178,2	29,5	19,1
G45P3	269,9	36,8	7,7
G46P3	247,5	42,8	21,4
G47P3	221	35,9	20,1
G48P3	41	37,1	54,7
G49P3	359,6	24,1	30,2
G50P3	111,4	45,2	78,7
G51P3	303,2	15	0,4
G52P3	354,3	42,7	73,2
G53P3	217,4	45,9	14,4
G54P3	128,8	44,5	81,7
G55P3	242,8	37,4	51,5



**Figure III-23 : Représentation dans le triangle standard de l'orientation cristallographique des grains de l'éprouvette P3**

**Tableau III-6 : Facteur de Schmid de la variante la mieux orientée par rapport à la direction de traction uniaxiale pour les différents grains de l'éprouvette P3**

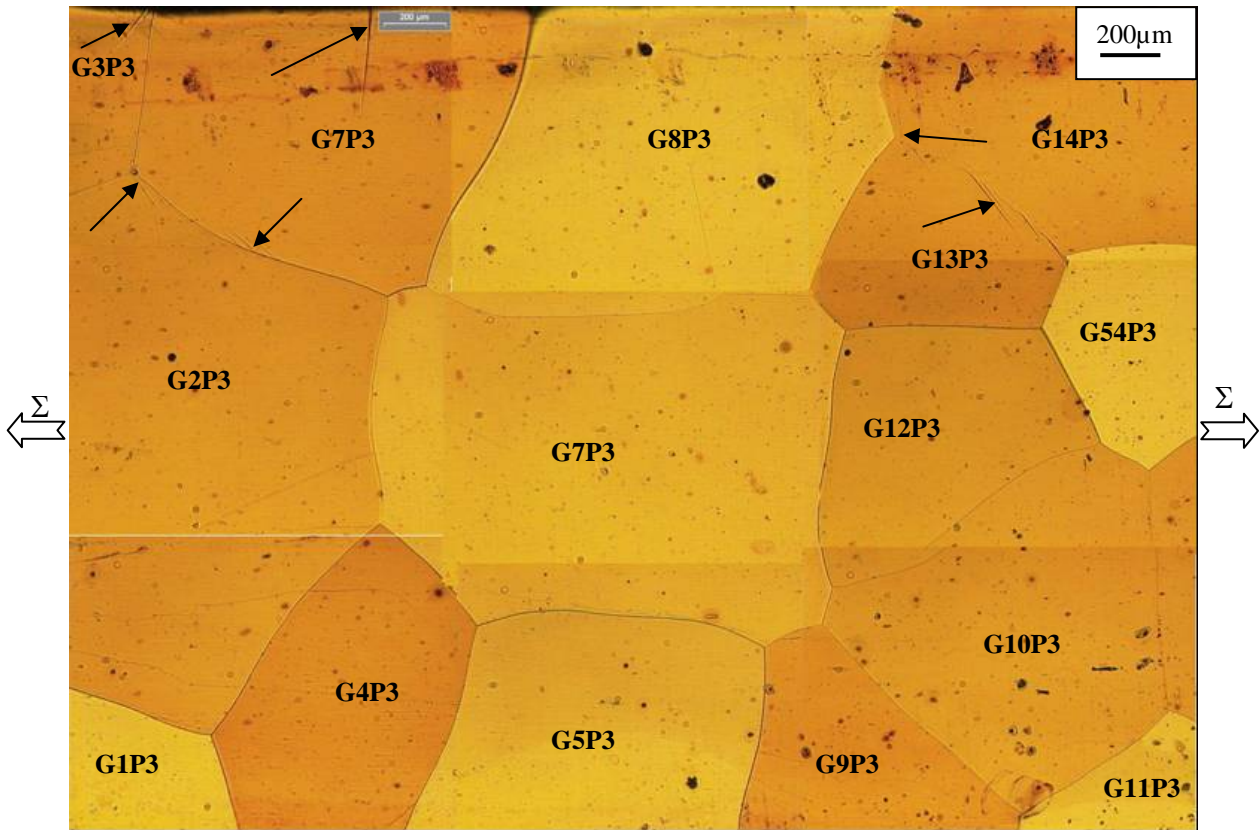
<i>N° grain</i>	<i>R<sub>11</sub></i>	<i>N° grain</i>	<i>R<sub>11</sub></i>	<i>N° grain</i>	<i>R<sub>11</sub></i>	<i>N° grain</i>	<i>R<sub>11</sub></i>
G1P3	0,47	G15P3	0,5	G28P3	0,4	G42P3	0,46
G2P3	0,49	<b>G16P3</b>	<b>0,24</b>	G29P3	0,4	G43P3	0,49
G3P3	0,38	G17P3	0,43	G30P3	0,43	G44P3	0,49
G4P3	0,37	G18P3	0,39	G31P3	0,44	G45P3	0,42
G5P3	0,42	G19P3	0,47	G32P3	0,43	G46P3	0,4
G6P3	0,36	G20P3	0,26	G33P3	0,25	G47P3	0,33
G7P3	0,4	G21P3	0,34	G34P3	0,32	G48P3	0,48
G8P3	0,36	G22P3	0,41	G35P3	0,36	G49P3	0,46
G9P3	0,48	G23P3	0,47	G36P3	0,46	G50P3	0,35
G10P3	0,49	G24P3	0,36	<b>G37P3</b>	<b>0,48</b>	G51P3	0,41
G11P3	0,49	G24bP3	0,23	G38P3	0,5	G52P3	0,49
G12P3	0,47	G25P3	0,37	G39P3	0,23	G53P3	0,25
G13P3	0,47	G26P3	0,43	G40P3	0,49	G54P3	0,18
G14P3	0,49	G27P3	0,48	G41P3	0,46	G55P3	0,4

### **Le premier chargement**

Les observations métallographiques montrent que les joints de grains, les joints triples et le bord de l'éprouvette sont des sites préférentiels d'activation des variantes et de départ de la transformation. La figure III-24 montre l'état des grains G1P3 à G14P3 pour une déformation macroscopique  $\varepsilon=1,33\%$ . Ce point correspond au début de transformation dans l'éprouvette. La contrainte macroscopique appliquée est  $\Sigma=140\text{MPa}$ . Les premières plaquettes de martensite sont apparues en même temps dans :

- le grain G7P3 (qui a un facteur de Schmid de la variante la mieux orientée  $R_{11}=0,40$ ) sur le joint de grain avec G2P3, ainsi que sur le bord de l'éprouvette,
- le grain G2P3 ( $R_{11}=0,49$ ) sur le joint triple avec les grains G3P3 et G7P3,
- le grain G3P3 ( $R_{11}=0,38$ ) sur le bord,
- le grain G13P3 ( $R_{11}=0,47$ ) sur le joint de grain avec G14P3,
- le grain G14P3 ( $R_{11}=0,49$ ) sur le joint triple avec les grains G13P3 et G8P3.





*Figure III-24 : Début de transformation dans l'éprouvette P3 ( $\epsilon=1,33\%$ ,  $\Sigma=140\text{MPa}$ ). La transformation martensitique s'amorce particulièrement sur les joints des grains, les joints triples et le bord de l'éprouvette*

Comme nous l'avons constaté dans les précédents grains analysés (éprouvettes P1 et P2), le début de transformation dans chaque grain est caractérisé par l'apparition de plaquettes de martensite fines, parallèles et distantes de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres. En comparant l'ordre d'apparition de la transformation martensitique avec les valeurs du facteur de Schmid le plus élevé pour chaque grain, on remarque que la relation entre ces deux éléments n'est pas directe. A titre d'exemple les grains G3P3 et G7P3 qui ont un facteur de Schmid de 0,38 et 0,40 respectivement, se transforment avant les grains G10P3 et G11P3 qui ont un facteur de Schmid plus élevé ( $R_{11}=0,49$ ). Cela ne remet, en aucun cas, en cause la loi de Schmid mais peut être expliqué par les hétérogénéités des contraintes intergranulaires au sein de l'éprouvette. Nous reviendrons sur ce point dans les paragraphes suivants.

Cependant, généralement ce sont les grains les mieux orientés qui commencent à se transformer. Les grains qui se sont transformés en premier dans cette éprouvette sont des grains bien orientés et leur facteur de Schmid est supérieur à 0,40 excepté le grain G3P3 qui a

un facteur de Schmid de 0,38. La transformation martensitique dans ce dernier s'est amorcée sur le bord de l'éprouvette près de joint de grains avec le grain G7P3. Les micrographies qui vont être présentées par la suite montreront que la transformation dans ce grain reste figée et la variante apparue ne progresse plus. Le comportement particulier de ce grain (G3P3) indique que la transformation martensitique peut s'amorcer en premier dans un grain moins bien orienté par rapport à d'autres grains de la même éprouvette, due à une concentration de contrainte importante au niveau des joints des grains, engendré par deux facteurs principaux :

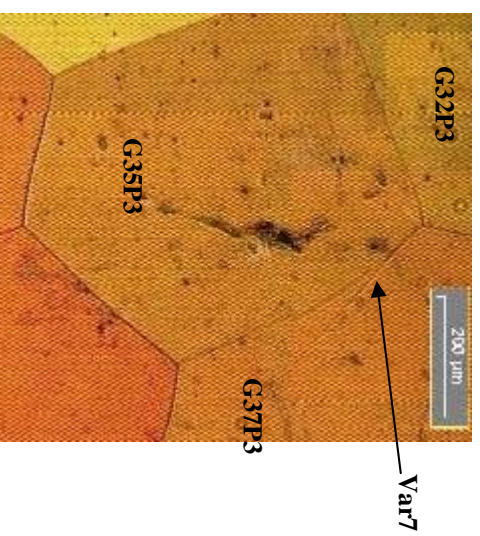
- les incompatibilités de déformation entre les différents grains,
- la déformation de transformation générée par la transformation des grains voisins.

Cette concentration des contraintes semble très localisée au niveau des joints des grains ce qui explique probablement le fait que de telle variante ne progresse plus.

La transformation martensitique dans le grain analysé (G37P3) s'est amorcée pour une déformation  $\varepsilon=1,8\%$  et  $\Sigma=190\text{MPa}$ . Du point de vue microstructural (figure III-25), cette transformation s'opère par l'apparition d'une seule plaquette fine de martensite sur le joint triple avec les grains G35P3 et G32P3. Elle appartient à la variante Var7 ( $R_{11}=0,48$ ) qui est la mieux orientée.



*Figure III-25 : Evolution microstructurale de l'ensemble des grains de l'éprouvette P3 pour le point d'analyse  $\epsilon=1,8\%$  et  $\Sigma=190MPa$ . Ce point correspond au début de transformation dans le grain analysé G37P3, cette dernière s'amorce particulièrement à partir de joint triple avec les grains G35P3 et G32P3*





Au cours du chargement, la transformation martensitique est apparue dans plusieurs grains de l'éprouvette, l'ordre d'apparition en fonction de la de déformation macroscopique est le suivant :

- a)  $\epsilon=1,45\%$  : apparition des premières plaquettes de martensite dans les grains G30P3 ( $R_{11}=0,43$ ), G32P3 ( $R_{11}=0,43$ ) et G33P3 ( $R_{11}=0,25$ ) proche du joint triple formé par ces derniers, ainsi que dans le grain G29P3 ( $R_{11}=0,4$ ) sur le joint de grains avec le grain G30P3 (figure III-26). Le grain G33P3 est un grain mal orienté (facteur de Schmid faible). Néanmoins, il est parmi les premiers grains à se transformer, bien avant plusieurs grains qui ont un facteur de Schmid proche de 0,5. Les observations effectuées jusqu'à la fin du test montrent que la transformation ne se développe guère dans ce grain et la fraction de martensite formée reste très faible.
- b)  $\epsilon=1,55\%$  : transformation du grain G55P3 ( $R_{11}=0,4$ ), qui débute sur le bord de l'éprouvette et s'étend vers l'intérieur du grain (figure III-27).
- c)  $\epsilon=1,6\%$  : apparition des premières plaquettes de deux variantes distinctes dans les grains G40P3 ( $R_{11}=0,49$ ) et G41P3 ( $R_{11}=0,46$ ), sur leur joint de grains commun, ainsi que sur le joint de grain avec le grain Gr43 (figure III-28). En même temps la transformation s'est amorcée dans les grains G49P3 ( $R_{11}=0,46$ ) et G45P3 ( $R_{11}=0,42$ ), sur le bord de l'éprouvette (figure III-29).
- d)  $\epsilon=1,68\%$  : début de transformation dans les grains G12P3 ( $R_{11}=0,47$ ) et G54P3 ( $R_{11}=0,18$ ) (figure III-30). Dans le grain G12P3, des plaquettes de trois variantes différentes sont apparues, nombre de ces variantes s'amorcent sur le joint de grains avec le grain G13P3 près des extrémités des variantes de ce dernier. Cette remarque est valable également pour le grain G54P3.
- e)  $\epsilon=1,73\%$  : début de transformation des grains G43P3 ( $R_{11}=0,49$ ) et G42P3 ( $R_{11}=0,46$ ), (figure III-31).

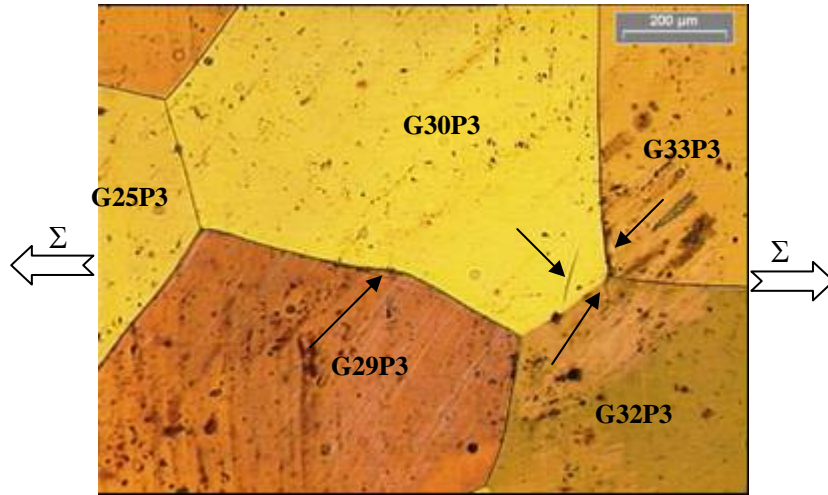


Figure III-26 :  $\varepsilon=1,45\%$ , début de transformation des grains G30P3 et G32P3

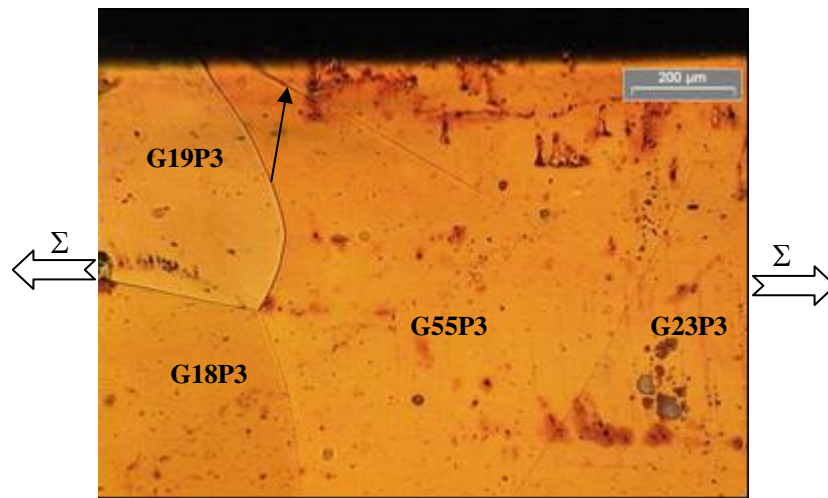


Figure III-27 :  $\varepsilon=1,55\%$ , début de transformation du grain G55P3

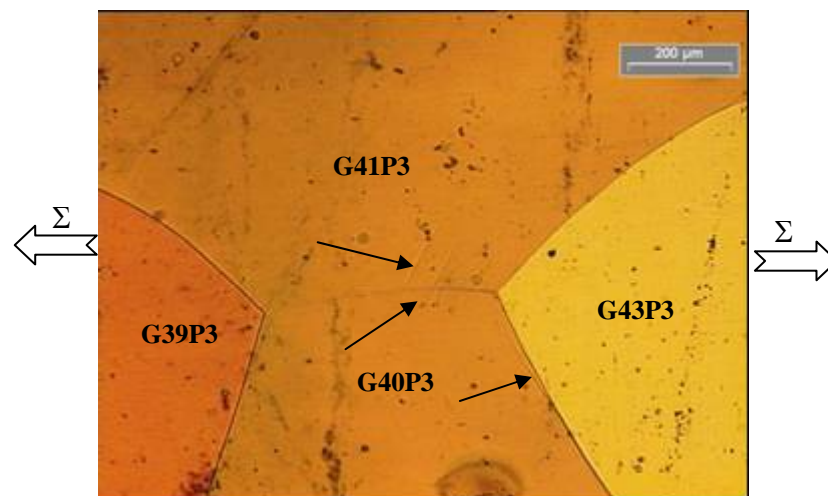


Figure III-28 :  $\varepsilon=1,6\%$ , début de transformation des grains G40P3 et G41P3

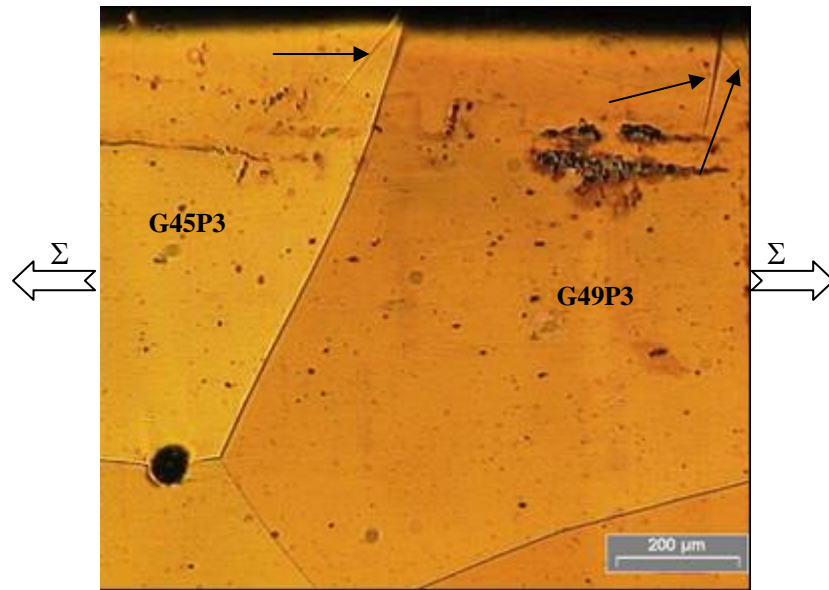


Figure III-29 :  $\varepsilon=1,6\%$ , début de transformation des grains G45P3 et G49P3

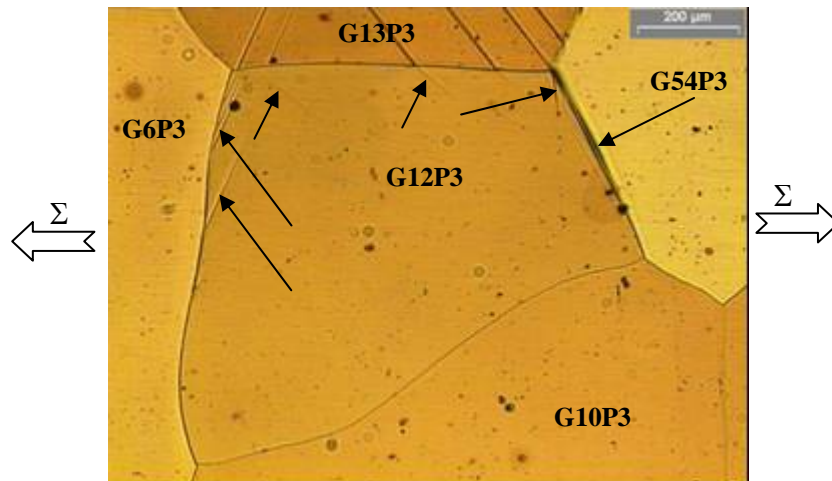


Figure III-30 :  $\varepsilon=1,68\%$ , début de transformation des grains G12P3 et G54P3

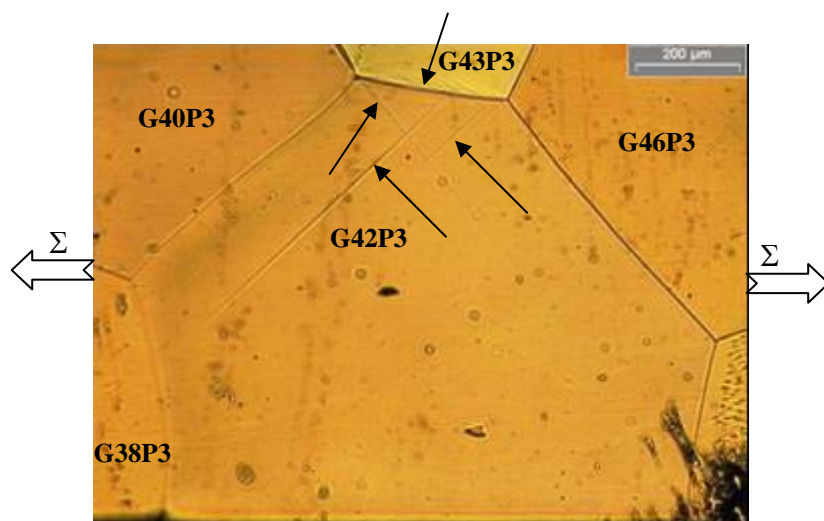


Figure III-31 :  $\varepsilon=1,73\%$ , début de transformation des grains G42P3 et G33P3

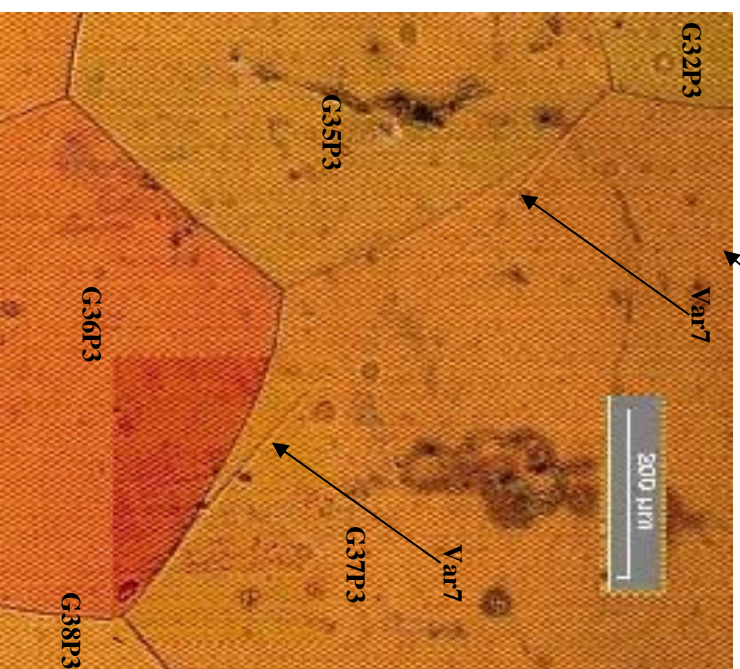
On note qu'à ce stade de déformation, la fraction de martensite formée augmente dans les grains transformés en premier (G2P3, G7P3, G13P3 et G14P3). Le mode de transformation varie d'un grain à l'autre. Dans le grain G7P3, des plaquettes de trois variantes différentes sont apparues, ces dernières ont germé à partir des joints de grains ainsi que sur le bord et se sont propagées vers l'intérieur du grain. Aucune de ces variantes n'est prédominante par rapport à l'autre. Par contre, dans le grain G14P3, la première variante apparue est dominante par rapport à la deuxième. Le grain G13P3 ne contient qu'une seule variante où plusieurs plaquettes parallèles et distantes se sont formées sur les joints des grains et progressent en traversant tout le grain.

La figure III-32 montre l'état microstructural de l'éprouvette P3 pour une déformation macroscopique  $\varepsilon=2,04\%$  ; en ce point, une deuxième plaquette de martensite est apparue dans le grain analysé (G37P3). Cette dernière, qui a germé sur le joint triple avec les grains G38P3 et G36P3, a la même orientation que la première plaquette apparue dans ce grain ( $\varepsilon=1,8\%$ ). A cette étape de déformation, la transformation martensitique commence à se généraliser sur l'ensemble des grains. Des plaquettes de martensite sont apparues dans des grains bien orientés (facteur de Schmid  $>0,4$ ). Nous constatons également une progression de la transformation sur la majorité des grains transformés en premier dans cette éprouvette.





*Figure III-32 : Evolution microstructurale de l'ensemble des grains de l'éprouvette P3 pour le point d'analyse  $\epsilon=2,04\%$  et  $\Sigma=200MPa$ . Ce point correspond à l'apparition de la deuxième plaque de martensite dans le grain analysé G37P3, qui se forme à partir de joint triple avec les grains G38P3 et G36P3*

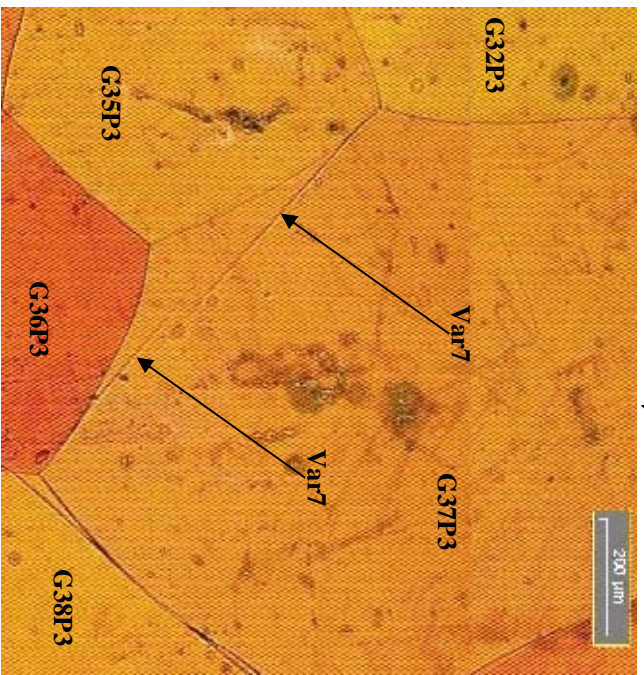


Nous n'avons pas remarqué de transformation dans les grains qui sont mal orientés par rapport à la direction de traction (facteur de Schmid  $\leq 0,3$ ), excepté dans le grain G54P3 ( $R_{11} = 0,18$ ). Ce dernier a un comportement très comparable à celui du grain G33P3, du fait qu'il se transforme bien avant d'autres grains qui sont mieux orientés. Néanmoins, cette transformation ne se développe pas et reste figée au niveau des joints des grains. On note que les premières plaquettes de martensite formées dans ce grain sont apparues sur le joint triple avec G12P3 et G13P3 et que les grains de son premier voisinage sont bien orientés et se transforment bien. Cette transformation semble indiquer une concentration importante des contraintes au niveau du joint de grains, due aux incompatibilités de déformation générées par le grand écart entre l'orientation cristallographique des grains, ainsi qu'aux déformations de transformation engendrées par la transformation martensitique dans les grains voisins. A ce stade de déformation, la fraction de martensite formée dans les grains favorablement orientés, transformés au début du test, est plus importante que dans le reste de l'éprouvette. Néanmoins elle reste très faible dans certains grains qui ont un facteur de Schmid comparable (ex. G1P3  $R_{11}=0,47$  et G44P3  $R_{11}=0,49$ ).

L'évolution microstructurale de l'éprouvette P3 au point d'analyse suivant  $\varepsilon=2,43\%$  (figure III-33) est caractérisée par une faible progression de la transformation dans le grain analysé (G37P3). Aucune nouvelle plaquette de martensite n'est apparue et seules les deux premières plaquettes formées sur les deux joints triples s'étendent vers l'intérieur du grain. On note que les grains voisins du grain analysé sont des grains qui ne se transforment guère à ce stade de déformation. La martensite formée dans chacun est en quantité négligeable voire inexistante. Due à leur orientation défavorable par rapport à la direction de traction (ex. G39P3  $R_{11}=0,23$ , G33P3  $R_{11}=0,25$ ), ils peuvent gêner la déformation ainsi que la transformation du grain analysé G37P3.



Figure III-33 : Evolution microstructurale de l'ensemble des grains de l'éprouvette P3 pour le point d'analyse  $\epsilon=2,43\%$  et  $\Sigma=220MPa$





L'état microstructural de l'éprouvette P3 au dernier point d'analyse in-situ  $\varepsilon=3,07\%$  (figure III-34) révèle l'apparition de deux plaquettes de martensite à l'intérieur du grain ainsi que sur le joint triple avec les grains G38P3 et G39P3. Ces plaquettes ont la même orientation que les deux premières apparues sur les joints triples. À ce stade du chargement la fraction de martensite formée dans plusieurs grains de l'éprouvette a augmenté considérablement. Ces grains ont la particularité d'avoir une orientation très favorable par rapport à la direction de traction ( $R_{11}>0,4$ ). Nous avons remarqué également qu'ils sont adjacents et forment des bandes traversant l'éprouvette :

- bande n°1, formée par les grains : G7P3 ( $R_{11}=0,4$ ), G2P3 ( $R_{11}=0,49$ ) et G1P3 ( $R_{11}=0,47$ ),
- bande n°2, formée par les grains : G14P3 ( $R_{11}=0,49$ ), G13P3 ( $R_{11}=0,47$ ), G12P3 ( $R_{11}=0,47$ ) et G10P3 ( $R_{11}=0,49$ ),
- bande n°3, formée par les grains : G41P3 ( $R_{11}=0,46$ ), G45P3 ( $R_{11}=0,42$ ), G43P3 ( $R_{11}=0,49$ ), G40P3 ( $R_{11}=0,49$ ), G42P3 ( $R_{11}=0,46$ ) et G38P3 ( $R_{11}=0,5$ ).

Cette micrographie (figure III-34) montre que les grains qui ont une orientation défavorable par rapport à la direction de traction ( $R_{11}<0,3$ ) ne se transforment pas, excepté les grains G33P3 et G54P3, mais comme nous l'avons déjà évoqué les variantes de martensite formées dans ces grains restent figées et la fraction totale à la fin du test est négligeable. Une plaquette très fine de martensite est également apparue dans le grain G16P3 ( $R_{11}=0,24$ ), sujet de l'analyse de contraintes au cours du deuxième test de traction. Cette apparition est très localisée au niveau d'un joint triple. Les grains qui ont une orientation moins favorable par rapport à la direction de traction ( $0,3<R_{11}<0,4$ ) ont un comportement intermédiaire : une partie de ces grains ne se transforment plus (ex. G25P3, G21P3 et G47P3) tandis que d'autres se transforment (ex. G8P3 et G6P3) mais la fraction de martensite formée à la fin du test reste faible par rapport à celle dans les grains qui ont une orientation favorable.



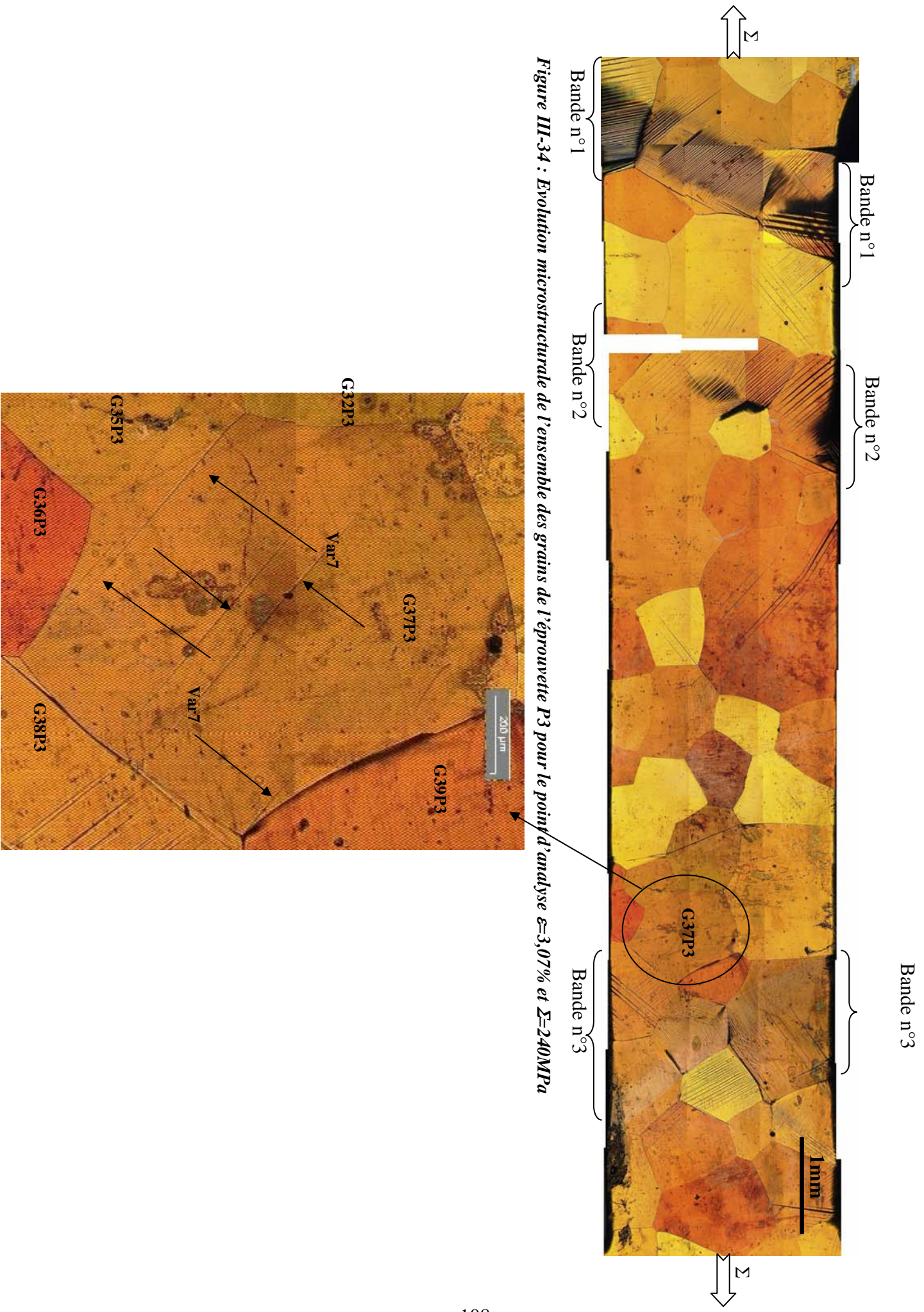
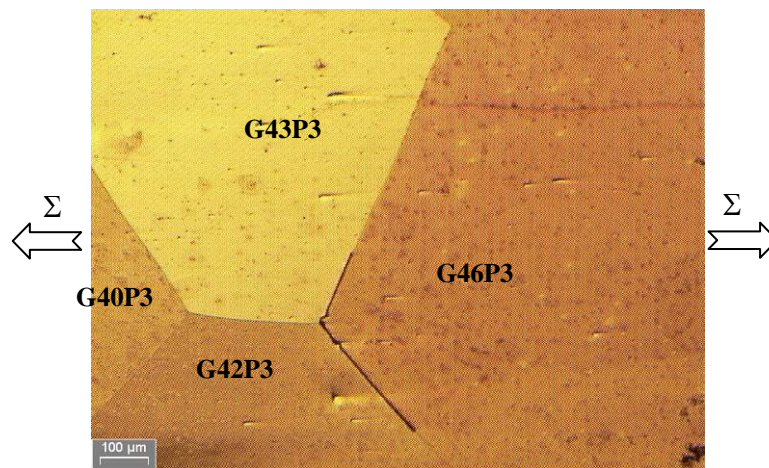


Figure III-34 : Evolution microstructure de l'ensemble des grains de l'éprouvette P3 pour le point d'analyse  $\epsilon=3,07\%$  et  $\Sigma=240MPa$

### ***Le deuxième chargement***

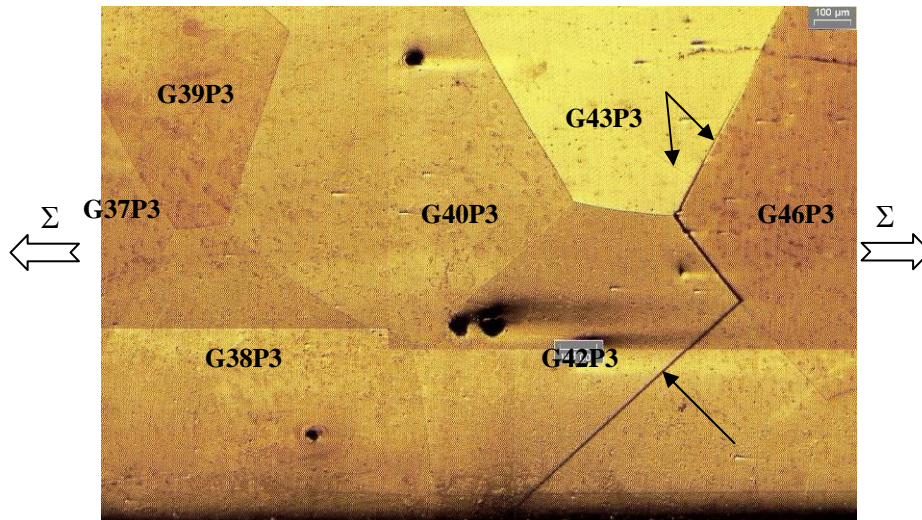
Au cours du deuxième essai de traction uniaxiale sur l'éprouvette P3, nous avons effectué une analyse de contraintes dans un grain qui a une orientation défavorable par rapport à la direction de traction. Ce dernier, nommé G16P3, a un facteur de Schmid très faible ( $R_{11}=0,24$ ). On note qu'un phénomène de décohésion intergranulaire est apparu dans l'éprouvette P3 sur le joint triple (G46P3-G42P3-G43P3) à l'issue de l'essai de traction précédent (figure III-35).



***Figure III-35 : Décohésion intergranulaire apparue à l'issue du premier chargement***

L'existence de cette rupture a sensiblement modifié la réponse de l'éprouvette par rapport au premier test, ainsi que l'état de transformation des grains et en particulier ceux qui sont au voisinage de cette zone de décohésion intergranulaire. Cette dernière a été le point de départ de la transformation martensitique dans cette éprouvette lors du deuxième cycle. Comme le montre la figure III-36, la transformation s'est amorcée dans les grains G42P3 et G43P3 au point de décohésion, pour une déformation globale  $\varepsilon=0,72\%$  et une contrainte macroscopique  $\Sigma=100\text{MPa}$ .





**Figure III-36 : Début de transformation de l'éprouvette P3 ; apparition des premières plaquettes de martensite dans les grains G42P3 et G43P3 ( $\epsilon=0,72\%$ ,  $\Sigma=100\text{MPa}$ )**

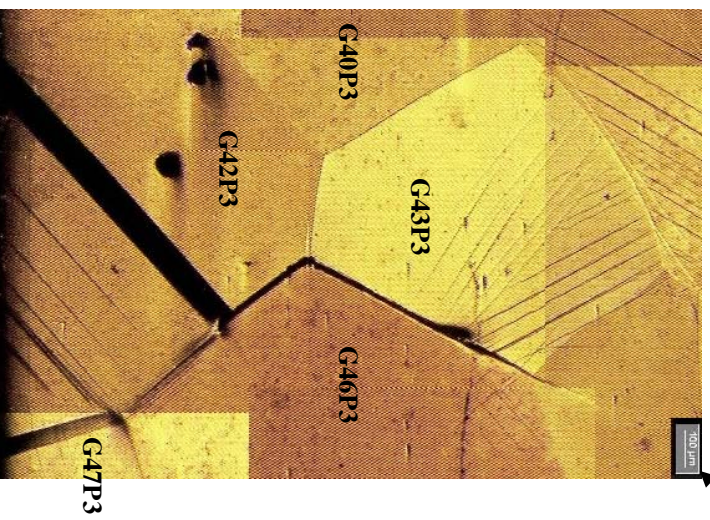
L'évolution de l'état microstructural de l'éprouvette au point d'analyse de contraintes suivant ( $\epsilon=1,03\%$  et  $\Sigma=130\text{MPa}$ , figure III-37) montre un début de transformation dans plusieurs grains de l'éprouvette, des grains qui sont favorablement orientés ( $R_{11}>0,4$ ). Dans l'ensemble, l'ordre d'apparition de la transformation est très comparable au premier test ; néanmoins quelques différences sont constatées et en particulier au voisinage de la zone de décohésion ;

- apparition de la transformation martensitique dans les grains G47P3 ( $R_{11}=0,33$ ) et G48P3 ( $R_{11}=0,48$ ). Au cours du premier test, aucune variante de martensite n'était apparue dans ces deux grains,
- localisation de la transformation dans les grains proches de la zone de rupture. La fraction de martensite formée dans ces grains (bande n°3) et en particulier dans le grain G42P3 est très importante par rapport aux autres grains (bande n°1 et bande n°2), comparé au premier test.

Cette modification du mode de transformation de l'éprouvette est due principalement à une concentration de contraintes autour du joint du grain où s'est produit la décohésion intergranulaire. Cette concentration des contraintes induit une importante transformation des grains adjacents (G42P3 et G43P3). La déformation de transformation générée par la transformation de ces deux grains impose une déformation supplémentaire aux grains voisins (grains de la bande n°3) par rapport au reste de l'éprouvette et modifie sensiblement l'état



Figure III-37 : Evolution microstructurale de l'ensemble des grains de l'éprouvette P3 au cours du deuxième chargement pour le point d'analyse  $\epsilon=1,03\%$ ,  $\Sigma=130MPa$ . Localisation de la transformation au voisinage du joint de grains où la décohésion intergranulaire s'est produite



de contraintes dans cette zone. Cela explique le début de transformation dans cette zone et le taux de transformation élevé de ces grains au cours du deuxième test.

La figure III-38 est une micrographie de l'éprouvette prise au point d'analyse de contrainte correspondant à  $\varepsilon=1,37\%$  et  $\Sigma=145\text{MPa}$ . Ce point coïncide avec l'apparition de la première plaquette de martensite dans le grain G37P3, analysé au cours du premier test. Comme lors du premier test, la première variante de martensite dans ce grain est apparue sur le joint triple avec les grains G35P3 et G32P3. Concernant le grain analysé (G16P3), ce dernier est encore austénitique.

La première plaquette de martensite est apparue dans le grain analysé (G16P3) sur le joint triple avec les grains G10P3-G11P3 pour une déformation  $\varepsilon=1,54\%$  et une contrainte macroscopique  $\Sigma=150\text{MPa}$  (figure III-39). La transformation ne progresse pas au cours du chargement suivant ( $\varepsilon=1,95\%$ , figure III-40). Ce point d'analyse est le dernier de ce test et l'éprouvette a été déchargée pour éviter une rupture totale de cette dernière. La seule variante apparue dans ce grain correspond à la variante Var7 qui est une variante moins bien orientée par rapport à la variante Var1. Néanmoins, c'est une des variantes les mieux orientées par rapport à la direction de traction ( $R_{11}=0,20$ ), dans ce grain (voir tableau III-4).

Comme dans le cas du premier test, la fin du cycle de chargement a été caractérisée par une localisation de la transformation sur trois bandes de grains de l'éprouvette. Les grains biphasés sont les mêmes au cours des deux tests excepté pour les grains G5P3, G47P3 et G48P3 qui étaient 100% austénitiques à l'issue du premier test. Un écart important entre les fractions de martensite formée au cours des deux tests successifs a été observé dans quelques grains (G2P3, G14P3 et G40P3). À la fin du deuxième test, la fraction de martensite dans ces grains est moins importante que celle observée à la fin du premier test. On note que la déformation totale imposée à l'éprouvette lors du deuxième test est inférieure à celle du premier test, ce qui explique en partie cet écart de fraction de martensite formée.





*Figure III-38 : Evolution microstructurale de l'ensemble des grains de l'éprouvette P3 au cours du deuxième chargement pour le point d'analyse  $\epsilon=1,37\%$ ,  $\Sigma=145MPa$ . Début de transformation du grain G37P3, analysé au premier chargement ; comme au premier chargement la première plaquette de martensite est apparue au voisinage de joint triple avec les grains G32P3 et G35P3*

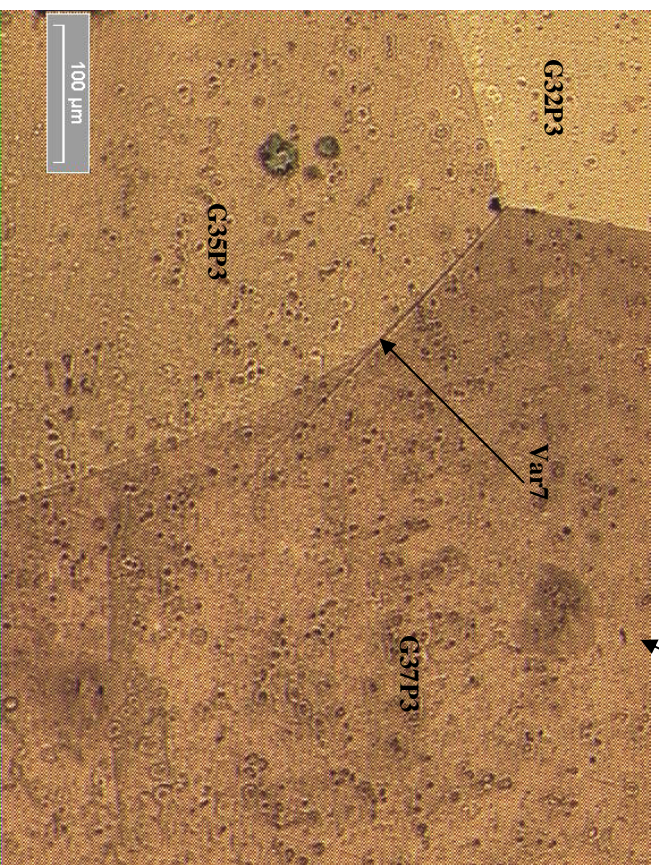






Figure III-39 : Evolution microstructurale de l'ensemble des grains de l'éprouvette P3 au cours du deuxième cycle pour le point d'analyse ( $\epsilon=1,54\%$ ,  $Z=150MPa$ ).  
 Debut de transformation du grain analysé G16P3, la première plaquette de martensite est apparue sur le joint triple avec les grains G10P3 et G11P3

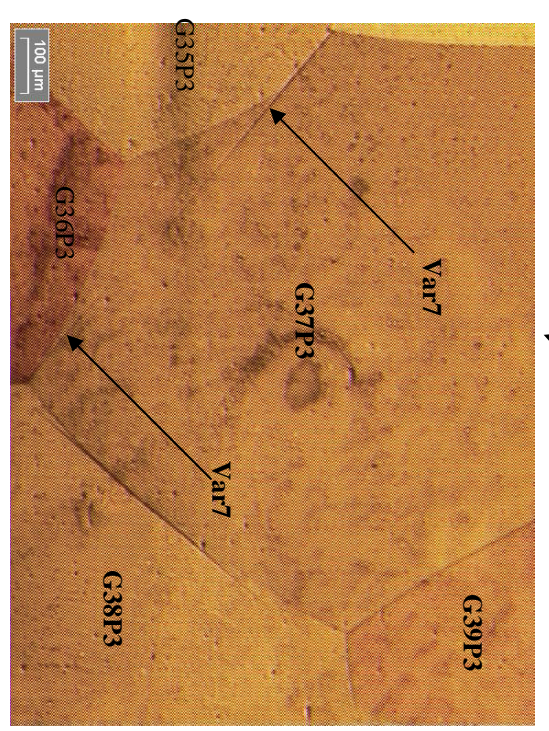
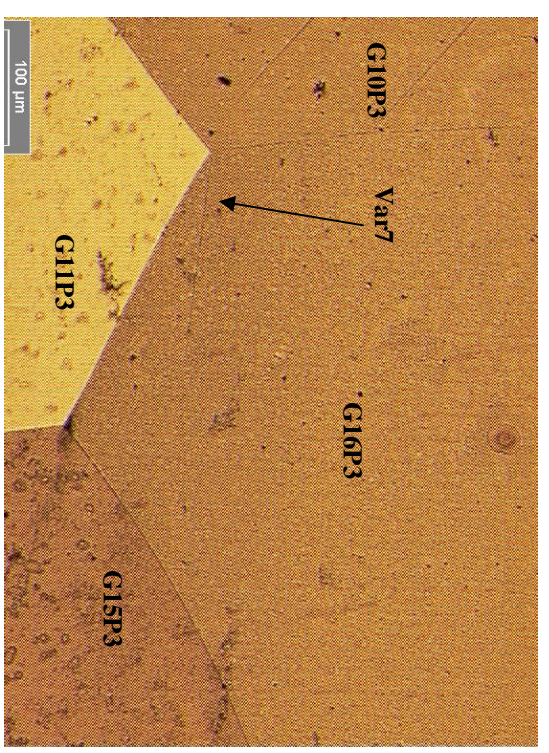
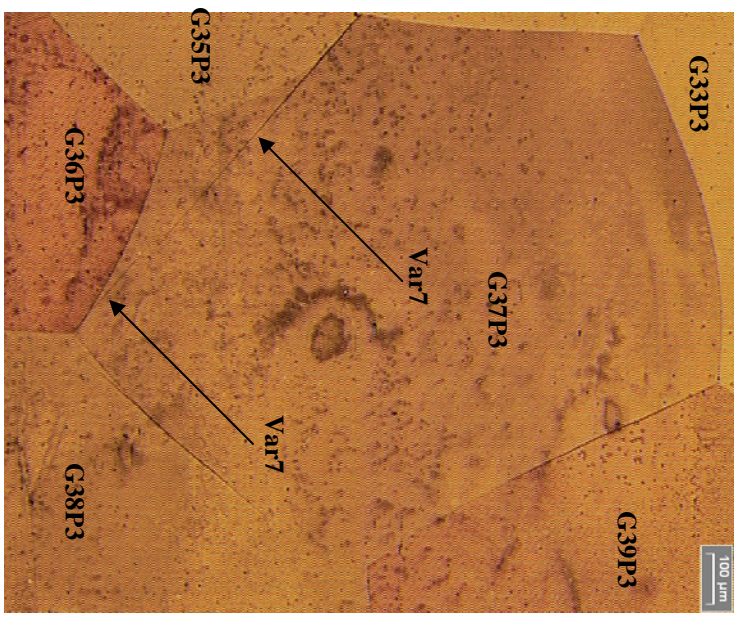
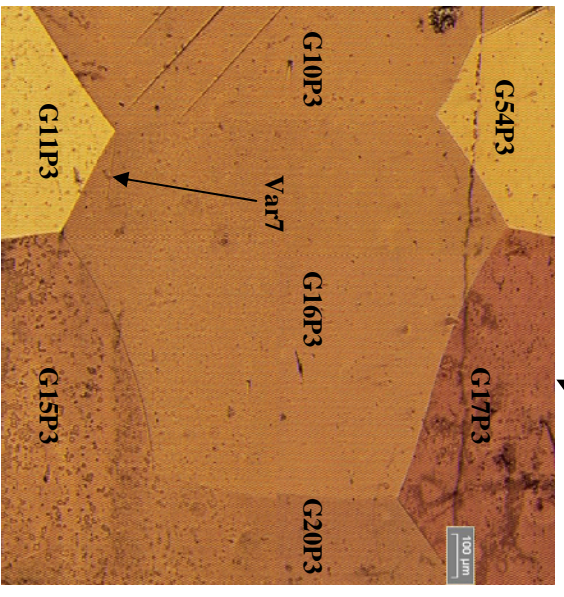






Figure III-40 : Evolution microstructurale de l'ensemble des grains de l'éprouvette P3 au cours du deuxième cycle pour le dernier point d'analyse  $\epsilon=1,95\%$ ,

$\Sigma=155MPa$

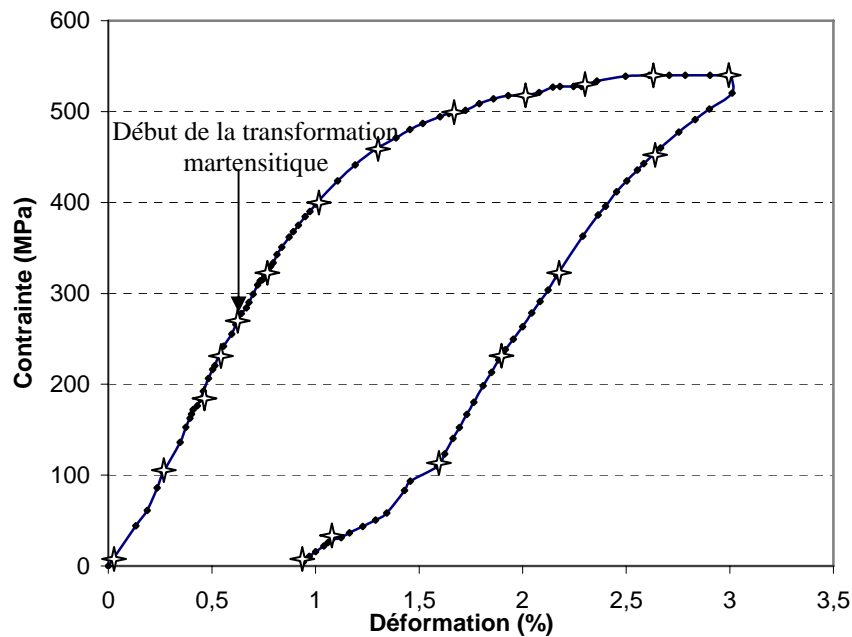




### III-3 Comportement du polycristal à grains fins

#### III-3.1 Comportement macroscopique

Le chargement en traction uniaxiale appliqué au polycristal à grains fins (taille de grains  $\approx 100\mu\text{m}$ ) est reporté sur la figure III-41. Elle représente la contrainte en fonction de la déformation macroscopique de l'éprouvette. Comme dans le cas des autres éprouvettes à gros grains et/ou monocristallines, cet essai est accompagné d'une analyse de contraintes et d'observations métallographiques in-situ.



*Figure III-41 : Courbe de traction de l'éprouvette polycristalline à grains fins*

✦ : Correspond aux différents points d'analyse in-situ des contraintes par DRX

Au début du chargement, le matériau est austénitique et l'évolution contrainte-déformation est parfaitement linéaire. La disparition de la linéarité  $\Sigma$ - $\varepsilon$  et le changement de pente sur la courbe de superélasticité correspondent à la transformation martensitique. Les observations in-situ montrent que la transformation s'est amorcée pour une déformation macroscopique  $\varepsilon=0,64\%$ . La contrainte seuil de transformation correspondante est  $\Sigma=280\text{MPa}$  ; cette valeur est supérieure à celle du même matériau à gros grains. Les facteurs qui peuvent être à l'origine de cet écart sont :

- la différence de température de transformation  $M_s$ ,

- la différence de taille des grains et l'effet Hall-Petch qui en résulte ; les joints de grains constituent un obstacle à la croissance des plaquettes de martensite.

À la fin du chargement on observe une déformation qui subsiste ; elle peut être due aux déformations plastiques qui se produisent localement dans la phase austénitique et à la martensite résiduelle piégée dans la phase mère. Les observations métallographiques nous permettront de valider ces hypothèses.

### III-3.2 Evolution microstructurale

Lors de l'analyse de contraintes dans le polycristal à grains fins, nous avons suivi le protocole décrit auparavant ; à chaque point de mesure par diffraction des rayons X, nous avons associé une observation en microscopie afin de relier les niveaux de contraintes à un état microstructural. Comme nous l'avons exposé au chapitre II, cette éprouvette a subi un traitement thermique à 650°C afin d'éliminer la martensite résiduelle ainsi que les précipités qui peuvent être présents. Ce traitement a été très court, 1 minute, afin d'éviter le grossissement des grains et garder une taille des grains ( $\leq 100\mu\text{m}$ ) adaptée à la méthode d'analyse de contraintes classique ( $\sin^2\psi$ ).

Les premières plaquettes de martensite sont apparues dans cette éprouvette pour une déformation  $\varepsilon=0,64\%$ , la contrainte macroscopique appliquée est  $\Sigma=280\text{MPa}$ . La figure III-42 montre un exemple de début de transformation dans cette éprouvette où on peut observer que la transformation s'amorce préférentiellement à partir des joints des grains et en particulier des joints triples. Cela est en accord avec les résultats obtenus sur les polycristaux à gros grains.

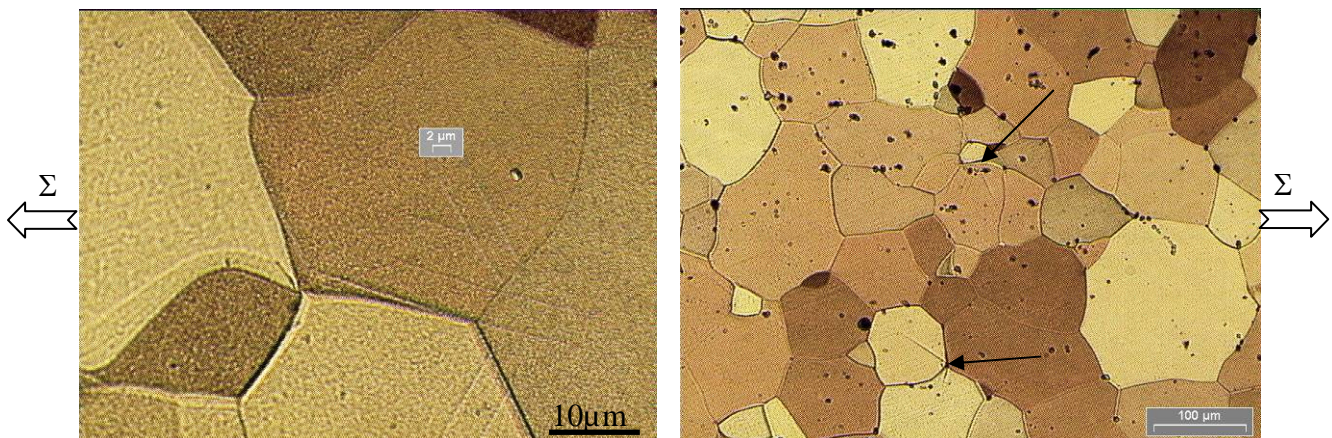
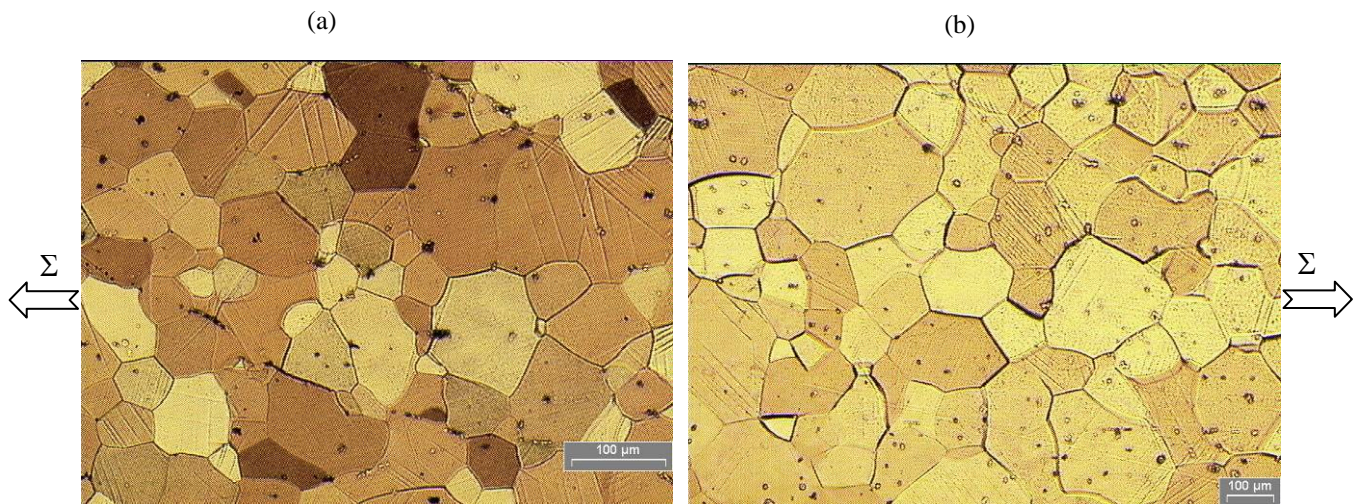


Figure III-42 : Début de transformation dans l'éprouvette à grains fins  $\varepsilon=0,64\%$ ,  $\Sigma=280\text{MPa}$

Les joints des grains et les joints triples semblent des sites préférentiels de formation de ces plaquettes, qui progressent ensuite vers l'intérieur du grain. Ces micrographies montrent aussi l'aspect très fin de la structure de plaquettes de martensite. L'épaisseur de ces dernières peut être inférieure au micron et la distance entre deux plaquettes de la même variante est de l'ordre du micromètre. Un exemple de l'état microstructural de l'éprouvette pour deux déformations différentes  $\varepsilon=1,64\%$ ,  $\varepsilon=2,35\%$  est montré sur la figure III-43.



**Figure III-43 : Evolution de l'état microstructural de l'éprouvette à grains fins ;  
a)  $\varepsilon=1,64\%$  et b)  $\varepsilon=2,35\%$**

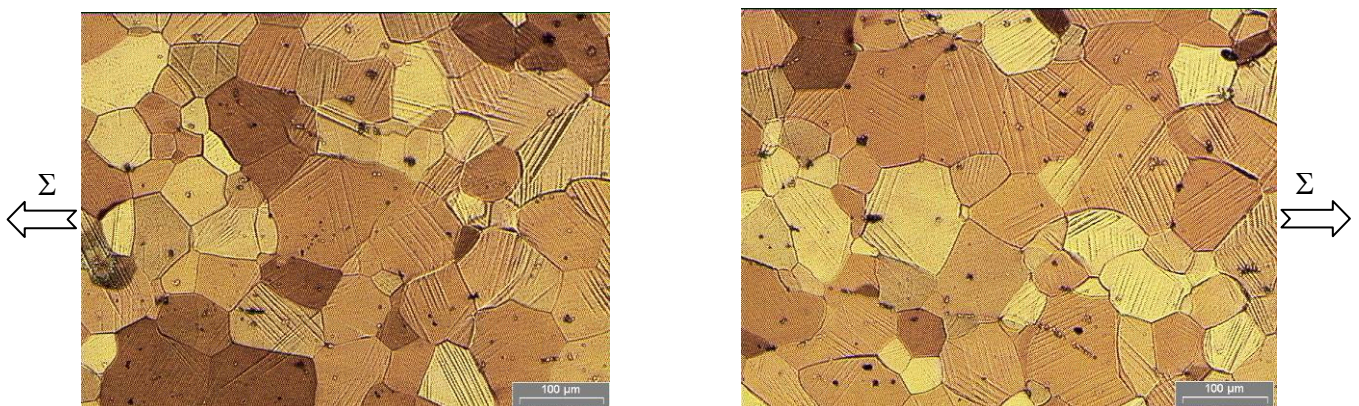
On observe une progression de la transformation martensitique caractérisée par l'apparition des plaquettes de martensite dans un nombre plus important de grains. Cette transformation n'est pas uniforme dans tous les grains et le nombre de plaquettes apparues est différent d'un grain à l'autre. Néanmoins, la transformation est moins localisée que dans le cas des éprouvettes à gros grains. Il est important de noter que les très petits grains (taille  $\leq 30\mu\text{m}$ ) de cette éprouvette se transforment moins bien (ou pas du tout) par rapport aux autres grains.

L'état microstructural de cette éprouvette au dernier point de chargement  $\varepsilon=3\%$  (figure III-44) montre que la transformation est moins hétérogène que dans le cas des éprouvettes à gros grains. En aucun cas nous n'avons observé la formation localisée de bandes de martensite, comme dans le cas du grain G3P1 par exemple. Une à trois variantes apparaissent dans les grains transformés. Nous n'avons pas observé de grains qui contiennent plus de trois variantes. Le mode de transformation est quasi-identique pour tous les grains de l'éprouvette mais très différent par rapport aux gros grains. Il peut être résumé comme suit :



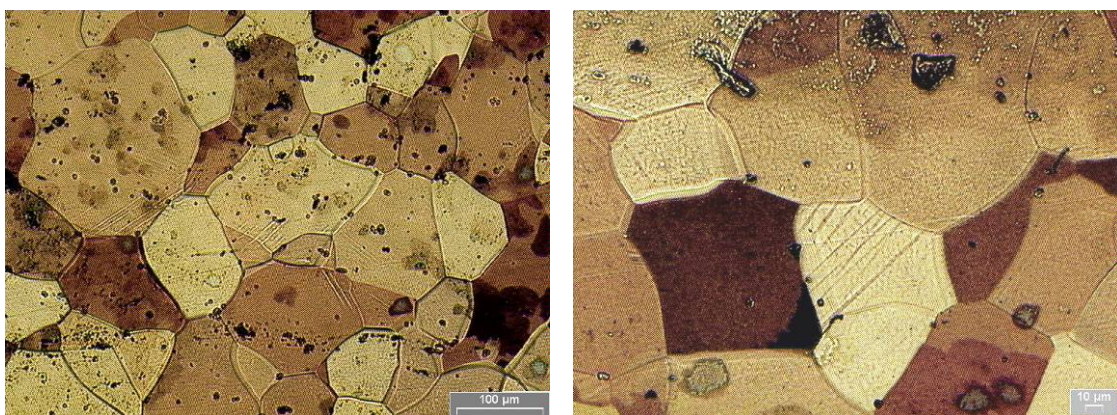
- apparition de plaquettes fines et parallèles de martensite au voisinage des joints de grains,
- progression par formation de nouvelles plaquettes au voisinage des joints de grains et croissance vers l'intérieur du grain,
- le nombre de variantes dans chaque grain n'excède pas trois et souvent seules deux variantes coexistent dans un grain.

Même à un stade avancé de déformation certains grains restent 100% austénitiques et ne se transforment pas. Une décohésion intergranulaire semble apparaître au niveau des joints de grains. Néanmoins, elle est moins prononcée que dans le cas des éprouvettes à gros grains.



**Figure III-44 : Etat microstructural de l'éprouvette en fin du chargement ( $\epsilon=3\%$ )**

Dans le cas des polycristaux, la réversibilité de la transformation martensitique n'est pas totale, contrairement au monocristal. La figure III-45 montre la présence de martensite résiduelle après décharge de l'éprouvette, ce qui explique la forte déformation rémanente de l'éprouvette ( $\epsilon=0,94\%$ ,  $\Sigma=0\text{MPa}$ ).



**Figure III-45 : Etat microstructural de l'éprouvette après suppression de la contrainte appliquée ; présence de martensite résiduelle**

### III-4 Conclusion

Le but de ces observations métallographiques était de caractériser la microstructure des monocristaux et des polycristaux de l'AMF Cu-Al-Be, pour pouvoir associer comportement mécanique et évolution microstructurale. Les observations au microscope optique ont montré pour la traction uniaxiale :

#### *Dans le monocristal*

- la transformation martensitique est monovariante et elle se propage par une progression d'une zone martensitique balayant la zone élastique de la phase mère. Une zone biphasée très restreinte sépare les deux domaines monophasés.

#### *Dans les polycristaux à gros grains :*

- le bord de l'éprouvette, les joints des grains et les joints triples sont les sites préférentiels de formation de la martensite, cette observation est valable également pour les éprouvettes à grains fins,
- selon leur orientation par rapport à la direction de traction et leur aptitude à la transformation, les grains peuvent être classés en trois catégories ;
  - 1) des grains bien orientés ; ce sont les grains qui ont un facteur de Schmid supérieur à 0,4
  - 2) des grains mal orientés ; ce sont les grains qui ont un facteur de Schmid inférieur à 0,3
  - 3) des grains intermédiaires (ou moins bien orientés) ; ce sont les grains qui ont un facteur de Schmid compris entre 0,3 et 0,4.
- les grains qui se transforment en premier sont généralement mais pas exclusivement, ceux les mieux orientés ( $R_{11} > 0,40$ ). A la fin du chargement la fraction de martensite dans ces derniers est nettement supérieure à celle des autres grains,
- les grains moins bien orientés peuvent se transformer au début du chargement mais la transformation reste localisée au voisinage des joints de grains,
- la transformation n'apparaît pas en général dans les grains mal orientés ( $R_{11} < 0,3$ ) et dans le cas où elle se produit, les variantes apparues restent figées au niveau des joints de grains et la fraction de martensite formée reste négligeable,
- la morphologie du grain et sa position dans l'éprouvette sont des facteurs déterminant de son mode de transformation. Pour un niveau de chargement donné, la fraction de

martensite est plus importante et le mode de transformation est d'autant plus proche de celui observé dans les monocristaux que les grains ont une forme allongée et qu'ils sont situés sur le bord de l'éprouvette,

- trois modes différents de transformation ont été recensés :
  - 1) mode monocristallin : transformation continue avec une zone martensitique monocristalline (une seule variante),
  - 2) mode monovariant : transformation discontinue avec plusieurs zones alternées austénite-martensite (une seule variante prédominante)
  - 3) mode polyvariantes homogène : transformation par apparition de plusieurs variantes dans l'ensemble du grain sans prédominance.
- l'évolution de la transformation dans un grain dépend fortement de l'état microstructural de ses premiers voisins. La déformation de transformation générée par l'extrémité d'une variante au niveau d'un joint de grains peut induire la transformation du grain adjacent,
- le nombre de variantes par grain est de deux à trois, souvent une de ces variantes est prédominante par rapport aux autres,
- les défauts de structure (décohésion intergranulaire) peuvent modifier le mode de transformation dans les grains et l'ordre d'apparition de la transformation martensitique,
- la transformation martensitique ne concerne qu'un nombre limité des grains.

***Dans le polycristal à grains fins :***

Un seul mode de transformation a pu être observé dans les grains fins de l'alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be :

- la transformation martensitique est moins localisée que dans le cas des gros grains,
- le nombre de variantes dans chaque grain ne dépasse jamais trois variantes et la prédominance d'une par rapport aux autres est moins marquée que dans le cas des gros grains,
- la transformation martensitique est moins présente dans les très petits grains ( $\leq 30\mu\text{m}$ ) par rapport aux autres grains

## Bibliographie

- [1] D. Entemeyer, “Etude micromécanique du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme”, Thèse université de Metz (1996).
- [2] H. Horikawa, S. Ichinose, K. Morii, S. Myasaki, K. Otsuka, “Orientation dependence of  $\beta/\beta'$  stress-induced martensitic transformation in a Cu-Al-Ni alloy”, Metallurgical Transactions. A, Vol. 19 (1986) pp. 915-923.
- [3] M. Tokuda, M. Ye, M. Takakura, P. Sittner, “Thermomechanical behavior of shape memory alloy under complex loading conditions”, International Journal of Plasticity, Vol. 15 (1999) pp. 223-239.
- [4] E. Patoor, M. El Amrani, A. Eberhardt, M. Berveiller, “Determination of the origin for the dissymmetry observed between tensile and compression tests on shape memory alloys”, Journal de physique, Vol. 5 (1995) pp. 495-500.
- [5] M. Berveiller, A. Zaoui, « Modélisation de la déformation plastique des polycristaux », Techniques de l'ingénieur, M48. Traité Matériaux métalliques (1995) pp. 1-11.
- [6] F. Moreau, “Etude par diffraction des rayons X des effets du cyclage pseudoélastique de l'alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be », Thèse université de Metz (1998).
- [7] S. Kajiwara, “Theoretical analysis of the crystallography of the martensitic transformation of BCC to 9R close-packed structure”, Transaction of the Japan Institute of Metals, Vol. 17 (1976) pp. 435-446.
- [8] N. Siredey, A. Eberhardt, « Fatigue behavior of Cu-Al-Be shape memory single crystals », Materials Science and Engineering A, Vol. 290 (2000) pp. 171-179.
- [9] P. Sittner, P. Lukás, D. Neov, M.R. Daymond, V. Novák, G.M. Swallowe, “Stress-induced martensitic transformation in Cu–Al–Zn–Mn polycrystals investigated by two in-situ neutron diffraction techniques”, Materials Science and Engineering A, Vol. 324 (2002) pp. 225-234.
- [10] P. Sittner, K. Hashimoto, M. Kato, M. Tokuda, “Stress induced martensitic transformations in tension/torsion of CuAlNi single crystal tube”, Scripta Materialia, Vol. 48 (2003) pp. 1153-1159.
- [11] Y.B. Xu, R.J. Wang, Z.G. Wang, “In-situ investigation of stress-induced martensitic transformation in the Ti-Ni shape memory alloy during deformation”, Materials Letters, Vol. 24 (1995) pp. 355-358.
- [12] J.R. Patel, M. Cohen, “Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation”, Acta Metallurgica, Vol. 1 (1953) pp. 531-538.

## Chapitre IV. Analyse multi-échelles de contraintes (*in-situ*)

### Introduction

En se basant sur la méthodologie détaillée dans le chapitre II, nous avons pu mettre au point la démarche expérimentale d'analyse monocristalline *in-situ* des contraintes par diffraction des rayons X. Cette technique permet d'étudier le comportement mécanique de la phase austénitique dans les monocristaux et les grains individuels des polycristaux lors de la transformation martensitique au cours d'un chargement superélastique en traction uniaxiale.

Dans cette partie, les analyses effectives sur différentes éprouvettes monocristallines et/ou polycristallines seront détaillées. Ces essais réalisés sur un alliage superélastique Cu-Al-Be ont permis une détermination locale des différents stades de déformation : domaine élastique, début de la transformation martensitique et domaine biphasé. Nous nous sommes également intéressés à l'influence des paramètres expérimentaux (nombre de pics exploités, temps de comptage, etc....) sur les résultats de l'analyse de contraintes ainsi qu'à l'influence de la transformation martensitique sur la rotation du réseau cristallin dans le monocristal et dans les grains des polycristaux.

Ces analyses de contraintes sont corrélées aux observations microstructurales de l'évolution de la transformation martensitique, présentées au chapitre III. Le but de cette étude est de contribuer à la compréhension des relations contraintes-microstructure dans les alliages à mémoire de forme.

Nous rappelons brièvement les résultats de simulation obtenus sur des films minces en AMF [1, 2, 3], une comparaison entre nos résultats expérimentaux et le modèle est alors proposée.



## IV-1 Analyse de contraintes dans le monocristal

Des analyses de contraintes sont réalisées sur deux éprouvettes monocristallines notées M1 et M2, au cours d'essais de traction in-situ à température ambiante. Dans les deux cas, la zone analysée par diffraction est initialement 100% austénitique. Les résultats de l'analyse seront donc présentés avec l'hypothèse ( $\sigma_{33}=0$ ) puisque la zone analysée est monophasée.

Les deux monocristaux analysés au cours de cette étude ont une orientation proche de [001] (§ III-1-2) qui correspond à la direction facile de transformation. On s'attend donc à ce que ces éprouvettes se transforment pour une contrainte seuil relativement faible et leur déformation de transformation doit être importante (~10%) [3, 4].

### IV-1.1 Monocristal M1

L'évolution des composantes du tenseur de contraintes caractérisant l'état mécanique de la phase austénitique du monocristal M1 est reportée sur la figure IV-1. On note que la zone analysée, au centre de l'éprouvette, reste totalement austénitique pendant toute la durée de l'essai. Comme la figure IV-1 le montre, nous avons effectué sept mesures successives : trois avant la transformation de l'éprouvette, une lors de l'apparition des premières plaquettes de martensite et les trois dernières au cours de la transformation de l'éprouvette.

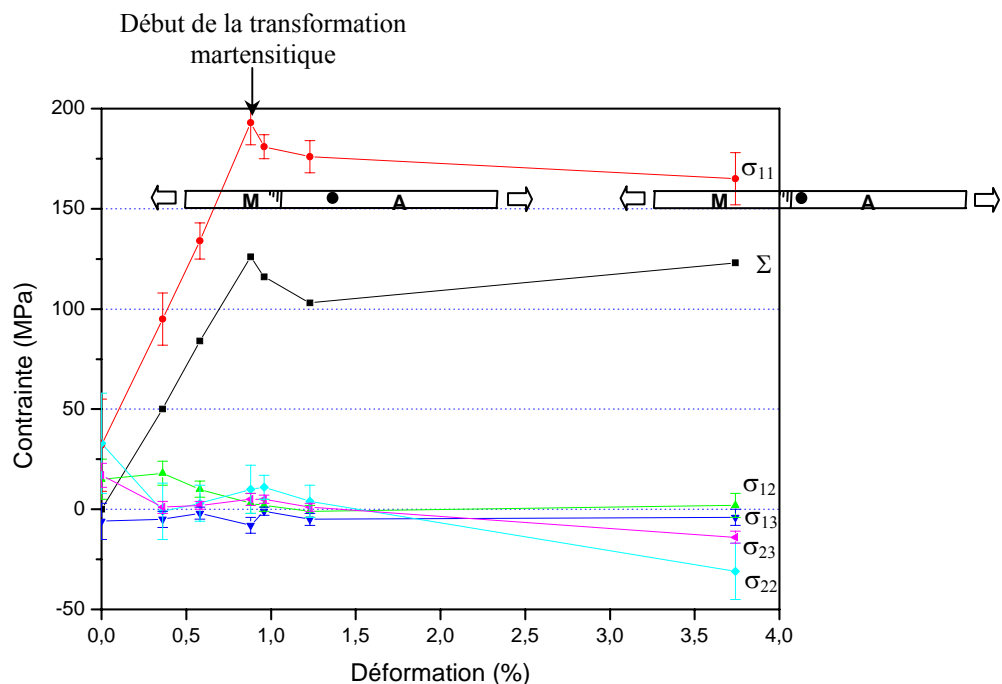
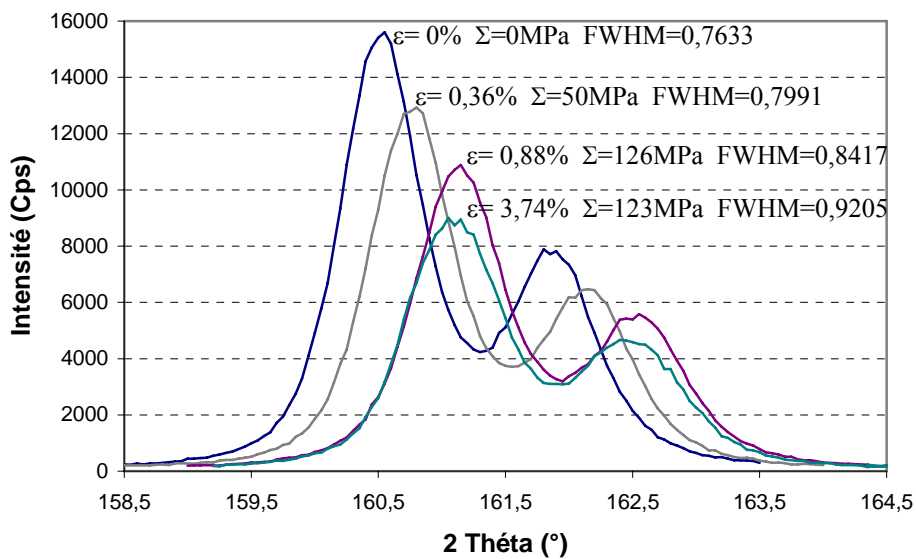


Figure IV-1 : Evolution des composantes du tenseur de contraintes dans le monocristal M1 lors de l'essai de traction in-situ

L'évolution des contraintes montre un état de traction uniaxiale quasi parfait dans cette éprouvette. Seule la contrainte  $\sigma_{11}$  évolue au cours de ce test. Les autres composantes restent proches de zéro. La transition entre le domaine élastique et la transformation est nette. Dans le domaine élastique l'évolution de  $\sigma_{11}$  suit la contrainte macroscopique, l'écart entre les deux est dû à la présence de contraintes résiduelles  $\sigma^{\text{res}}$  (à l'état initial). Cet écart reste quasi-constant dans le domaine élastique ( $\sigma_{11}=\Sigma+\sigma^{\text{res}}$ ). Le début de la transformation martensitique s'accompagne d'une relaxation de la composante  $\sigma_{11}$  de l'austénite. Cette dernière évolue ensuite très peu quand la contrainte macroscopique augmente à nouveau. La contrainte résiduelle dans la direction de traction ( $\sigma^{\text{res}}$ ) observée au début de l'analyse, peut être due à une déformation résiduelle générée par des tests antérieurs. En fait, cette éprouvette a été sollicitée plusieurs fois dans le cadre d'une autre étude. Même si elle a subi des traitements d'homogénéisation (T, t), nous pensons que ces derniers n'ont pas éliminé totalement les déformations résiduelles générées, ce qui explique la présence de contraintes résiduelles.

Les résultats de cette analyse de contraintes sont obtenus à partir des positions expérimentales des pics  $\{531\}$  du monocristal M1. La déformation du matériau se manifeste par un décalage de ces pics de diffraction en  $2\theta$  et par un changement de leur position ( $\varphi, \psi$ ). La figure IV-2 reporte l'évolution du pic de diffraction du plan cristallin (351) de l'austénite au cours du chargement.



**Figure IV-2 : Evolution des pics de diffraction du plan (351) du monocristal M1 lors d'essai de traction in-situ**

Ce résultat montre qu'au fur et à mesure de la déformation (et de la transformation) du matériau :

- l'intensité des pics de diffraction diminue,
- la position des pics de diffraction se décale en  $2\theta$ ,
- la largeur à mi-hauteur (Full Width at Half Maximum FWHM) des pics de diffraction augmente.

L'augmentation de la largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics de diffraction est en général liée à l'augmentation de la densité des défauts de structure dans l'austénite [5, 6]. Ce n'est pas le cas ici, l'origine de cet élargissement sera discuté au chapitre V (§V-5).

#### IV-1.2 Monocristal M2

L'évolution des composantes du tenseur de contraintes caractérisant le comportement mécanique de la phase austénitique du monocristal M2 est reportée sur la figure IV-3.

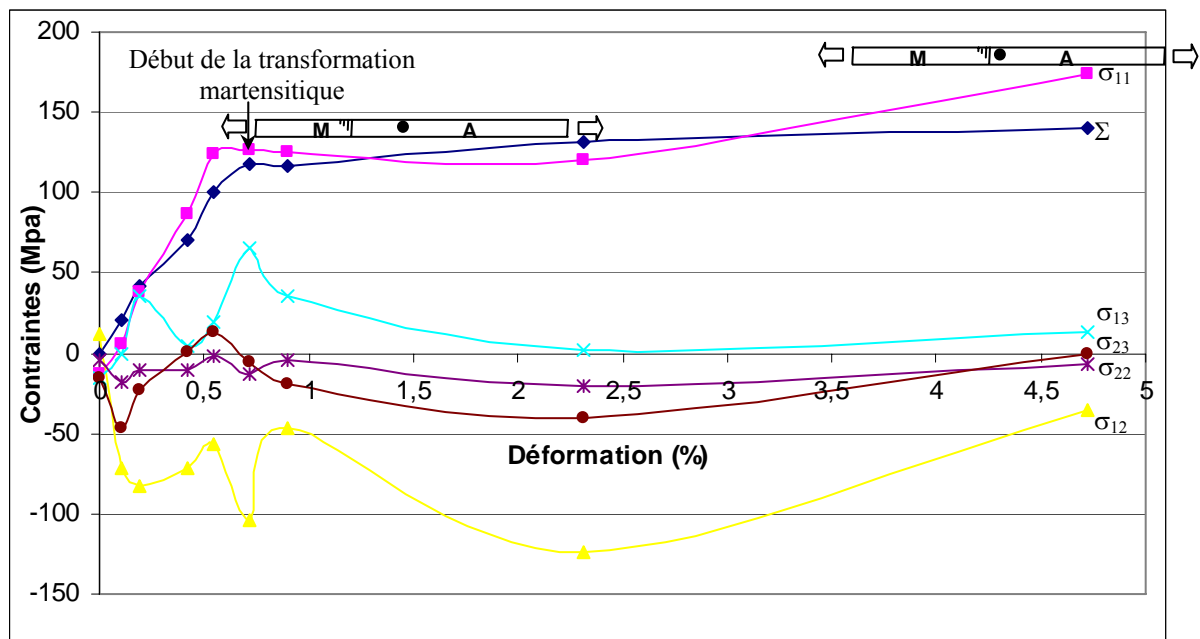


Figure IV-3 : Evolution des composantes du tenseur de contraintes dans le monocristal M2 lors d'essai de traction in-situ.

On distingue parfaitement deux domaines : celui de la déformation élastique de l'austénite ( $\varepsilon=0\%$  à  $\varepsilon=0,7\%$ ) et celui de la transformation martensitique ( $\varepsilon\geq 0,7\%$ ). Dans le premier domaine, la contrainte de l'austénite dans la direction de traction  $\sigma_{11}$  évolue linéairement, puis elle devient relativement constante quand la déformation dépasse  $\varepsilon=0,7\%$ .

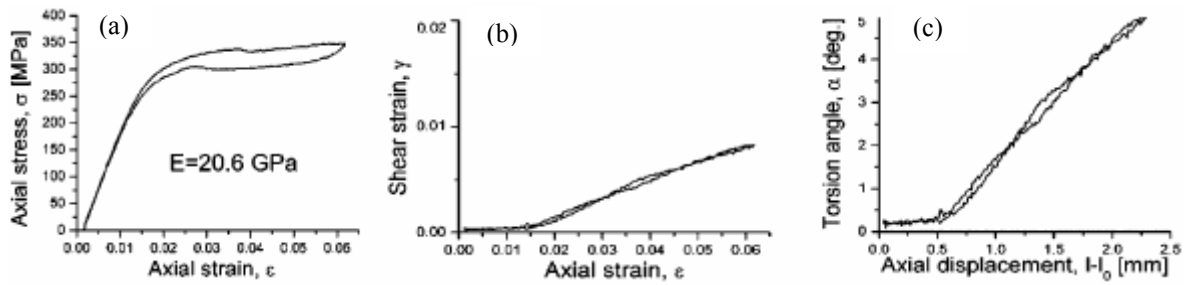
Les observations microscopiques in-situ, présentées dans le chapitre III, montrent que ce point d'analyse correspond à l'apparition de la première variante de martensite sur une extrémité de l'éprouvette de traction M2 et que la transformation se produit par progression continue de cette variante le long de l'éprouvette.

On note également que la contrainte dans la direction de traction  $\sigma_{11}$  suit l'évolution de la contrainte macroscopique  $\Sigma$ . La valeur de la contrainte macroscopique  $\Sigma$  et celle de  $\sigma_{11}$  restent quasiment identiques jusqu'à une déformation totale  $\varepsilon=2,3$  %. Au cours de cette analyse, la zone étudiée reste austénitique. On constate que lorsque la zone transformée s'approche de la zone analysée par diffraction ( $\varepsilon=4,7$  %), la valeur de la contrainte interne  $\sigma_{11}$  augmente légèrement.

Les composantes  $\sigma_{12}$ ,  $\sigma_{13}$ ,  $\sigma_{22}$  et  $\sigma_{23}$  sont relativement stables et leurs valeurs évoluent peu au cours du chargement excepté la tendance à croître de la composante  $\sigma_{12}$  au cours de la transformation martensitique ( $\varepsilon=2,3$  %). L'apparition de cette composante de cisaillement peut être due à :

- une désorientation entre l'axe de l'éprouvette et la direction de traction de la machine, due à un mauvais placement de l'éprouvette dans les mors de la machine de traction,
- une rotation du réseau cristallin due à la transformation martensitique : le mécanisme de transformation par cisaillement est incompatible avec la contrainte imposée qui maintient l'éprouvette alignée sans aucun degré de liberté dans les deux autres directions. Quand la contrainte seuil de transformation est atteinte, une variante de martensite est activée et des plaquettes fines et parallèles apparaissent puis s'étendent sur l'ensemble de l'éprouvette au fur et à mesure du chargement. L'effet du cisaillement lors de la transformation martensitique est amplifié par le fait qu'une seule variante est apparue dans l'éprouvette M2, à l'inverse de ce qui est observé dans M1.

Un phénomène similaire a été observé par Sittner [7] lors d'un chargement superélastique en traction uniaxiale d'un AMF Cu-Al-Ni monocristallin en forme de tube. Ils ont remarqué que le début de la transformation martensitique est accompagné par une déformation de cisaillement et une torsion du tube (figure IV-4), l'amplitude de cette déformation et de l'angle de torsion augmentent avec la transformation.



**Figure IV-4 : Torsion du tube monocristallin Cu-Al-Ni superélastique [7]. a) contrainte axiale, b) cisaillement, c) évolution de l'angle de torsion au cours du chargement**

Nous avons vérifié que la transformation était complète après 10% de déformation ; l'éprouvette devient totalement martensitique. L'analyse de phases montre que les pics de diffraction de l'austénite ont disparu.

### IV-1.3 Conclusion

La relaxation de la contrainte  $\sigma_{11}$  observée dans les deux cas, au début de la transformation, est due à la redistribution des contraintes entre les deux phases. La formation de la martensite a pour effet de relaxer les contraintes dans l'austénite. Les différences observées entre les deux échantillons pour l'évolution des autres composantes du tenseur de contraintes sont probablement dues à la différence du nombre de variantes induites dans les deux éprouvettes. La formation d'une seconde variante dans M1 permet d'accommoder la première variante et minimise l'effet du cisaillement engendré par cette dernière.

## IV-2 Analyse de contraintes dans le polycristal

Au cours de cette étude nous avons réalisé plusieurs analyses dans des grains de trois éprouvettes polycristallines différentes (P1, P2 et P3). Concernant l'éprouvette P2, l'analyse est effectuée dans un seul grain, tandis que pour les éprouvettes P1 et P3 l'analyse est effectuée pour plusieurs grains. Avant de présenter les résultats obtenus pour ces différents grains, nous allons étudier l'influence des paramètres expérimentaux sur la qualité des résultats et justifier le choix des hypothèses de calcul du tenseur de contraintes.

### IV-2.1 Etude de l'influence des paramètres expérimentaux

#### IV-2.1.1 Maintien des éprouvettes par les mors de la machine de traction

Nous nous sommes intéressés à l'état de contrainte induit par le serrage des mors. Au début de l'analyse, l'éprouvette est maintenue dans la machine de traction sans serrage des

mors et une première analyse est effectuée pour obtenir un état initial non contraint. Ensuite, nous serrons les mors de la machine de traction et une seconde analyse de contraintes est faite.

**Tableau IV-1 : Influence du serrage des mors de la machine de traction sur l'état de contraintes dans les grains du polycristal**

Grain	Tenseur de contraintes $\sigma_{ij}$ (MPa) avant le serrage des mors	Tenseur de contraintes $\sigma_{ij}$ (MPa) après le serrage des mors
G2P1	$\begin{pmatrix} 20 \pm 15 & 5 \pm 5 & 5 \pm 5 \\ 5 \pm 5 & 20 \pm 15 & 10 \pm 5 \\ 5 \pm 5 & 10 \pm 3 & 0 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 30 \pm 5 & 5 \pm 5 & 10 \pm 5 \\ 5 \pm 5 & 10 \pm 5 & 0 \pm 5 \\ 10 \pm 5 & 0 \pm 5 & 0 \end{pmatrix}$
G1P2	$\begin{pmatrix} 30 \pm 20 & 0 \pm 5 & 0 \pm 5 \\ 0 \pm 5 & 10 \pm 15 & -5 \pm 5 \\ 0 \pm 4 & -5 \pm 4 & 0 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} -50 \pm 25 & 5 \pm 5 & -15 \pm 5 \\ 5 \pm 5 & 10 \pm 15 & 5 \pm 5 \\ -15 \pm 5 & 5 \pm 5 & 0 \end{pmatrix}$
G16P3	$\begin{pmatrix} -55 \pm 20 & -20 \pm 5 & -5 \pm 5 \\ -20 \pm 5 & -30 \pm 20 & 40 \pm 5 \\ -5 \pm 5 & 40 \pm 5 & 0 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 10 \pm 25 & -20 \pm 5 & -30 \pm 5 \\ -20 \pm 5 & 40 \pm 20 & 40 \pm 5 \\ -30 \pm 5 & 40 \pm 5 & 0 \end{pmatrix}$

Les résultats obtenus (tableau IV-1) montrent que le serrage de l'éprouvette joue un rôle important sur la qualité des analyses de contraintes réalisées. Chaque grain réagit de façon différente au serrage. Dans G16P3, le serrage a induit une contrainte de traction, dans G1P2 une contrainte de compression tandis que dans G2P1, il y a peu de différence par rapport à l'état initial. En conclusion, le serrage doit être réalisé soigneusement de façon à minimiser ses effets.

#### IV-2.1.2 Changement d'orientation des grains au cours de la transformation

Nous nous sommes intéressés à l'influence de la transformation martensitique sur la rotation du réseau cristallin citée dans la littérature [7]. Nous avons déterminé expérimentalement l'amplitude de la rotation du réseau cristallin au cours de la déformation. Le facteur de Schmid des 24 variantes dans chaque grain est ensuite recalculé suivant ces nouvelles orientations. Les résultats obtenus pour les grains G1P2 et G37P3 sont reportés sur les tableaux IV-2-a et IV-2-b.

**Tableau IV-2-a : Evolution de l'orientation du grain G1P2 en fonction de la déformation  $\varepsilon$**

Déformation $\varepsilon$ (%)	HKL	UVW	U'V'W'
0	(0,26 0,88 0,38)	[-0,75 -0,05 0,65]	[0,60 -0,46 0,65]
1,61	(0,26 0,88 0,39)	[-0,74 -0,06 0,65]	[0,60 -0,46 0,64]
2,02	(0,25 0,88 0,38)	[-0,74 -0,07 0,65]	[0,61 -0,45 0,64]

**Tableau IV-2-b : Evolution de l'orientation du grain G3P3 en fonction de la déformation  $\varepsilon$**

Déformation $\varepsilon$	HKL	UVW	U'V'W'
0%	(0,28 0,88 0,38)	[0,09 -0,42 0,90]	[0,95 -0,21 -0,20]
1,8%	(0,26 0,88 0,37)	[0,08 -0,41 0,90]	[0,96 -0,20 -0,18]
2,43%	(0,26 0,88 0,38)	[0,08 -0,41 0,90]	[0,96 -0,20 -0,18]
3,07%	(0,26 0,88 0,37)	[0,08 -0,41 0,90]	[0,96 -0,20 -0,18]

L'analyse des résultats, pour ces deux grains, montre une très faible désorientation par rapport à l'état initial. La rotation des grains par rapport à l'axe de traction est de l'ordre de 1 à 2 degrés au cours du chargement superélastique. Les facteurs de Schmid recalculés pour les différentes variantes restent quasiment identiques pour tous les points d'analyse. Dans les polycristaux la fraction de martensite formée est nettement plus faible que dans les monocristaux, et le mode de transformation implique souvent la présence de plusieurs variantes au sein du même grain, ce qui limite l'amplitude de la déformation engendrée.

#### *IV-2.1.3 Nombre de pics de diffraction exploités*

L'analyse monocristalline in-situ des contraintes par diffraction des rayons X réalisée dans cette étude est basée sur la mesure de la déformation du réseau cristallin de l'austénite. Ces déformations sont déterminées à partir de la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  des plans de la famille {531}, utilisée comme jauge de déformation, en se servant de l'angle de Bragg  $2\theta$  de chaque plan de cette famille. Un exemple des positions de diffraction  $2\theta$  des différents plans {531} relevées expérimentalement, ainsi que celles recalculées après résolution du système multilinéaire est reporté dans le tableau IV-3.

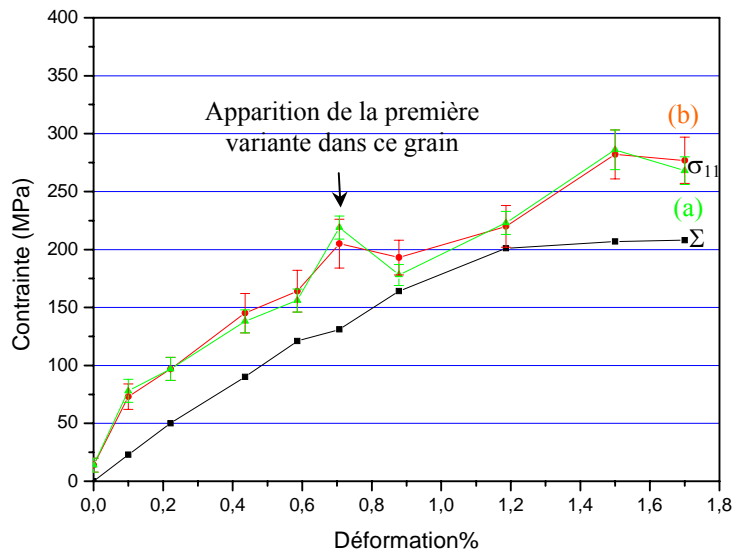
**Tableau IV-3 : Exemple des plans (hkl) et des positions 2θ utilisées pour une analyse de contrainte**

Plans			2θ mesurés (°)	2θ recalculés (°)	Écart (2θ <sub>mes</sub> -2θ <sub>recal</sub> ) (°)
h	k	l			
1	5	-3	162,17	162,14	0,02
3	5	1	160,67	160,75	-0,07
5	3	-1	158,56	158,45	0,10
-1	5	-3	161,97	161,91	0,06
1	3	-5	162,75	162,73	0,02
5	3	1	158,44	158,42	0,02
5	1	-3	158,53	158,56	-0,02
3	1	-5	161,34	161,44	-0,09
-1	3	-5	162,59	162,56	0,03
1	5	3	161,99	162,10	-0,10
-3	5	-1	160,11	160,17	-0,05
<b>-1</b>	<b>5</b>	<b>3</b>	<b>162,18</b>	<b>161,91</b>	<b>0,27</b>
-3	5	1	160,07	160,18	-0,10
5	-1	-3	158,40	158,38	0,02
1	3	5	162,68	162,67	0,01
3	5	-1	160,71	160,77	-0,06

Les écarts entre l'expérience et le calcul sont évalués pour chaque plan. Les incertitudes de calcul de la contrainte dépendent de cet écart. Un retraitement de ces résultats est indispensable pour réduire cette incertitude. Ce dernier consiste à supprimer du calcul les pics présentant un écart très important (le pic (-153) du tableau IV-3 par exemple). Pour les analyses réalisées dans cette étude, nous disposons d'environ 15 à 18 plans avant retraitement. Ce nombre important nous permet d'écarter certains pics lors du traitement des données, sans altérer la qualité de l'analyse. La non prise en compte des pics ayant un écart important en 2θ est principalement justifiée par le profil et la qualité du pic (intensité très faible, grande asymétrie...).

Dans le cas du grain G1P1 par exemple, nous disposons au départ de 18 pics. Nous avons retraité les résultats de deux façons différentes : dans la première, nous avons gardé environ 16 pics pour chaque point d'analyse. Cela a permis d'avoir des incertitudes sur les contraintes de l'ordre de 20MPa. Dans la deuxième, nous avons gardé seulement 13 pics pour chaque point d'analyse, l'incertitude sur les contraintes déterminées n'est alors que de l'ordre de 10MPa. La figure IV-5 compare la composante  $\sigma_{11}$  obtenue par les deux traitements.





**Figure IV-5 : Evolution de la composante  $\sigma_{11}$  avec la déformation  $\varepsilon$  après retraitement des pics. a) 16 pics, b) 13 pics**

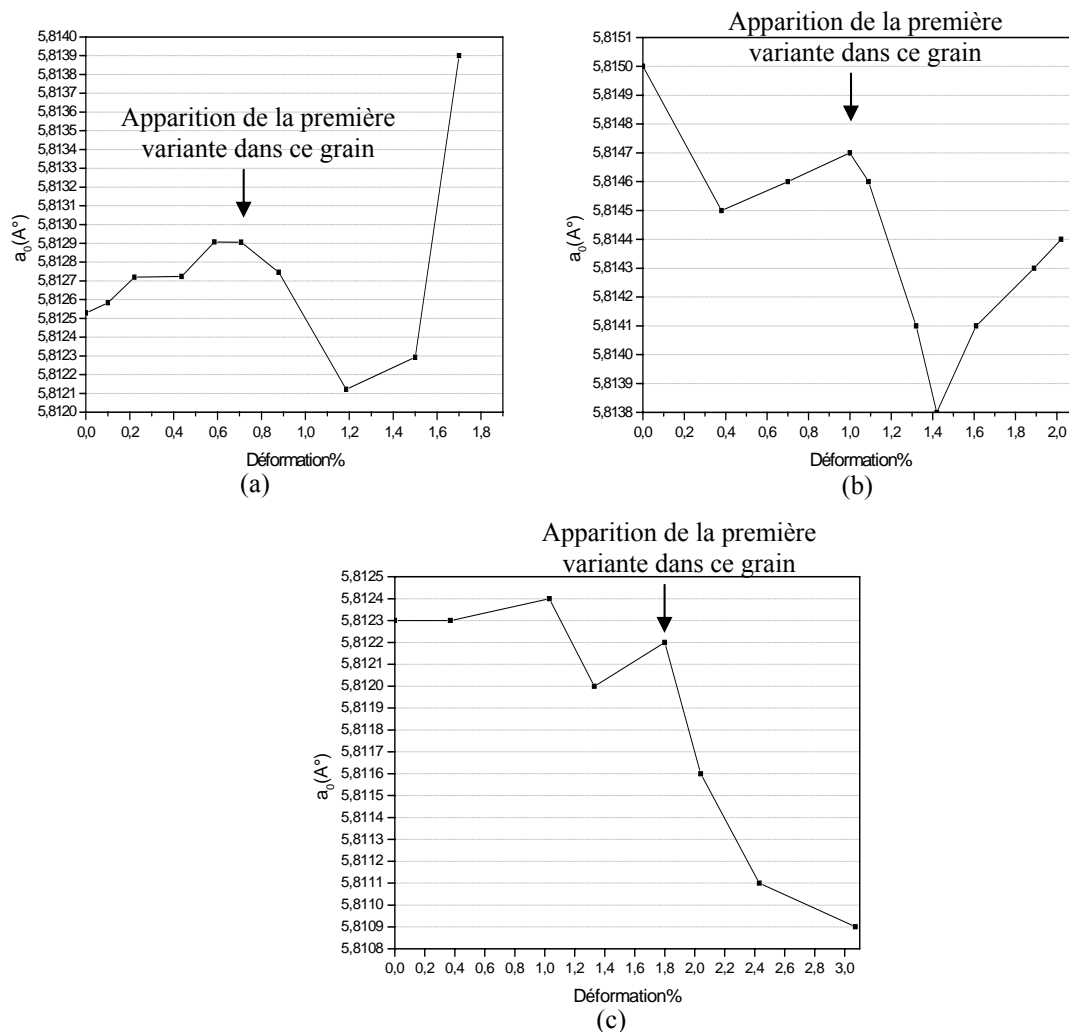
Ces résultats montrent que le retraitement des données permet d'améliorer l'incertitude calculée sur chaque résultat de l'analyse de contraintes. Même si l'extraction des pics les plus écartés des positions recalculées réduit l'incertitude sur la valeur de contraintes, nous avons choisi de travailler avec le nombre maximal de pics possible (dans la mesure où les incertitudes sont acceptables). Ce choix permet d'avoir une meilleure répartition des déformations produites dans toutes les directions du cristal. Il est donc important d'avoir un nombre élevé de pics exploitables au départ pour pouvoir retraiter les résultats tout en maintenant une quantité d'information suffisante pour l'analyse. Dans cette étude, nous nous sommes fixés un nombre minimum de 11 pics par point d'analyse pour obtenir un résultat fiable.

#### **IV-2.2 Calcul du paramètre de maille du matériau non contraint et critique de l'hypothèse ( $\sigma_{33}=0$ )**

L'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  est classiquement utilisée en analyse de contraintes par diffraction des rayons X du fait de la faible pénétration de ces derniers dans la surface libre du matériau. De plus, cela permet aussi de recalculer le paramètre de maille du matériau non contraint  $a_0$ . Dans ce paragraphe, nous allons calculer ce paramètre de maille pour les différents points

d'analyse afin de suivre son évolution au cours du chargement. Les résultats obtenus (figure V-6) font apparaître deux domaines bien distincts :

- dans le domaine élastique monophasé, la valeur du paramètre de maille  $a_0$  change peu ( $\Delta a_0 \leq 5.10^{-4} \text{ \AA}$ ),
- dans le domaine de transformation (biphasé), les variations de  $a_0$  deviennent importantes ( $\Delta a_0 \sim 2.10^{-3} \text{ \AA}$ ).

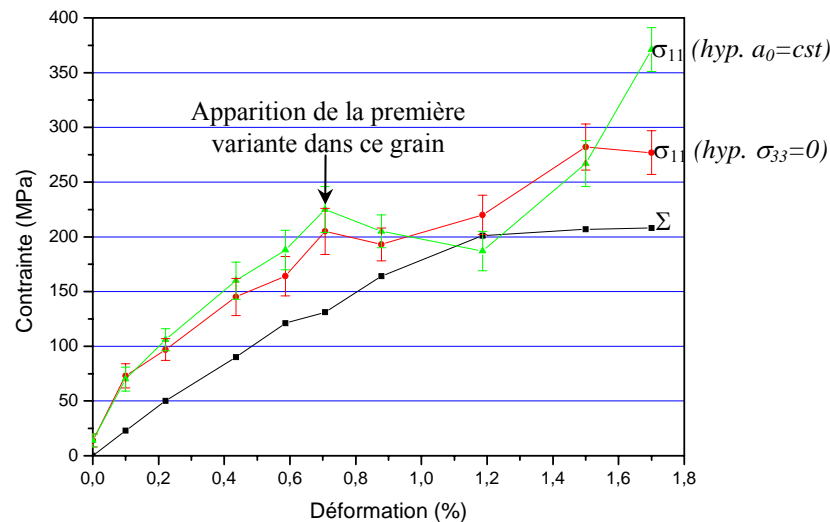


**Figure IV-6 : Evolution du paramètre de maille du matériau non contraint en chaque point d'analyse avec l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$ , a) grain G1P1, b) grain G1P2, c) grain G37P3**

Par définition, quel que soit le point d'analyse considéré, le paramètre de maille  $a_0$  devrait rester constant. Cela montre que l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  n'est valable que si les variations de  $a_0$  restent faibles. Pour mieux comprendre l'effet de cette hypothèse de travail sur l'analyse de contraintes, nous avons analysé un grain (G1P1) de deux façons différentes (figure IV-7) :

- en conservant l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  : aucune condition n'est alors imposée sur la valeur de  $a_0$  et elle est recalculée pour chaque point d'analyse et utilisée comme valeur de référence pour la mesure des déformations et l'analyse de contraintes.

- en utilisant le paramètre  $a_0$  déduit avec la méthode précédente ( $\sigma_{33}=0$ ) à l'état initial avant le début du chargement superélastique :  $a_0$  est supposé constant pour tous les points d'analyse in-situ.



**Figure IV-7 : Evolution de la composante  $\sigma_{11}$  dans le grain G1P1, obtenue avec deux hypothèses différentes : a)  $\sigma_{33}=0$ , b)  $a_0=cst$ .**

Dans le domaine élastique, les valeurs de  $\sigma_{11}$  obtenues avec les deux hypothèses de travail différentes sont très proches (25MPa d'écart maximum). Dans le domaine de transformation (biphasé), on constate que :

- pour l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  : la transformation est accompagnée d'une faible relaxation de contrainte  $\sigma_{11}$  puis elle suit l'évolution de la contrainte macroscopique  $\Sigma$ .
- pour l'hypothèse  $a_0=cst$  : la transformation est accompagnée d'une forte relaxation, suivie d'une augmentation importante de contrainte dans l'austénite  $\sigma_{11}$ . La condition  $\sigma_{33}=0$  reste valable pour le mélange des deux phases ; la loi des mélanges indique que la martensite relaxe localement les contraintes. Ce résultat est en meilleur accord avec la physique de la transformation que celui obtenu avec l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$ .

Ces résultats sont en accord avec les travaux sur les aciers perlitiques [8-10], qui ont montré que l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  n'est plus correcte dans les matériaux biphasés et en particulier

dans les structures fines. Cela est le cas avec les plaquettes de martensite formées. Dans des travaux sur les aciers biphasés perlitiques, Belassel [11] a montré que cette hypothèse n'est correcte que pour les matériaux dont les caractéristiques d'élasticité des deux phases sont voisines et dont l'espacement entre phases est supérieur à la profondeur analysée par les rayons X.

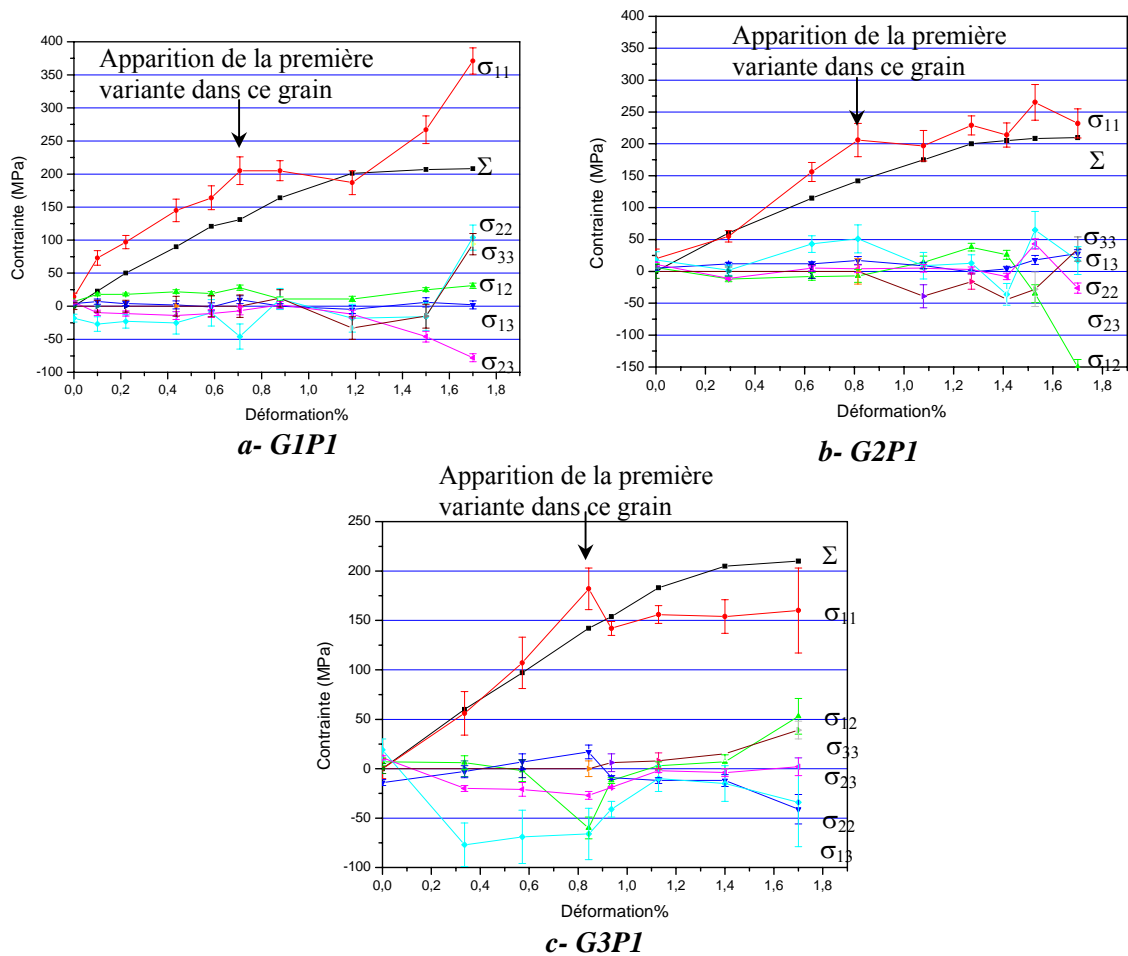
La variation du paramètre de maille recalculé, du matériau non contraint et la non validité de l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  sont liées à la transformation de phase induite par contrainte. Au cours du chargement, nous passons de l'étude d'un matériau monophasé à celle d'un matériau biphasé. Pour effectuer une analyse de contraintes sur les matériaux à transformation de phase, nous proposons d'adopter la procédure suivante :

- dans le domaine monophasé, l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  reste valable et nous nous servons de cette hypothèse pour déterminer le paramètre de maille  $a_0$ ,
- dans le domaine biphasé, nous utilisons le  $a_0$  déduit à l'état initial (dans le domaine monophasé) comme paramètre de référence pour déterminer l'ensemble des composantes du tenseur de contraintes (y compris  $\sigma_{33}$ ).

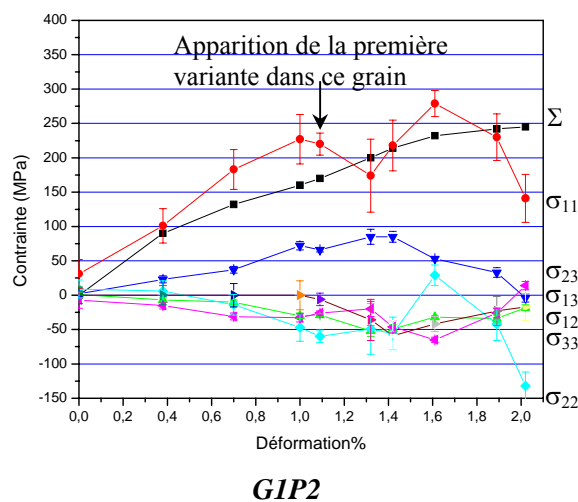
On note que le calcul du paramètre de maille  $a_0$  est très sensible à la position de l'angle de Bragg des plans {531}, qui est lui-même très sensible au réglage du goniomètre de diffraction. Ces expériences sont réalisées sur des intervalles de temps plus au moins longs et le réglage du goniomètre est souvent modifié lors du changement du détecteur (linéaire et ponctuel). Cela explique pourquoi les valeurs de  $a_0$  déterminées pour les différents grains sont différentes. Ces différences n'ont aucune origine métallurgique. Il est important de noter que cela n'affecte en aucun cas le résultat de l'analyse de contraintes, car le principe de cette analyse est basé sur la mesure de l'écart relatif des positions des pics {531}.

### **IV-2.3 Contraintes intergranulaires**

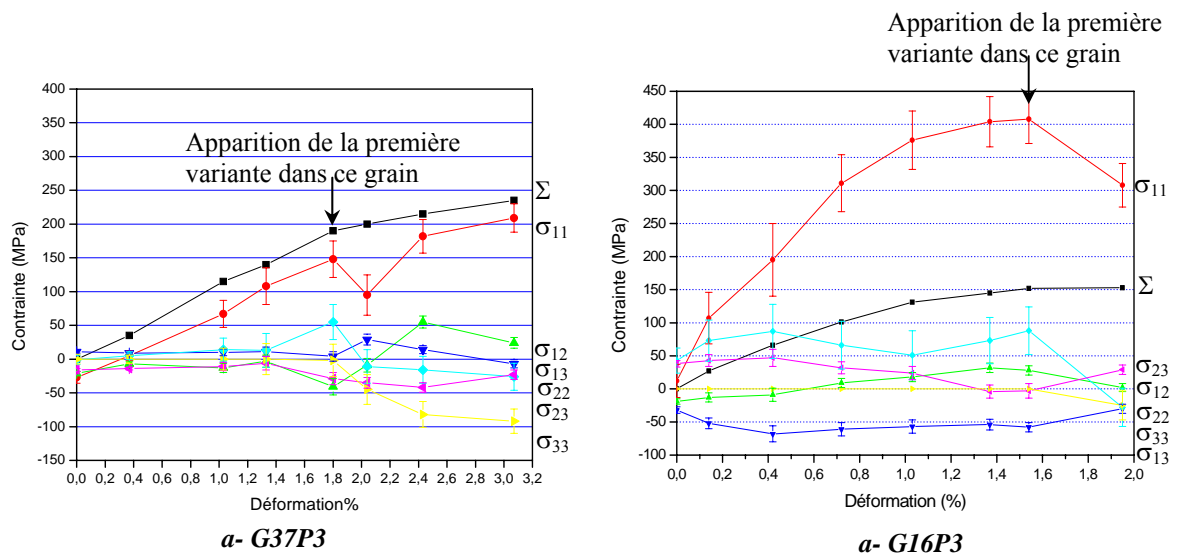
Après avoir discuté de l'influence des paramètres expérimentaux et des hypothèses de travail sur les résultats d'analyse de contraintes, nous allons exposer les résultats obtenus avec la démarche choisie ( $\sigma_{33}=0$ , dans le domaine élastique monophasé pour calculer  $a_0$  et  $a_0=cst$  dans le domaine biphasé). Ces résultats sont reportés en figures IV-8, IV-9 et IV-10.



**Figure IV-8 :** Evolution de la contrainte macroscopique  $\Sigma$  et des composantes du tenseur de contraintes internes  $\sigma_{ij}$ , dans les grains de l'éprouvette P1 au cours d'essai de traction in-situ. a) grain G1P1, b) grain G2P1, c) grain G3P1



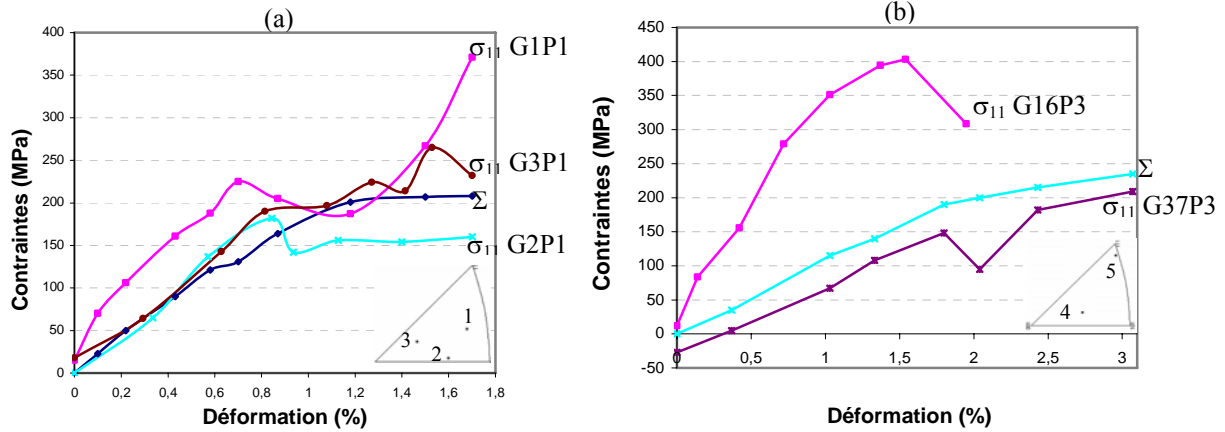
**Figure IV-9 :** Evolution de la contrainte macroscopique  $\Sigma$  et des composantes du tenseur de contraintes internes  $\sigma_{ij}$ , dans le grain G1P2 au cours d'essai de traction in-situ



**Figure IV-10 : Evolution de la contrainte macroscopique  $\Sigma$  et des composantes du tenseur de contraintes internes  $\sigma_{ij}$  dans les grains G37P3 et G16P3 au cours d'essai de traction in-situ**

Le comportement des grains analysés est très différent de l'un à l'autre. Néanmoins, de manière générale le domaine élastique est caractérisé par une évolution linéaire de la contrainte  $\sigma_{11}$  et une très faible évolution des autres composantes du tenseur de contraintes qui restent proche de zéro. Ceci indique un état de traction uniaxial quasi parfait des grains, dans le domaine élastique. La transformation martensitique est accompagnée dans tous les grains d'une relaxation de la contrainte dans l'austénite  $\sigma_{11}$  et parfois d'une forte augmentation de la composante  $\sigma_{33}$ . Cette transformation est accompagnée également par l'apparition d'autres composantes du tenseur de contraintes ( $\sigma_{ij}$ ) et en particulier pour des déformations importantes ( $\varepsilon \approx 2\%$ ).

Il est intéressant d'analyser l'évolution de la composante  $\sigma_{11}$  dans les différents grains au cours du chargement, dans la mesure où la contrainte macroscopique appliquée est une traction uniaxiale. La figure IV- 11 résume les résultats obtenus.



**Figure IV-11 : Évolution de la contrainte dans la direction de traction  $\sigma_{11}$  en fonction de la déformation macroscopique pour différents grains ; (a) grains de l'éprouvette P1, (b) : grains de l'éprouvette P3**

**Légende de l'orientation des grains : 1 : grain G1P1, 2 : grain G2P1, 3 : grain G3P1, 4 : grain G37P3, 5 : grain G16P3**

Dans l'ensemble des grains analysés, la contrainte dans la direction de traction  $\sigma_{11}$  évolue linéairement dans le domaine élastique et suit l'évolution de la contrainte macroscopique  $\Sigma$ . Néanmoins, on note que l'écart entre la valeur de contrainte dans le grain dans la direction de traction ( $\sigma_{11}$ ) et la valeur de la contrainte macroscopique  $\Sigma$  (dans cette même direction) est différents d'un grain à l'autre. Dans les grains G2P1 et G3P1, les deux contraintes sont très proches (voire égales), et en particulier au début de l'essai de traction in-situ, tandis que dans G1P1 et G37P3 l'écart est important : dans G1P1,  $\sigma_{11}$  est nettement supérieure à  $\Sigma$  tandis que dans G37P3, c'est l'inverse. L'écart le plus important entre la valeur de la contrainte analysée  $\sigma_{11}$  et celle de la contrainte macroscopique imposée est observé pour le grain G16P3 ( $\sigma_{11} - \Sigma \approx 250\text{MPa}$ ).

La comparaison entre les deux grains de l'éprouvette P3 (G37P3 et G16P3) illustre parfaitement les hétérogénéités de contraintes intergranulaires dans les AMF Cu-Al-Be et confirme l'effet de l'orientation cristallographique sur l'état de contraintes dans le grain [12-14]. Les grains les plus proches de l'orientation [001] sont ceux dont la contrainte  $\sigma_{11}$  suit le mieux la contrainte macroscopique. Dans le grain G16P3 de l'éprouvette P3, grain dont l'orientation est proche de la direction [111], la composante  $\sigma_{11}$  augmente rapidement au cours du chargement et atteint des valeurs très importantes (rapport de 2 par rapport aux autres grains). Cette sensible augmentation des valeurs de  $\sigma_{11}$  a été relevée dans le domaine

élastique, avant même l'apparition de la première variante de martensite. La forte anisotropie élastique des AMF Cu-Al-Be ( $A \approx 13$ ) est à l'origine de cette différence de comportement.

L'apparition de la première plaquette de martensite dans chaque grain est accompagnée par une perte de la linéarité de la courbe  $\sigma_{11}=f(\epsilon)$ . La détermination de ce point prend une place importante dans cette étude, car elle permet de déterminer la cission critique de transformation. Le dispositif expérimental utilisé, le suivi par microscopie de la transformation au cours d'essai de traction et les analyses réalisées en temps réel permettent une bonne détermination de ce point et de la contrainte locale correspondante.

L'évolution de  $\sigma_{11}$  dans le domaine biphasé est différente d'un grain à un autre. Le point commun entre tous les grains analysés est la relaxation de la contrainte dans l'austénite au début de la transformation martensitique. Elle se caractérise par une stabilisation de la valeur de  $\sigma_{11}$  (alors que la contrainte macroscopique continue, elle, à augmenter) comme dans les grains G1P1 et G2P1 ou par une baisse très nette comme dans les grains G3P1, G1P2 et G37P3. La relaxation de la contrainte dans la direction de traction n'est pas définitive dans tous les grains. La contrainte  $\sigma_{11}$  peut augmenter à nouveau et d'une façon considérable (comme dans le cas de G1P1, G1P2 et G37P3) ou elle reste relativement stable pendant toute la durée de l'essai de traction (comme dans le cas de G2P1 et G3P1).

Il est difficile d'interpréter les différences de comportement dans le domaine biphasé car l'évolution des contraintes est liée directement à l'état microstructural et au mode de transformation (fraction de martensite formée, nombre des variantes, dispersion des variantes dans le grain...) en plus d'autres facteurs qui interviennent directement comme l'orientation du grain et sa morphologie, ainsi que les interactions avec les grains voisins.

Plusieurs modélisations [15-17] prennent comme hypothèse l'existence d'une corrélation forte entre le facteur de Schmid et l'ordre de transformation des grains. L'étude détaillée réalisée ici montre que cette hypothèse n'est pas systématiquement vérifiée. Dans l'éprouvette P1 par exemple, le facteur de Schmid des trois grains analysés G1P1, G2P1 et G3P1 est respectivement 0,42, 0,47 et 0,49. G3P1 est le grain le mieux orienté par rapport à la direction de traction et G1P1 est celui qui a le plus faible facteur de Schmid des trois. Mais la transformation martensitique s'amorce dans le grain G1P1 puis dans G3P1 et après dans



G2P1. Ce comportement s'explique par le fait que les grains G1P1, G2P1 et G3P1 font partis tous les trois des grains les mieux orientés ( $R_{11} > 0,4$ ) de l'éprouvette P1. Ils seront donc parmi les premiers à se transformer. Néanmoins, la correspondance entre l'orientation d'un grain et son ordre de transformation n'est pas une relation directe et d'autres facteurs peuvent intervenir. Le comportement d'un grain du polycristal est très différent de celui d'un monocristal de même orientation cristallographique. Lors d'un chargement macroscopique en traction uniaxiale, la réponse des grains individuels est différente. Deux phénomènes peuvent jouer un rôle important. La distribution des contraintes n'est pas homogène sur l'ensemble de l'éprouvette polycristalline même dans le domaine élastique, due à la grande anisotropie des AMF à base de cuivre. Cette hétérogénéité des contraintes élastiques liée à l'anisotropie du matériau est un premier mécanisme pouvant mener à une configuration où un grain qui est moins bien orienté par rapport à un autre grain se transforme avant lui, car il pourrait atteindre le premier la cission critique sur une variante de martensite.

Il faut également prendre en compte que la diffraction des rayons X ne permet d'avoir une idée que sur la contrainte moyenne dans le domaine diffractant (ici le grain). Elle ne nous permet pas une analyse des contraintes microscopiques, ni de vérifier si la contrainte moyenne dans un grain est homogène ou non. La transformation martensitique est un phénomène très localisé et la germination de la martensite dépend de l'état de contrainte local (ou microscopique) et de la valeur de la cission résolue sur une variante [17, 18]. Une concentration de contrainte due aux interactions intergranulaires peut produire un état de contrainte local supérieur à la contrainte moyenne dans le grain et contribuer ainsi à la transformation de ce grain avant un autre mieux orienté par rapport à la direction de traction. Ceci constitue le deuxième phénomène.

L'ensemble des observations microscopiques réalisées dans ce travail semble confirmer ce point de vue car dans la plupart des cas, le point de départ de la transformation martensitique se produit par apparition des variantes au voisinage des joints de grains et en particulier sur les joints triples qui sont les zones les plus propices aux concentrations de contraintes [19].

#### IV-2.4 Contraintes intragranulaires

Pour mieux comprendre les phénomènes évoqués auparavant, nous avons également réalisé une analyse de contraintes intragranulaire dans le grain G1P2. Ce grain a été choisi pour deux raisons :

- sa taille est relativement grande et permet d'analyser deux zones séparément,
- son mode de transformation est idéal : la transformation martensitique dans ce grain s'opère par apparition et progression d'une variante dominante qui s'étend par formation de plaquettes parallèles pour occuper tout le grain.

Cette configuration permet de définir deux zones distinctes (figure IV-12) :

- une première zone nommée « zone1 » : c'est la zone biphasée du grain,
- une deuxième zone nommée « zone 2 » : c'est la zone qui reste complètement austénitique (la zone non encore transformée) au cours du chargement.

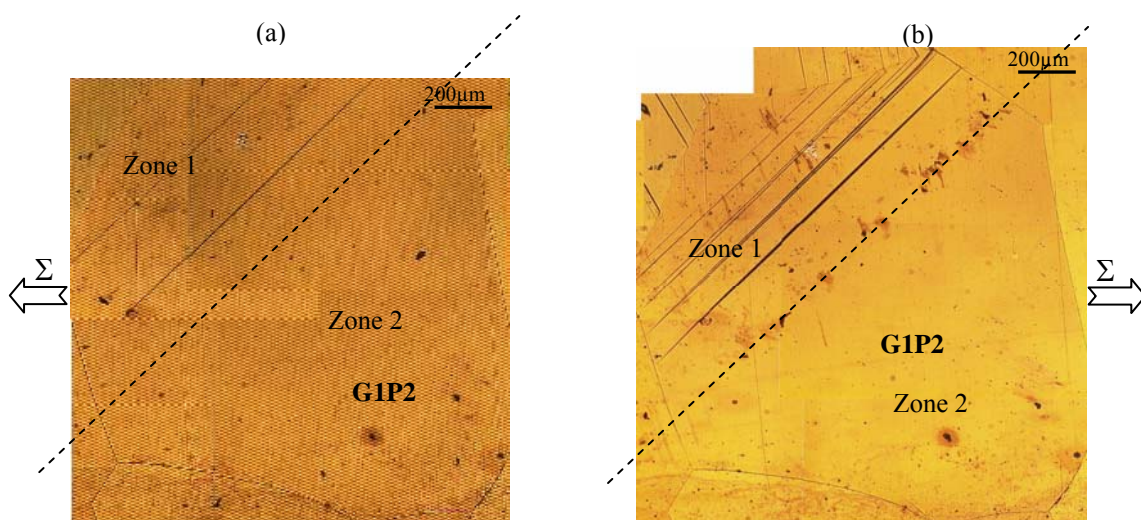


Figure IV-12 : Zone d'analyse intragranulaire dans le grain G1P2, a)  $\epsilon=1,4\%$ , b)  $\epsilon=1,6\%$

Le but de cette analyse est de mieux comprendre l'effet de l'apparition de la martensite et l'étendue de la relaxation des contraintes au voisinage d'une variante. Elle permet de mettre en évidence la redistribution et l'hétérogénéité des contraintes dans les grains du polycristal au cours de la transformation martensitique.

L'analyse a été réalisée préalablement dans l'ensemble du grain, puis nous avons masqué les deux zones l'une après l'autre pour effectuer une analyse plus locale. Cette analyse locale a été réalisée pour deux déformations  $\epsilon=1,4\%$  et  $\epsilon=1,6\%$ . Nous nous sommes limités à ces deux points, car au-delà la distinction entre les deux zones devient difficile et la

qualité des pics dans la zone biphasée, devient médiocre. Les résultats sont reportés sur la figure IV-13 et le tableau IV-4.

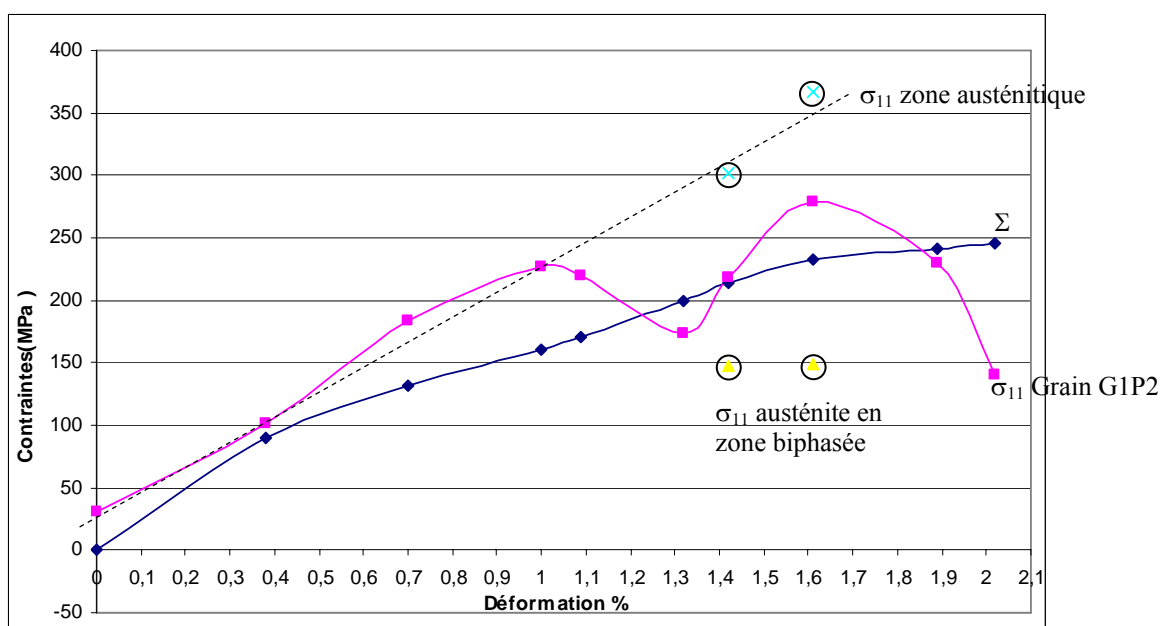


Figure IV-13 : Analyse de contraintes intragranulaires dans le grain G1P2.

Tableau IV-4 : Analyse de contraintes intragranulaires dans le grain G1P2.

$\varepsilon$ (%)	$\sigma_{ij}$ « grain » (MPa)	$\sigma_{ij}$ zone 1 « biphasée » (MPa)	$\sigma_{ij}$ zone 2 « austénitique » (MPa)
1,42%	$\begin{pmatrix} 220 \pm 35 & -50 \pm 5 & 85 \pm 10 \\ -50 \pm 5 & -55 \pm 25 & -45 \pm 10 \\ 85 \pm 10 & -45 \pm 10 & -60 \pm 20 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 145 \pm 60 & -60 \pm 10 & 100 \pm 15 \\ -60 \pm 10 & -5 \pm 50 & -20 \pm 15 \\ 100 \pm 15 & -20 \pm 15 & -53 \pm 55 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 300 \pm 35 & -20 \pm 5 & 45 \pm 5 \\ -20 \pm 5 & 50 \pm 25 & -50 \pm 10 \\ 45 \pm 5 & -50 \pm 10 & 15 \pm 20 \end{pmatrix}$
1,61%	$\begin{pmatrix} 280 \pm 20 & -30 \pm 5 & 55 \pm 5 \\ -30 \pm 5 & 30 \pm 15 & -65 \pm 5 \\ 55 \pm 5 & -65 \pm 5 & -40 \pm 10 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 150 \pm 40 & -10 \pm 5 & 5 \pm 5 \\ -10 \pm 5 & 150 \pm 25 & -15 \pm 5 \\ 5 \pm 5 & -15 \pm 5 & -35 \pm 20 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} 365 \pm 35 & -25 \pm 5 & 55 \pm 5 \\ -25 \pm 5 & 5 \pm 25 & -70 \pm 10 \\ 55 \pm 5 & -70 \pm 10 & 5 \pm 20 \end{pmatrix}$

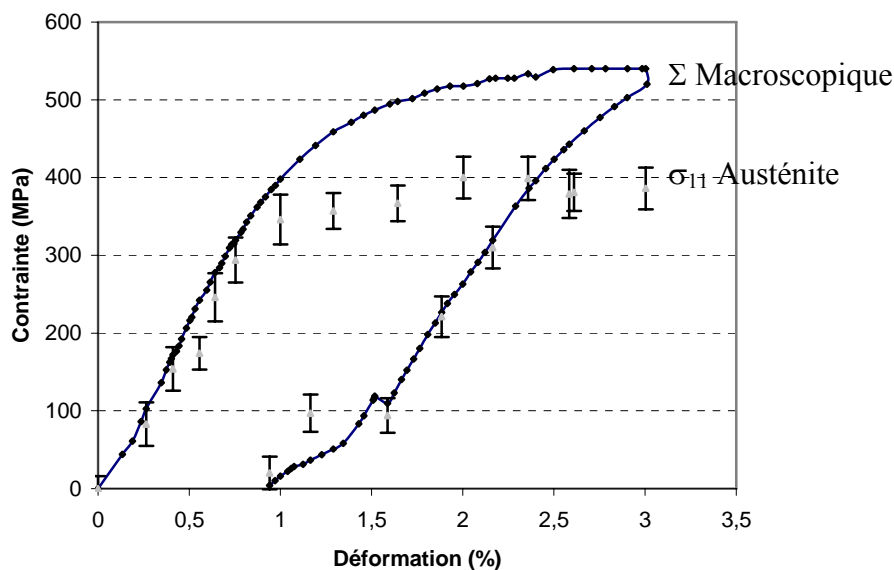
Les résultats obtenus mettent en évidence l'existence d'une forte hétérogénéité du champ de contraintes au sein du même grain. L'apparition des plaquettes de martensite, même pour des fractions volumiques minimales, relaxe considérablement la contrainte  $\sigma_{11}$  de l'austénite dans la zone biphasée. Cette relaxation ne s'étend pas sur tout le grain, elle reste localisée au voisinage des plaquettes de martensite. La partie du grain qui ne se transforme pas continue à se charger et sa contrainte  $\sigma_{11}$  augmente considérablement et prend des valeurs

beaucoup plus importantes que la contrainte moyenne du grain. Son évolution reste analogue à celle du domaine élastique. Ces résultats mettent en évidence l'aspect hétérogène de la distribution de contraintes intragranulaires dans l'austénite au cours de la transformation. L'évolution des contraintes moyennes dans un grain est la résultante de celle dans la zone biphasée et de celle dans la zone non transformée. Nous reviendrons sur l'interprétation et la discussion de ce résultat dans le paragraphe §IV-4.3.

### **IV-3 Analyse de contraintes dans le polycristal à grains fins**

Après avoir analysé l'évolution et la redistribution des contraintes moyennes intergranulaire et intragranulaire dans l'austénite, nous allons nous intéresser à cette redistribution des contraintes dans le matériau entre la phase mère et la nouvelle phase. L'éprouvette étudiée est une éprouvette à grains fins qui permet de réaliser une analyse de contrainte moyenne en utilisant la méthode des  $\sin^2\Psi$ . Nous rappelons que dans ce cas, la contrainte analysée est celle dans la direction de traction de l'éprouvette ( $\sigma_{11}$ ). Nous n'analysons pas tout le tenseur de contraintes ( $\sigma_{ij}$ ) comme dans le cas de l'analyse monocristalline.

En introduisant les valeurs des constantes d'élasticité radiocristallographiques  $S_1$  et  $\frac{1}{2} S_2$  et à partir des déformations mesurées par diffraction des rayons X, les contraintes internes de l'austénite ont été déterminées. Avec le logiciel d'analyse de contrainte du système PROTO nous avons traité les pics de diffraction et tracé la courbe de déformation en fonction de  $\sin^2\psi$ . Le résultat de l'analyse de contrainte obtenu par cette méthode est reporté sur la figure IV-14, où l'évolution de la contrainte macroscopique et de la contrainte dans l'austénite (dans la direction de traction) sont représentées en fonction de la déformation totale de l'éprouvette. Ces analyses sont effectuées en supposant que l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  dans l'austénite reste valable sur l'ensemble du cycle de chargement.



**Figure IV-14 : Analyse de contraintes dans l'austénite (éprouvette à grains fins)**

Au début de la sollicitation, la contrainte interne de l'austénite déterminée par diffraction correspond à la contrainte macroscopique appliquée. Cette correspondance est conservée dans tout le domaine élastique où le matériau est encore monophasé austénitique. Cela est attendu et confirme la validité de la méthode d'analyse de contrainte par DRX lors de l'essai in-situ. Le début de la transformation martensitique ( $\Sigma=280\text{MPa}$ ,  $\varepsilon=0,64\%$ ) est accompagné par un écart entre la contrainte appliquée et la contrainte interne de l'austénite déterminée par diffraction. Cet écart ( $\Sigma-\sigma_A$ ) évolue dans tout le domaine biphasé. Il est d'autant plus important que la déformation totale et par conséquent la fraction de martensite formée augmentent. Il est d'environ  $150\text{MPa}$  pour le dernier point de charge correspondant à une déformation macroscopique de  $3\%$ .

Lors de cette essai in-situ et par le biais des micrographies nous avons estimé la fraction de martensite formée à la fin du chargement ( $\varepsilon=3\%$ ) à environ  $f_M \approx 25\%$ ). En utilisant la loi des mélanges :  $\sigma_{\text{appliquée}}^I = \sigma_A^I \cdot f_A + \sigma_M^I \cdot f_M$  avec  $f_A$  et  $f_M$  les fractions volumiques de l'austénite et de la martensite, nous déduisons une contrainte de l'ordre de  $900\text{MPa}$  de la martensite. Ces résultats confortent l'idée que la contrainte de la martensite, avec sa forte limite d'élasticité, se situe au dessus de la contrainte macroscopique.

L'évolution et la redistribution des contraintes dans le domaine biphasé dépendent essentiellement des caractéristiques mécaniques des phases dont le matériau est composé. Les

constantes de rigidités de l'austénite de l'AMF Cu-Al-Be sont connues, mais celles de la martensite ne le sont pas. Dans la bibliographie nous n'avons pas trouvé de travaux qui portent sur la caractérisation mécanique de la martensite Cu-Al-Be. Néanmoins, nous avons trouvé une étude sur l'AMF Cu-Zn-Al ( $M_s=50^\circ\text{C}$ ) qui a la même structure cristallographique (18R) que la martensite Cu-Al-Be. Nous supposons donc que leurs caractéristiques mécaniques (élasticité) sont très proches. Une étude très récente [20] a déterminé les constantes d'élasticité de l'AMF Cu-Al-Ni ( $M_s=15^\circ\text{C}$ ); ce dernier a des constantes d'élasticité de la phase austénitique très proches de celles de notre matériau (tableau IV-5 et IV-6) :

**Tableau IV-5 : Constantes élastiques de l'austénite Cu-Al-Be et Cu-Al-Ni ( $M_s=15^\circ\text{C}$ ) [20, 21]**

$C_{ij}$ (GPa)	Austénite Cu-Al-Be	Austénite Cu-Al-Ni ( $M_s=15^\circ\text{C}$ )
$C_{11}$	141,6	142,4
$C_{12}$	127,4	124,1
$C_{44}$	94,2	95,2

**Tableau IV-6 : Constantes élastiques de la martensite 2H Cu-Al-Ni ( $M_s=15^\circ\text{C}$ ) et 18R Cu-Zn-Al ( $M_s=50^\circ\text{C}$ ) [20, 22]**

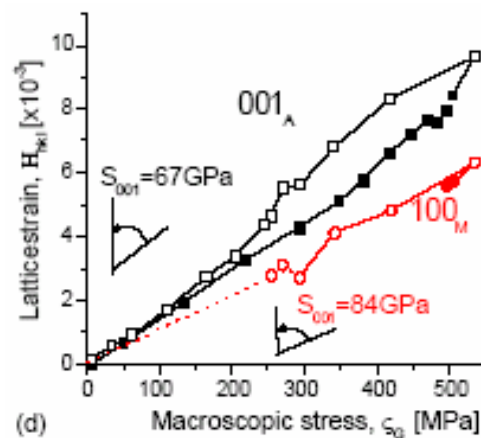
$C_{ij}$ (GPa)	Martensite 2H Cu-Al-Ni ( $M_s=15^\circ\text{C}$ )	Martensite 18R Cu-Zn-Al ( $M_s=50^\circ\text{C}$ )
$C_{11}$	184,4	175
$C_{22}$	151,4	156
$C_{33}$	238,6	235
$C_{44}$	66,4	54
$C_{55}$	22,8	28
$C_{66}$	60,5	48
$C_{12}$	140,4	118
$C_{13}$	70,1	40
$C_{23}$	86,8	150
$C_{15}$		10
$C_{46}$		-10

Lors du chargement superélastique de l'AMF Cu-Al-Be, l'apparition de la nouvelle phase est accompagnée par une redistribution de contraintes entre la phase mère et cette

nouvelle phase. La phase la moins dure est plus apte à suivre le chargement macroscopique et à accommoder les déformations locales, tandis que la phase la plus dure accommode plus difficilement les déformations locales et se retrouve dans un état de contraintes plus élevé. Il est très difficile de se prononcer sur laquelle des phases est la plus (ou la moins) dure car nous ignorons la valeur de la limite élastique de la martensite Cu-Al-Be ou sa microdureté. D'après les résultats obtenus (Figure IV-14) nous estimons que l'austénite est la phase la moins dure. Cela explique le fait que sa contrainte dans le domaine biphasé est au-dessous de la contrainte moyenne du matériau (austénite + martensite).

Ce résultat est en plein accord avec les travaux de M'cirdi [23] et Berrahmoune et al. [24] qui montrent que dans un matériau biphasé en traction uniaxiale, l'état de contraintes associés à la phase la plus dure est plus élevé que la contrainte macroscopique et/ou à la phase molle. Dans les aciers duplex, la ferrite est dans un état de traction uniaxiale et suit le chargement macroscopique tandis que l'austénite est en état de chargement complexe [23].

Contrairement à nos résultats sur le Cu-Al-Be, Sittner et al. [25] dans leurs travaux de mesure de déformation par diffraction des neutrons in-situ dans un AMF NiTi ( $M_s = -13^\circ\text{C}$ ), estiment que la contrainte est la même dans l'austénite et la martensite (figure IV-15).



**Figure IV-15 : Mesure des déformations dans l'austénite et la martensite dans un AMF NiTi, par diffraction des neutrons (éprouvette à grains fins) [25]**

Ces mesures des déformation ont été effectuées dans la direction [001] de l'austénite ( $S_{001}=67\text{GPa}$ ) et de la martensite ( $S_{001}=84\text{GPa}$ ). Compte tenu de l'évolution des déformations dans les deux phases et de leurs constantes élastiques, ils estiment que les contraintes sont approximativement égales dans les deux phases. Cette estimation n'est pas totalement exacte,

car dans le cas de l'analyse de contraintes dans les matériaux à grains fins il est important de prendre en considération les constantes d'élasticité radiocristallographiques de la phase analysée et pas seulement les constantes élastiques du monocristal.

## **IV-4 Interprétation des résultats et discussion**

### **IV-4.1 Superélasticité de l'AMF Cu-Al-Be**

La réponse au chargement mécanique en traction uniaxiale à température ambiante est caractérisée pour les différentes éprouvettes. Les deux essais effectués sur les éprouvettes monocristallines M1 et M2 ont permis de déterminer certaines caractéristiques de cet alliage. Le module d'Young  $E$  d'après les courbes de traction, est d'environ 20GPa. Cette valeur est très comparable à celle obtenue par Sittner [7] sur un alliage Cu-Al-Ni qui a une température de transformation  $M_s$  identique. Elle est également très comparable au module d'Young du matériau dans la direction [001] ( $E_{100}$ ) calculé à partir de ses constantes de rigidité  $C_{ij}$ , cela est attendu car l'orientation des monocristaux M1 et M2 dans la direction de traction est très proche de [001] (tableau III-1).

Contrairement au monocristal, où la transformation est marquée par le plateau de transformation, on observe une pente de transformation sur les courbes de superélasticité du polycristal. La contrainte macroscopique continue à augmenter sensiblement après le début de transformation. Ce phénomène est dû principalement au fait que dans les polycristaux la transformation martensitique n'apparaît pas dans tous les grains en même temps. Une déformation de 3% ne permet pas de transformer l'ensemble des grains comme l'ont montré les observations microscopiques présentées au chapitre III. Le comportement macroscopique de l'éprouvette résulte donc, d'un comportement élastique des cristaux (grains) austénitiques et d'un comportement de transformation des cristaux (grains) biphasés. ( $\Sigma=1/V \int \sigma_{ij} (r) dr$ ). L'analyse de contraintes dans l'austénite a montré que si la contrainte dans la direction de traction  $\sigma_{11}$  reste constante ou évolue peu dans des grains biphasés, elle augmente sensiblement dans les grains austénitiques et en particulier dans ceux qui ont une orientation défavorable à la transformation par rapport à la direction de traction.

Dans les éprouvettes polycristallines qui ont subi plusieurs tests de chargement mécanique et traitements d'homogénéisation correspondant à l'analyse de contraintes dans les différents grains, la contrainte seuil de début de transformation  $\Sigma^t$  change d'un cycle à un



autre : elle diminue. L'écart  $\Delta\Sigma^t$  entre le premier et le troisième cycle de chargement dans l'éprouvette P1 est de 10MPa seulement, tandis que dans l'éprouvette P3 il est de 40MPa entre le premier et le deuxième cycle. Cette diminution de la contrainte seuil  $\Sigma^t$  peut être attribuée, d'une part, à la diminution de  $M_s$  suite à l'évaporation du béryllium au cours des traitements thermiques intermédiaires. Néanmoins, la différence entre les deux éprouvettes ne peut être expliquée que par la différence de leur état microstructural ; lors du chargement sur l'éprouvette P1 nous nous sommes limités à une déformation de 1,7%, tandis que pour l'éprouvette P3 la déformation atteinte au premier cycle est supérieure à 3%. Contrairement à P1, le cycle de chargement sur P3 a engendré un phénomène de décohésion intergranulaire, ce qui génère une concentration de contraintes internes au niveau de ce joint de grains et provoque la transformation martensitique pour une contrainte macroscopique inférieure au premier cycle de chargement. Les observations microscopiques (§ III-2-3) ont montré qu'effectivement, au cours du deuxième cycle de chargement sur l'éprouvette P3, la transformation martensitique s'est amorcée au niveau du joint de grains concerné par la décohésion intergranulaire.

Dans les éprouvettes polycristallines, une déformation résiduelle d'environ 0,2% subsiste en fin de chaque chargement mécanique. Cette déformation est plus importante dans l'éprouvette à petits grains (~1%) et elle est nulle dans le monocristal. Son origine provient de la martensite résiduelle qui reste piégée dans la phase mère. La figure III-46, au chapitre précédent, montre clairement la présence des microplaquettes de martensite qui restent piégées dans les grains après décharge. Ces dernières sont plus visibles dans l'éprouvette à petits grains car il y a plus de joint de grains qui bloquent le mouvement des interfaces de la transformation et empêche la réversibilité totale de la transformation martensitique à la décharge.

#### IV-4.2 Critère de sélection des variantes

Lors du chargement superélastique d'un AMF la transformation martensitique se caractérise par l'activation des variantes. On considère que la transformation martensitique vérifie la loi de Patel et Cohen [26], c'est-à-dire que la transformation débute dans un grain quand la cission sur la variante  $g$  atteint la valeur critique  $\tau_c^g$  :

$$\tau^g = \sigma_{ij}^g n_i^g m_j^g \geq \tau_c^g \quad (\text{IV-1})$$

Lorsque la cission résolue est égale à la cission critique, la variante est potentiellement active ; pour ces variantes,  $\tau^g = \tau_c^g$ . Toutes les variantes potentiellement actives ne seront pas obligatoirement activées au cours de la sollicitation. La condition supplémentaire pour qu'une variante soit réellement active est :

$$\tau^g = \tau_c^g \quad (IV-2)$$

La variation de la déformation de transformation est déterminée par :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^t = \varepsilon_{ij}^n \dot{f}^n = \gamma R_{ij}^n \dot{f}^n \quad (IV-3)$$

$f$  : la fraction volumique de la variante  $n$ ,

$\gamma$  : l'amplitude du glissement.

Théoriquement 24 variantes sont susceptibles d'être activées dans un AMF Cu-Al-Be. Dû aux interactions intervariantes, l'activation d'une variante peut être affectée par la présence d'une autre variante. La cission critique nécessaire pour la formation d'une nouvelle variante est donnée par :

$$\tau^n = \tau_n^c + \sum_m H^{mn} f^m \quad (IV-4)$$

$\tau_n^c$  : correspond à la cission critique de formation de la variante  $n$  en absence d'autres variantes,

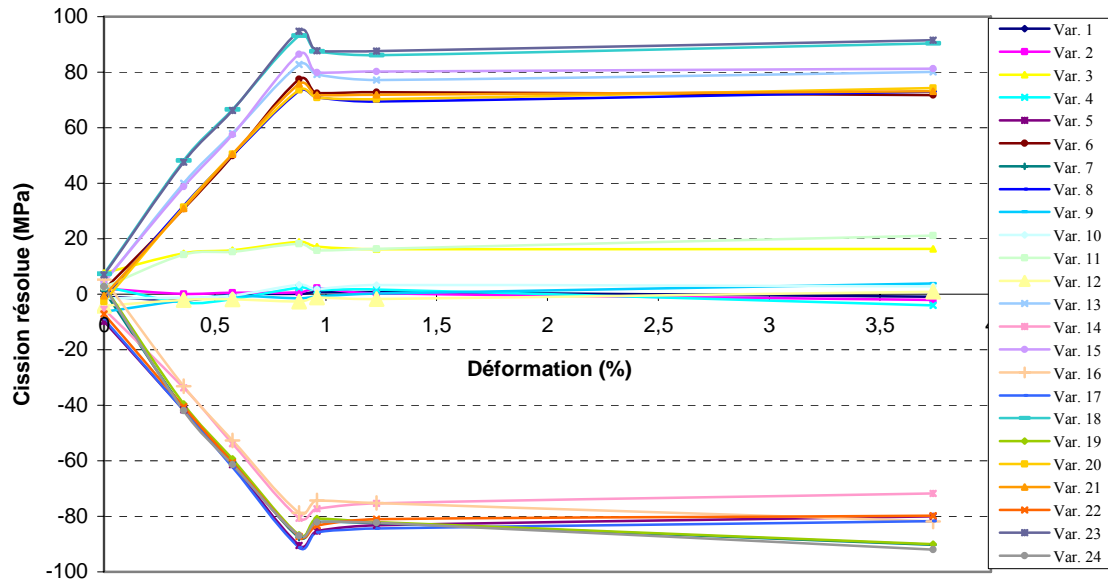
$H^{mn}$  : la matrice d'interaction entre les variantes,

$f^m$  : la fraction volumique de la variante  $m$ .

L'analyse multiéchelles réalisée dans cette étude permet la détermination expérimentale de la cission critique de transformation martensitique dans un grain de l'AMF Cu-Al-Be.

#### ***IV-4.2.1 Evolution des cissions résolues dans les éprouvettes monocristallines***

La figure IV-16 donne l'évolution des cissions résolues pour l'ensemble des variantes de martensite susceptibles de se former dans l'éprouvette monocristalline M2. Ces cissions sont déterminées en projetant sur la variante considérée le tenseur local de contraintes déterminé expérimentalement par DRX pour la phase austénitique.

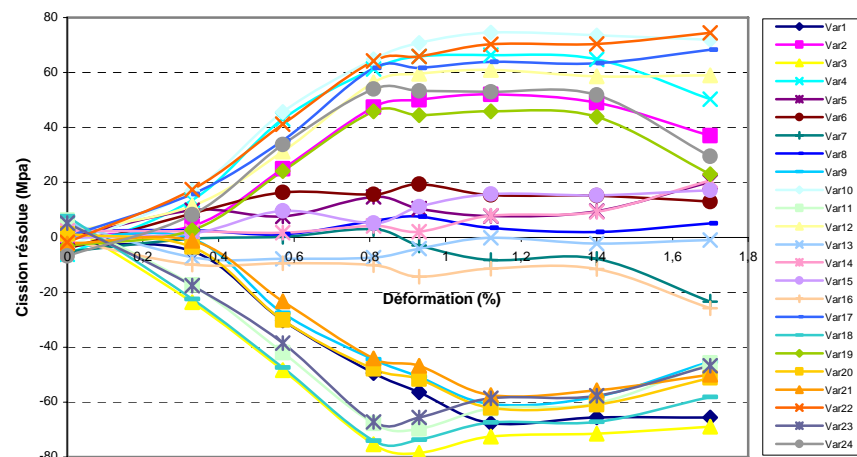
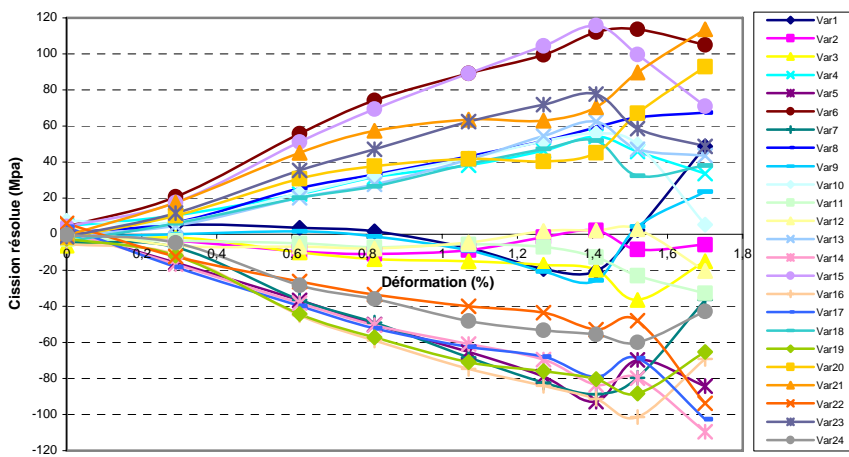
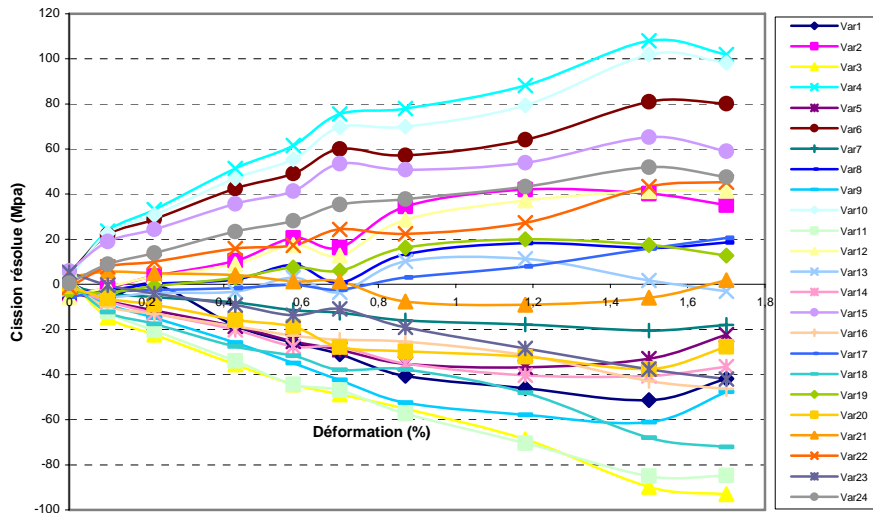


**Figure IV-16 : Evolution des cissions résolues en fonction de la déformation totale de l'éprouvette monocristalline M2.**

La numérotation des variantes utilisée dans cette partie reprend celle présentée dans les tableaux I-1 et III-2, qui donnent également les facteurs de Schmid des variantes, calculés d'après l'orientation cristallographique du monocristal. On observe une bonne adéquation entre les facteurs de Schmid calculés d'après l'orientation cristallographique et les cissions résolues déterminées expérimentalement. Les variantes Var. 23 et Var. 18 correspondent effectivement à la plus grande cission en traction, leur facteur de Schmid est le plus élevé et égale 0,49. La cission critique de transformation pour cette éprouvette est estimée à 95MPa. Nous pouvons remarquer également que les cissions résolues évoluent très peu après le début de transformation. Cela permet une détermination sans ambiguïté de la cission critique et confirme les observations microscopiques.

#### **IV-4.2.2 Evolution des cissions résolues dans les éprouvettes polycristallines**

Comme nous l'avons évoqué auparavant, six grains individuels appartenant à trois éprouvettes différentes (P1, P2 et P3), ont été analysés au cours de cette étude. L'évolution des cissions résolues des 24 variantes dans les trois grains de l'éprouvette P1 est reportée sur la figure IV-17.



**Figure IV-17 : Evolution des cissions résolues en fonction de la déformation totale de l'éprouvette polycristalline P1. (a) grain G1P1, (b) grain G2P1, (c) grain G3P1.**

Dans l'ensemble des trois grains de cette éprouvette, la bonne concordance entre les facteurs de Schmid calculés d'après l'orientation cristallographique et les cissions résolues déterminées expérimentalement est vérifiée.

Dans le grain G1P1 les deux variantes qui ont les cissions résolues les plus élevées sont respectivement Var.4 et Var.10 et elles correspondent effectivement aux variantes les mieux orientées par rapport à la direction de traction ( $R_{11}=0,42$  et  $R_{11}=0,38$ ). Tandis que la variante Var.3, par exemple, qui a un facteur de Schmid très faible ( $R_{11}=0,03$ ), sa cission résolue est proche de zéro. Ceci bien entendu est dû au fait que l'état de contrainte dans l'austénite dans ce grain est proche d'une traction uniaxiale quasi parfaite (Fig.IV-11).

La cission critique de transformation martensitique déterminée pour ce grain est estimée à 75MPa ; elle correspond à la cission résolue de la variante Var.4 pour une déformation  $\varepsilon=0,7\%$ . Ces résultats sont en accord parfait avec l'indexation de la trace de la variante apparue dans ce grain, déterminée à partir des observations microscopiques.

Les mêmes remarques sont valables pour le grain G2P1. Dans ce grain, les deux variantes qui ont les cissions résolues les plus élevées sont respectivement Var.6 et Var.15 et elles correspondent effectivement aux variantes les mieux orientées par rapport à la direction de traction ( $R_{11}=0,47$  et  $R_{11}=0,46$ ), tandis que pour les variantes Var.2 et Var.12, par exemple, les cissions résolues sont proches de zéro et correspondent aux variantes dont le facteur de Schmid est le plus faible ( $R_{11}=0,02$ ). La cission critique de la transformation martensitique déterminée pour ce grain est estimée à 74MPa, elle correspond à la cission résolue de la variante Var.6 pour une déformation  $\varepsilon=0,82\%$ . Cela est en plein accord avec l'indexation de la trace de la première variante apparue dans ce grain, déterminée à partir des observations microscopiques. Dans le grain G3P1, la variante la mieux orientée par rapport à la direction de traction dans ce grain est Var.10, son facteur de Schmid ( $R_{11}=0,49$ ). La cission critique de cette dernière au début de transformation ( $\varepsilon=0,81\%$ ) est 65MPa.

Contrairement au monocristal, où les cissions résolues restent quasi-constantes après le début de la transformation martensitique, ces dernières continuent à évoluer dans les grains des polycristaux. L'augmentation des cissions résolues dans le domaine biphasé traduit l'augmentation de la composante  $\sigma_{11}$  au cours de la transformation. Dans le domaine biphasé,

plusieurs variantes ont une cission qui dépasse la cission critique, mais ne s'activent pas. La cission critique n'est pas la même pour toutes les variantes, elle dépend de la cission critique de début de transformation dans le grain  $\tau_0$  ainsi que de la fraction volumique de la martensite formée  $f^m$ . L'effet de la présence d'une variante dans le grain et des interactions entre variante est donné par la matrice d'interaction  $H^{nm}$  [15].

$$\tau^n = \tau_0 + H^{nm} f^m \quad (\text{IV-5})$$

L'évolution de la cission critique d'apparition d'une variante n est donnée par :

$$\dot{\tau}^n = \sum_m H^{nm} \dot{f}^m \quad (\text{IV-6})$$

L'ensemble des résultats montre que le facteur de Schmid et les cissions résolues sont des éléments déterminants du début de transformation, mais l'évolution de la transformation dans le domaine biphasé peut être contrôlée par d'autres facteurs que nous allons essayer de mettre en évidence dans le paragraphe suivant (§IV-4.3).

#### **IV-4.3 Relation contrainte-microstructure**

Les résultats des chapitres III et IV permettent de mettre en évidence le comportement de l'AMF Cu-Al-Be et de relier son état mécanique à son évolution microstructurale et à ses paramètres cristallographiques. En effet, l'analyse de contraintes distingue parfaitement les différents domaines de l'évolution du matériau : le domaine austénitique, le début de la transformation martensitique et le domaine biphasé.

##### ***Influence de l'anisotropie élastique***

Comme nous l'avons vu, le domaine élastique est caractérisé par l'évolution linéaire de la composante  $\sigma_{11}$  du tenseur de contraintes dans les grains analysés en fonction de la déformation macroscopique. Dans les grains les mieux orientés par rapport à la direction de traction (grains G37P3 et G3P1 par exemple), cette évolution suit celle de la contrainte macroscopique  $\Sigma$ , et l'écart ( $\sigma_{11} - \Sigma$ ) reste quasi constant. Dans les grains moins bien orientés, cet écart augmente légèrement (grains G1P1 et G1P2 par exemple) et devient maximum pour les orientations [111] comme le grain G16P3. L'anisotropie élastique du matériau amplifie encore ce phénomène. Dans l'alliage étudié, le module d'Young E, dans la direction de traction, des grains proches de [111] est supérieur à celui des autres grains ( $E_{111} = 227,1 \text{ GPa}$ ,

$E_{001}=20,6\text{GPa}$ ). La déformation élastique du grain G16P3 est donc inférieure à la déformation élastique moyenne de l'ensemble de l'éprouvette. Cette hétérogénéité de déformation contribue également à l'augmentation de la contrainte locale dans les grains d'orientation [111].

À titre d'exemple, nous allons analyser les résultats des mesures de déformations dans les deux grains G37P3 et G16P3. Dans le grain G37P3 la direction de traction est proche de [001] alors qu'elle est proche de [111] pour G16P3. L'analyse monocristalline effectuée pour une déformation imposée de 1%, nous donne les tenseurs de déformation suivants, pour les deux grains :

$$\varepsilon_{G37P3}(1\%) = \begin{pmatrix} 0,22 & -0,08 & 0,01 \\ -0,08 & -0,12 & -0,04 \\ 0,01 & -0,04 & -0,08 \end{pmatrix} \cdot 10^{-2} \quad \varepsilon_{G16P3}(1\%) = \begin{pmatrix} 0,17 & -0,03 & 0 \\ -0,03 & 0,01 & 0 \\ 0 & 0 & -0,09 \end{pmatrix} \cdot 10^{-2}$$

De la même façon, pour une déformation de 1,4% nous obtenons :

$$\varepsilon_{G37P3}(1,4\%) = \begin{pmatrix} 0,32 & -0,10 & 0,19 \\ -0,10 & -0,18 & 0,05 \\ 0,19 & 0,05 & -0,09 \end{pmatrix} \cdot 10^{-2} \quad \varepsilon_{G16P3}(1,4\%) = \begin{pmatrix} 0,19 & -0,04 & 0,01 \\ -0,04 & 0,02 & -0,01 \\ 0,01 & -0,01 & -0,10 \end{pmatrix} \cdot 10^{-2}$$

Ces résultats confirment que le grain G37P3 se déforme plus facilement que le grain G16P3. L'application de la loi de Hooke définit des niveaux de contraintes différents pour ces deux grains. Pour 1% de déformation, la contrainte  $\sigma_{11}$  est égale à 70MPa pour le grain G37P3 alors qu'elle atteint 350MPa dans le grain G16P3. Il est important de vérifier pourquoi ce grain qui est largement plus chargé mécaniquement que le grain G37P3 reste dans un état totalement austénitique. L'activation d'une variante de martensite se produit quand la cission résolue sur cette variante atteint la cission critique de transformation. Le calcul des cissions résolues (sur les 24 variantes) montre que pour 1% de déformation imposée aucune variante n'atteint la cission critique de transformation (63MPa).

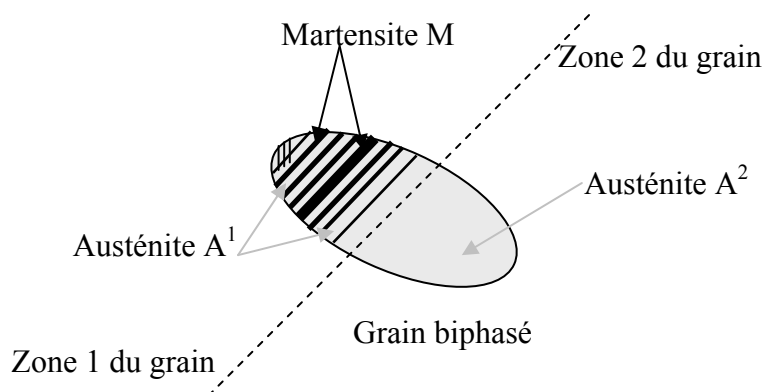
### ***Début de transformation***

L'apparition des premières plaquettes de martensite à l'intérieur d'un grain, se traduit par une variation très prononcée de l'évolution du tenseur de contraintes. La composante  $\sigma_{11}$  cesse de

croître ou même décroît légèrement et cela de façon indépendante de la contrainte macroscopique qui continue d'augmenter. Ce comportement local est très similaire à celui observé dans les monocristaux (voir figure IV-1 et IV-3). Deux hypothèses peuvent être formulées pour expliquer ce comportement :

- la déformation de transformation associée à la formation des premières plaquettes de martensite a pour effet de relaxer la contrainte moyenne dans le grain,
- la présence de martensite conduit à une redistribution des contraintes entre les deux phases.

L'analyse intragranulaire effectuée dans le grain G1P2 nous donne des informations supplémentaires. Nous avons observé que le comportement mécanique de l'austénite dans une structure lamellaire biphasée est différent de celui de l'austénite monophasée (figure IV-13). La contrainte déterminée pour l'austénite de la zone biphasée reste constante au cours du chargement, alors que pour l'austénite de la zone monophasée, elle continue de croître de façon linéaire.



**Figure IV-18 : Représentation des différents domaines du grain selon leur état de transformation**

Comme les résultats du chapitre III l'ont montré, la morphologie de la phase martensitique est très liée aux défauts de structure (et en particulier les joints de grains). Dans le cas du monocristal, le nombre de variantes apparues est très réduit et souvent avec un seul domaine de martensite. Cela n'est pas le cas pour le polycristal ; la présence des joints de grains empêche la croissance d'une seule plaquette et engendre la germination successive de plusieurs plaquettes de la même variante ou de plusieurs variantes. Cela nécessite de fournir une énergie supplémentaire par rapport au cas du monocristal pour lequel la contrainte de début de transformation ( $\Sigma^t$  et  $\sigma_{11}^t$ ) reste quasiment constante sur toute la transformation.



Le rôle des joints de grains dans le mouvement des interfaces et la différence de morphologie granulaire entre les éprouvettes à gros grains (P1, P2 et P3) et celle à petits grains (taille de grains différente et présence de plusieurs grains dans l'épaisseur de l'éprouvette à petit grains) permet d'expliquer plusieurs différences dans la transformation de l'éprouvette à petits grains par rapport à celles à gros grains :

- une contrainte seuil de transformation ( $\Sigma^t$  et/ou  $\sigma_{11}^t$ ) supérieure,
- une transformation moins localisée sur un (ou des) endroit particulier de l'éprouvette,
- un nombre de site de germination par la surface des grains supérieur et leur fraction surfacique inférieure,
- une fraction de martensite dans les grains individuels inférieure et la fraction totale ainsi que le nombre (ou la fraction) des grains transformés supérieure,
- un nombre de variantes activées par grain supérieur.

Les résultats du chapitre III ont montré également que la transformation martensitique dépend de plusieurs facteurs, autres que l'orientation cristallographique et la taille des grains (ou la présence des joints de grains). Ces facteurs sont essentiellement la morphologie des grains et l'état des grains voisins ainsi qu'une éventuelle présence de défauts de structure (décohésion intergranulaire) qui peut modifier complètement le mode de transformation et même voir l'orientation des variantes actives (grain G42P3 par exemple). Ces derniers agissent par une modification locale des champs de déformation et par conséquence des champs de contraintes et induire des hétérogénéités de contraintes locales très importante (à l'échelle microscopique ou mésoscopique), qui peuvent modifier la réponse du matériau.

#### **IV-4.4 Comparaison expérience-simulation**

Dans cette partie, nous allons comparer les résultats expérimentaux obtenus dans cette étude avec les résultats numériques fournis par deux modèles développés au LPMM. Ces deux modèles présentent l'avantage de fournir simultanément des grandeurs macroscopiques et des grandeurs locales à l'échelle du grain (variantes activées, déformation et contrainte moyenne dans le grain). C'est la particularité de ces deux modèles qui explique leur choix, pour effectuer cette comparaison expérience-simulation. Les modèles développés par d'autres équipes n'ont pas été pris en compte car, soit ils ne fournissent que des informations moyennes (comportement global [29], prédiction des surfaces de charge [30], évolution des textures [31]), soit ils décrivent des phénomènes plus locaux que ceux observés dans cette

étude (interface austénite/martensite) [32]. Le fait d'avoir dû travailler sur ces alliages de cuivre, pour obtenir une taille de grains suffisante pour permettre une analyse locale de contraintes, nous a limité également dans le choix des modèles, la plupart des modélisations étant appliquées à des alliages de NiTi. Les deux modèles retenus sont des modèles multiéchelles pour lesquels l'échelle locale est l'échelle cristallographique de la variante de martensite à l'intérieur du grain. Le passage de l'échelle locale à l'échelle macroscopique est réalisé de façon différente dans les deux modèles. Le modèle polycristallin développé par Entemeyer [3] considère le grain comme une inclusion homogène et réalise la transition d'échelle par une approche auto-cohérente. Ce modèle est bien adapté pour décrire le comportement de matériaux massifs. Niclaeys [2] et Ben Zineb [1] ont implanté la loi de comportement monocristalline dans le code d'éléments finis Abaqus® et utilisé cette approche numérique pour décrire le comportement de films minces. La géométrie des éprouvettes utilisées dans cette étude étant plus proche de celle modélisée par Ben Zineb [1] nous allons commencer par la comparaison avec les résultats de ce modèle.

#### *IV-4.4.1 Comparaison avec le modèle éléments finis*

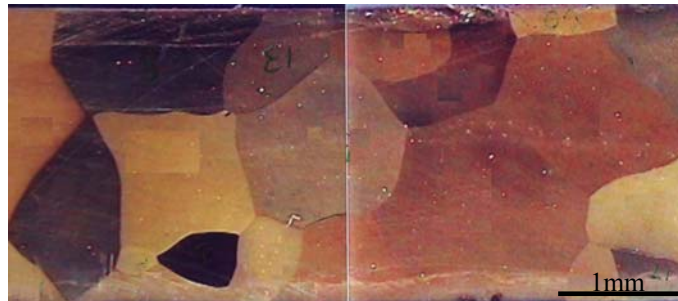
Le modèle éléments finis, présenté au paragraphe I-5.2 est a priori celui qui s'applique le plus directement aux observations effectuées dans cette étude. Niclaeys [2] a modélisé le comportement en traction uniaxiale d'un film mince de 0,1 mm d'épaisseur, contenant six grains d'orientations cristallographiques différentes. Le facteur de Schmid dans la direction de traction varie de  $R_{11}=0,49$  pour le grain le mieux orienté à  $R_{11}=0,21$ . Les grains ont une taille millimétrique du même ordre de grandeur que dans les éprouvettes polycristallines P1, P2 et P3 analysés dans cette thèse. Les résultats de la simulation numérique correspondent aux observations sur deux points importants :

- ils prédisent une initiation de la transformation au niveau des joints triples et des bords de l'éprouvette,
- ils prédisent également une localisation de la transformation dans des zones particulières de l'éprouvette, qui sont des zones regroupant les grains les mieux orientés par rapport à la direction de traction.

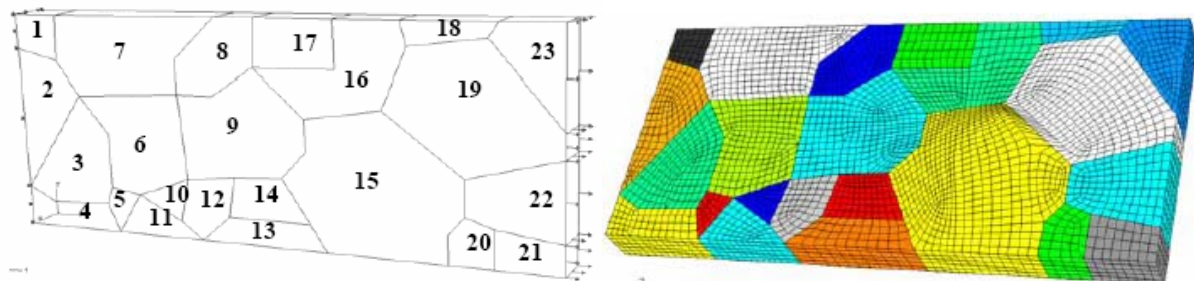
Par contre le modèle indique que le premier grain à s'activer est le mieux orienté et le dernier à s'activer est le plus mal orienté par rapport à la direction de traction. La correspondance est parfaite entre l'ordre (décroissant) du facteur de Schmid  $R_{11}$  et l'ordre d'apparition de la transformation dans ces grains. Ce résultat numérique n'est pas en accord

avec nos observations qui ont montré que des grains moins bien orientés peuvent se transformer en premier, influencés par la transformation des grains voisins. Cette déformation « précoce » est indispensable pour accommoder les incompatibilités de déformation. Cette différence entre modèle et expérience peut provenir du trop faible nombre de grains considérés dans les travaux de Niclaeys ou au choix des orientations cristallines des différents grains.

Le modèle éléments finis a été appliqué en utilisant des données issues d'une éprouvette réelle notée P4 (figure IV-19). Cette éprouvette, qui a subi les mêmes traitements que les éprouvettes P1 à P3 se compose de 23 grains d'une taille moyenne de 1mm. Il n'y a qu'un seul grain dans l'épaisseur de l'éprouvette. La dimension de la zone étudiée est de 14x6x1 mm<sup>3</sup>. La température de transformation M<sub>s</sub> de cette éprouvette, caractérisée par DSC, est de -87°C. Le maillage éléments finis a été réalisé en utilisant des éléments cubiques et tétraédriques isoparamétriques à interpolation linéaire [1]. Ce maillage a été réalisé de façon à conserver la forme des grains (figure IV-20). L'orientation cristallographique des grains a été déterminée par EBSD (Tableau IV-7).



**Figure IV-19 : Micrographie de l'éprouvette P4**



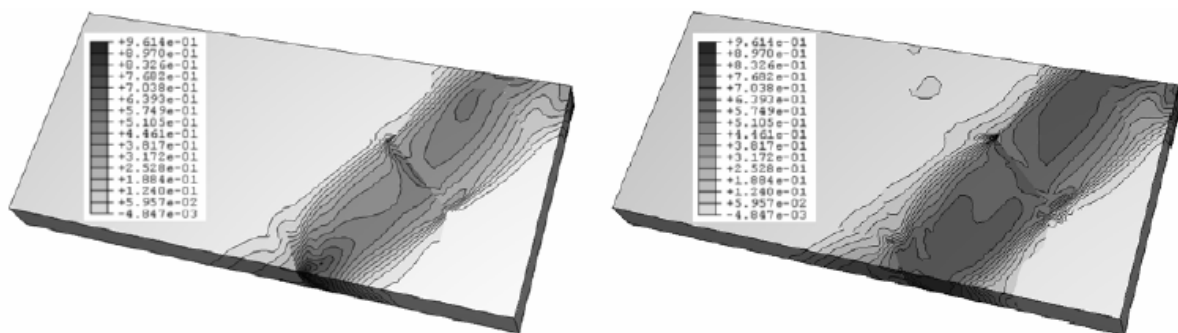
**Figure IV-20 : Forme des grains et maillage de l'éprouvette P4 [1]**

**Tableau IV-7 : orientation cristallographique des grains de l'éprouvette P4,**

$\varphi_1, \Phi, \varphi_2$  : les angles d'Euler

Grain	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$	$R_{11}$
1	301,7	24,6	76,1	0,42
2	218,7	34,4	4,5	0,33
3	62,2	45,5	62,3	0,32
4	222,7	35,9	88,5	0,32
5	65,5	41,8	57,2	0,33
6	61,4	46,3	63,6	0,32
7	49,6	35,6	38,2	0,47
8	71,7	17,1	76,6	0,40
<b>9</b>	224,1	30,3	13,0	<b>0,34</b>
10	343,3	20,7	30,6	0,50
11	63,3	41,4	59,0	0,33
12	222,3	31,8	15,3	0,34
13	54,8	41,1	27,9	0,42
14	351,5	23,4	17,4	0,50
<b>15</b>	6,4	26,8	87,0	<b>0,48</b>
<b>16</b>	226,6	28,1	13,1	<b>0,36</b>
17	168,8	29,6	85,2	0,50
18	345,9	13,8	23,5	0,50
<b>19</b>	335,9	18,3	32,8	<b>0,49</b>
20	76,2	40,5	76,2	0,27
21	174,7	17,1	19,3	0,50
22	73,6	41,8	79,0	0,26
23	336,7	16,3	32,3	0,50

Les grains 10, 14, 15, 17, 18, 19, 21 et 23 possèdent l'orientation la plus favorable par rapport à la direction de traction ( $R_{11}>0,48$ ). Les grains 20 et 22 sont les moins bien orientés ( $R_{11}<0,48$ ). La simulation numérique d'un essai de traction sur cette éprouvette montre que la transformation se localise dans les grains 15, 18, 19 et 23 (figure IV-21).



**Figure IV-21 : Evolution de la transformation martensitique au cours de chargement de l'éprouvette P4 [1]**

La simulation de l'état de contraintes dans les grains (figure IV-22-a) montre que la contrainte locale est plus faible que la contrainte appliquée dans les grains fortement transformés et très forte dans les grains peu transformés. Ce résultat concorde avec les

analyses de contraintes réalisées dans le présent travail. Résultats qui mettent en évidence une relaxation de la contrainte dans l'austénite lors de la formation de la martensite. Une analyse de contraintes a été réalisée sur le grain 9 de cette éprouvette. Ce grain est en position centrale dans l'éprouvette (ce qui explique son choix). Il est mal orienté par rapport à l'axe de traction ( $R_{11} > 0,34$ ).

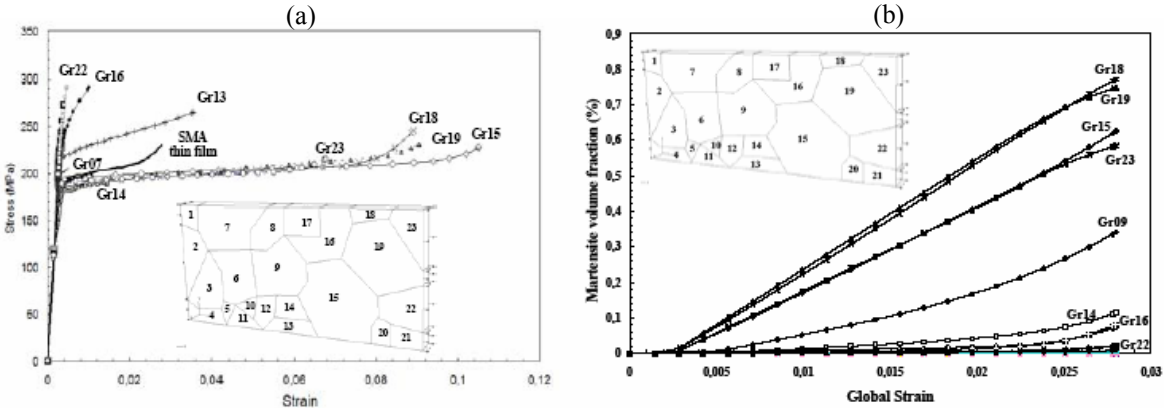


Figure IV-22 : Evolution de la contrainte (a) et de la fraction volumique de martensite formée (b) dans les grains de l'éprouvette P4 au cours de chargement [1]

L'analyse de contraintes par DRX (figure IV- 23) confirme que l'état de contraintes dans ce grain est très largement supérieur à la contrainte appliquée. L'observation métallographique (figure IV- 24) montre que pour une déformation globale de 2,8% la transformation est très importante dans les grains voisins 15 et 16 et que des variantes de martensite se forment dans le grain 9 au voisinage des joints de grains.

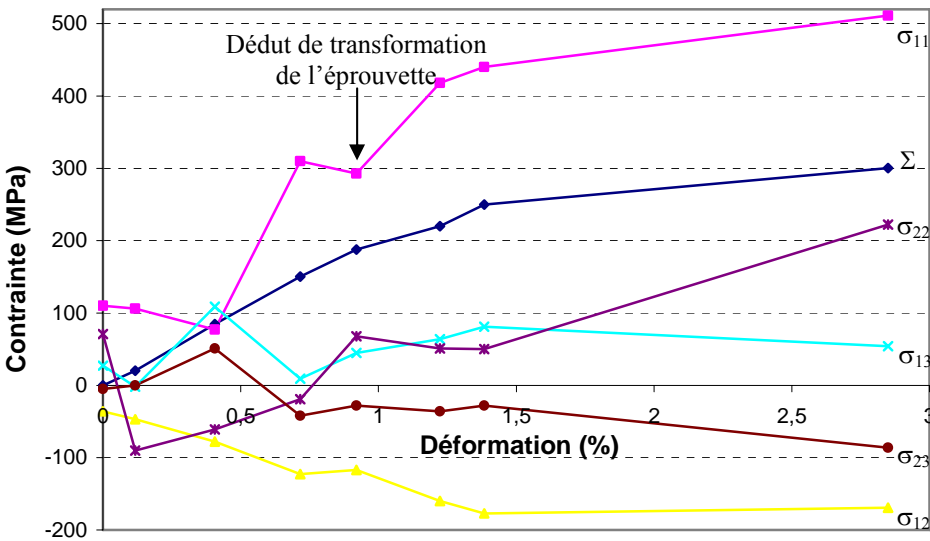
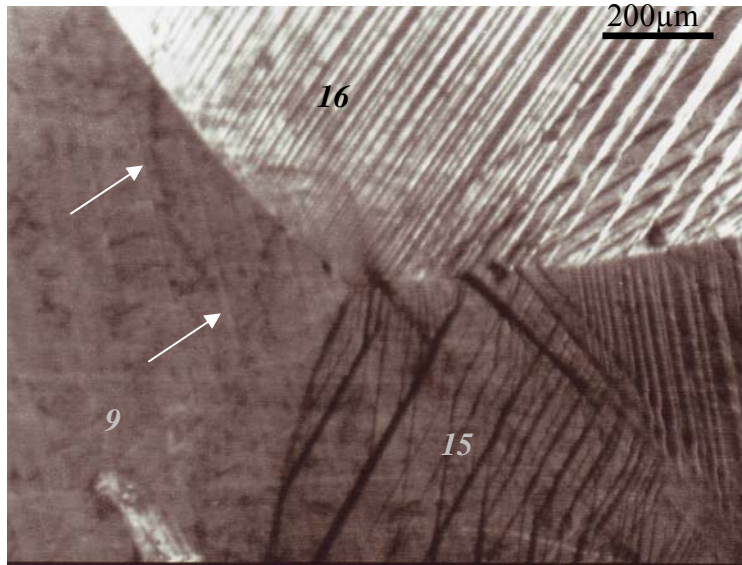


Figure IV-23 : Analyse de contrainte in situ dans le grain 9 de l'éprouvette P4

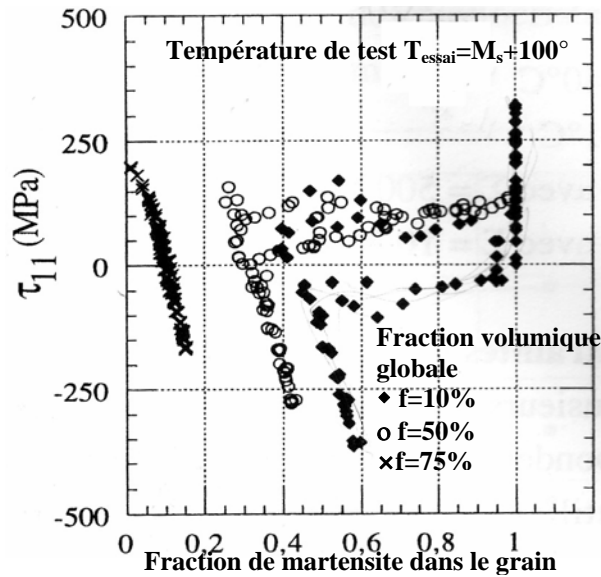


**Figure IV-24 : Etat de transformation des grains 9, 15 et 16 en fin de chargement ( $\epsilon=2,8\%$ )**

La présence d'une faible fraction de martensite est confirmée par la simulation numérique présentée en figure IV-22-b. Il est important de constater que les grains 14 et 21, pourtant bien mieux orientés que le grain 9 restent pratiquement austénitiques. Ces résultats montrent que les tendances données par la simulation par éléments finis sont en très bon accord avec les observations expérimentales. Il est nécessaire de poursuivre la confrontation modèle-expérience pour bien confirmer ce résultat et déterminer les limites de la modélisation.

#### *IV-4.4.2 Comparaison avec le modèle auto-cohérent*

Le modèle auto-cohérent appliqué aux alliages à mémoire de forme, montre que l'orientation cristallographique des grains est un paramètre déterminant du comportement. Les différences d'orientation conduisent à une forte hétérogénéité de contraintes entre les différents grains (figure IV-25).

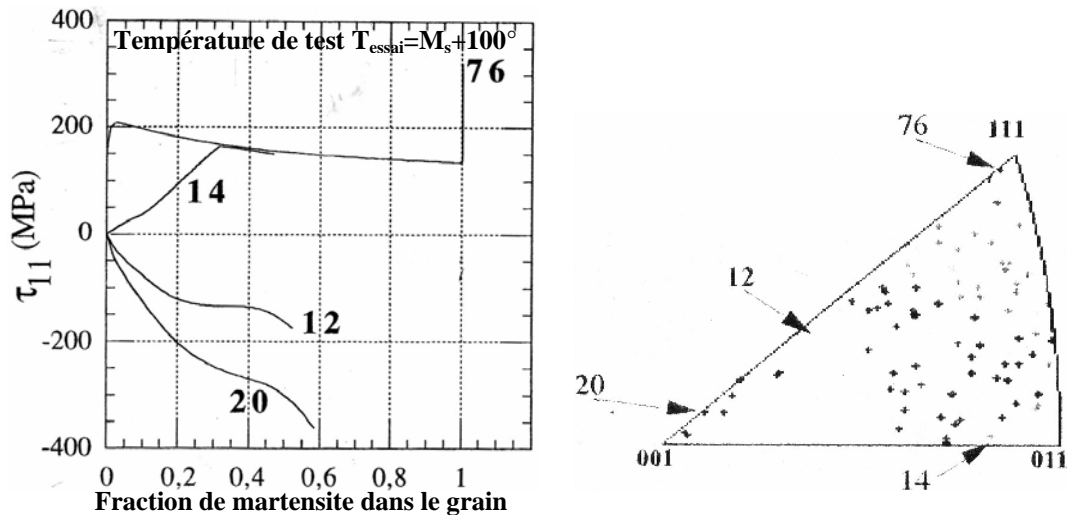


**Figure IV-25 : Etat de contraintes internes pour tous les grains constituant le polycristal en fonction de la fraction volumique de martensite dans le grain, dans un AMF Cu-Zn-Al [3]**

Le modèle indique que l'évolution de la contrainte dans un grain est fonction de l'orientation (figure IV-26).

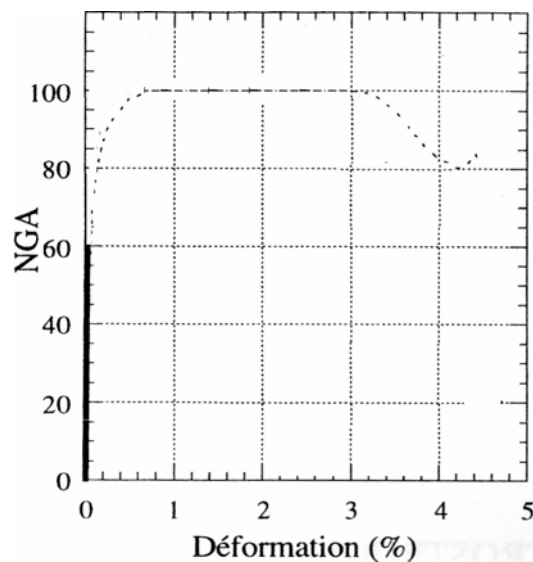
- les grains d'orientation proche de [111] sont très difficiles à transformer dans les AMF à base de cuivre, une forte contrainte de traction se développe dans ces grains.
- les grains proche de l'orientation [001] sont eux très faciles à transformer, ils sont cependant rapidement contraints par les grains voisins mal orientés, ce qui génère des contraintes de compression.

Cette tendance est tout à fait confirmée par les mesures de contraintes réalisées dans le présent travail. Le grain G16P3, proche de [111] se transforme très peu et la contrainte dans l'austénite atteint 400MPa pour une contrainte appliquée de 220MPa. Pour la même contrainte appliquée, l'austénite dans le grain G37P ne perçoit qu'une contrainte de 180MPa. On remarque toutefois que les valeurs théoriques sont bien supérieures aux valeurs mesurées. De la même façon, le modèle surestime largement les fractions volumiques de martensite formée.



**Figure IV-26 : Evolution de la contrainte interne  $\tau_{11}$  au cours du chargement pour des grains de différente orientation en fonction de la fraction volumique de martensite, dans un AMF Cu-Zn-Al [3]**

On note aussi que le modèle ne s'intéresse pas au comportement des grains dans le domaine élastique de l'éprouvette et suppose que la contrainte reste homogène dans ce domaine, ce qui est contredit par les résultats expérimentaux. Au niveau de l'évolution microstructurale dans les grains, le modèle proposé par Entemeyer prédit une transformation de l'éprouvette en trois étapes (figure IV-27) :



**Figure IV-27 : Evolution du nombre de grains en transformation au cours de chargement superélastique en traction uniaxiale, dans un AMF Cu-Zn-Al [3]**



- a) Initiation de la transformation : une première étape très rapide où tous les grains deviennent actifs rapidement, la déformation de transformation générée étant d'environ 0,4%,
- b) Transformation homogène : tous les grains sont actifs et les variantes apparues lors de la phase (a) croissent sans apparition de nouvelles variantes,
- c) Durcissement : le nombre de grains actifs diminue, quelque grains ne sont plus actifs parce qu'ils sont entièrement martensitique.

Les mesures ne distinguent pas ces étapes de la transformation martensitique. Les différentes phases de l'évolution de la transformation ne sont pas aussi différenciées et séparées l'une par rapport à l'autre. Les résultats obtenus montrent que le début de la transformation dans les grains ne se fait pas aussi rapidement, mais qu'il s'étale tout le long du chargement. Quand des grains qui se transforment le mieux arrivent à la saturation, d'autres grains (en général très mal orientés) sont encore austénitiques ou commencent leur transformation. En résumé, la transformation dans l'éprouvette est plus progressive.

Le modèle prédit également que le nombre de variantes actives par grain est faible. Cet effet est lié directement au pouvoir d'orientation de la contrainte macroscopique qui privilégie les variantes les mieux orientées. Pour une fraction globale de martensite de 75%, aucun grain ne possède plus de six variantes. Entre 2% et 3% de déformation de transformation (des valeurs comparables à celle des essais expérimentaux) le nombre de variantes actives par grain est moins de trois variantes (figureIV-29). Sur ce point, simulation numérique et expérimentation sont en parfait accord.

Une grande partie des divergences entre le modèle et l'expérience peut être reliée aux hypothèses de base du modèle :

- Comportement élastique isotrope,
- Déformation homogène à l'intérieur des grains,
- grains considérés comme inclusions dans le Milieu Homogène Equivalent.

Ces trois hypothèses ne sont pas vérifiées expérimentalement dans le cas présent. Les résultats expérimentaux ont mis en évidence et l'importance du rôle joué par l'anisotropie élastique et la forte hétérogénéité de déformation qui peut s'établir dans certains grains. La géométrie plane de l'éprouvette ne comportant qu'un seul grain dans l'épaisseur est mal adaptée à un traitement par le modèle auto-cohérent. Le modèle éléments finis du paragraphe précédent est

mieux approprié dans ce cas. L'introduction de l'anisotropie élastique s'impose pour rapprocher encore plus le modèle éléments finis des conditions expérimentales.

#### **IV-5 Conclusion**

Nous avons pu mettre en œuvre un protocole expérimental qui a permis de suivre l'évolution et la redistribution des contraintes à différentes échelles dans l'AMF Cu-Al-Be au cours du chargement superélastique. Deux méthodes ont été utilisées : la méthode d'analyse monocristalline pour déterminer l'état de contrainte dans chaque grain et dans différentes zones du même grain et la méthode des  $\sin^2\psi$  pour déterminer les contraintes moyennes dans chaque phase. Ces analyses de contraintes sont couplées aux observations microscopiques présentées au chapitre III.

Les résultats des analyses monocristallines ont permis de caractériser le comportement individuel des grains du polycristal, de mettre en évidence l'effet de l'orientation cristallographique et de l'anisotropie élastique du matériau et de corréler l'évolution des contraintes dans le grain avec son évolution microstructurale. Les états de contraintes des grains d'une même éprouvette du polycristal Cu-Al-Be sont différents et dépendent de l'orientation cristallographique de chacun.

Même si la contrainte critique de transformation ( $\Sigma^t$  ou  $\sigma^t$ ) est différente d'un grain à l'autre la cission critique de transformation est la même pour les grain de la même éprouvette. L'apparition de la transformation martensitique dans un grain est accompagnée par une relaxation de contraintes et une redistribution intragranulaire. Les analyses intragranulaires réalisées révèlent une hétérogénéité de contraintes intragranulaire et une différence d'état de contraintes entre les zones selon leur état microstructurale, la contrainte de l'austénite dans les zones biphasées n'augmente guère, contrairement aux zones moins transformées du grain.

Dans le domaine biphasé, la contrainte moyenne dans l'austénite dans le matériau est inférieur à la contrainte macroscopique et la contrainte de la martensite. Cela conforte l'idée que l'austénite est la phase la moins dure et qui accommode plus facilement les déformations locales.

Les comparaisons de nos résultats avec les travaux semblables de simulation réalisés dans notre laboratoire montrent un très bon accord mais révèlent quelques insuffisances dans les modèles proposés, notamment dans la non prise en compte de l'anisotropie élastique du matériau et des interactions intergranulaires.

## Bibliographie

- [1] T. Ben Zineb, S. Berveiller, F. Meraghni, E. Patoor, « Identification du comportement local d'un grain dans un multicristal en alliages à mémoire de forme », Congrès Français de Mécanique, Université de Troyes (2005).
- [2] C. Nielaey, « Comportement des monocristaux en AMF. Application au comportement des polycristaux », Thèse ENSAM de Metz (2002).
- [3] D. Entemeyer, « Etude micromécanique du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme », Thèse université de Metz (1996).
- [4] H. Horikawa, S. Ichinose, K. Morii, S. Myasaki, K. Otsuka, « Orientation dependence of  $\beta/\beta'$  stress-induced martensitic transformation in a Cu-Al-Ni alloy », Metallurgical transactions. A, Vol. 19 (1986) pp. 915-923.
- [5] T. Ungar, H. Mughrabi, M. Wilkens, « Asymmetric X-Ray line broadening due to long-range internal stresses in deformed (001)-oriented copper single crystals », Proceedings of the Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science (1984) pp. 539-544.
- [6] M. Wilkens, « Determination of density and distribution of dislocations in deformed single crystals from broadened X-Ray diffraction profiles », Physica Status Solidi A, Applied Research, Vol. 2 (1970) pp. 359-370.
- [7] P. Sittner, K. Hashimoto, M. Kato, M. Tokuda, « Stress-induced martensitic transformations in tension/torsion of CuAlNi single crystal tube », Scripta Materialia, Vol. 48 (2003) pp. 1153-1159.
- [8] S. Hartmann, H. Ruppertsberg, « Thermal expansion of cementite and thermoelastic stresses in white cast iron », Materials Science and Engineering A., Vol. 190 (1995) pp. 231-239.
- [9] H. Ruppertsberg, « Stress fields in the surface region of pearlite », Materials Science and Engineering A, Vol. 224 (1997) pp. 61-68.
- [10] S. Hartmann, H. Ruppertsberg, « X-ray diffraction investigation of the thermoelastic strains in white cast iron », Materials Science and Engineering A, Vol. 208 (1996) pp. 139-142.
- [11] M. Bellassel, « Etude de la distribution des contraintes d'ordre I et II par diffraction des rayons X dans un acier perlitique », Thèse ENSAM Paris (1994).
- [12] Y. Higo, F. Lacroisey, T. Mori, « Relation between applied stress and orientation relationship of  $\alpha'$  martensite in stainless steel single crystals », Acta Metallurgica, Vol. 22 (1974) pp. 313-323.

- [13] P. Sittner, V. Novák, N. Zárubová, “Deformation by moving interfaces from single crystal experiments to the modeling of industrial SMA”, *International Journal of Mechanical Sciences*, Vol. 40 (1998) pp. 159-172.
- [14] J. Turki, D. Lohe, “Influence of orientation on the distribution of the load stress in coarse grains”, *Materials Science Forum*, Vol. 404 (2002) pp. 477-482.
- [15] E. Patoor, A. Eberhardt, M. Berveiller, “Micromechanical modelling of superelasticity in shape memory alloys”, *Journal De Physique IV* (1996) pp. 277-292.
- [16] Q.P. Sun, K. Hwang, S. Yu « Micromechanics constitutive modeling of transformation plasticity with shear and dilatation effect », *Advanced Applied Mechanics*, Vol. 31 (1994) pp. 249-298.
- [17] M. Tokuda, M. Ye, M. Takakura, P. Sittner, « Thermomechanical behavior of shape memory alloy under complex loading conditions », *International Journal of Plasticity*, Vol. 15 (1999) pp. 223-239.
- [18] T.E. Buchheit, S.L. Kumpf, J.A. Wert, “Modeling the stress-induced transformation behavior of shape memory alloy single crystals”, *Acta Metallurgica and Materialia*, Vol. 43 (1995) pp. 4189-4199.
- [19] Y.B. Xu, R.J. Wang, Z.G. Wang, “In-situ investigation of stress-induced martensitic transformation in the Ti-Ni shape memory alloy during deformation”, *Materials Letters*, Vol. 24 (1995) pp. 355-358.
- [20] P. Sedlák, H. Seiner, M. Landa, V. Novák, P. Sittner, L. Mañosa, “Elastic constants of bcc austenite and 2H orthorhombic martensite in CuAlNi shape memory alloy”, *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005) pp. 3643-3661.
- [21] S. Belkahla, « Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoire de forme basse température type Cu-Al-Be », Thèse de doctorat, INSA Lyon (1990).
- [22] P.L. Rodriguez, F.C. Lovey, G. Guenin, J.L. Pelegrina, M. Sade, M. Morin, “Elastic constants of the monoclinic 18R martensite of a Cu-Zn-Al alloy”, *Acta Metallurgica*, Vol. 41 (1993) pp. 3307-3310.
- [23] L. M’Cirdi, K. Inal, J.L. Lebrun, G. Barbier, “X-Ray intergranular stresses analysis in a cast duplex stainless steel”, *Materials Science Forum*, Vol. 347 (2000) pp. 247-252.
- [24] M.R. Berrahmoune, S. Berveiller, K. Inal, E. Patoor, “Residual stress state at different scales in deep drawn up of unstable austenitic steel”, 7<sup>th</sup> European Conference on Residual Stresses ECRS7 Berlin (2006).

- [25] P. Sittner, P. Lukás, V. Novák, M.R. Daymond, G.M. Swallowe, “In situ neutron diffraction studies of martensitic transformations in NiTi polycrystals under tension and compression stress”, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 378 (2004) pp. 97-104.
- [26] J.R. Patel, M. Cohen, “Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation”, *Acta Metallurgica*, Vol. 1 (1953) pp. 531-538.
- [27] S. Leclercq, C. Lexcellent, « A general macroscopic description of thermomechanical behavior of SMA », *Journal of mechanics and Physics of Solids*, Vol. 44 (1996) pp. 953-957.
- [28] E. Patoor, D.C. Lagoudas, P.B. Entchev, L.C. Brinson, X. Gao, « Shape memory alloys, Part I: General properties and modeling of single crystals », *Mechanics of Materials*, Vol. 38 (2006) pp. 391-429.
- [29] S. Leclercq, C. Lexcellent, “A general macroscopic description of the thermomechanical behavior of shape memory alloy”, *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, Vol.44 (1996) pp. 953-980.
- [30] C. Bouvet, « De l'uniaxial au multiaxial : Comportement pseudoélastique des alliages à mémoire de forme », Thèse de l'université de Franche-Comté (2001).
- [31] P. Thamburaja, L. Anand, “Superelastic behavior in tension-torsion of an initially-textured Ti-Ni shape memory alloy”, *International Journal of Plasticity*, Vol. 18 (2002) pp. 1607-1617.
- [32] M. Huang, X. Gao, L.C. Brinson, « A multivariant micromechanical model for SMA, Polycrystal model », *International Journal of Plasticity*, Vol. 16 (2000) pp. 1371-1390.

# Chapitre V. Analyse de contraintes au cours du cyclage de l'AMF Cu-Al-Be à gros grains

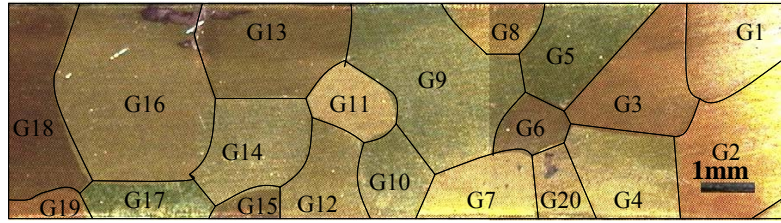
## Introduction

Il est bien établi que la transformation martensitique est à l'origine de la création de défauts linéaires (dislocations) observés dans la phase austénitique des AMF [1-4]. Ces défauts sont nécessaires pour générer les contraintes internes conduisant à l'effet double sens. En effet, des dislocations particulièrement orientées dans l'austénite créent un champ de contrainte favorisant la formation d'une variante particulière lors de la transformation martensitique obtenue par refroidissement. Mais dans un second lieu cela conduit à une diminution de cet effet double sens, à cause du niveau de déformation important et par conséquent à une fatigue du matériau. A cause de phénomène de fatigue, les applications industrielles de l'AMF Cu-Al-Be sont encore peu nombreuses. Les utilisations de cet alliage sont donc limitées à un certain nombre de cycles. Les contraintes internes peuvent donc jouer un rôle très important dans le comportement d'un AMF, d'où la nécessité de cette étude qui va porter sur l'analyse in-situ de l'évolution des contraintes dans un grain individuel de l'AMF Cu-Al-Be au cours d'un cyclage mécanique.

Dans ce chapitre nous allons suivre l'évolution du tenseur de contraintes de l'austénite dans un grain de l'éprouvette polycristalline de l'AMF Cu-Al-Be. Cette analyse de contraintes sera corrélée à l'évolution microstructurale au cyclage et permettra de calculer la cission critique de transformation à chaque cycle.

## V-1 Description des essais réalisés

L'éprouvette utilisée dans cette étude, nommée P5 (figure V-1), a la même composition chimique que les éprouvettes précédentes (P1-P4). Elle a subi les mêmes traitements thermiques, détaillés au chapitre II. Cette éprouvette contient, dans sa zone utile, 20 grains de taille millimétrique. Ces derniers ont été orientés par EBSD. Le facteur de Schmid ( $R_{11}$ ) des variantes de martensite susceptibles d'être activées est ensuite calculé à partir de ces orientations. Le tableau V-1 indique la valeur de ce dernier, relative à la variante la mieux orientée dans chaque grain.



**Figure V-1 : Micrographie de l'éprouvette P5**

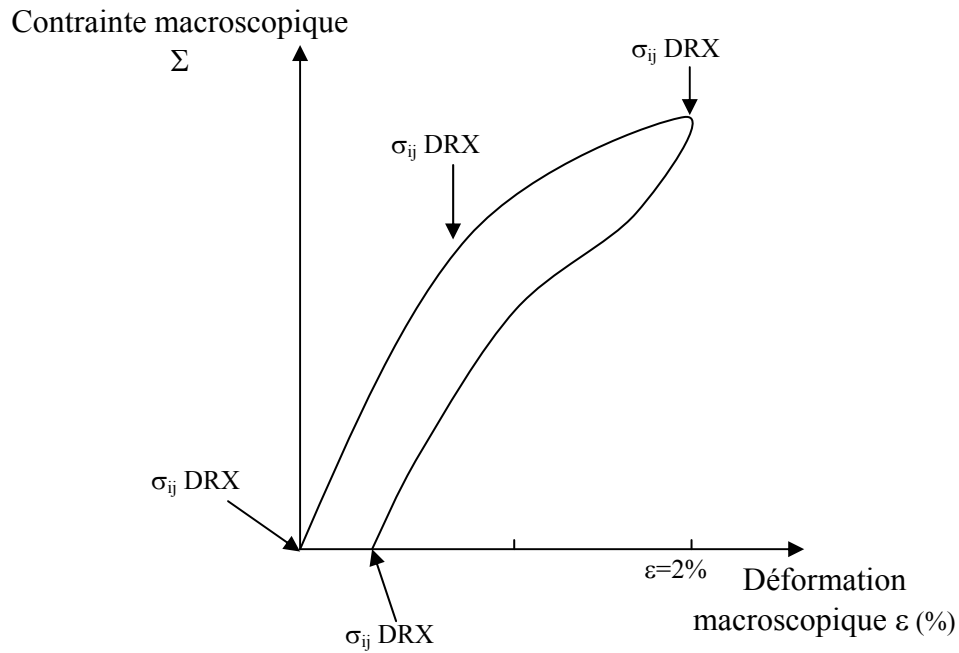
Les observations microscopiques in-situ montrent que la transformation martensitique s'amorce en premier dans le grain 16. Ce dernier est celui qui se transforme le plus en fin de chargement ( $f^m$  maximum). Nous n'avons pas pu faire une analyse de contraintes dans ce grain, du fait qu'il est excentré par rapport au faisceau de rayons X. Nous nous sommes donc focalisés sur un grain voisin, le grain 14 ( $R_{11}=0,40$ ), qui est parmi les grains qui se transforment en premier dans cette éprouvette.

**Tableau V-1 : Orientation des grains de l'éprouvette P5 et facteur de Schmid de la variante la mieux orientée dans chacun**

Grain	$\varphi_1$	$\Phi$	$\varphi_2$	$R_{11}$
1	63,3	42,7	37,1	0,42
2	302,4	46,1	32,1	0,39
3	168,9	41,2	48,7	0,40
4	217,9	31,3	10,5	0,31
5	338,5	19,9	89,7	0,49
6	72,0	38,7	30,8	0,42
7	185,1	34,6	88,9	0,48
8	76,5	45,5	14,8	0,37
9	130,5	13,5	88,9	0,39
10	174,4	12,2	65,0	0,46
11	166,4	26,1	12,8	0,49
12	122,8	26,1	83,3	0,37
13	64,5	35,6	55,5	0,35
<b>14</b>	<b>138,4</b>	<b>18</b>	<b>2,8</b>	<b>0,40</b>
15	68,6	38	45,3	0,38
<b>16</b>	<b>155,6</b>	<b>30,4</b>	<b>36,7</b>	<b>0,47</b>
17	149,4	10,6	24,8	0,49
18	47,5	41,0	31,4	0,41
19	321,4	39,3	38,7	0,48

Lors de cette étude, l'éprouvette a subi 120 cycles charge-décharge en traction uniaxiale à température ambiante. Ces essais de traction ont été réalisés sous microscope optique pour suivre l'évolution microstructurale de chaque grain et en particulier celle du grain analysé. La figure V-2 symbolise les différents points d'analyse par DRX dans ce dernier (grain 14).





**Figure V-2 : Représentation des différents points d'analyse de contraintes au cours d'un cycle de chargement de l'éprouvette P5.**

$\sigma_{ij}$  DRX : Les différents points d'analyse de contraintes par diffraction des rayons X dans le grain

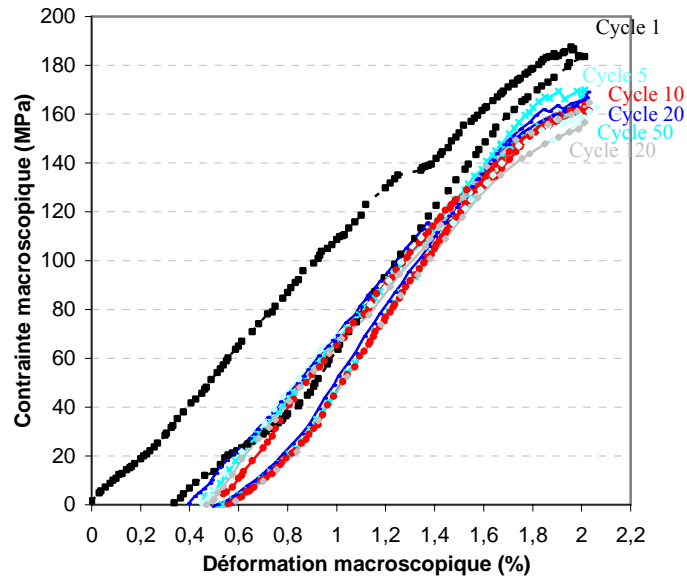
Les analyses de contraintes in situ dans le grain 14 sont donc réalisées :

- au début du cycle  $\varepsilon=0\%$ ,
- au début de la transformation dans le grain concerné  $\varepsilon \approx 1,25$  à  $1,60\%$ ,
- à la déformation maximale imposée à l'éprouvette  $\varepsilon \approx 2\%$ ,
- à la décharge de l'éprouvette en fin de cycle.

Les cycles concernés par les analyses de contrainte par DRX sont le 1<sup>er</sup>, le 5<sup>ème</sup>, le 10<sup>ème</sup>, le 20<sup>ème</sup>, le 50<sup>ème</sup> et le 120<sup>ème</sup> cycle.

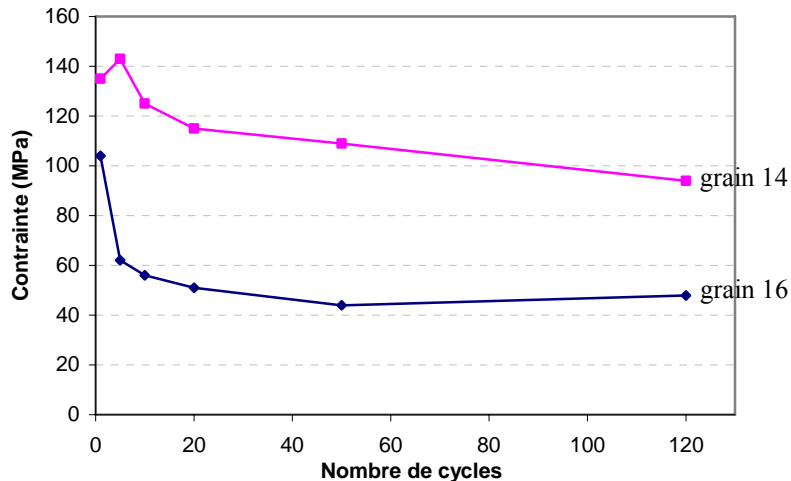
## **V-2 Comportement macroscopique de l'AMF Cu-Al-Be polycristallin au cyclage**

Au cours des 120 cycles de chargement réalisés sur l'éprouvette P5, nous avons suivi l'évolution de la contrainte macroscopique en fonction de la déformation de l'éprouvette. Les résultats obtenus sont représentés en figure V-3.



**Figure V-3 : Comportement macroscopique au cyclage de l'éprouvette P5**

Le cyclage réalisé produit une baisse de la contrainte macroscopique, pour la même déformation, au fur et à mesure des cycles effectués. Cette diminution est plus marquée au début de l'essai (entre le 1<sup>er</sup> et le 5<sup>ème</sup> cycle). Après le 5<sup>ème</sup> cycle, l'éprouvette présente une stabilisation de son comportement mécanique et les chargements qui suivent sont très proches. Par le biais des observations microscopiques nous avons pu déterminer la contrainte macroscopique de début de transformation dans l'éprouvette, correspondant localement au début de transformation dans le grain 16, premier grain à se transformer (figure V-4). Cela est valable pour les 120 cycles effectués. La contrainte seuil de transformation  $\Sigma^t$  de l'éprouvette au premier cycle est de 105MPa, elle baisse rapidement et passe à environ 60MPa, au 5<sup>ème</sup> cycle. Cette baisse est beaucoup moins marquée aux cycles suivants et on observe une stabilisation de cette contrainte autour de 50MPa. L'évolution de la contrainte macroscopique pour laquelle la transformation martensitique s'est amorcée dans le grain analysé par DRX (grain 14) a été également suivie et représentée sur la même figure V-4.



**Figure V-4 : Contrainte macroscopique de transformation  $\Sigma'$  des grains 14 et 16 de l'éprouvette P5**

La baisse de la contrainte de transformation est moins rapide dans le grain 14 que dans le grain 16. La différence entre les deux grains est due principalement à l'état de transformation et à la fraction de martensite formée dans les deux grains. La baisse de contrainte macroscopique est donc reliée à la moyenne de l'état mécanique de tous les grains de l'éprouvette (incluant une baisse plus marquée pour certains grains). Le cyclage a également induit une déformation résiduelle dans l'éprouvette. L'évolution de cette déformation est différente avec les cycles de chargement ; elle est importante au premier cycle ( $\epsilon_{res} \approx 0,33\%$ ), puis elle évolue très peu aux autres cycles. Elle est estimée à ( $\epsilon_{res} \approx 0,58\%$ ) en fin du 120<sup>ème</sup> cycle.

### V-3 Evolution microstructurale et analyse de contraintes internes

La procédure d'analyse de contrainte dans le grain 14 de l'éprouvette P5 est la même, que celle détaillée auparavant au chapitre IV. L'orientation du grain 14 a aussi été déterminée par DRX (tableau V-2).

**Tableau V-2 : Orientation du grain analysé (grain 14) de l'éprouvette P5**

{HKL}	<UVW>	<U'V'W'>
(0,35 0,93 0,01}	<0,60 -0,23 0,76>	<0,17 -0,26 -0,64>

Nous avons déterminé le tenseur de contraintes dans le grain 14 à l'état initial. Ce dernier montre qu'il y a peu de contraintes résiduelles, les différentes composantes du tenseur de contraintes sont faibles (<20MPa) :

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} -10 \pm 10 & -20 \pm 5 & 10 \pm 5 \\ -20 \pm 5 & 15 \pm 10 & 5 \pm 5 \\ 10 \pm 5 & 5 \pm 5 & 0 \end{pmatrix}$$

Lors de cette analyse nous avons utilisé l'hypothèse  $\sigma_{33}=0$  pour pouvoir calculer le paramètre de maille ( $a_0$ ) du matériau non contraint, qui sera ensuite utilisé comme paramètre de référence lors des analyses suivantes.

### V-3.1 Evolution microstructurale au premier cycle

Au cours du premier cycle, l'éprouvette se déforme élastiquement jusqu'à  $\varepsilon=0,96\%$  ( $\Sigma^I=105\text{MPa}$ ) où la première variante apparaît dans le grain 16 (figure V-4). Dans le grain 14, la transformation démarre pour une déformation  $\varepsilon=1,25\%$  et une contrainte  $\Sigma=135\text{MPa}$  (figure V-5).

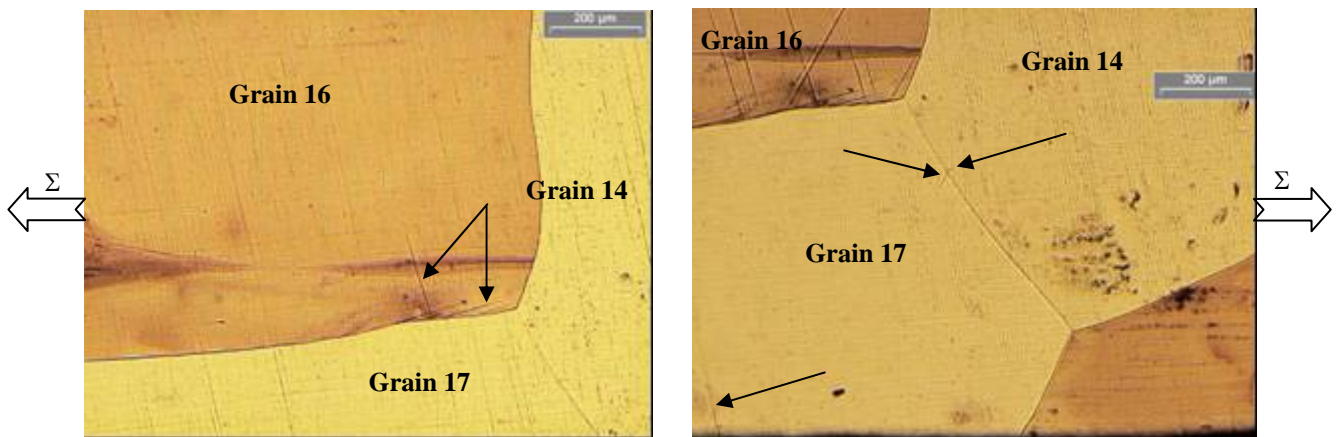


Figure V-5 : Début de transformation a) dans le grain 16  $\varepsilon=0,96\%$ ,  $\Sigma=105\text{MPa}$ , b) dans le grain analysé (grain 14)  $\varepsilon=1,25\%$ ,  $\Sigma=135\text{MPa}$

L'analyse de contraintes dans le grain 14 donne une valeur de la contrainte seuil de transformation, dans la direction de traction ( $\sigma_{11}$ ), légèrement supérieure à la contrainte macroscopique ( $\sigma_{11}-\Sigma \approx 15\text{MPa}$ ) :

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} 150 \pm 20 & -40 \pm 3 & 10 \pm 5 \\ -40 \pm 5 & 0 \pm 15 & 30 \pm 5 \\ 10 \pm 5 & 30 \pm 5 & 60 \pm 15 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

L'état de contrainte dans le grain est très proche de l'état de traction uniaxial, imposé par le chargement macroscopique. Néanmoins, nous observons une apparition de la composante  $\sigma_{33}$ , du tenseur de contrainte, qui n'est pas négligeable. Dans la mesure où la fraction de martensite est négligeable, cette contrainte ne peut pas donc être le résultat d'un changement de l'état de contraintes dans l'austénite piégée entre les variantes de martensite, proche de la surface irradiée (voir §IV-2). Cette apparition de la composante  $\sigma_{33}$  dans un grain austénitique, a été déjà rencontré lors de l'analyse sur le grain G3P1 (§ IV-2) mais en ce qui concerne ce grain 14, nous avons constaté un retour à 0 après décharge.

L'analyse de contrainte suivante a été réalisée à la déformation maximale imposée à l'éprouvette ( $\epsilon=1,95\%$ ,  $\Sigma=180\text{MPa}$ ). L'état de transformation global de l'éprouvette est montré en figure V-6. Le tenseur de contrainte dans le grain analysé (grain 14) est :

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} 170 \pm 20 & -55 \pm 5 & 0 \pm 5 \\ -55 \pm 5 & -45 \pm 15 & 50 \pm 5 \\ 0 \pm 5 & 50 \pm 5 & 35 \pm 15 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

La contrainte dans le grain, dans la direction de traction ( $\sigma_{11}$ ), augmente par rapport à celle analysée précédemment au début de transformation du grain. Cependant, et contrairement au point précédent, elle est inférieure à la contrainte macroscopique  $\Sigma$  ( $\sigma_{11}-\Sigma \approx -10\text{MPa}$ ). Ceci confirme les résultats du chapitre IV, concernant la relaxation des contraintes au début de la transformation martensitique dans un grain de l'AMF Cu-Al-Be. On constate une légère augmentation des valeurs des autres composantes du tenseur de contrainte. Néanmoins, elles restent relativement faibles ( $\leq 50\text{MPa}$ ).

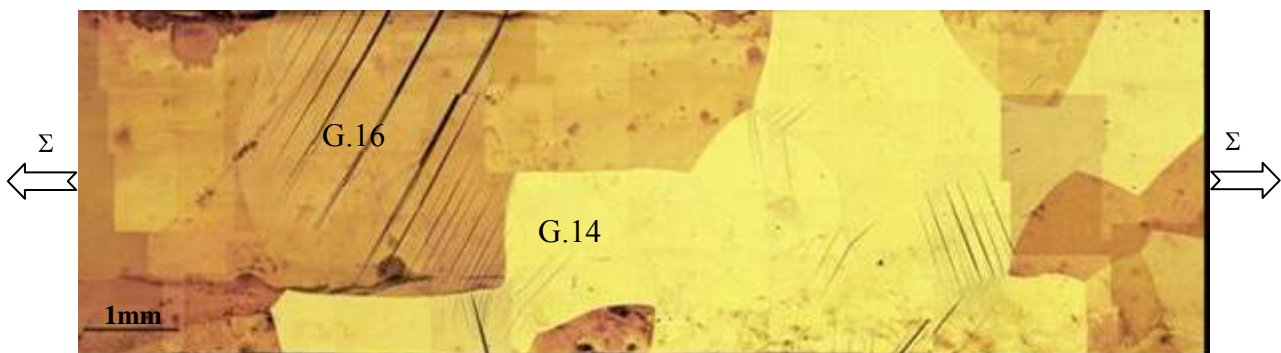
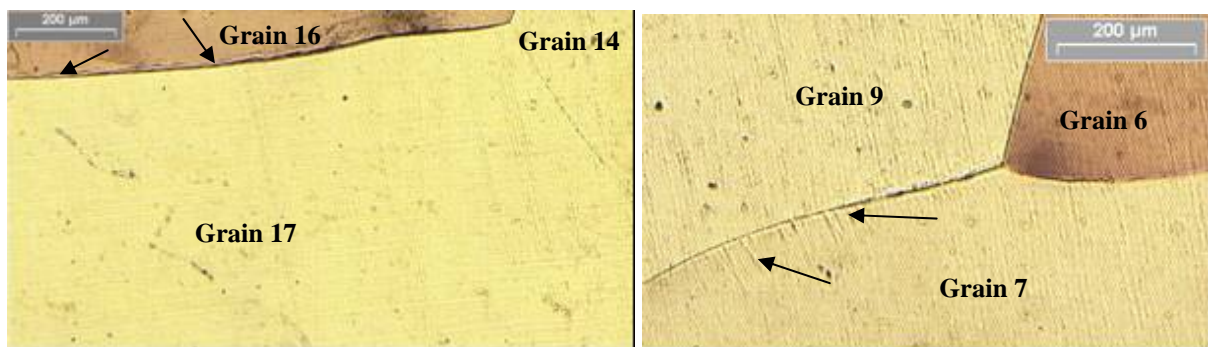


Figure V-6 : Évolution microstructurale des grains de l'éprouvette P5, au premier cycle au point d'analyse ( $\epsilon=1,95\%$ ,  $\Sigma=181\text{MPa}$ )

À la fin du premier cycle ( $\Sigma=0\text{MPa}$ ,  $\varepsilon_{\text{res}}=0,33\%$ ) les contraintes dans le grain sont très faibles et semblables à l'état initial :

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} -10 \pm 10 & -30 \pm 5 & 15 \pm 5 \\ -30 \pm 5 & -20 \pm 10 & 10 \pm 5 \\ 15 \pm 5 & 10 \pm 5 & 0 \pm 5 \end{pmatrix} \text{MPa}$$

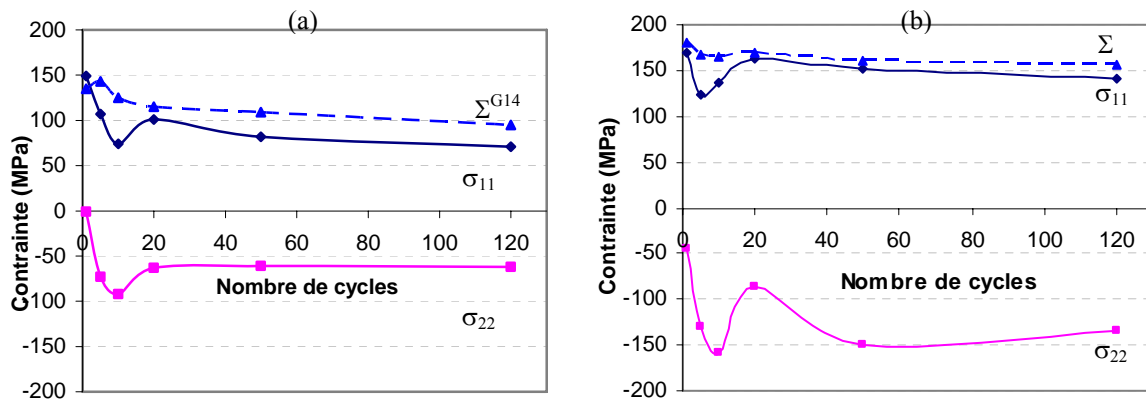
Ce retour à l'état initial est confirmé par l'absence de martensite résiduelle dans ce grain. Néanmoins, les observations métallographiques montrent la présence de martensite résiduelle dans le grain 16, qui est, rappelons-le, le grain qui s'est transformé le plus dans cette éprouvette au cours du premier cycle. La martensite résiduelle est présente, exclusivement, sur le joint de grains avec le grain 17. La même remarque est valable pour la martensite résiduelle présente dans le grain 7, sur son joint de grains (figure V-7).



*Figure V-7 : Présence de martensite résiduelle en fin du premier cycle  $\Sigma=0\text{MPa}$ ,  $\varepsilon_{\text{res}}=0,33\%$ ,  
a) dans le grain16, b) dans le grain7*

### V-3.2 Evolution des contraintes au cyclage

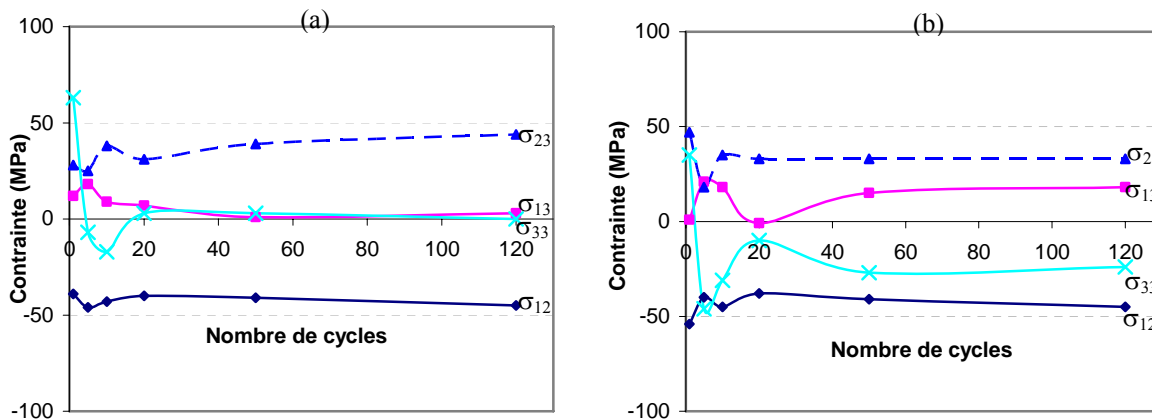
Dans le domaine biphasé, l'état de contrainte dans le grain analysé n'est plus un état de traction uniaxiale parfait. L'analyse de contraintes montre une baisse de la composante  $\sigma_{11}$ , par rapport au premier cycle, ainsi qu'une apparition de la composante  $\sigma_{22}$ . La figure V-8 présente l'évolution de ces deux composantes ainsi que celle de la contrainte macroscopique, relative à l'apparition de la transformation dans le grain analysé ainsi qu'au maximum de la déformation imposée, en fonction du nombre de cycles.



**Figure V-8 : Evolution de la contrainte macroscopique  $\Sigma$ , et des composantes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  du tenseur de contraintes dans le grain 14 au cours du cyclage**

*a) au début de la transformation, b) au maximum de la déformation imposée  $\varepsilon \approx 2\%$*

L'apparition d'une contrainte de compression dans la direction 2 ( $\sigma_{22}$ ) est très prononcée au cours du cyclage et en particulier lors des 10 premiers cycles. Les autres composantes du tenseur de contraintes n'évoluent guère au cyclage et restent quasi-constantes (figure V-9), la seule évolution observée est celle de  $\sigma_{33}$  entre le premier et le cinquième cycle, que ce soit au début de la transformation ou à la déformation maximale. Néanmoins, elle reste faible et inférieure en valeur absolue à 50MPa.

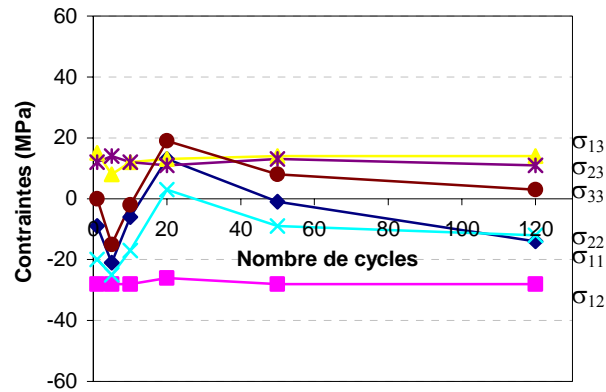


**Figure V-9 : Evolution des composantes  $\sigma_{12}$ ,  $\sigma_{13}$ ,  $\sigma_{23}$ , et  $\sigma_{33}$  du tenseur de contraintes dans le grain 14 au cours du cyclage**

*a) au début de sa transformation, b) au maximum de la déformation imposée  $\varepsilon \approx 2\%$*

Comme nous l'avons déjà évoqué, les observations métallographiques ne montrent pas de présence de martensite résiduelle dans le grain analysé (grain 14). Les analyses de

contraintes réalisées semblent confirmer ces observations. En fait, les contraintes résiduelles dans ce grain, à la fin de chaque cycle de chargement sont très faibles ( $\leq 20$ MPa) et n'évoluent quasiment pas au fur et à mesure des cycles effectués (figure V-10).



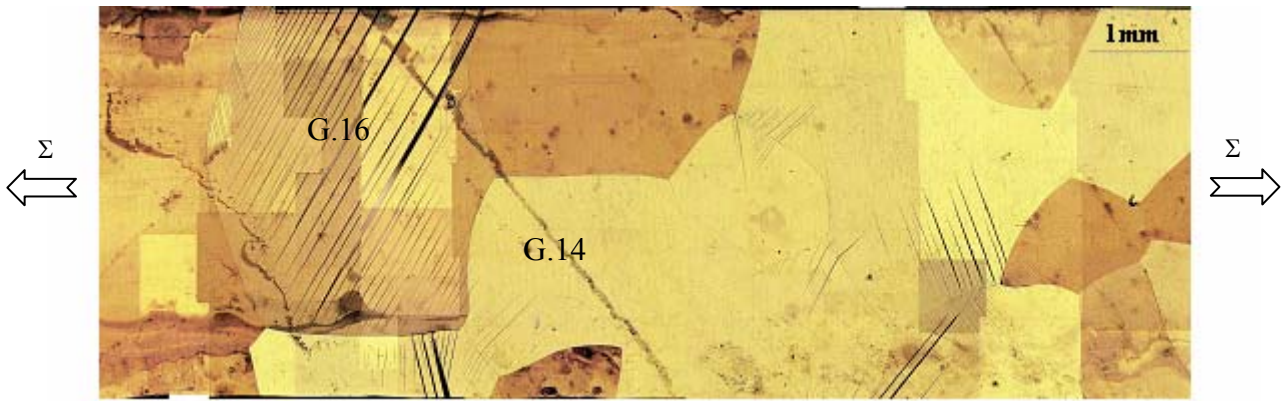
**Figure V-10 : Evolution des composantes  $\sigma_{ij}^{res}$  du tenseur de contraintes résiduelles dans le grain 14, à la fin de chaque cycle de chargement**

Tenant compte de l'évolution de la composante  $\sigma_{22}$  au cours de chargement, nous nous attendions à avoir une contrainte résiduelle dans la direction 2 ( $\sigma_{22}^{res}$ ) importante, et en particulier après le 10<sup>ème</sup> cycle. Cependant, cette dernière reste très faible. Ceci montre que l'apparition de cette composante ( $\sigma_{22}$ ) au cours du cyclage (figure V-8) n'est pas due à une modification du champ de contraintes résiduelles dans le grain. Cela laisse penser que l'apparition de cette composante ( $\sigma_{22}$ ) est due aux interactions intergranulaires et en particulier aux incompatibilités de déformations avec les grains 16 ( $R_{11}=0,47$ ) et 17 ( $R_{11}=0,40$ ) qui se transforment bien.

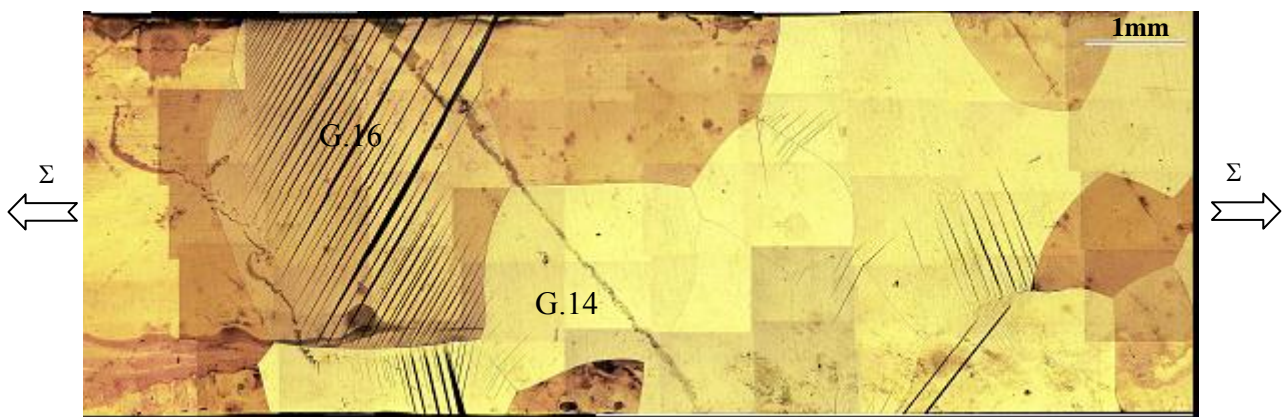
### V-3.3 Evolution microstructurale au cyclage

D'un point de vue qualitatif, la transformation martensitique est parfaitement reproductible au cours du cyclage. Le nombre de variantes activées dans chaque grain et leur orientation sont identiques à chaque cycle. Néanmoins, la fraction de martensite formée, à déformation égale de l'éprouvette, est différente entre les cycles, en particulier entre le premier et le cinquième cycle. Au delà, la microstructure de l'éprouvette change très peu entre les différents cycles, comme le montrent les figures V-11 et V-12 par comparaison avec la figure V-6.





**Figure V-11 : Évolution microstructurale des grains de l'éprouvette P5, au 5<sup>ème</sup> cycle au point d'analyse ( $\epsilon=2\%$ ,  $\Sigma=165\text{MPa}$ )**



**Figure V-12 : Évolution microstructurale des grains de l'éprouvette P5, au 120<sup>ème</sup> cycle au point d'analyse ( $\epsilon=2,01\%$ ,  $\Sigma=155\text{MPa}$ )**

La comparaison entre les figures V-6 et V-11 (et/ou V-12) montre clairement une différence de fraction de martensite formée entre les cycles réalisés. Cette dernière devient plus importante après le 5<sup>ème</sup> cycle. Nous rappelons que la déformation totale imposée est la même, mais la contrainte macroscopique est légèrement inférieure au 5<sup>ème</sup> cycle qu'au 1<sup>er</sup> (165MPa au lieu de 180MPa). On peut se demander : si la déformation imposée est la même, pourquoi la déformation de transformation ( $\epsilon^\dagger$ ), et par conséquent, la fraction de martensite formée dans l'éprouvette ne sont pas les mêmes.

L'augmentation de la déformation de transformation totale au 5<sup>ème</sup> cycle, par rapport au 1<sup>er</sup> cycle, peut être expliquée par la baisse de la contrainte seuil de transformation, qui passe de 105MPa au 1<sup>er</sup> cycle à 60MPa au 5<sup>ème</sup> cycle. Cette dernière change peu aux cycles suivants et c'est d'ailleurs le cas pour la fraction de martensite formée.

La déformation totale de l'éprouvette est donnée par :

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^t + \varepsilon^p + \varepsilon^{\text{res}}$$

$\varepsilon^e$  : déformation élastique

$\varepsilon^t$  : déformation de transformation

$\varepsilon^p$  : déformation plastique (négligeable dans les AMF Cu-Al-Be)

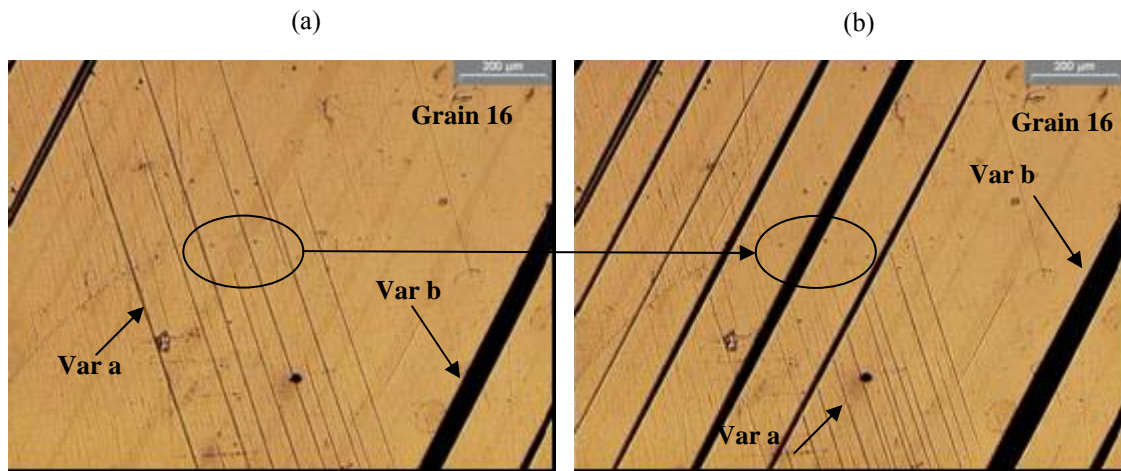
$\varepsilon^{\text{res}}$  : déformation résiduelle

Cela est valable pour chaque cycle et la déformation totale imposée est la même pour tous les cycles réalisés. L'écart des déformations élastiques de l'éprouvette entre le 1<sup>er</sup> et le 5<sup>ème</sup> cycle de chargement peut être donc donné par :

$$\begin{aligned} (\varepsilon_1^e - \varepsilon_5^e) &= \overbrace{(\varepsilon_5^t - \varepsilon_1^t)}^{\geq 0} + \overbrace{\varepsilon_5^{\text{res}}}^{\geq 0} > 0 \\ \Rightarrow \varepsilon_1^e &> \varepsilon_5^e \end{aligned}$$

La déformation élastique générée au 1<sup>er</sup> cycle est plus importante que celle générée aux cycles suivants. La réponse du matériau change suivant son état microstructural et la baisse de la contrainte seuil de transformation favorise la transformation martensitique au détriment de la déformation élastique de l'austénite.

Au cours de cette étude nous avons pu mettre en évidence un phénomène souvent présent dans les polycristaux, qui témoigne d'une hétérogénéité de contraintes intragranulaires, due à la création et la génération de variantes de martensite dans un grain. La figure V-13 montre deux micrographies prises sur la même zone du grain 16 lors d'un cycle de chargement (cycle 50). La première (V-13-a) est prise à une déformation  $\varepsilon=1,6\%$  et la deuxième (V-13-b) est prise à  $\varepsilon=1,8\%$ .



*Figure V-13 : Disparition d'une variante au détriment d'une autre dans le grain 16*

*(a)  $\varepsilon=1,6\%$ , (b)  $\varepsilon=1,8\%$ ,*

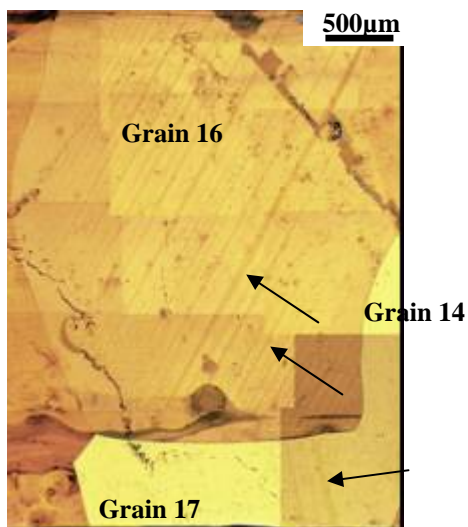
Sur la 1<sup>ère</sup> micrographie, on observe la présence de deux variantes, nommées Var a et Var b, dans cette zone du grain. Entre la première et la deuxième configuration, on observe une augmentation de la fraction de martensite formée, due bien évidemment au chargement mécanique imposé. Cette augmentation est engendrée par apparition de plaquettes de la variante b, tandis que la variante a disparaît. On observe une réorientation de plaquettes de la variante (a) qui prennent une orientation de la variante (b), ou qui disparaissent complètement. Des zones martensitiques redeviennent austénitiques au cours de chargement. Ce phénomène peut être expliqué par l'hétérogénéité de contrainte locale intragranulaire, qu'on a pu mettre en évidence lors de l'analyse intragranulaire dans le grain G1P2 (§IV-2-5). La redistribution des contraintes intragranulaires engendrée par l'apparition de plaquettes de martensite peut modifier localement le champ de contraintes et la cission résolue d'une autre variante. Cela conduit à une réorientation de martensite, voire une transformation inverse pour accommoder les incompatibilités de déformations locales. On note que la transformation par réorientation reste très faible par rapport à la transformation totale. Cela s'accorde parfaitement avec les prédictions d'Entemeyer [7].

### **V-3.4 Martensite résiduelle**

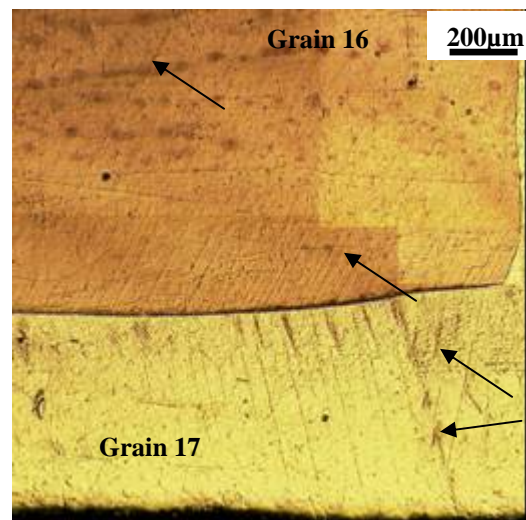
Les observations métallographiques ont révélé une modification de couleur des zones transformées, des grains de l'éprouvette (figure V-14). Cette modification a été observée à partir du 30<sup>ème</sup> cycle de chargement. Le contraste de couleur observé entre les zones transformées et celles restées austénitiques peut avoir deux origines différents :

- a- surfacique : formation d'une couche d'oxyde sur la surface, cette dernière peut disparaître dans les zones transformées, à cause de changement de phase, et laisse par la suite ce contraste de couleur.
- b- volumique : un léger changement de structure peut se produire, suite aux changements répétitifs de phase des zones transformées. Moreau [5] a montré que l'austénite cyclée a un réseau cristallin déformé, quand on relâche la contrainte. Sa maille n'est plus cubique mais tétragonale avec un rapport c/a qui peut aller à 1,006. Cette différence entre les deux austénites d'un même grain peut-elle donner naissance à cette différence de reflets de couleurs ?

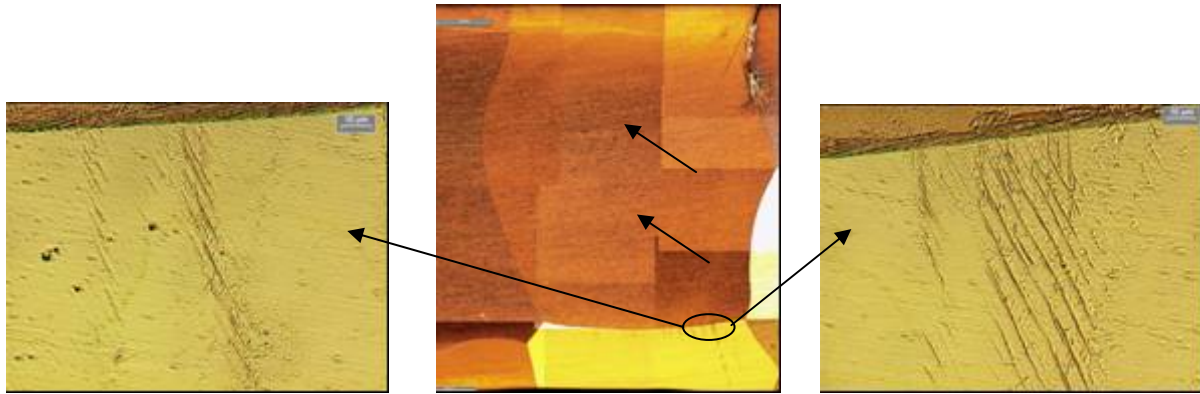
Pour vérifier la nature de ce phénomène, nous avons réalisé, en fin de cyclage, des polissages électrolytiques pour enlever la couche superficielle du matériau. Nous avons réalisé ensuite un polissage mécanique (pâte diamantée de 1 $\mu$ m) pendant 30 minutes. Un exemple de l'état des grains 16 et 17 est montré en figures V-15 et V-16.



*Figure V-14 : Modification d'apparence des zones transformées de l'éprouvette P5,  $\Sigma=0MPa$*



*Figure V-15 : Etat des grains après 1 minute de polissage électrolytique*



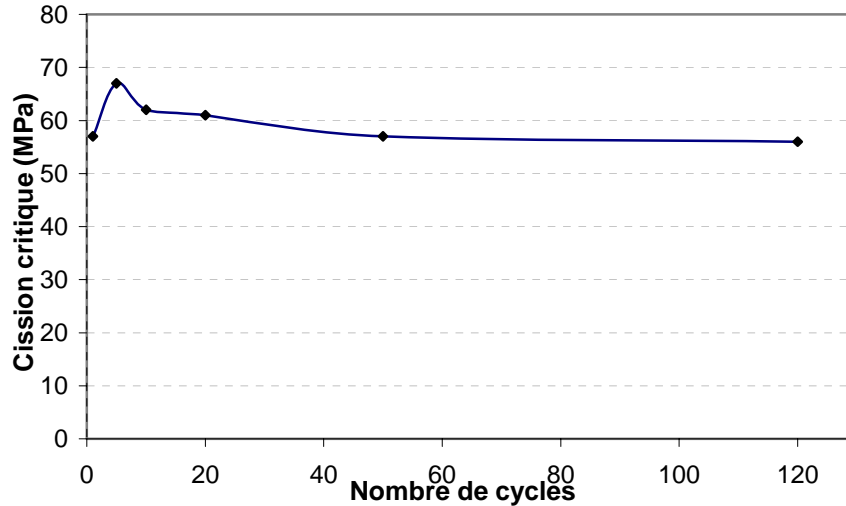
*Figure V-16 : Etat des grains après 30 minutes de polissage mécanique*

Même après les polissages électrolytique et mécanique, la différence observée entre la zone qui s'est transformée au cours du cyclage et celle restée austénitique ne semble pas disparaître complètement. Ce phénomène n'est pas dû simplement à des artefacts sur la surface mais peut être témoin d'un changement dans le volume, comme le montre les travaux de Moreau [5]. Nous restons tout de même prudents sur ce point car les essais EBSD que nous avons réalisé n'ont pas montré de différence d'orientation des lignes de Kikuchi entre les deux zones. Le grossissement de micrographies de certaines de ces zones du grain 17 montre la présence de plaquettes très fines de martensite résiduelle. Cette présence, dans les zones transformées des grains, peut également expliquer cet aspect visuel et le contraste observés sur les micrographies.

#### **V-4 Evolution de la cission critique de transformation dans le grain analysé**

Comme précédemment, les variantes apparues dans le grain analysé ont été indexées et la cission critique de transformation a été calculée. Les indices des 24 variantes susceptibles de s'activer étant connus, l'analyse in-situ a permis la détection de l'activation de la variante formée dans ce grain, ainsi que la connaissance du tenseur local de contrainte correspondant. La variante activée est celle qui a le facteur de Schmid le plus élevé ( $R_{11}=0,40$ ). La figure V-17 donne l'évolution de la cission critique de transformation  $\tau^c$  du grain analysé au cours des cycles de chargement.





*Figure V-17 : Évolution de la cission critique de transformation  $\tau^c$  du grain analysé au cours du cyclage*

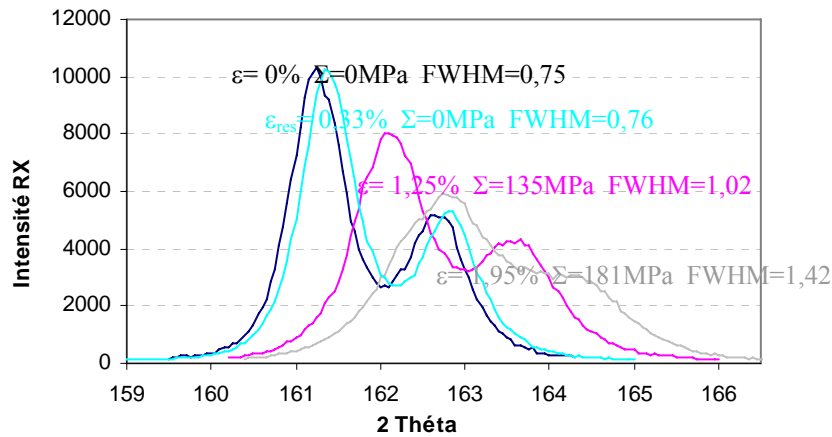
Hormis la fluctuation observée au 5<sup>ème</sup> cycle, les cissions critiques expérimentales évoluent peu et sont quasiment identiques. Elles sont comprises entre 55MPa et 65MPa, ce qui nous donne une valeur moyenne de  $\tau^c=60\pm 5$ MPa. La valeur de la cission critique de transformation lors du 5<sup>ème</sup> cycle a une valeur supérieure à la valeur moyenne. Néanmoins, cet écart reste dans l'intervalle d'incertitude de la technique utilisée et ne traduit pas un phénomène physique particulier.

La transformation martensitique s'amorce dans un grain quand il atteint sa cission critique de transformation ( $\tau^c \approx 60$ MPa). Cette dernière, qui est la même pour tous les cycles, dépend bien évidemment du tenseur de contraintes dans le grain  $\sigma_{ij}$ . Même si la contrainte dans le grain dans la direction de traction  $\sigma_{11}$  au début de transformation baisse en fonction des cycles réalisés, la cission critique reste constante. Cela confirme les résultats obtenus au chapitre IV. Ils montrent également que la cission critique de début de transformation  $\tau^c$  ne change pas au fur et à mesure des cycles effectués et reste le critère déterminant d'un départ de la transformation martensitique dans un grain de l'AMF Cu-Al-Be.

## **V-5 Evolution du profil des pics de diffraction**

Lors de cette étude, nous avons suivi l'évolution des pics de diffraction des plans cristallins {531}, à chaque point d'analyse au cours des 120 cycles réalisés. Un exemple de

l'évolution du pic (351) aux différents points d'analyse du 1<sup>er</sup> cycle de chargement est montré en figure V-19.



**Figure V-19 : Evolution des pics de diffraction du plan (351) du grain 14 au cours du 1<sup>er</sup> cycle de chargement**

FWHM : largeur à mi-hauteur (°), “Full Width at Half Maximum”.

Les quatre pics de diffraction correspondent à l'état initial, au début de la transformation martensitique dans ce grain, au maximum de la déformation imposée et à la fin du cycle respectivement. Comme nous l'avons déjà évoqué pour le monocristal, présenté en figure IV-2 (§IV-1), on observe, au fur et à mesure de la déformation :

- un décalage de la position de diffraction  $2\theta$ , dû à la variation de l'état de contraintes moyen dans le grain,
- une augmentation de la largeur à mi-hauteur (Full Width at Half Maximum FWHM) des pics de diffraction : il y a environ un rapport de deux entre la largeur du pic à l'état initial et celle au point d'analyse  $\epsilon = 1,95\%$ ,  $\Sigma = 180\text{MPa}$ .

L'augmentation de la largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics de diffraction est le résultat de deux contributions : l'une instrumentale et l'autre due au matériau. L'élargissement instrumental est fonction de l'angle de diffraction. Cette fonction est caractéristique de l'instrument utilisé et est due à la divergence du faisceau de rayons X, à la dimension finie de la source du faisceau, à la focalisation imparfaite, au fait que l'onde incidente n'est pas parfaitement monochromatique et à d'autres facteurs dépendant de l'instrument. L'élargissement issu du matériau est dû à l'augmentation de la densité des défauts de structure

dans l'austénite. Cet élargissement des pics de diffraction est directement lié à la distorsion du réseau cristallin [8, 9].

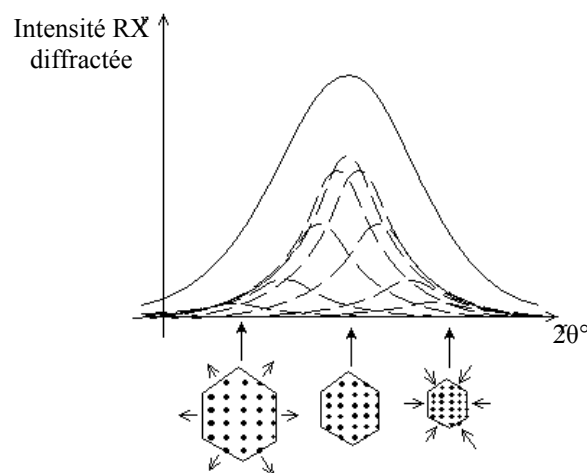
D'après la loi de Bragg, les variations de la distance interréticulaire dues aux déformations macroscopiques se manifestent par un déplacement des pics de diffraction (variation de  $2\theta$ ), tandis que les microdéformations se manifestent par un élargissement des raies. Les effets sont d'autant plus marqués que l'angle de diffraction  $2\theta$  est proche de  $180^\circ$  (ce qui est le cas dans cette étude).

Chaque grain du polycristal est subdivisé en domaines cohérents de diffraction, légèrement désorientés les uns par rapport aux autres, dont la taille est inférieure (ou au maximum égale) à la taille du grain [10]. Si maintenant chaque domaine est soumis à une contrainte différente, on a alors une juxtaposition des pics voisins (correspondant à chaque domaine) qui se superposent. C'est ce que l'on appelle les « microcontraintes » ou « les contraintes d'ordre trois,  $\sigma^{\text{III}}$  ». On a donc une répartition de contraintes qui peut être modélisée par une statistique normale, c'est à dire une loi gaussienne. Par rapport à un échantillon sans contrainte, l'augmentation  $H_g$  de la largeur à mi-hauteur qui vaut :

$$H_g = 5.e.\tan(\theta)$$

Avec :

$e$ : la moyenne quadratique des déformations  $\Delta d/d_0$ ,  $d_0$  étant la distance interréticulaire ( $H_g$  en radians).



**FigureV-20 : Largeur du pic : effet des microcontraintes, juxtaposition de plusieurs pics**



On constate que l'effet des microcontraintes sur l'élargissement est plus marquant lorsque l'angle de diffraction  $2\theta$  augmente. On constate aussi que plus les domaines sont petits, plus les pics sont larges. Cela traduit l'effet des hétérogénéités des contraintes intragranulaires dans le matériau. En première approximation, la taille moyenne des domaines cohérents de diffraction,  $D_s$  est fonction de la largeur à mi-hauteur, relative du pic de diffraction, d'après l'expression de Scherrer [11, 12] :

$$D_s = \frac{0,9 \lambda}{FWHM \cdot \cos \theta}$$

Avec :

$\lambda$  : la longueur d'onde des RX.

L'élargissement des pics de diffraction peut être dû à l'existence de micro-domaines de contraintes intragranulaires et aux hétérogénéités de contraintes dans le grain (voir § IV-2.5). La comparaison entre le profil de pic (351) à l'état initial et à la fin du cycle montre que ce dernier est quasiment identique dans les deux cas. L'augmentation de la largeur à mi-hauteur observée au chargement disparaît. Cela suppose que ce phénomène d'élargissement des pics de diffraction au cours du chargement superélastique de l'AMF Cu-Al-Be ne peut pas être dû à une déformation plastique (irréversible) du grain et peut être expliqué par la présence micro-contraintes (intragranulaires) générés par des déformation hétérogènes au sein du même grain et exacerbés par la mosaïcité du grain. En fait, le chargement superélastique génère une distorsion du réseau cristallin de l'austénite qui est le résultat d'une déformation hétérogène de l'austénite [4] et d'une rotation du réseau cristallin proche des joints de grains [13] et/ou de l'interface austénite-martensite. La mosaïcité cristalline existante dans le matériau à l'état initial joue un rôle amplifiant à ces phénomènes. Cette suggestion est difficile à valider avec les moyens dont on dispose et des analyses par microdiffraction et/ou des simulations des profils des pics sont nécessaires.

Contrairement aux résultats de Moreau [5] obtenus sur un AMF Cu-Al-Be cyclé 20fois ( $M_s = -20^\circ\text{C}$ ) (Figure V-21), les résultats obtenus au cours de cette étude ne montrent pas de changement significatif de la largeur à mi-hauteur FWHM des pics de diffraction ou une dégradation de leur qualité. Seul le décalage des pics en  $2\theta$  est observé, ce qui témoigne de la modification de l'état de contraintes dans le grain. Les figures V-22 à 23 montrent un exemple

de l'évolution du profil du pic (351) pour les différents points d'analyse au cours des 120 cycles réalisés.

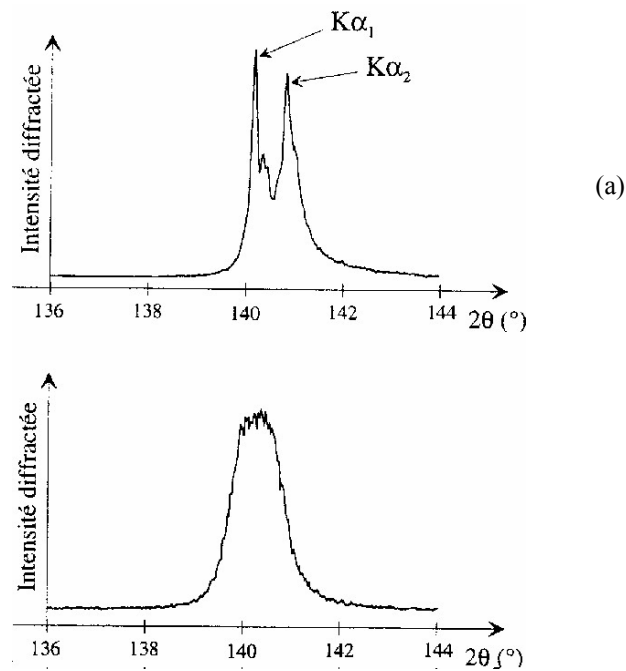


Figure V-21 : Evolution des pics de diffraction du plan (440) du grain analysé par Moreau [5], (a) avant cyclage, (b) après 20 cycles ( $\epsilon=4,5\%$ )

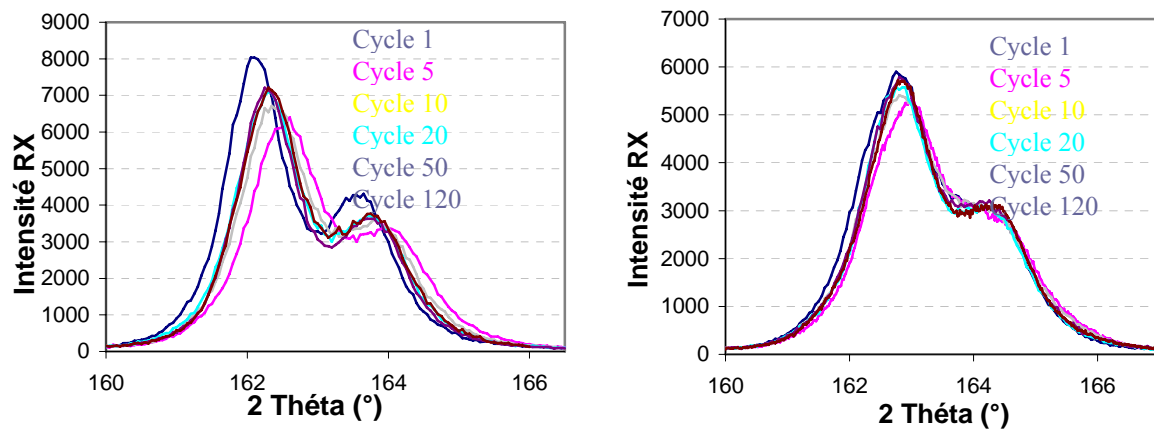
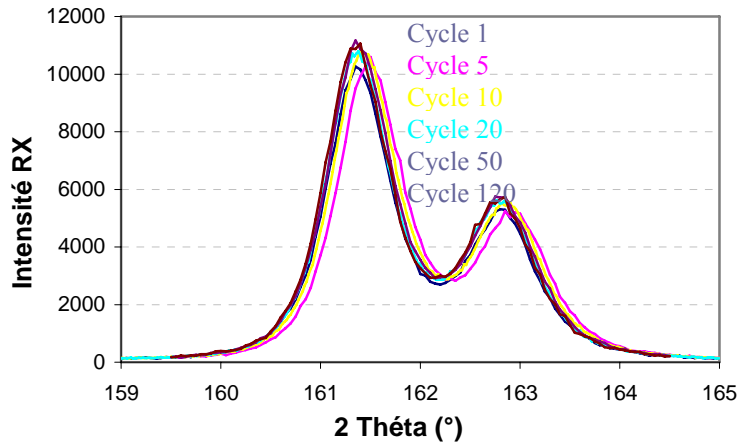


Figure V-22 : Evolution des pics de diffraction du plan (351) du grain 14 lors de chaque cycle de chargement

a) au point d'analyse correspondant au début de la transformation martensitique du grain,

b) au point d'analyse correspondant au maximum de déformation imposée ( $\epsilon \approx 2\%$ )



*Figure V-23 : Evolution des pics de diffraction du plan (351) du grain 14 au point d'analyse correspondant à la fin de chaque cycle de chargement*

Moreau [5] attribue l'élargissement des raies de diffraction du grain qu'il a analysé à la présence de défauts cristallins et pas à la présence de martensite résiduelle. La différence avec nos résultats peut être expliquée par la déformation élevée dans les tests de Moreau [5] (4,5% au lieu de 2% dans notre cas) et donc par une transformation martensitique supérieure dans ce grain. Malheureusement, il ne fait aucune allusion à l'état de transformation du grain qu'il a analysé, ce qui ne permet pas de faire une comparaison solide.

## V-6 Conclusion

L'étude réalisée dans cette partie de la thèse avait pour but de mieux comprendre l'évolution des contraintes internes dans les grains de l'AMF Cu-Al-Be au cours d'un cyclage mécanique et de leur effet sur la transformation martensitique. Nous avons réalisé 120 cycles de chargement et effectué des analyses de contrainte in-situ couplées à des observations microscopiques. Les résultats obtenus ont montré que les changements les plus marqués interviennent aux cours des premiers cycles. Par exemple, la contrainte macroscopique de transformation  $\Sigma^I$  diminue sensiblement entre le 1<sup>er</sup> et le 5<sup>ème</sup> cycle. Après le 5<sup>ème</sup> cycle, le comportement mécanique de l'éprouvette demeure stable. Cela est valable aussi pour l'évolution des contraintes internes analysées par diffraction des rayons X et/ou pour la fraction de martensite formée à chaque cycle. Les calculs des cissions critique de transformation dans le grain analysé confirment que même si la contrainte macroscopique de transformation et/ou la contrainte interne  $\sigma_{11}$  de transformation baissent au fur et à mesure des cycles, la cission critique reste identique pour chaque cycle et est le critère déterminant de la transformation.

## Bibliographie

- [1] D. Ríos-Jara, G. Guénin, « On the characterization and origin of the dislocations associated with the two way memory effect in Cu-Zn-Al thermoelastic alloys-I. Quantitative analysis of the dislocations », *Acta Metallurgica*, Vol. 35 (1987) pp. 109-119.
- [2] D. Ríos-Jara, M. Morin, C. Esnouf, G. Guénin, « Characterization of dislocations formed cyclical  $\beta_1 \rightleftharpoons \beta_1'$  martensitic transformations in Cu-Zn-Al alloys », *Scripta Metallurgica*, Vol. 19 (1985) pp. 441-446.
- [3] C. Mai, G. Guenin, M. Morin, F. Livet, P.F. Gobin, « Observation of dislocations in a  $\beta$  Cu-Zn-Al alloy before and after thermoelastic martensitic transformation by X-ray topography », *Materials Science and Engineering*, Vol. 45 (1980) pp. 217-220.
- [4] G.B. Rao, J.Q. Wang, E.H. Han, W. Ke, « Study of residual stress accumulation in TiNi shape memory alloy during fatigue using EBSD technique », *Materials Letters*, Vol. 60 (2006) pp. 779-782.
- [5] F. Moreau, « Etude par diffraction des rayons X des effets du cyclage pseudoélastique de l'alliage à mémoire de forme Cu-Al-Be », Thèse université de Metz (1998).
- [6] G. Rao, J. Wang, E. Han, W. Ke, « In situ observation of effects of stress induced martensitic transformation on fatigue behavior in NiTi shape memory alloy », *Jinshu Xuebao/Acta Metallurgica Sinica*, Vol. 38 (2002) pp. 575-582.
- [7] D. Entmeyer, « Etude micromécanique du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme », Thèse université de Metz, (1996).
- [8] M. Montagnat, P. Duval, P. Bastie, B. Hamelin, O. Brissaud, M. D. Angelis, J-R. Petit, V.Y. Lipenkov, « High crystalline quality of large single crystals of subglacial ice above Lake Vostok (Antarctica) revealed by hard X-ray diffraction », *Comptes-Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIA - Earth and Planetary Science*, Volume 333 (2001) pp. 419-425.
- [9] M.F. Ashby, « The deformation of plastically non-homogeneous alloys », *Philosophical Magazine*, Vol. 21 (1970) pp. 399-424.
- [10] L. Avril, « Elaboration de revêtements sur acier inoxydable, simulation de la fusion par irradiation laser, caractérisation structurale, mécanique et tribologique », Thèse ENSAM d'Angers (2003).
- [11] H.S. Peiser, H.P. Rooksby, A.J.C. Wilson, « X-ray diffraction polycrystalline materials », éd. Institute of Physics (1960) Chap. 17, pp. 409-480.
- [12] H.P. Klug, L.E. Alexander, « X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials », éd. John Wiley & Sons (1967) Chap. 9, pp. 491-538.

[13] F. Eberl, « Second order heterogeneities in a multocrystal : Experimental developments using X-rays diffraction and comparison with a finite element model », Thèse ENSAM Paris (2000).

## Conclusion générale

Ce travail de thèse a contribué à mettre au point une méthodologie expérimentale originale permettant d'accéder à des informations de contraintes locales à l'échelle du grain dans le polycristal. L'approche proposée combine différentes techniques d'analyses : observations microstructurales, caractérisation mécanique in situ, analyse de contrainte par diffraction des rayons X (DRX). Le travail a été réalisé sur un alliage à mémoire de forme superélastique de type Cu-Al-Be. L'analyse de contrainte a été exclusivement réalisée dans la phase austénitique pour des raisons liées au choix de la technique d'analyse.

Les résultats obtenus permettent d'associer l'état de contrainte dans l'austénite pour un grain d'orientation cristallographique connu avec le niveau de chargement macroscopique imposé à l'éprouvette et la morphologie de la transformation martensitique dans ce grain (nature des variantes formées, fraction volumique, répartition dans le grain). Pour parvenir à ce résultat tout à fait original, il a fallu surmonter de nombreuses difficultés expérimentales et méthodologiques :

- Les grains analysés doivent être de taille suffisante, c'est-à-dire être du même ordre de grandeur que la taille du faisceau de rayons X utilisé. Cela a nécessité la définition d'un traitement thermique adéquat pour les échantillons afin d'obtenir des grains suffisamment gros.
- Les grains analysés doivent présenter une déformation relativement homogène, pour conduire à des résultats significatifs, la localisation de la transformation dans une partie du grain conduisant en effet à un développement spectaculaire des contraintes intragranulaires.
- La préparation des échantillons réclame une très grande minutie, il faut d'une part disposer d'une surface parfaitement polie pour réaliser les observations métallographiques et en même temps éviter que les différentes phases de polissage ne laisse subsister des contraintes résiduelles parasites à même de perturber l'analyse de contrainte.
- La durée relativement longue des temps d'acquisitions nécessaires pour chaque point d'analyse limite fortement le nombre de grain pouvant être analysé dans

un échantillon et interdit ainsi la possibilité d'obtenir une cartographie en contrainte des échantillons.

En dépit de ces difficultés et des limitations techniques rencontrées, de nombreux résultats tout à fait originaux ont été obtenus. Certains ont conduit à affiner les techniques d'analyse de contrainte dans les matériaux biphasés, mais la plupart ont permis de mieux comprendre les mécanismes de sélection des variantes de martensite dans les alliages à mémoire de forme ou ont mis en évidence l'importance de paramètre comme la taille de grain, l'anisotropie élastique ou encore l'effet d'un cyclage mécanique.

En résumé, les principaux résultats obtenus sont les suivants :

- L'observation de la morphologie adoptée par la martensite dans les différents grains des échantillons observés a conduit à proposer la classification suivante pour le mode de transformation :
  - o Mode monocristallin : formation d'un domaine martensitique unique constitué d'une seule variante continue
  - o Mode monovariant : formation d'un domaine biphasé constitué d'une alternance d'austénite et de plaquettes de martensites d'une seule variante
  - o Mode polyvariant homogène : formation de plusieurs variantes dans le grain sans prédominance nette d'une variante sur les autres.
- Dans un grain donné, la valeur maximum du facteur de Schmid  $R_{11}$  joue un rôle primordial dans l'activation de la transformation. Les grains où la transformation se développe en premier sont sans surprise les grains où  $R_{11}$  peut prendre des valeurs fortes. Cependant, cette information est insuffisante pour déterminer l'ordre de transformation des grains dans le polycrystal, un grain possédant un facteur de Schmid maximum plus faible qu'un autre grain peut se transformer avant celui-ci.
- Dans les matériaux biphasés, pour déterminer l'état de contrainte dans l'une des deux phases il est préférable de choisir comme hypothèse de calcul l'invariance du paramètre de maille ( $a_0 = \text{cste}$ ) plutôt que de conserver l'hypothèse classique de nullité de la contrainte normale ( $\sigma_{33}=0$ )

- La formation de la première plaquette de martensite dans un grain, s'accompagne d'une relaxation significative de la contrainte déterminée pour l'austénite dans ce grain.
- Le développement de la transformation martensitique dans un grain se traduit par une redistribution des contraintes dans l'austénite des autres grains.
- L'anisotropie élastique joue un rôle très important dans la transformation martensitique des alliages cuivreux. L'analyse de contrainte a montré que cette anisotropie était responsable de la présence d'une forte hétérogénéité du champ de contrainte et cela dès les tous premiers stades de la déformation, avant même le début de la transformation. Les observations ont montré que cette distribution de contrainte joue un rôle non négligeable dans la sélection des variantes, il est donc très important de tenir compte de l'anisotropie élastique dans les modèles multiéchelles.
- L'existence de grains de très grande taille a permis de mettre en évidence l'existence d'une forte hétérogénéité intragranulaire de la contrainte dans l'austénite, cet effet semble d'autant plus important que la transformation se produit de façon non uniforme. Là aussi les implications sont importantes pour les modèles car ceux-ci font pour l'instant l'hypothèse que la contrainte est uniforme à l'intérieur des grains.
- Les résultats expérimentaux ont également mis en évidence une très grande différence de comportement entre les polycristaux à gros grains et les polycristaux à petits grains. Il n'a bien sûr pas été possible d'obtenir des informations concernant le niveau de contrainte local dans l'austénite des grains fins mais il a été observé que la transformation se produit essentiellement selon le mode polyvariant homogène, avec au maximum trois variantes par grain et une grande difficulté à transformer les grains de très petite taille qui restent austénitiques.
- Les résultats obtenus en cyclage semblent montrer que même si la contrainte locale critique de transformation décroît avec le nombre de cycles, la cission critique de transformation reste constante. Ce résultat tout à fait nouveau devra cependant encore faire l'objet de vérifications supplémentaires pour être



confirmé, car il n'a été établi que sur un seul grain, mal orienté par rapport à la direction de sollicitation de surcroît.

Comme dans tout travail à caractère expérimental, les résultats obtenus posent plus de questions nouvelles qu'ils n'apportent de réponses aux questions existantes. Ces résultats montrent cependant très clairement l'intérêt de combiner différentes techniques expérimentales dont l'analyse de contrainte par diffraction des rayons X. Ce travail montre également tout l'intérêt de poursuivre les efforts de développement dans la mise au point de nouvelles méthodologies de caractérisation multiéchelles du comportement des matériaux. Combiner des observations macroscopiques et des observations locales permettra de réaliser des avancées tout-à-fait conséquentes en science des matériaux. Les premiers résultats très partiels obtenus au cours de ce travail de thèse le démontrent clairement. Il reste maintenant à poursuivre l'effort réalisé au cours de ce travail en confortant les résultats obtenus, en particulier en ce qui concerne l'influence du cyclage mécanique, sujet qui s'annonce très prometteur en résultats originaux et qui permettra de mieux comprendre les mécanismes de fatigue dans les alliages à mémoire de forme.

L'utilisation des grands instruments à la place des moyens de diffraction X de laboratoire, permettra de disposer de faisceau plus puissant permettant de déterminer l'état de contrainte dans la martensite, d'obtenir des informations pour des fractions d'austénite plus faibles et de comparer les résultats obtenus en surface des échantillons avec ceux obtenus en volume. La thèse en cours de Benoît Malard apportera quelques éléments de réponse à ces problèmes. De même les possibilités offertes par l'utilisation de la microdiffraction Kossel actuellement développée au Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux permettra d'atteindre des échelles plus locales et d'obtenir des informations sur l'état de contrainte dans des grains fins, ou au voisinage de joints de grains ou de précipités. A une échelle plus macroscopique, l'utilisation couplée du banc multiaxial installé au LPMM en septembre 2006 et des moyens portables d'analyse de contraintes par DRX permettront d'étudier l'influence du mode de chargement.

Les premiers résultats issus de ce travail, joints à ceux qui seront réalisés dans les années à venir permettront d'obtenir les informations expérimentales nécessaires pour

améliorer les modèles de transition d'échelle actuellement utilisés, grâce à une meilleure compréhension des mécanismes et de l'importance relative de tel ou tel paramètre sur le comportement global des matériaux.

## **Annexe : Mesure de déformation et détermination des contraintes par diffraction des rayons X dans les monocristaux [1, 2, 3, 4]**

Après avoir orienté le monocristal ou le grain du polycristal à analyser et déterminé les positions  $(\varphi_i, \psi_i, 2\theta_i)$  de ses plans  $\{h_i k_i l_i\}$ , qui sont les plans  $\{531\}$  dans ce cas, il est possible de déduire le tenseur de contraintes à partir de ces données. La méthode d'analyse de contraintes consiste à déterminer la distance interréticulaire des plans cristallographiques et à en déduire les déformations. Le calcul nécessite la connaissance de la structure initiale du cristal. La méthodologie du calcul est la suivante :

Dans un repère orthonormé  $(i,j,k)$  le tenseur de déformation est défini à partir de la relation suivante :

$$dS^2 - ds^2 = 2\varepsilon_{ij} dx_i dx_j \quad (A-1)$$

Où  $ds$  et  $dS$  sont les distances séparant deux points voisins de coordonnées  $x_i$  et  $x_i+dx_i$ , avant et après déformation respectivement. Les éléments de longueur  $ds$  et  $dS$  peuvent être également exprimés à partir de trois vecteurs  $(e_1, e_2, e_3)$  ou  $(E_1, E_2, E_3)$  constituant une base du réseau cristallin non déformé ou déformé, respectivement. En notant  ${}^0g_{ij}$  le tenseur métrique fondamental associé à la base  $(e_1, e_2, e_3)$ , le module  $ds$  d'un vecteur du réseau non déformé de composante  $da^i$  est déterminé par :

$$ds^2 = {}^0g_{ij} da^i da^j \quad (A-2)$$

De même si l'on suppose la déformation homogène, et si l'on appelle  $g_{ij}$  le tenseur métrique associé à la base déformée  $(E_1, E_2, E_3)$ , le carré du module du vecteur déformé est donné par :

$$dS^2 = g_{ij} da^i da^j \quad (A-3)$$

Si  $N$  est la matrice de changement d'axes qui permet de passer du repère orthonormé  $(i,j,k)$  au repère  $(e_1, e_2, e_3)$  selon la relation matricielle  $(e_1, e_2, e_3) = (i,j,k) N$ , le tenseur des déformations s'écrit, dans la base  $(e_1, e_2, e_3)$  :

$$E = {}^tN \cdot N \quad (A-4)$$

${}^tN$  étant la transposée de la matrice  $N$ .

La relation (1) s'écrit alors, dans la base  $(e_1, e_2, e_3)$  :

$$dS^2 - ds^2 = 2E_{ij} da^i da^j \quad (A-5)$$

Des relations (2), (3) et (4), on obtient :

$$2E_{ij} = g_{ij} - {}^0g_{ij} \quad (\text{A-6})$$

Cette dernière équation montre que le tenseur des déformations du cristal se déduit directement de la détermination du tenseur métrique du cristal déformé (les paramètres du réseau), ce qui nécessite, dans le cas général, la mesure d'au moins six distances interréticulaires.

Dans le cas d'un cristal cubique, la matrice N est une matrice diagonale ayant ces trois termes égaux au paramètre de maille a. Le tenseur métrique  ${}^0g_{ij}$  est égal à  $a^2\delta_{ij}$ , où  $\delta_{ij}$  est le symbole de Kroneker. La relation (5) s'écrit, pour un cristal cubique :

$$2a^2\varepsilon_{ij} = g_{ij} - a^2\delta_{ij} \quad (\text{A-7})$$

Soit, 
$$g_{ij} = a^2(2\varepsilon_{ij} + \delta_{ij}) \quad (\text{A-8})$$

Il est préférable d'écrire la dernière équation dans l'espace réciproque. Sachant que la matrice des composantes du tenseur métrique associée à la base réciproque s'obtient par inversion de la matrice des composantes du tenseur métrique associé à la base directe et tenant compte du fait que les composantes du tenseur de déformation sont petites devant l'unité, cette équation permet d'écrire :

$$g^{ij} = a^{-2}(\delta_{ij} - 2\varepsilon^{ij}) \quad (\text{A-9})$$

Soit : 
$$\varepsilon^{ij} = (\delta_{ij} - a^2 g^{ij}) / 2 \quad (\text{A-10})$$

La détermination du tenseur de déformation se réduit donc à celle du tenseur métrique associé à la base réciproque du cristal déformé à partir de la relation utilisée pour le calcul des distances interréticulaires :

$$d_{hkl}^{-2} = g^{ij} a_i a_j \quad (\text{A-11})$$

Où  $d_{hkl}$  est la distance interréticulaire de la famille de plans (hkl) et les  $a_i$  ( $i=1,3$ ) les coordonnées du nœud hkl du réseau réciproque. Le calcul des composantes du tenseur métrique  $g^{ij}$  s'effectue donc par régression multilinéaire à partir du système d'équations représentées par l'égalité matricielle suivante :

$$\begin{pmatrix} d_1^{-2} \\ d_2^{-2} \\ d_3^{-2} \\ \dots \\ \dots \\ d_n^{-2} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} h_1^2 & k_1^2 & l_1^2 & 2h_1k_1 & 2k_1l_1 & 2h_1l_1 \\ h_2^2 & k_2^2 & l_2^2 & 2h_2k_2 & 2k_2l_2 & 2h_2l_2 \\ h_3^2 & k_3^2 & l_3^2 & 2h_3k_3 & 2k_3l_3 & 2h_3l_3 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ h_n^2 & k_n^2 & l_n^2 & 2h_nk_n & 2k_nl_n & 2h_nl_n \end{pmatrix} \begin{pmatrix} g^{11} \\ g^{22} \\ g^{33} \\ g^{12} \\ g^{23} \\ g^{13} \end{pmatrix} \quad (\text{A-12})$$

Le tenseur de déformation est alors déterminé à partir de la relation (9), ce qui permet de calculer le tenseur des contraintes à partir de la loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (\text{A-13})$$

Où  $C_{ijkl}$  est le tenseur de rigidité élastique du cristal.

Les valeurs de  $C_{ijkl}$  utilisées pour la phase austénitique sont :  $C_{11}=141,6\text{GPa}$ ,  $C_{12}=127,4\text{GPa}$  et  $C_{44}=94,2\text{GPa}$  [5].

Un système tel que (11) est soluble si les équations du système sont indépendantes les unes des autres, donc si son déterminant  $\det(a_{ij})$  n'est pas nul. Nous avons vérifié qu'en utilisant des plans de la famille  $\{531\}$  il existe toujours au moins six plans  $(h_i k_i l_i)$  qui assurent l'indépendance de ce système d'équation et l'existence d'une solution.

[1] L. M'cirdi, « Comportement et endommagement sous sollicitation mécanique d'un acier auténo-ferritique moulé vieilli », Thèse ENSAM de Paris (2000).

[2] P. Gergaud, G. Dour, K. Inal, J. L. Lebrun, « X-ray determination of stresses distribution in a coarse grained silicon billet » Advances in X-ray analysis, Vol. 39 (1996).

[3] L. Billouin, « Les tenseur en mécanique et élasticité », Ed. Jacques Gabay (1987).

[4] Z. Zou, « Détermination des déformations et des contraintes dans les matériaux monocristallins par diffraction des rayons X », Thèse ENSAM Paris (1994).

[5] S. Belkahla, « Elaboration et caractérisation de nouveaux alliages à mémoire de forme basse température type Cu-Al-Be », Thèse de doctorat, INSA Lyon (1990).

## **Analyse multiéchelles de la transformation martensitique induite par contrainte dans les alliages à mémoire de forme. Corrélation contraintes-microstructure**

RESUME : Les relations microstructure-propriétés sont au cœur de l'utilisation des matériaux modernes. Pour comprendre ces relations, des efforts considérables ont été réalisés au cours de ces dernières décennies pour identifier et décrire les principaux mécanismes à l'origine des différentes classes de comportement des matériaux. Les approches multiéchelles établissent la formation d'une très forte hétérogénéité du champ de contrainte à l'intérieur du matériau et cela même dans le cas de sollicitations imposées simples (traction uniaxiale) appliqués sur des matériaux macrohomogènes (polycristaux). Ce travail de thèse a contribué à mettre au point une méthodologie expérimentale originale permettant d'accéder à des informations de contraintes locales à l'échelle du grain dans le polycristal. L'approche proposée, combine différentes techniques d'analyses : observations microstructurales, caractérisation mécanique in situ, analyse de contrainte par diffraction des rayons X (DRX). Le travail a été réalisé sur un Alliage à Mémoire de Forme (AMF) superélastique de type Cu-Al-Be. De nombreux résultats tout à fait originaux ont été obtenus. Certains ont permis d'proposer des classifications des modes de transformation et ont conduit à affiner les techniques d'analyse de contrainte dans les matériaux biphasés, mais la plupart ont permis de mieux comprendre les mécanismes de sélection des variantes de martensite dans les alliages à mémoire de forme ou ont mis en évidence l'importance de paramètre comme la taille de grain, l'anisotropie élastique ou encore l'effet d'un cyclage mécanique.

**Mots clés:** alliage à mémoire de forme, contraintes internes, diffraction des rayons X, transformation induite par contrainte, microscopie.

### **Multiscales analysis of stress induced martensitic transformation in the shape memory alloys. Microstructure – stresses correlation.**

ABSTRACT : In order to understand the microstructure-properties relationship and describe the principal mechanisms at the origin of the various classes of materials behavior, several multi-scales models have been proposed. These approaches establish the generation of a very strong heterogeneity of the stress field on the material during the mechanical loading. On the polycrystals materials this heterogeneity exists even in the case of the uniaxial loading. This work contributed to develop an original experimental protocol making it possible to achieve internal stresses analyzes on the grain scale in the polycrystal. Suggested approach combines various analyzes techniques: microstructural observations, in situ mechanical characterization, stresses analyzes by x-rays diffraction (XRD). This work has been applied on the Cu-Al-Be superelastic Shape Memory Alloy (SMA). Several original results were obtained. Some allowed refining the stresses analysis techniques in two-phase materials and to propose classifications of the transformation modes in the Cu-Al-Be SMA, but the majority contributed to better understand the variants martensite selection mechanisms in the shape memory alloys or to highlight the role of some parameters as grain size, elastic anisotropy or the effect of a mechanical cycling.

**Keywords:** shape memory alloy, internal stresses, X-ray diffraction, stress induced martensitic transformation, microscopy.

