

Comportement et cinétique de transformation martensitique sous sollicitation multiaxiale des matériaux métastables

Mohamed Lakrit

▶ **To cite this version:**

Mohamed Lakrit. Comportement et cinétique de transformation martensitique sous sollicitation multiaxiale des matériaux métastables. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2016. Français. NNT : 2016BRES0021 . tel-02360083

HAL Id: tel-02360083
https://theses.hal.science/tel-02360083

Submitted on 12 Nov 2019

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.



THESE / UNIVERSITE DE BRETAGNE OCCIDENTALE

sous le sceau de l'Université européenne de Bretagne

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE BRETAGNE OCCIDENTALE

Mention : Mécanique des matériaux

Ecole Doctorale des Sciences de la Mer

présentée par

Mohamed LAKRIT

Préparée à l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme

Comportement et cinétique de transformation martensitique sous sollicitation multiaxiale des matériaux métastables

Thèse soutenue le 26 avril 2016
devant le jury composé de :

Christophe BOUVET
Professeur, Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'espace- Composites Materials and Structures / rapporteur

Michel CORET
Professeur, École Centrale de Nantes- L'Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique / rapporteur

Xavier BALANDRAUD
Professeur, SIGMA Clermont- Institut Pascal / Président du Jury

Georgios STAMOULIS
Maître de Conférences, IUT de Brest- IRDL / examinateur

Laurent PINO
Maître de Conférences, ENI de Brest- IRDL / encadrant

Sylvain CALLOCH
Professeur, ENSTA Bretagne- IRDL / Directeur de thèse

Shabnam ARBAB CHIRANI
Professeure, ENI de Brest- IRDL / Co-directeur de thèse

Table des matières

Introduction **1**

1 Matériaux métastables et leurs évolutions microstructurales **3**
1.1 Introduction . . . 5
1.2 Les aciers inoxydables métastables . . . 5
1.2.1 Les aciers inoxydables . . . 5
1.2.1.1 Les aciers ferritiques . . . 6
1.2.1.2 Les aciers martensitiques . . . 6
1.2.1.3 Les aciers austénitiques . . . 6
1.2.2 Les aciers austénitiques métastables . . . 8
1.2.2.1 Propriétés et applications . . . 9
1.2.3 La transformation de phase . . . 10
1.2.3.1 Facteurs influençant la transformation de phase : effet des additifs . . . 12
1.2.3.2 Effets sur les propriétés mécaniques et physiques . . . 13
1.2.4 Études uniaxiales et multiaxiales sur des aciers iTRIP . . . 14
1.3 Les alliages à mémoire de forme . . . 19
1.3.1 La transformation de phase . . . 19
1.3.2 Catégories des alliages à mémoire de forme . . . 23
1.3.2.1 Les alliages à mémoire de forme à base de nickel-titane 24
1.3.2.2 Les alliages à mémoire de forme à base de cuivre . . . 24
1.3.3 Applications industrielles des alliages à mémoire de forme . . . 25
1.3.4 Étude du comportement des alliages à mémoire de forme . . . 27
1.4 Techniques de suivi de transformation de phase . . . 33
1.4.1 Méthodes post-mortem . . . 33
1.4.1.1 Calorimétrie différentielle à balayage (Differential scanning calorimetry : DSC) . . . 34
1.4.1.2 Métallographie . . . 35
1.4.1.2.1 EBSD . . . 35
1.4.2 Méthodes in-situ . . . 37
1.4.2.1 Émissions acoustiques . . . 38
1.4.2.2 Méthodes magnétiques . . . 38
1.4.2.3 Diffraction de rayons X . . . 40
1.4.2.4 Diffraction de neutrons . . . 42
1.4.2.5 Dilatométrie . . . 44
1.4.2.6 Méthode de résistivité . . . 44
1.4.2.6.1 Facteurs influençant la résistivité . . . 45
1.4.2.6.1.1 Température . . . 45
1.4.2.6.1.2 Élasticité . . . 46

1.4.2.6.1.3 La plasticité 46
1.4.2.6.1.4 Transformation de phase 46
1.4.3 Bilan 46
1.5 Conclusion 48

2 Cinétique de transformation de phase dans des aciers austénitiques métastables 49
2.1 Introduction 51
2.2 Sollicitations uniaxiales et suivi de la transformation de phase 51
2.2.1 Moyens d'essai 52
2.2.1.1 Matériau 52
2.2.1.2 Dispositif expérimental 53
2.2.2 Exploitation des mesures de résistance électrique 55
2.2.3 Résultats expérimentaux 58
2.2.3.1 Influence de la température 62
2.2.3.2 Influence de l'élasticité et de la plasticité 64
2.2.3.2.1 Plasticité 64
2.2.3.2.2 Élasticité 65
2.2.3.3 Influence de la transformation de phase 66
2.2.4 Détermination de la fraction volumique de martensite 66
2.2.4.1 Influence de la loi de mélange 68
2.2.4.2 Comparaison avec d'autres méthodes 69
2.2.5 Bilan 70
2.3 Sollicitations complexes et suivi de la transformation de phase 72
2.3.1 Moyens d'essai 72
2.3.1.1 Matériau et éprouvette 72
2.3.1.2 Dispositif expérimental 73
2.3.1.3 Mesure de la déformation 78
2.3.1.3.1 Calibrage des mesures extensométriques et des mesures des capteurs vérin 79
2.3.1.4 Mesure de la résistance électrique 81
2.3.2 Exploitation des mesures de résistance électrique 83
2.3.3 Résultats expérimentaux 84
2.3.3.1 Pilotage des essais 86
2.3.3.2 Choix de la température d'essai 87
2.3.3.3 Essais de traction 87
2.3.3.3.1 Vérification de la mesure de déformation par le système GOM 87
2.3.3.3.2 Essai de traction à -35 °C 88
2.3.3.4 Essai d'écrouissage 91
2.3.3.5 Essai de torsion 93
2.3.3.6 Essais non proportionnels 95
2.3.3.6.1 Essai de traction-torsion 96
2.3.3.6.2 Essai de traction-torsion 98
2.3.3.6.3 Essai de torsion, traction 101
2.4 Conclusion 104

3 Cinétique de transformation de phase dans un alliage à mémoire de forme 107
3.1 Introduction . . . 109
3.2 Sollicitations uniaxiales et suivi de transformation de phase . . . 109
3.2.1 Matériau . . . 110
3.2.2 Moyens d'essai . . . 110
3.2.3 Exploitation des mesures de résistance électrique . . . 110
3.2.4 Résultats expérimentaux . . . 113
3.2.4.1 Essai de dilatométrie . . . 113
3.2.4.2 Essai de superélasticité . . . 116
3.2.4.3 Essai de pseudoplasticité . . . 119
3.2.4.4 Essais d'effet mémoire assisté . . . 122
3.3 Sollicitations complexes et suivi de transformation de phase . . . 130
3.3.1 Matériau et éprouvette . . . 130
3.3.2 Dispositif expérimental . . . 131
3.3.3 Exploitation des mesures de résistance électrique . . . 132
3.3.4 Notations . . . 133
3.3.4.1 Calcul de la contrainte équivalente σ_{eq} pour un AMF [21] 133
3.3.4.2 Calcul de la déformation équivalente de transformation 136
3.3.5 Résultats expérimentaux . . . 138
3.3.5.1 Identification des températures de transformation de phase par DSC . . . 139
3.3.5.2 Essai de traction-compression . . . 140
3.3.5.3 Essai de traction cyclique . . . 143
3.3.5.4 Essai de torsion . . . 146
3.3.5.5 Essais proportionnels . . . 150
3.3.5.5.1 Essai de traction-torsion proportionnel . . . 150
3.3.5.6 Essais non proportionnels . . . 152
3.3.5.6.1 Essais triangle (Traction → Traction-Torsion → Torsion) . . . 153
3.3.5.6.2 Essais triangles (Traction-Torsion → Torsion → Traction) . . . 157
3.3.5.6.3 Essai triangle (Traction-Torsion → Traction → Torsion) . . . 161
3.3.5.6.4 Essai carré. . . . 164
3.3.5.6.5 Essai carré positif . . . 166
3.3.5.6.6 Essai elliptique . . . 168
3.4 Conclusion. . . . 176

Conclusion et perspectives 177

Bibliographie 179

Table des figures

1.1 Diagramme de Schaeffler. 7
1.2 Diagramme fer-chrome [30]. 7
1.3 Structure cristalline de l'austénite et de la martensite [44]. 8
1.4 Citerne de méthanier [GTT, Saint-Rémy-lès-Chevreuse]. 9
1.5 La transformation de phase dans les aciers austénitiques [88]. 11
1.6 Stabilité de l'austénite en fonction de la température [83]. 12
1.7 Effet du laminage à froid sur l'augmentation de la dureté [53]. 14
1.8 Fraction volumique de martensite en fonction de la température et de la déformation plastique [3]. 15
1.9 Influence du laminage sur le taux de transformation de phase pour deux températures de 0 °C et de 24 °C [19]. 15
1.10 Influence de la température sur le comportement d'un acier iTRIP [77]. 16
1.11 Influence du type de chargement sur la transformation de phase dans un acier iTRIP 304 [60]. 16
1.12 Principe de chargement d'éprouvette en acier iTRIP 301LN [71]. 17
1.13 Chargement en traction (a) et en cisaillement (d) sur un acier iTRIP 301LN [71]. 17
1.14 Ressort en NiTi plongé dans l'eau chaude [Nimesis, Mécleuves, France] 19
1.15 Transformation de phase displacive [88]. 20
1.16 Illustration de la microstructure de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée [80]. 21
1.17 Influence des additifs sur la température de début de transformation de phase du CuAlBe [63]. 22
1.18 Pseudo diagramme d'état d'un alliage à mémoire de forme [45]. 23
1.19 Effet mémoire double sens [27] 24
1.20 Illustration de l'effet mémoire [25]. 26
1.21 Actionneur rotatif à base d'AMF utilisé en aérospatial [29]. 27
1.22 Lime dentaire [MICRO MEGA, Besançon, France]. 27
1.23 Lunettes [AspexTechnologies, Brevet LPMM]. 27
1.24 Micro pompe à base de ressorts en NiTi [51]. 28
1.25 Amortisseur de pont à base d'AMF de CuAlBe [90]. 28
1.26 Amortisseur d'effort de tremblement de terre [8]. 28
1.27 Trajets de chargement multiaxial réalisés sur une éprouvette tubulaire de NiTi et réponse dans le plan de déformation [48]. 29
1.28 Essai de traction-pression interne sous chargement non proportionnel carré. (a) chemin de chargement, (b) réponse en déformation, (c) et (d) courbes contrainte/déformation [21]. 30
1.29 Montage d'essai pour essais de traction-torsion [48]. 31
1.30 Présentation des éprouvettes à base de NiTi et du montage d'amarrage [68]. 31

1.31 Pilotage en contrainte et réponse en déformation d'un trajet non proportionnel sur tube en NiTi [68]. 32
1.32 Mesure des températures de transformation de phase par DSC [63] . . . 34
1.33 Micrographie optique de l'acier iTRIP 600. F : ferrite ; B : bainite ; RA : austenite retenue [17]. 35
1.34 Principe de mesure par EBSD [39]. 36
1.35 Interaction des électrons du faisceau incident avec des matériaux cristallins [39]. 37
1.36 Mesure magnétique [83]. 39
1.37 Mesure magnétique par Feritscope [58]. 39
1.38 Système de DRX montrant les phases présentes [41]. 40
1.39 Scan DRX [17]. 41
1.40 Scan DRX réalisé sur une éprouvette en acier iTRIP 301LN après laminage [53]. 41
1.41 Étude de l'influence de la variation de la température sur la transformation de phase dans un acier iTRIP 301LN [17]. 42
1.42 Diffractomètre illustrant l'évolution de la transformation de phase en fonction du niveau de contrainte [66]. 43
1.43 La résistivité d'un matériau métallique en fonction de la température [35]. 45
1.44 Mesure de l'évolution de la fraction volumique de martensite après un essai de traction par différentes techniques [52]. 47

2.1 Géométrie des éprouvettes en acier iTRIP 301L. 53
2.2 Machine de traction Zwick avec enceinte thermique. 54
2.3 Montage d'essais uniaxiaux. 54
2.4 Mesure de résistance par quatre points. 55
2.5 Montage d'essai et d'acquisition. 55
2.6 Température de l'éprouvette durant l'essai à 60 °C. 59
2.7 Essais de traction isothermes sur acier 301L. 61
2.8 Variation de la tension en fonction de la température pour une éprouvette à l'état austénitique. 63
2.9 Variation de la tension en fonction de la température pour une éprouvette à l'état martensitique. 63
2.10 Détermination de la résistivité de l'austénite et de la martensite en fonction de la température. 64
2.11 Variation de la tension en fonction de la déformation logarithmique ε_l durant un essai de traction à 100 °C. 65
2.12 Variation de la tension électrique durant les charges et les décharges élastiques d'un essai de traction à 100 °C 66
2.13 Variation de la tension en fonction de la déformation logarithmique ε_l durant un essai de traction à -60 °C. 67
2.14 Variation de la fraction volumique de la martensite durant des essais de tractions à différentes températures. 68
2.15 Influence des lois de mélange sur la cinétique de transformation de phase. 69
2.16 Fraction volumique de martensite, z, en fonction de la déformation logarithmique ε_l durant un essai de traction à température ambiante . 70

2.17 Différentes formes d'éprouvettes pour essais multiaxiaux. 74
2.18 Plan des éprouvettes tubulaires. 75
2.19 Schéma du montage d'essai. 75
2.20 Machine Traction-Torsion-Compression. 76
2.21 Machine TTC équipée des rallonges et des mors. 77
2.22 Plan de transmission du couple, de la traction et de la compression à une éprouvette tubulaire. 77
2.23 Système de chauffage de la plaque d'interface. 78
2.24 Évolution de la déformation axiale en fonction du déplacement du vérin. 80
2.25 Évolution de la déformation de cisaillement en fonction de l'angle de rotation du vérin. 80
2.26 Instrumentation de l'éprouvette. 82
2.27 Suiveur de fissure. 83
2.28 Évolution de la température d'une éprouvette au cours de l'essai d'écrouissage. 87
2.29 Comparaison de la mesure GOM et de la mesure de déformation estimée à partir du déplacement du vérin dans un essai de traction. 88
2.30 Essai de traction avec des charges et des décharges élastiques. 89
2.31 Essai de traction avec charges et décharges sur éprouvette tubulaire en acier iTRIP 304L. 90
2.32 Essai de traction avec mesure de la tension électrique. 90
2.33 Essai de traction avec dosage de phase. 91
2.34 Pilotage d'un essai d'écrouissage. 92
2.35 Essai d'écrouissage dans le plan (ε, σ). 92
2.36 Évolution des déformations et des contraintes pour un essai d'écrouissage. 93
2.37 Évolution de la fraction volumique de martensite lors d'un essai d'écrouissage. 93
2.38 Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation de cisaillement. 94
2.39 Évolution de la contrainte et de la déformation dans un essai de torsion. 94
2.40 Évolution de la tension en fonction de la déformation de cisaillement. . 95
2.41 Évolution du taux de martensite. 95
2.42 Trajet de chargement et réponse en contrainte d'un essai de traction-torsion non proportionnel. 96
2.43 Réponse en déformation d'un essai de traction-torsion 97
2.44 Essai de traction-torsion dans le plan de cisaillement. 97
2.45 Évolution de la transformation de phase en fonction des déformations. . 98
2.46 Comparaison de la cinétique de transformation de phase avec les résultat de Angel [3]. 98
2.47 Trajet de chargement en déformation. 99
2.48 Réponse en contrainte dans le plan (σ, $\sqrt{3}\tau$). 99
2.49 Réponse de l'essai de traction-torsion dans les plan (ε,σ) et dans le plan ($\frac{\gamma}{\sqrt{3}}$,$\sqrt{3}\tau$) 100
2.50 Évolution de la transformation de phase en fonction des déformations. . 100
2.51 Cinétique de transformation de phase en fonction de la plasticité cumulée. 101
2.52 Trajet de chargement en déformation. 101

2.53 Réponse en contrainte. 102
2.54 Réponse en contrainte déformation axiales. 102
2.55 Réponse en contrainte déformation de cisaillement. 103
2.56 Évolution de la transformation de phase en fonction des déformations. . 103
2.57 Dosage de phase en fonction de la déformation plastique cumulée. . . . 104

3.1 Instrumentation d'un fil en CuAlBe. 111
3.2 Variation de la tension au cours d'un cycle thermique réalisé sur un fil en CuAlBe. 114
3.3 Variation de la résistivité au cours d'un cycle thermique réalisé sur un fil en CuAlBe. 114
3.4 Variation de la fraction volumique de l'austénite et de la martensite autoaccommodée durant un cycle thermique appliqué sur un fil en CuAlBe.116
3.5 Trajet de chargement thermomécanique dans le pseudodiagramme d'état pour un essai de superélasticité à 120 °C. 117
3.6 Évolution de la contrainte et de la tension en fonction de la déformation pour un essai de superélasticité à 120 °C. 118
3.7 Évolution de la contrainte et de la résistivité de l'éprouvette en fonction de la déformation pour un essai de superélasticité à 120 °C. 118
3.8 Dosage de phase pour un essai de superélasticité sur un fil en CuAlBe. 119
3.9 Trajet de chargement thermomécanique dans le pseudodiagramme d'état dans un essai de pseudoplasticité à 0 °C. 120
3.10 Évolution de la contrainte et de la résistivité en fonction de la déformation dans un essai de pseudoplasticité à 0 °C. 121
3.11 Dosage de phase en fonction de la déformation dans un essai de pseudoplasticité à 0 °C. 121
3.12 Illustration de l'effet mémoire de forme. 123
3.13 Évolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un essai d'effet mémoire assisté à 55 MPa. 124
3.14 Évolution de la déformation en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 55 MPa. 124
3.15 Évolution de la fraction volumique de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 55 MPa. 126
3.16 Évolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un essai d'effet mémoire assisté. 126
3.17 Évolution de la déformation en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 130 MPa. 127
3.18 Évolution de la fraction volumique de l'austénite, de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 130 MPa. 127
3.19 Évolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un essai d'effet mémoire assisté à 250 MPa. 128
3.20 Évolution de la déformation en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté 250 MPa. 128

3.21 Évolution de la fraction volumique de l'austénite et de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 250 MPa. 129
3.22 Éprouvettes tubulaires de CuAlBe 131
3.23 Instrumentation d'une éprouvette tubulaire en CuAlBe. 132
3.24 Détermination de la température de transformation par DSC 139
3.25 Essai de traction-compression. 140
3.26 Dissymétrie entre la traction et la compression. 141
3.27 Essai de traction-compression avec mesure de tension 143
3.28 Évolution de la fraction volumique z en fonction de la déformation de transformation au cours d'un essai de traction-compression. 144
3.29 Niveau de chargement en contrainte pour un essai de traction cyclique. 144
3.30 Essai de traction cyclique sur éprouvette tubulaire en CuAlBe. 145
3.31 Évolution de la fraction volumique de martensite z en fonction de la déformation de transformation lors d'un essai de traction cyclique. . . . 145
3.32 Pilotage d'un essai de torsion en angle variable et en contrainte de traction nulle. 146
3.33 Présentation d'un essai de torsion dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}) 147
3.34 Présentation de la dissymétrie pour un essai de torsion. 147
3.35 Présentation d'un essai de torsion dans le plan (γ, τ) 149
3.36 Dosage de phase dans un essai de torsion. 149
3.37 Essai de traction-torsion proportionnel 150
3.38 Réponse en contrainte d'un essai de traction-torsion proportionnel. . . 151
3.39 Réponse dans le plan de déformation-contrainte d'un essai de traction, torsion proportionnel 152
3.40 Dosage de phase dans un essai de traction torsion proportionnel 152
3.41 Trajet de chargement dans le plan(σ, τ_{eq}). 153
3.42 Évolution des déformations pour un essai triangulaire (ε, γ_{eq}). 154
3.43 Trajet de chargement. 154
3.44 Réponse dans le plan des déformations. 155
3.45 Réponse en déformation et contrainte axiales. 155
3.46 Réponse en déformation et contrainte de cisaillement. 156
3.47 Évolution de la tension. 156
3.48 Dosage de phase pour un essai triangle 157
3.49 Évolution de la fraction volumique de martensite pour des chargements non proportionnels. 158
3.50 Pilotage des essais triangle débutant par la traction-torsion. 158
3.51 Réponse en déformation des essais triangle débutant par la traction-torsion.159
3.52 Réponse en déformation des essais triangle débutant par la traction-torsion.159
3.53 Chargement triangulaire dans le plan équivalent AMF(σ, τ_{eq}). 160
3.54 Réponse en déformation dans le plan (ε, γ_{eq}). 160
3.55 Réponse du matériau dans le plan (ε, σ). 161
3.56 Réponse du matériau dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}). 161
3.57 Variation de la tension en fonction de la déformation. 162
3.58 Dosage de phase des essais triangle débutant par la traction-torsion. . . 162
3.59 Pilotage des essais triangle débutant par la traction-torsion. 163

3.60 Réponse en déformation des essais triangle débutant par la traction-torsion. 163
3.61 Dosage de phase des essais triangle débutant par la traction-torsion. . . 164
3.62 Pilotage d'un essai triangulaire dans le plan (σ, τ_{eq}) 164
3.63 Réponse dans le plan (ε, γ_{eq}) d'un essai triangle. 165
3.64 Réponse dans le plan (ε, σ) 165
3.65 Réponse dans le plan(γ_{eq}, τ_{eq}) 166
3.66 Dosage de phase des essais triangle débutant par la traction-torsion. . . 166
3.67 Commande du vérin pour un essai carré. 167
3.68 Déformation dans le plan (ε, γ). 167
3.69 Réponse dans le plan (ε, σ) d'un essai non proportionnel. 168
3.70 Réponse dans le plan (ε, σ). 168
3.71 Réponse dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}). 169
3.72 Dosage de phase lors d'un chargement non proportionnel. 169
3.73 Essai carré non proportionnel sur une éprouvette en CuAlBe à température ambiante. 170
3.74 Comportement du matériau dans le plan (ε, γ_{eq}) 170
3.75 Comportement du matériau dans le plan (ε, σ). 171
3.76 Comportement du matériau dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}) 171
3.77 Évolution de la tension électrique et de la contrainte en fonction de la déformation au cours d'un essai non proportionnel. 172
3.78 Évolution de la fraction volumique de la martensite au cours d'un essai non proportionnel carrée. 172
3.79 Réponse en contrainte dans le plan (σ, τ_{eq}). 173
3.80 Réponse en déformation dans le plan (ε, γ_{eq}). 173
3.81 Réponse du matériau dans le plan (ε, σ). 174
3.82 Réponse du matériau dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}). 174
3.83 Variation de la tension en fonction de la déformation. 175
3.84 Évolution de la fraction volumique de martensite pour un essai non proportionnel. 175

Liste des tableaux

1.1 Comparaison des méthodes de suivi de transformation de phase. 48

2.1 Composition chimique de l'acier inoxydable 301L étudié en pourcentage massique (%). 53
2.2 Influence de la transformation de phase sur les propriétés du matériau. 60
2.3 Chargements mécaniques réalisés sur des éprouvettes tubulaires en acier iTRIP 304L. 86

3.1 Températures de transformation des éprouvettes filaires en CuAlBe. . . 113
3.2 Températures de transformation des éprouvettes tubulaires en CuAlBe. 139

Introduction

À travers l'histoire, les matériaux ont toujours servi l'Homme sous différentes formes et compositions. Le besoin incessant en matériaux répondants à l'évolution de l'industrie à fait naitre de nouveaux alliages métalliques possédants des caractéristiques mécaniques intéressantes. Ainsi, la caractérisation de leur comportement par le biais d'essais thermomécaniques est devenue indispensable.

C'est dans ce sens que le présent travail s'intéresse au comportement thermomécanique de différents alliages métalliques sujets à une transformation de phase displacive de premier ordre, dite transformation de phase martensitique. Plus particulièrement, une étude expérimentale de la cinétique de transformation de phase sous sollicitations thermomécaniques uniaxiales et multiaxiales de deux types de matériaux métalliques est réalisée.

D'abord, nous présentons une première famille de matériaux qui sont les aciers inoxydables austénitiques métastables. Ces aciers ont la particularité de subir une transformation de phase modifiant leurs propriétés mécaniques. Cette transformation est induite par un chargement thermique ou par la déformation plastique du matériau, d'où le nom de type d'acier appelé iTRIP (TRansformation Induced Plasticity). Ensuite, nous développons une seconde famille de matériaux et qui est à base d'alliages à mémoire de forme (AMF). Ils sont ainsi dénommés, car ils ont la propriété de mémoriser une forme et de la récupérer après déformation grâce à une opération de chauffage.

Nous nous sommes intéressés à ces deux catégories de matériaux pour caractériser l'influence de la transformation de phase sur leurs propriétés thermomécaniques. Cette transformation se produit dans ces deux types de matériaux tout en ayant différentes caractéristiques. Dans la première catégorie de matériaux, la transformation de phase est non réversible, tandis qu'elle l'est dans certains cas de chargements réalisés sur la seconde classe de matériaux. Aussi, dans ces aciers, elle se produit avec une variation du volume de l'ordre de 2.57% [58] contrairement aux AMF où presque aucune variation de volume n'est observée. Par ailleurs, dans les AMF, la transformation de phase est thermoélastique tandis qu'elle se produit par saccades dans les aciers [80]. En outre, ces deux matériaux sont sensibles au caractère multiaxial du chargement.

L'objectif de notre travail est de caractériser le comportement de matériaux méta-

stables lors de trajets de chargement simples et complexes afin de comprendre l'interaction entre les différentes directions de chargement et la transformation de phase martensitique. Cela permettra d'avoir une base de données expérimentale concernant la cinétique de transformation de phase, lors de chargements thermomécaniques axiaux et multiaxiaux proportionnels et non proportionnels, de ce type de matériaux. Celle-ci permettra d'alimenter des modèles numériques et plus particulièrement dans le cas des chargements multiaxiaux. Aussi, une validation de la relation de linéarité entre la fraction volumique de martensite et la déformation de transformation de phase est faite pour des chargements proportionnels et non proportionnels.

Ce mémoire s'articule autour de trois chapitres.

Dans un premier chapitre, une revue bibliographique succincte des aciers inoxydables et plus précisément les aciers inoxydables métastables est présentée. Aussi, le phénomène de transformation de phase et quelques études thermomécaniques traitant cette catégorie de matériaux sont présentés. Les alliages à mémoire de forme et les différentes techniques de suivi de la transformation de phase dans les matériaux métalliques feront partie de cette même revue.

Dans un deuxième chapitre, les essais réalisés sur une première classe de matériaux métalliques que sont les aciers iTRIP sont développés. Nous commençons par la présentation des essais uniaxiaux réalisés sur un acier iTRIP 301L ainsi que la méthode de suivi de la transformation de phase entreprise. Nous validons cette technique par une comparaison avec les résultats de la littérature. Aussi, nous traitons le cas de chargements multiaxiaux sur un acier iTRIP 304L. Le montage d'essai conçu pour réaliser ces derniers est ainsi présenté. Nous ferons, par la suite, le point sur différents trajets de chargement programmés.

Dans un dernier chapitre, les essais réalisés sur la seconde classe de matériaux métalliques étudiée que sont les alliages à mémoire de forme, et plus précisément l'AMF CuAlBe sont détaillés. Ainsi, nous présentons dans ce chapitre, la technique de dosage de phase élaborée pour suivre la cinétique de transformation de phase dans des chargements thermomécaniques. Par la suite, les chargements multiaxiaux réalisés sur des éprouvettes tubulaires de CuAlBe sont exposés. Un dosage de phase est aussi, réalisé dans des cas de chargements proportionnels et non proportionnels.

Chapitre 1

Matériaux métastables et leurs évolutions microstructurales

Sommaire

1.1 Introduction 5

1.2 Les aciers inoxydables métastables 5

1.2.1 Les aciers inoxydables 5

1.2.1.1 Les aciers ferritiques 6

1.2.1.2 Les aciers martensitiques 6

1.2.1.3 Les aciers austénitiques 6

1.2.2 Les aciers austénitiques métastables 8

1.2.2.1 Propriétés et applications 9

1.2.3 La transformation de phase 10

1.2.3.1 Facteurs influençant la transformation de phase : effet des additifs 12

1.2.3.2 Effets sur les propriétés mécaniques et physiques . . 13

1.2.4 Études uniaxiales et multiaxiales sur des aciers iTRIP 14

1.3 Les alliages à mémoire de forme 19

1.3.1 La transformation de phase 19

1.3.2 Catégories des alliages à mémoire de forme 23

1.3.2.1 Les alliages à mémoire de forme à base de nickel-titane 24

1.3.2.2 Les alliages à mémoire de forme à base de cuivre . . 24

1.3.3 Applications industrielles des alliages à mémoire de forme . . 25

1.3.4 Étude du comportement des alliages à mémoire de forme . . 27

1.4 Techniques de suivi de transformation de phase 33

1.4.1 Méthodes post-mortem 33

1.4.1.1 Calorimétrie différentielle à balayage (Differential scanning calorimetry : DSC) 34

1.4.1.2 Métallographie 35
1.4.2 Méthodes in-situ 37
1.4.2.1 Émissions acoustiques 38
1.4.2.2 Méthodes magnétiques 38
1.4.2.3 Diffraction de rayons X 40
1.4.2.4 Diffraction de neutrons 42
1.4.2.5 Dilatométrie 44
1.4.2.6 Méthode de résistivité 44
1.4.3 Bilan 46
1.5 Conclusion 48

1.1 Introduction

Les matériaux métastables étudiés dans cette thèse appartiennent à la famille des aciers inoxydables austénitiques métastables et à la famille des alliages à mémoire de forme. Ces deux types de matériaux sont concernés par un phénomène de transformation de phase martensitique qui peut être engendré par une déformation mécanique ou par une variation de la température. Cette transformation provoque une modification des caractéristiques mécaniques de ce type de matériaux. De ce fait, son suivi s'avère indispensable afin de la prendre en compte dans les modèles numériques.

Ce chapitre bibliographique se compose de trois sections. Dans la première section, une présentation des propriétés des aciers inoxydables et plus précisément les aciers austénitiques métastables sera réalisée. Les particularités de la transformation de phase martensitique concernant cette classe de matériau seront détaillées. La deuxième section traitera d'un second type de matériaux métastables et que sont les alliages à mémoire de forme et plus particulièrement le CuAlBe. Aussi, les caractéristiques de la transformation de phase pour ces matériaux sont exposées. Dans la troisième section, les différentes techniques du suivi de cette transformation de phase sont présentées succinctement avec un bilan les concernant.

1.2 Les aciers inoxydables métastables

1.2.1 Les aciers inoxydables

L'acier, étant le produit de base pour presque toutes les applications mécaniques, est confronté, lors de son utilisation, à des problèmes d'oxydation qui participent à sa détérioration. Ainsi, la nécessité d'avoir des aciers qui résistent à l'oxydation pour diverses utilisations est à l'origine des aciers inoxydables.

Ces derniers, comme leur nom l'indique, sont des aciers résistant à l'oxydation. Ils ont la particularité de résister à la corrosion dans diverses conditions d'usage (dans l'eau, à l'air ambiant et dans des milieux hautement corrosifs). Ils sont protégés par un effet d'alliage en ajoutant à leurs compositions chimiques un taux de chrome de l'ordre de 18 % [5]. L'avantage de ce genre de protection est que dès la destruction de la couche protectrice à base d'oxyde de chrome, le chrome contenu dans l'acier s'oxyde rapidement pour protéger à nouveau cet acier contre la corrosion [5, 7]. Cela est dû au fait que le chrome posséde une énergie d'oxydation plus élevée que l'acier [5]. Le taux de chrome contenu dans un acier inoxydable détermine la qualité de sa résistance à la corrosion [30]. Cet effet de passivation du chrome dans l'acier a été découvert en 1920 et a donné naissance à ce type d'aciers [44].

En plus du fer, du chrome et du faible taux de carbone et afin d'éviter la précipitation de carbure de chrome influençant la résistance à la corrosion, ce type d'acier contient d'autres éléments d'alliages. Par exemple, le molybdène, qui à son tour stabilise la couche en oxyde de chrome et protège le matériau contre l'oxydation par piqûre [6].

De multiples nuances d'aciers inoxydables sont élaborées afin de répondre à des exigences particulières, telles que la résistance à la corrosion dans des milieux industriels hautement corrosifs. Ainsi, on les trouve dans des secteurs sensibles, tels que le secteur agroalimentaire [37], sanitaire et nucléaire [30].

Le classement [1] des différents types d'aciers inoxydables existants est, généralement, fait suivant leurs structures cristallographiques. Celles-ci peuvent être déterminées grâce au diagramme de Schaeffler (Figure 1.1) en se basant sur la connaissance de leurs compositions chimiques.On trouve les aciers ferritiques α, les aciers martensitiques α', les aciers austénitiques γ, les aciers austénito-ferritiques et les aciers inoxydables à haute caractéristique.

1.2.1.1 Les aciers ferritiques

Les alliages de fer-chrome sont en général des aciers ferritiques à condition de ne pas traverser la boucle γ mentionnée dans la figure 1.2 pendant leur élaboration. Dans ce cas, la teneur en carbone doit être limitée pour une teneur en chrome donnée.

Les éléments principaux d'alliage alphagènes favorisant l'apparition de la structure α sont le chrome, le molybdène et le silicium.

1.2.1.2 Les aciers martensitiques

Afin d'obtenir un acier martensitique, il faut entrer dans la boucle γ (Figure 1.2) pour tremper la structure austénitique. De ce fait, la teneur en carbone doit être élevée d'autant que la teneur en chrome.

La martensite est une phase plus dure et fragile quand le taux de carbone est élevé. Généralement, ces aciers ont de mauvaises caractéristiques pour la mise en forme et la soudabilité.

1.2.1.3 Les aciers austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques métastables sont obtenus en stabilisant la phase austénitique à température ambiante. Cette stabilisation est effectuée grâce aux additifs

1. Dans la normalisation des États-Unis, les aciers inoxydables sont classés dans deux groupes [30].
   — Les aciers contenant du fer et du chrome et qui sont référencés par le nombre 400 ;
   — Les aciers contenant du fer du chrome et du nickel et qui sont référencés par le nombre 300.

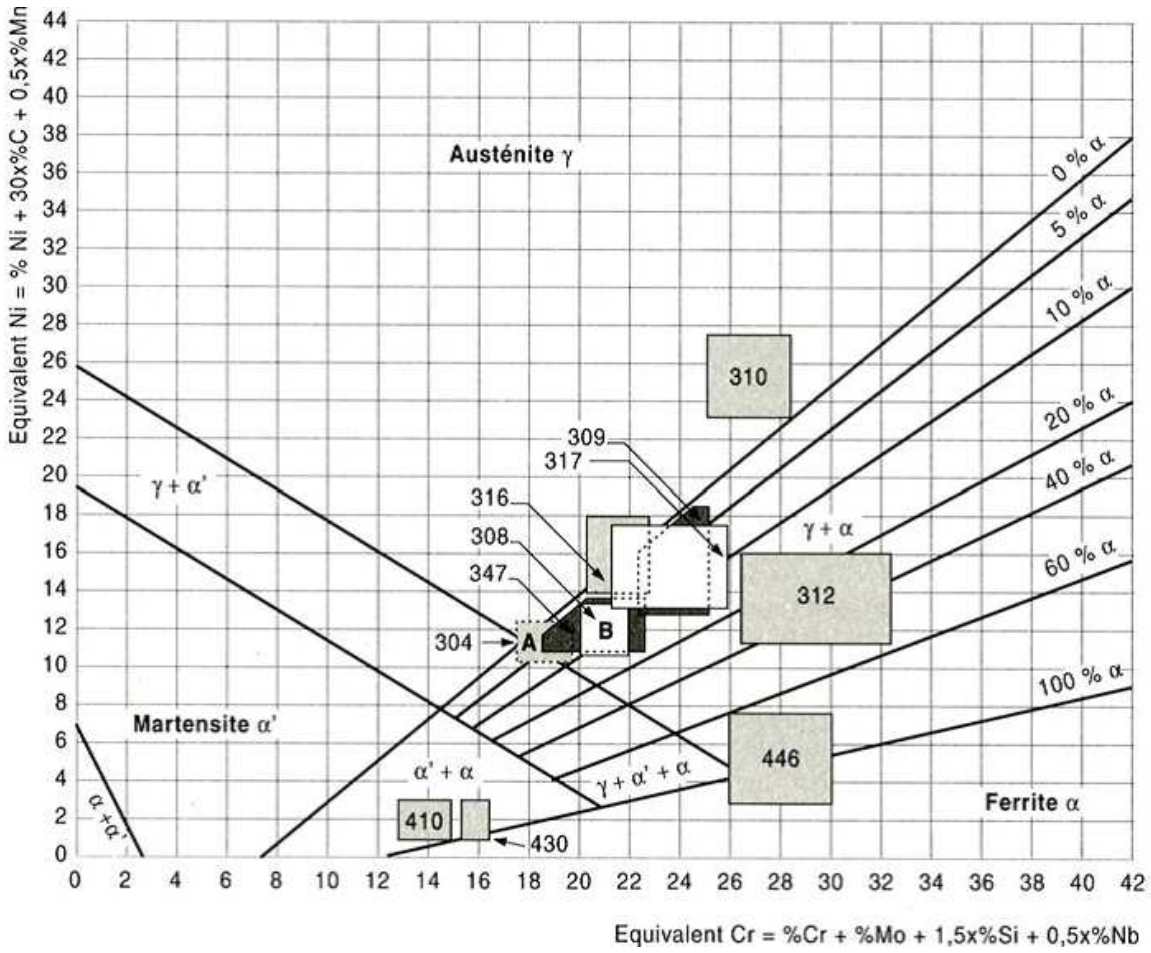


FIGURE 1.1 – Diagramme de Schaeffler.

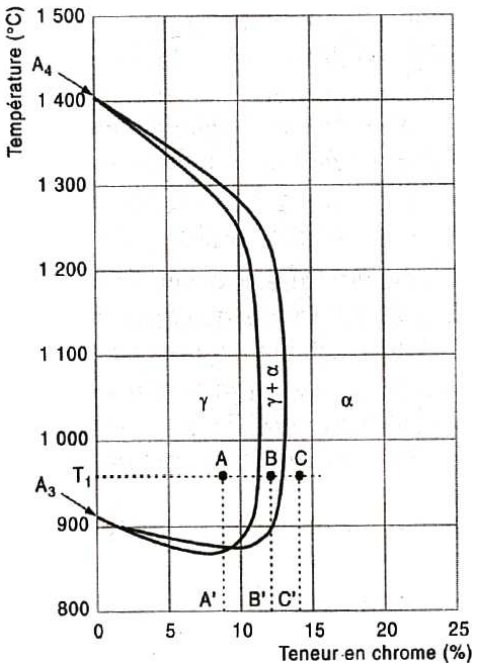


FIGURE 1.2 – Diagramme fer-chrome [30].

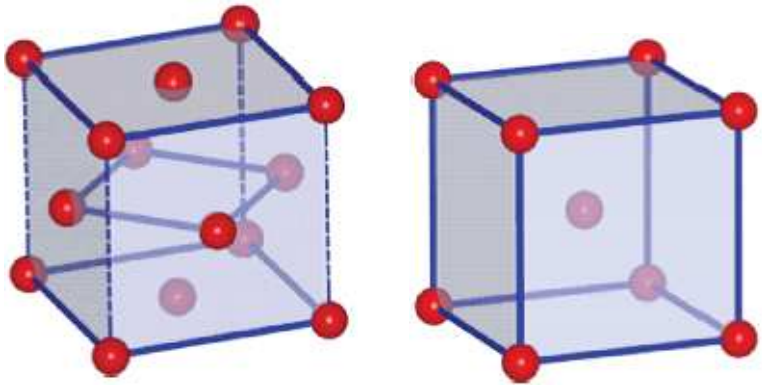
ajoutés lors de l'élaboration de cet acier. Une trempe permet d'obtenir de l'austénite à l'état métastable à température ambiante [40]. Les principaux éléments gammagènes favorisant l'apparition de la phase austénitique γ sont le nickel, vu sa structure cubique à faces centrées, le carbone, l'azote [6] et le manganèse [30]. Un enrichissement en carbone permet de maintenir l'austénite dans le matériau à température ambiante [9, 17], il favorise la stabilité de l'austénite en le stabilisant chimiquement [12]. L'augmentation de la teneur en nickel augmente aussi la phase γ. Par opposition, le taux de la phase γ diminue avec l'augmentation du taux de chrome dans l'acier inoxydable.

Plus de détails sur ce type d'acier seront présentés dans la section 1.2.2 et dans la section 1.2.3.

1.2.2 Les aciers austénitiques métastables

Plusieurs aciers inoxydables austénitiques sont métastables à température ambiante [13]. Ils sont rès ductiles [30, 40] et ont aussi une bonne ténacité dans une large gamme de température.

Dans ces aciers, une transformation de phase martensitique peut avoir lieu même au cours d'un refroidissement naturel. En effet, la particularité de ces aciers est leur structure austénitique cubique à faces centrées (CFC) (Figure 1.3(a)) [40] qui se transforme en une structure martensitique cubique centrée (CC) (Figure 1.3(b)) en fonction de la contrainte et la température. Cette transformation dite transformation de phase martensitique peut avoir lieu suite à un chargement thermique provoqué ou naturel ou suite à une déformation plastique.



(a) Structure CFC. (b) Structure CC.

FIGURE 1.3 – Structure cristalline de l'austénite et de la martensite [44].

Ce type d'acier, possédant des caractéristiques très importantes et particulières, est utilisé dans plusieurs domaines.

1.2.2.1 Propriétés et applications

Les aciers austénitiques métastables et plus particulièrement le 304L sont très utilisés du fait de leur grande résistance à la corrosion, de leur formabilité et de leur soudabilité [30]. Ils sont exploités dans plusieurs applications, telles que la pétrochimie, les implants biomédicaux ou dans l'industrie agroalimentaire, par exemple dans l'industrie du sucre de canne [37].

Les aciers austénitiques ont aussi des propriétés mécaniques importantes permettant leur utilisation dans des réacteurs nucléaires. Ainsi, la structure interne de ceux-ci est exclusivement en acier austénitique. Ce dernier est soumis à des chargements thermiques, mécaniques, chimiques et de radiation pendant son exploitation. Leur ductilité , étant la plus élevée entre les matériaux [30], leur permet de résister à la fragilisation causée par le rayonnement neutronique. Parmi les aciers austénitiques utilisés dans ces réacteurs, on trouve AISI 304 et AISI 316 [1], plus particulièrement, l'acier austénitique 316 du fait de sa grande résistance à la corrosion et de ses propriétés mécaniques à haute température [47].

En outre, les aciers austénitiques peuvent être utilisés en cryogénie, puisque leur phase austénitique très ductile peut être maintenue à très basse température, à proximité de -273 °C [30]. Par exemple, vu que le transport de gaz liquéfié se fait à très basse température et afin d'assurer l'étanchéité des citernes de transport de gaz liquéfié de GTT, le matériau utilisé doit avoir des propriétés mécaniques importantes, répondant à ces conditions. Dès lors, la couche interne de ces citernes est faite à base d'un acier iTRIP de grade 304L (Figure 1.4(a)). Cette couche a pour utilité d'absorber les déformations résultantes à très basse température (-136°C) [56]. Durant son élaboration, cette partie est déformée plastiquement (Figure 1.4(b)), engendrant par conséquent l'apparition de la martensite α'.



(a) Citerne de transport de gaz liquéfié. (b) Maille interne.

FIGURE 1.4 – Citerne de méthanier [GTT, Saint-Rémy-lès-Chevreuse].

Par ailleurs, vu que les aciers inoxydables austénitiques sont essentiellement non magnétiques, ce matériau est aussi utilisé dans sa phase austénitique amagnétique dans des appareils scientifiques nécessitant cette propriété [30].

Grâce aux capacités de déformations importantes des aciers inoxydables iTRIP, ils sont d'un grand intérêt pour l'industrie [83]. Ils peuvent absorber un taux important de l'énergie dynamique ; ils permettent l'absorption de l'énergie produite lors d'un choc [1, 101]. Ils ont aussi une très bonne formabilité [83] qui les rend très sollicités dans l'industrie automobile, surtout dans les éléments de protection [58].

Après avoir passé en revue quelques propriétés et applications des aciers austénitiques métastables, la transformation de phase subie par ces aciers dans certaines conditions sera présentée.

1.2.3 La transformation de phase

Les aciers inoxydables austénitiques à température ambiante sont dans un état dit métastable obtenu avec une opération d'hypertrempe. Dans ce cas, l'austénite n'est pas dans son état d'équilibre. Ainsi, une transformation de phase martensitique peut avoir lieu dans ces matériaux.

C'est une transformation de phase de premier ordre, cela implique que les deux phases austénitique et martensitique coexistent avec l'apparition d'une interface entre elles [88]. En effet, la transformation de phase dans les aciers austénitiques métastables est un phénomène qui consiste au passage de la structure cristallographique initiale, composée d'austénite γ à une structure cristallographique finale à base de martensite α'. Elle se produit sans changement de composition [9, 44] et peut résulter d'une variation thermique ou d'une déformation plastique [9] (Figure 1.5). Ainsi, cette transformation dépend de la température et du taux de la déformation [19].

Lorsque la transformation de phase arrive à cause de la température, on peut définir une température de début de transformation martensitique appelée M_s (Martensite start).

Aussi, la déformation plastique cause une variation de la structure cristallographique de l'acier austénitique métastable et transforme alors l'austénite en martensite [44]. Par exemple, le procédé de laminage engendre des déformations plastiques qui sont à l'origine de la transformation de phase dans les aciers austénitiques [97]. Aussi, l'emboutissage est à l'origine d'une plasticité, parfois localisée engendrant cette même transformation.

Cette déformation plastique stimule la nucléation de la martensite α', préférentiellement dans les bandes de cisaillement [58, 78] et par conséquent la formation de plaques [50].

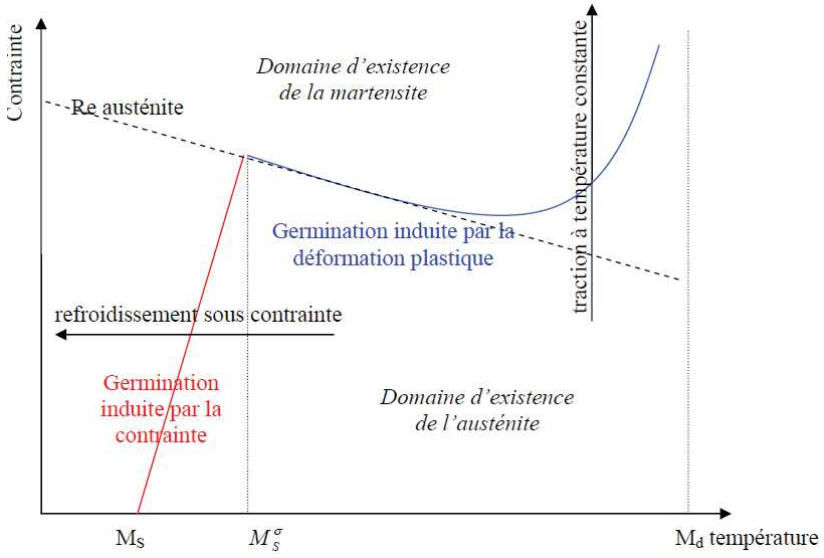


FIGURE 1.5 – La transformation de phase dans les aciers austénitiques [88].

Cette transformation de phase, dans un acier austénitique métastable, débute par la déformation de la phase austénitique qui donne naissance à la phase martensitique [97]. Dans un acier iTRIP, la transformation de la phase austénitique γ à la phase martensitique α' se fait par l'intermédiaire d'une phase hexagonale (HCP) amagnétique appelée martensite-ε [103].

Cette transformation de phase induite par la déformation plastique ne peut pas avoir lieu [44] au-dessus d'une température notée M_d ; elle se produit seulement entre les températures M_s et M_d. Cette température est un critère de stabilité des aciers inoxydables métastables. Difficile à déterminer expérimentalement, Angel a proposé une température M_d30 dans laquelle 50% de la martensite est formée à une déformation de 30% [3]. Elle est calculée à partir de la composition chimique de l'acier inoxydable suivant la relation suivante :

$$\begin{aligned} M_d30(°C) = 413 + 462(\%C + \%N) - 9.2(\%Si) \\ - 8.1(\%Mn) - 13.7(\%Cr) - 9.5(\%Ni) - 18.5(\%Mo) \end{aligned} \tag{1.1}$$

Avec $\%C$, $\%N$, $\%Si$, $\%Mn$, $\%Cr$, $\%Ni$, $\%Mo$ sont les pourcentages massiques des différents éléments d'alliage de l'acier.

À part la plasticité et la température contrôlant la transformation de phase, d'autres facteurs influencent ce phénomène.

1.2.3.1 Facteurs influençant la transformation de phase : effet des additifs

La stabilité de l'austénite dans les aciers iTRIP est influencée par les conditions thermiques et par leurs compositions chimiques [13]. Cette composition qui controle à son tour les températures de transformation de phase. Ainsi, les éléments d'alliages alphagènes et gammagènes baissent la température de début de cette transformation [30]. L'abaissement de la température de déformation augmente la différence de l'énergie libre entre l'austénite et la martensite [19]. Par conséquent, une faible contrainte peut provoquer la transformation de phase [19]. Les essais réalisés par Angel [3] à des températures allant de -188 °C à 80 °C montrent la dépendance de la transformation à la température. Elle se produit plus facilement et elle est plus importante à basse température, car l'austénite devient moins stable [17] (Figure 1.6). Par opposition, l'austénite devient plus stable avec la hausse de la température [58, 64, 83] (Figure 1.6) ; le taux de l'austénite transformée en martensite à -50 °C est plus élevé que celui transformée en martensite à 75 °C (Figure 1.6).

De même, cette transformation martensitique dépend fortement du taux de nickel contenu dans l'acier iTRIP. En effet, vu le coût non négligeable du nickel, les industriels ont tendance à réduire son taux dans les aciers élaborés, rendant ainsi l'austénite instable. Cela favorise la transformation de l'austénite en martensite [64], et plus particulièrement à un taux de nickel inférieur à 12% [44].

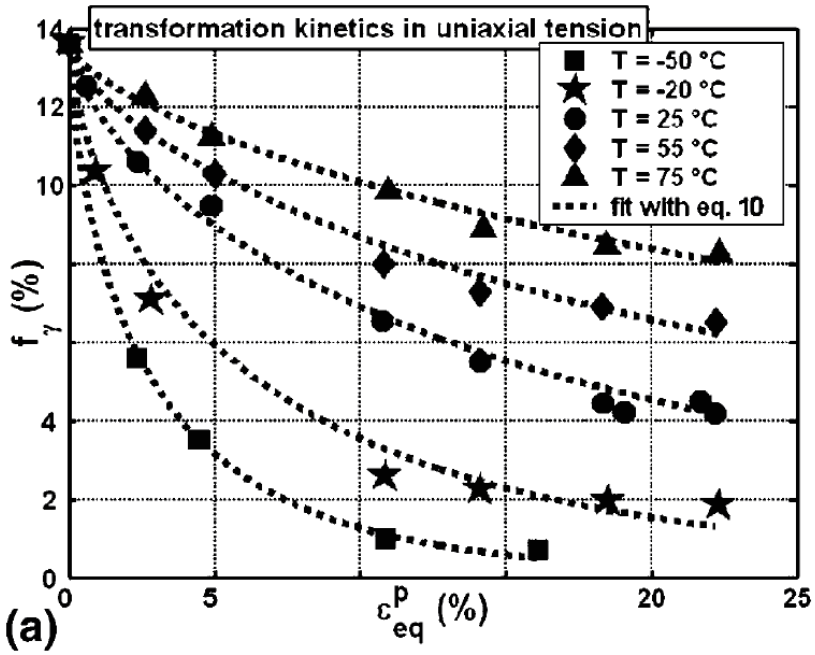


FIGURE 1.6 – Stabilité de l'austénite en fonction de la température [83].

Par ailleurs, la stabilité de l'austénite est influencée par la taille de ses grains et du

taux de carbone dans chaque grain [101]. Parmi ceux-ci, les plus larges et contenant un taux de carbone faible se transforment en un état martensitique en premiers [20].

L'azote et le carbone sont des stabilisateurs de la structure austénitique CFC [57, 58]. La réduction du taux de carbone dans l'acier A301 augmente la fraction volumique de martensite α' formée durant des essais de traction [57].

En outre, la transformation de phase dépend aussi de paramètres physiques tels que la densité des dislocations et du taux de surface de joints de grain d'austénite [19].

Plusieurs facteurs influencent la transformation de phase, engendrant à son tour des modifications des propriétés mécaniques du matériau.

1.2.3.2 Effets sur les propriétés mécaniques et physiques

La transformation de phase influence considérablement les propriétés mécaniques des aciers iTRIP [13].

Elle cause une décroissance de la déformation maximale atteinte et une augmentation de la limite élastique du matériau [13].

Par exemple, il a été établi que la transformation de phase résultante au cours d'une prédéformation axiale de 22% du matériau à une température de -163°C augmente sa limite d'élasticité ainsi que sa contrainte à rupture [56]. Cela permet d'améliorer les propriétés mécaniques de ce matériau.

La ductilité importante des aciers iTRIP est le produit de la transformation de l'austénite en martensite durant la déformation plastique [64, 97, 101].

La transformation de phase martensitique influence aussi la dureté des aciers iTRIP qui dépend, en grande partie, du taux de martensite développée [54]. L'apparition de la martensite lors de la déformation est à la base de l'augmentation de la dureté de cet acier [13, 54, 58]. Par exemple, la figure 1.7 montre l'influence de la déformation plastique liée à la transformation de phase [53] sur la dureté de l'acier 301LN.

Une autre conséquence de la transformation de phase est la variation du volume de l'échantillon étudié [13].

Toutefois, la transformation de phase détériore les propriétés des aciers austénitiques métastables dans certaines conditions. Par exemple, elle dégrade la résistance à la corrosion des aciers austénitiques durant les opérations de mise en forme [92]. Aussi, lors du procédé d'emboutissage, la dureté des pièces à base d'aciers austénitiques métastables se trouve augmentée en grande partie à cause de la transformation de phase martensitique [19, 54]. Cela les rend sensibles à la rupture.

Le phénomène de transformation de phase, avec ses propriétés et son influence sur les aciers iTRIP, suscite l'intérêt des chercheurs. Ainsi, plusieurs études concernant la caractérisation du comportement thermomécanique ainsi que la transformation de

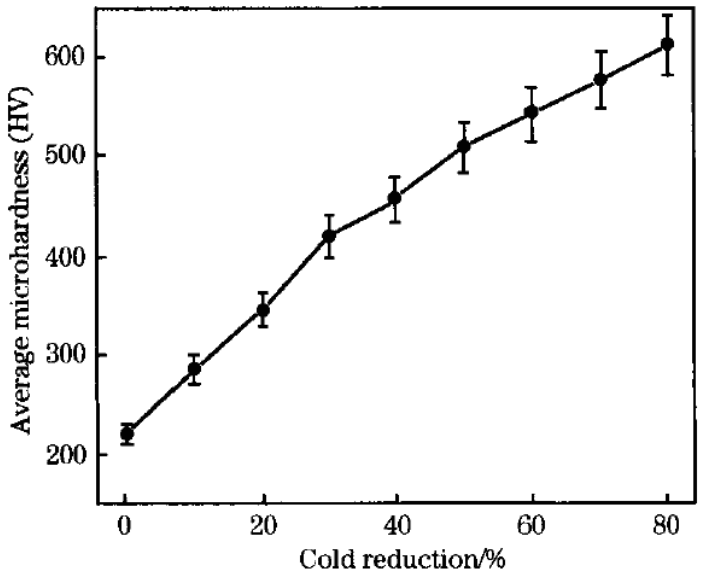


FIGURE 1.7 – Effet du laminage à froid sur l'augmentation de la dureté [53].

phase ont été réalisées.

1.2.4 Études uniaxiales et multiaxiales sur des aciers iTRIP

Plusieurs études uniaxiales ont été réalisées sur les aciers iTRIP pour comprendre le comportement thermomécanique de ce type de matériau [2,11,17,19,44,45,56,85,86,89]. Ces études sont, généralement, réalisées à basses températures vu que la transformation de phase est plus spectaculaire. Par exemple, le suivi de la transformation de phase dans un acier iTRIP 304 a été réalisé dans des essais uniaxiaux à une température de -196°C [11] ainsi que sur un acier 304L dans des conditions cryogéniques [56].

Angel a étudié l'influence de la plasticité et de la température sur la transformation de phase [3]. Les courbes de la figure 1.8 montrent une dépendance de la fraction volumique de martensite au taux de la plasticité et à la température. Quand la température est basse, le matériau se transforme rapidement avec un taux de déformation plastique inférieur à celui atteint dans les hautes températures (Figure 1.8).

Bigdeli et. al. ont étudié le comportement en compression d'un acier iTRIP pour comprendre l'influence de la plasticité sur la transformation de phase martensitique [19]. Ainsi, ils ont appliqué des opérations de laminage avec des niveaux progressifs sur des éprouvettes en acier iTRIP, et ont mesuré par suite le taux de martensite produite dans celles-ci avec la diffraction des rayons X (DRX). Le taux d'austénite transformé en martensite augmente en fonction du taux de laminage [19].

Aussi, il a été démontré que durant le laminage, la dureté du matériau augmente pendant le début de la déformation, puis réduit sa vitesse d'augmentation après un

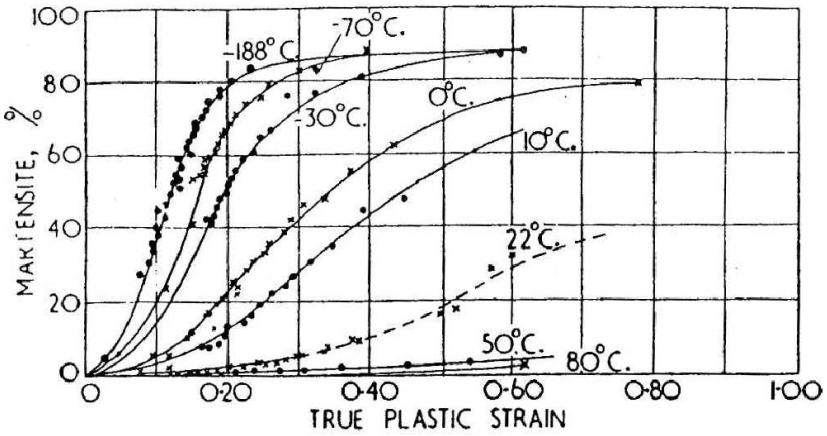


FIGURE 1.8 – Fraction volumique de martensite en fonction de la température et de la déformation plastique [3].

certain taux de déformation. Cela est lié à la réduction de la transformation de phase, phénomène qui peut être dû à l'augmentation des dislocations qui stabilisent la phase austénitique [19]. En outre, l'effet de la température sur la transformation de phase dans cet acier a été abordé. On a confirmé que le taux de l'austénite transformée en martensite à 0°C est plus élevé que le taux de martensite développée à 24 °C (Figure 1.9).

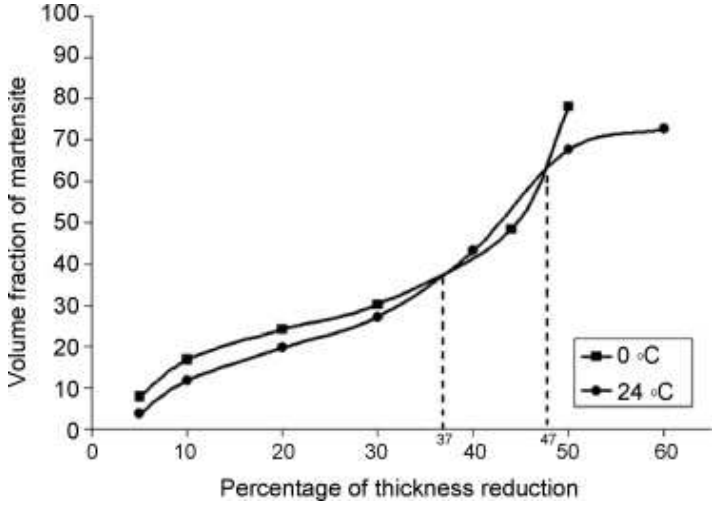


FIGURE 1.9 – Influence du laminage sur le taux de transformation de phase pour deux températures de 0 °C et de 24 °C [19].

Nagy et. al. ont réalisé une étude uniaxiale de la transformation de phase dans un acier austénitique métastable [77]. Ces essais uniaxiaux ont été faits sous mesure par DRX à différentes températures (Figure 1.10) pour caractériser l'influence de cette transformation sur le comportement de cet acier [77].

Par ailleurs, des études en traction compression engendrant de la transformation de phase ont été réalisées [13].

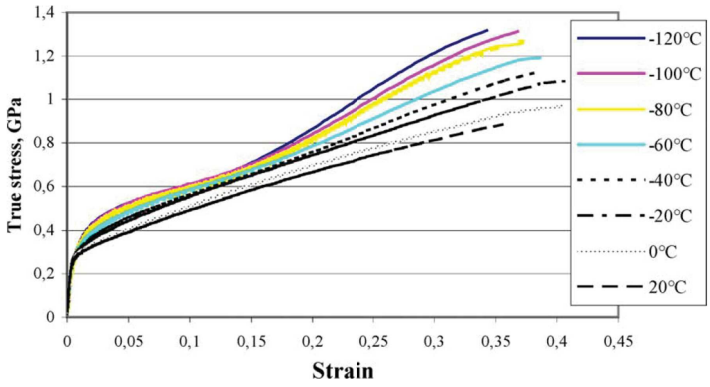


FIGURE 1.10 – Influence de la température sur le comportement d'un acier iTRIP [77].

Par opposition, rares sont les études multi-axiales réalisées sur ces mêmes aciers. Lebedev et. al. [60] ont réalisé une étude multiaxiale sur un acier iTRIP 304. Il a été montré que la transformation de phase en torsion est plus faible que celle en traction (Figure 1.11).

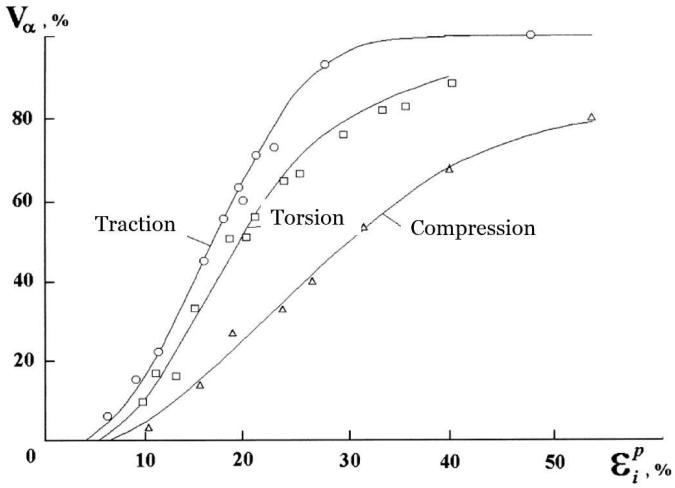


FIGURE 1.11 – Influence du type de chargement sur la transformation de phase dans un acier iTRIP 304 [60].

Mohr et Jacquemin ont réalisé plusieurs trajets de chargement en traction, cisaillement sur un acier austénitique de grade 301LN [71] en exploitant un montage d'essai dont le principe est présenté sur la figure 1.12. Un exemple de trajets de chargement réalisés est présenté sur la figure 1.13.

En somme, les aciers iTRIP font partie de la famille des matériaux métastables. Ils sont utilisés dans plusieurs applications pour leurs propriétés mécaniques importantes. Ces mêmes propriétés sont influencées par l'apparition de la martensite lors de la déformation plastique qui peut résulter d'un chargement thermomécanique axiale ou multiaxial.

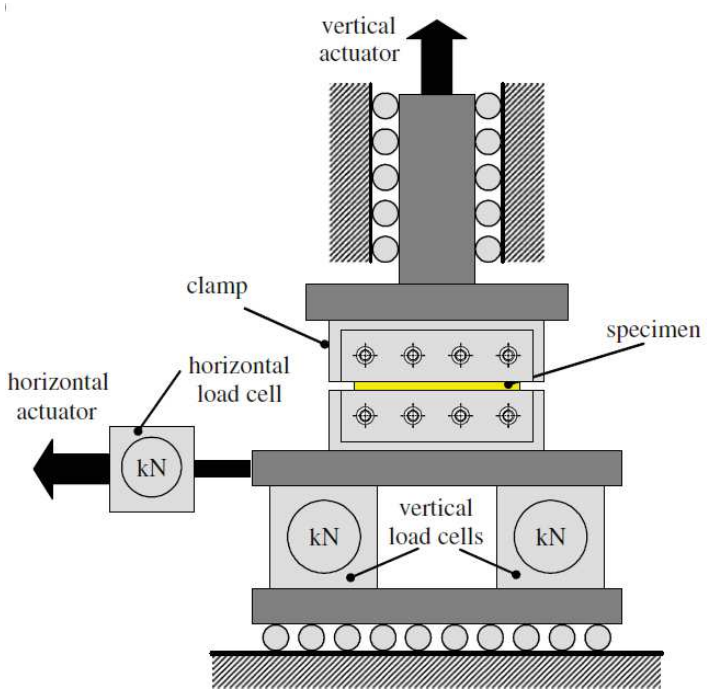


FIGURE 1.12 – Principe de chargement d'éprouvette en acier iTRIP 301LN [71].

Cette transformation doit être prise en compte lors de l'élaboration de systèmes à base de ce type de matériau vu son rôle dans la modification ou l'amélioration des caractéristiques mécaniques des aciers iTRIP. Par exemple, il ne faut pas négliger la transformation de phase augmentant la dureté du matériau lors de l'opération de

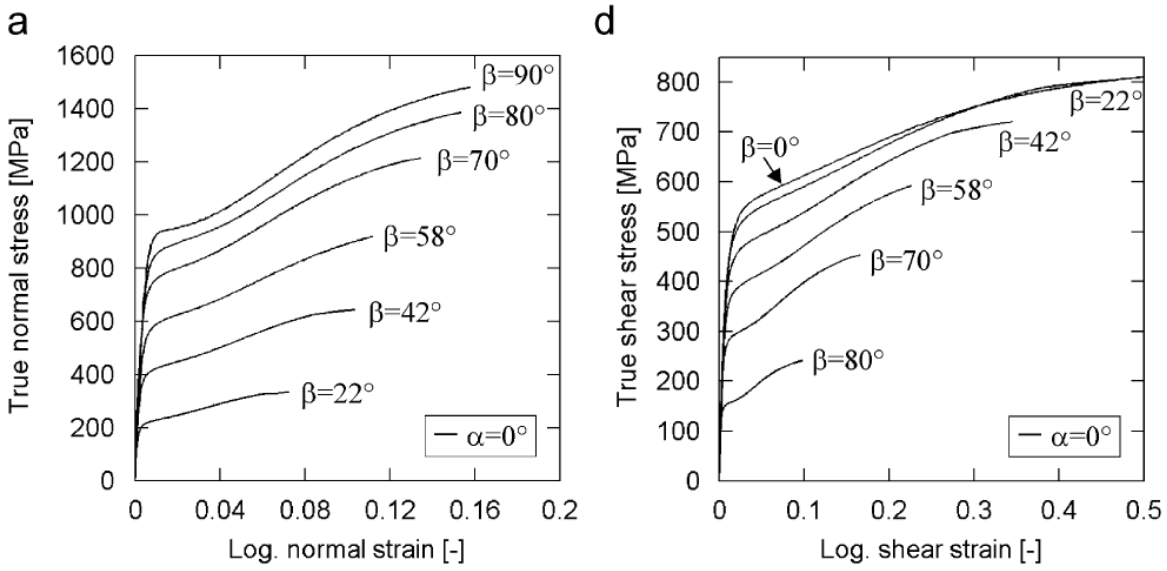


FIGURE 1.13 – Chargement en traction (a) et en cisaillement (d) sur un acier iTRIP 301LN [71].

laminage à froid [53] qui engendre un état de contrainte multiaxial.

En plus des aciers iTRIP, la transformation de phase se produit aussi dans les alliages à mémoire de forme, leur offrant par conséquent d'intéressantes propriétés thermomécaniques.

1.3 Les alliages à mémoire de forme

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont des alliages métalliques contenant deux éléments d'alliage ou plus [63]. Ils sont appelés ainsi vu qu'ils mémorisent leur forme obtenue à haute ou à basse température. Ils peuvent récupérer cette même forme après une déformation apparemment plastique, dépassant leur domaine d'élasticité, par le biais d'une simple opération de chauffage [21]. Cela est illustré sur la figure 1.14 montrant un ressort qui récupère, après une déformation, sa forme initiale suite à son immersion dans de l'eau chaude.



FIGURE 1.14 – Ressort en NiTi plongé dans l'eau chaude [Nimesis, Mécleuves, France]

Ces AMF, dits intelligents, offrent aux ingénieurs concepteurs une alternative afin d'élaborer des mécanismes innovants. Ainsi, la masse et la complexité des systèmes mécaniques conçus sont réduites.

Les propriétés mécaniques particulières des AMF sont dues à une transformation à double sens qui a lieu dans le réseau cristallin du matériau et qui est appelée par similitude aux aciers, transformation de phase martensitique.

1.3.1 La transformation de phase

La transformation de phase dans les alliages à mémoire de forme est une transformation solide-solide displacive de premier ordre effectuée par cisaillement [80]. C'est une transformation réversible, engendrée par des contraintes mécaniques ou thermiques.

Elle résulte d'un déplacement du réseau cristallin causé par des mouvements coopératifs des atomes [6,21,45]. Ce déplacement se produit dans des interfaces entre les phases. Celles-là sont appelées plan d'habitat (Figure 1.15). Cette transformation s'opère sans changement de la composition chimique du matériau concerné, vu que les atomes n'ont pas le temps de diffuser.

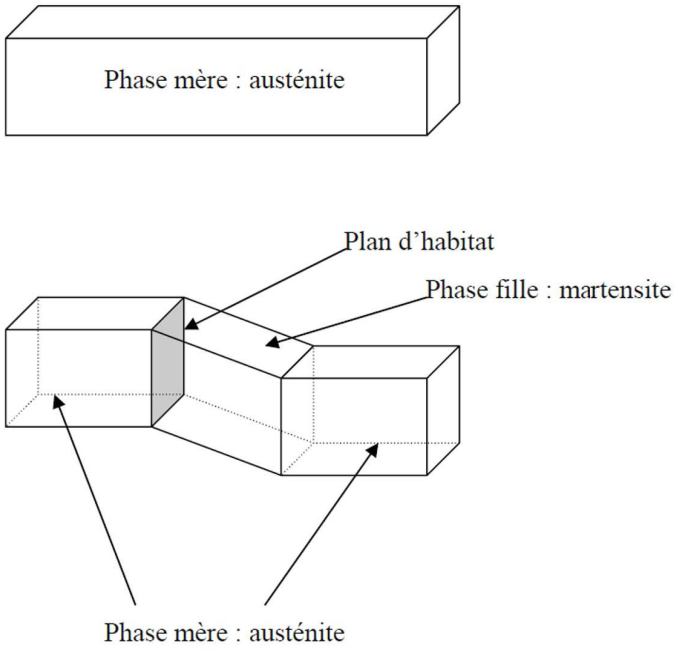


FIGURE 1.15 – Transformation de phase displacive [88].

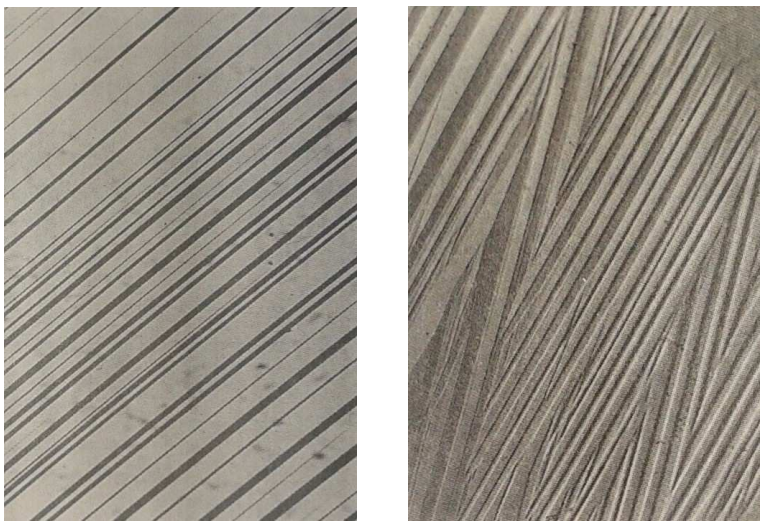
La transformation de phase cause une variation de la microstructure des AMF qui reste évolutive en fonction du chargement thermomécanique appliqué. Elle peut être sous la forme d'austénite ou de martensite ou dans un état mixte où ces deux éléments peuvent être présents. En particulier, durant la transformation de phase qui est progressive, les deux phases coexistent [32].

La phase à basse température est appelée martensite, tandis que la phase à haute température est appelée austénite [41, 45]. En outre, la phase martensitique se caractérise par des niveaux de contrainte et de déformation supérieurs à ceux de la phase austénitique [14]. Par ailleurs, l'austénite est une phase symétrique par opposition à la phase martensitique. Les orientations possibles de martensite permettent de définir les variantes de celle-ci. Dans les alliages de type CuAlBe et du type NiTi par exemple, 24 variantes de martensite existent [80].

La transformation de phase peut être causée par la contrainte ou par la variation de la température. Dans le premier cas, la martensite produite est appelée martensite orientée (Figure 1.16(a)), une déformation macroscopique accompagne cette transformation [45]. Dans le deuxième cas, on distingue quatre températures de transformation M_s (martensite start), M_f (martensite start) pendant le refroidissement, A_s (austenite start) et A_f (austenite finish) pendant le chauffage [14, 32, 74]. L'austénite se transforme entre les deux températures M_s et M_f en martensite thermique [18]. Ainsi, plusieurs variantes de martensite apparaissent et s'arrangent pour empêcher l'apparition d'une déformation macroscopique dans l'échantillon transformé (Figure 1.16(b)) ; on dit que

les variantes de martensite s'auto accommodent [45]. Une application de la contrainte, dans ce dernier cas, cause la réorientation de la martensite et par conséquent une déformation macroscopique non réversible à la décharge. Une opération de chauffage permet de supprimer la martensite et donc cette déformation [32].

La contrainte de transformation martensitique dépend de la température de début de transformation M_s [74]. Ainsi, lorsqu'on augmente la température M_s la contrainte de transformation diminue.



(a) Martensite orientée créée par la contrainte.

(b) Martensite autoaccommodée créée par refroidissement.

FIGURE 1.16 – Illustration de la microstructure de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée [80].

La transformation de phase dans les AMF est influencée par plusieurs facteurs. La température de début de transformation dépend étroitement du traitement thermique subi par le matériau ainsi que des éléments d'alliages de ce celui-ci [32]. Une modification minime de la composition de cet alliage peut causer un changement très important des températures de transformation [32, 38]. Par exemple, la figure 1.17 montre l'influence de la variation des taux de béryllium ou d'aluminium dans un alliage de CuAlBe sur la température M_s.

Les composants mécaniques à base d'alliage à mémoire de forme, durant leurs utilisations, sont généralement soumis à des efforts multi-axiaux et à des températures variables. Ces chargements thermomécaniques engendrent des transformations de phase qui influencent le comportement mécanique de ces derniers. Le matériau peut retrouver son état initial après une déformation spectaculaire qui peut atteindre 6% dans le cas de l'alliage CuAlBe. Il peut être aussi le siège d'une génération de déformation réversible suite à un chargement thermique.

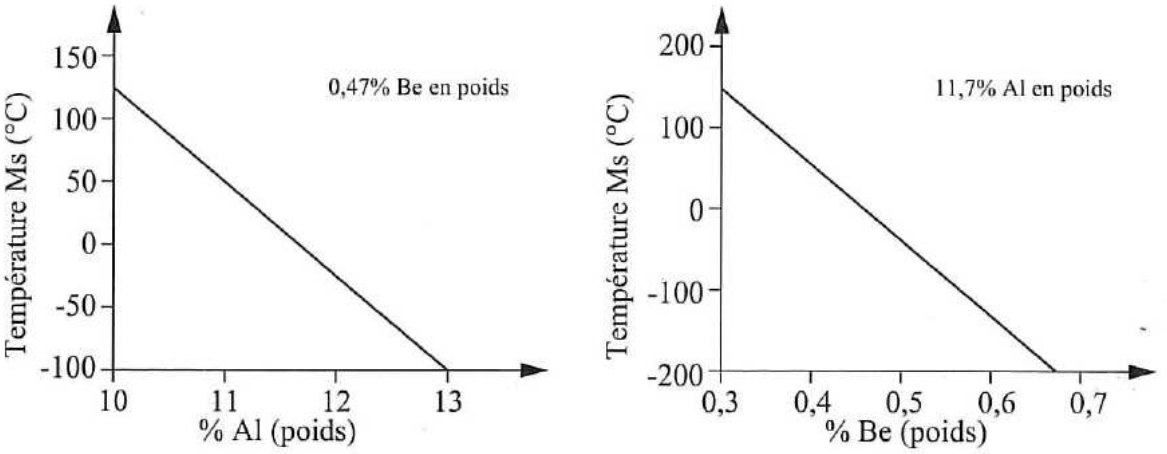


FIGURE 1.17 – Influence des additifs sur la température de début de transformation de phase du CuAlBe [63].

Ainsi, l'évolution de la microstructure des alliages à mémoire de forme suite à la transformation de phase, fonction du chargement thermomécanique appliqué, leur confère des propriétés mécaniques intéressantes. Par conséquent, cette transformation de phase est à l'origine de différents types de comportements des alliages à mémoire de forme que nous pouvons regrouper dans cinq catégories [80] :

— L'effet superélastique (Trajet 1 de la figure 1.18) : appelé aussi pseudo-élastique, est un phénomène qui arrive pendant la déformation d'un AMF à une température constante et supérieure à A_f [38] où le matériau est totalement austénitique. Ainsi, la contrainte appliquée sur l'éprouvette cause l'apparition de la martensite orientée M_σ produisant par conséquent une déformation non linéaire réversible lorsqu'on enlève le chargement [74]. Puisqu'au cours de la décharge, la martensite produite se transforme en austénite, aucune déformation résiduelle ne subsiste à la fin de cette décharge [38] ;

— L'effet mémoire simple sens (Trajet 3 de la figure 1.18) : la figure 1.20 montre ce comportement. En effet, lorsqu'on refroidit une éprouvette en AMF, la martensite auto accommodée est créée. L'application d'une contrainte sur celle-ci cause son orientation. Ainsi, en relâchant la contrainte une déformation subsiste une déformation subsiste et qui peut être récupérée par une opération de chauffage. Ce principe fait que cette déformation créée produit un effort important dans les manchons de serrage par exemple. Étant à l'origine du comportement des actionneurs, il permet un gain de poids et d'encombrement. Ce même principe est utilisé dans des stents ou dans des agrafes osseuses ;

— L'effet mémoire double sens (Trajet 5 de la figure 1.18) : l'AMF mémorise deux formes géométriques (Figure 1.19), l'une en phase austénitique et l'autre en une

phase martensitique grâce à un traitement d'éducation [63]. Qui consiste en la saturation de la déformation résiduelle obtenue lors de cyclages thermomécaniques exercés sur le matériau [80] ;

— L'effet caoutchoutique : cet effet concerne la déformation réversible obtenue lors de la charge et de la décharge d'un échantillon étant dans un état déformé causé par réorientation de la martensite lors d'un précédent chargement mécanique. Cet effet est obtenue à une température supérieure à la température de fin de transformation martensitique M_f.

— L'effet amortissant :La réorientation de la martensite est à la base de cet effet. Ainsi, une dissipation de l'énergie a lieu à cause des frottements internes dus aux mouvements des interfaces des variantes de la martensite [84].

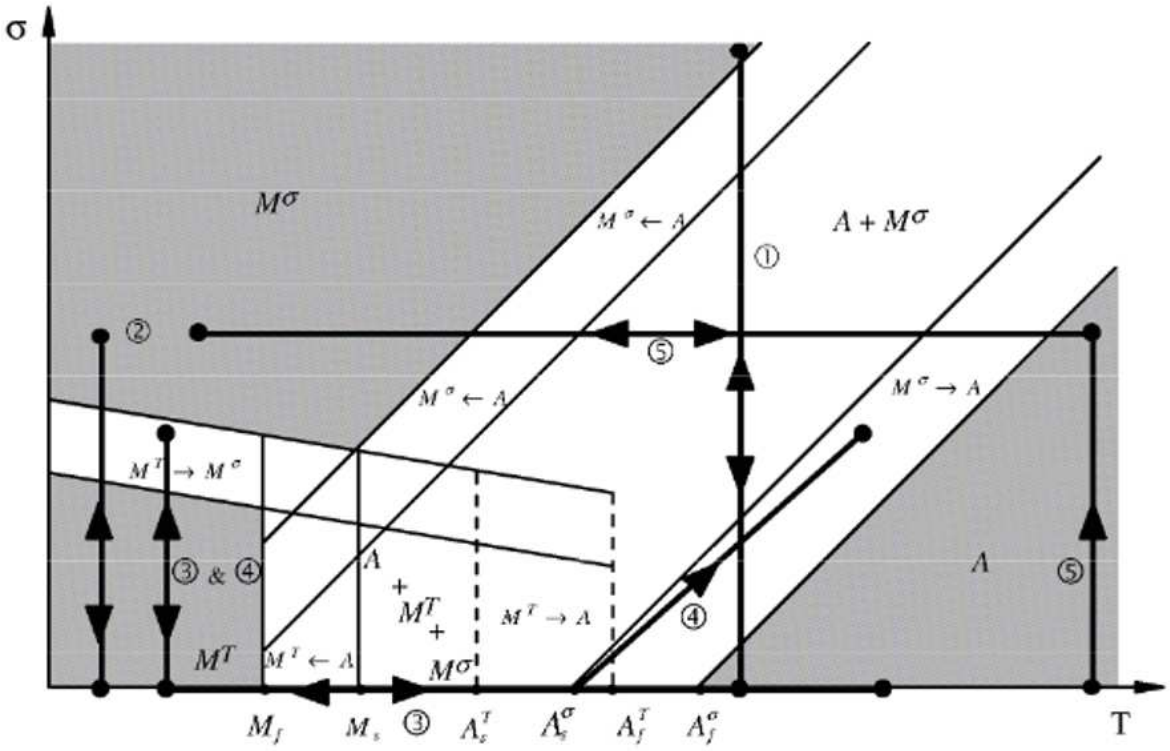


FIGURE 1.18 – Pseudo diagramme d'état d'un alliage à mémoire de forme [45].

Plusieurs types d'AMF sont concernés par ce phénomène de transformation de phase.

1.3.2 Catégories des alliages à mémoire de forme

Malgré l'existence de plusieurs types d'AMF, seulement deux grandes catégories sont les plus utilisées dans le domaine industriel, à savoir les AMF à base de nickel titane et ceux à base de cuivre.

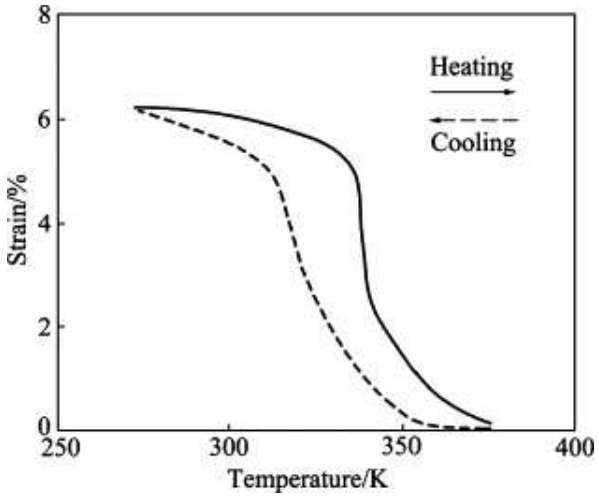


FIGURE 1.19 – Effet mémoire double sens [27]

1.3.2.1 Les alliages à mémoire de forme à base de nickel-titane

Les alliages de Ni-Ti, sont composés d'environ la moitié de nickel et l'autre moitié de titane en plus de quelques additifs [84]. Les températures de transformation peuvent être situées entre -100°C et 100°C, ces alliages ont un comportement à plateau.

Le NiTi est l'alliage le plus utilisé dans des applications médicales, car il est biocompatible [32] ; il peut être utilisé dans le corps humain. Les alliages à base de nickel, malgré leur coût élevé, ont un très bon effet superélastique et un effet mémoire de forme simple sens très intéressant [40]. Ils sont résistants à la corrosion et peuvent être produits sous forme de feuilles, de tubes et de fils fins de l'ordre de quelques micromètres [40]. Cela est dû aux grains très fins qui constituent ce matériau et aussi à la faible anisotropie élastique [40].

Ce type de matériau se caractérise par deux types de comportements (superélastique et l'effet mémoire) causés par une transformation de phase. Celle-ci peut avoir lieu suite à l'application d'une contrainte au-dessus d'une température appelée A_f [81]. Par ailleurs, une phase intermédiaire, appelée R phase, entre la martensite et l'austénite, et dont la déformation ne dépasse pas le 1% [45], peut apparaître durant cette transformation de phase. Grâce au phénomène de superélasticité, ce type de matériau peut atteindre un taux de déformation de l'ordre de 8% sans avoir de déformations résiduelles [81].

1.3.2.2 Les alliages à mémoire de forme à base de cuivre

Le prix plus faible des alliages à mémoire de forme à base de cuivre, fait de ces derniers une alternative économique et intéressante à des alliages plus coûteux à base de nickel [32]. Ce type de matériau peut récupérer une déformation de l'ordre de 6 à 7 % après chauffage [45].

Les propriétés mécaniques de ce type d'alliage peuvent être améliorées grâce à un troisième additif [32], par exemple, l'addition de manganèse (Mn) améliore leur ductilité.

La température de transformation peut être aussi ajustée dans l'intervalle de -200 °C à 150 °C grâce à un troisième additif qui peut être du béryllium dans le cas du CuAlBe [40].

Ces types d'alliages à mémoire de forme ont deux importants types de comportements qui sont les plus utilisés dans des applications industrielles et qui sont l'effet superélastique et l'effet mémoire de forme.

1.3.3 Applications industrielles des alliages à mémoire de forme

Depuis, la découverte de l'effet mémoire de forme dans les alliages à mémoire de forme en 1930, les applications utilisant ces matériaux n'ont cessé de se multiplier. En effet, grâce à leurs propriétés thermomécaniques intéressantes [30, 80], Ils sont exploités dans de multiples applications industrielles dans une grande variété de domaines. Plus particulièrement, ils sont exploités dans l'élaboration de systèmes intelligents, . Une liste d'exemples d'application de ces matériaux est dressée ci-dessous ;

- Nous les trouvons dans le domaine spatial sous forme d'actionneurs en exploitant leur comportement hystérétique [27,29,42]. Ils permettent la réduction de la masse des mécanismes en dépit de leur lenteur. Ce compromis est en faveur des appareils spatiaux. Un actionneur rotatif utilisé pour nettoyer une vitre d'un capteur de poussière sur la planète Mars est illustré sur la figure 1.21 ;
- Nous les trouvons dans le secteur médical [51] sous forme de limes dentaires (Figure 1.22), ils sont utilisés comme agrafes osseuses ou dans des lunettes qui peuvent se déformer grâce à l'effet superélastique sans qu'elles plastifient (Figure 1.23) ou dans des micro pompes (Figure 1.24) ;
- Nous les trouvons aussi dans le domaine du génie civil sous la forme d'amortisseurs [27]. Ils permettent d'amortir les efforts résultants lors d'un tremblement de terre (Figures 1.25, 1.26) [8, 74]. Cette propriété est liée à leur capacité de dissipation d'énergie grâce à l'hystérésis produite durant le comportement superélastique de ces matériaux. Aussi, la force transmise au pont est contrôlée durant le plateau de transformation de phase [90]. L'utilisation de ce type d'amortisseur passif permet de réduire les prix de réalisation et d'entretien des amortisseurs traditionnels [8]. Ils sont aussi utilisés dans des haubans de ponts [15] ;
- Le secteur de l'automobile fait usage de ce type de matériau dans le but de réduire les émissions en CO_2 en allégeant la masse des véhicules produits [70]. Ceci est opéré par des actionneurs intelligents à base d'AMF qui remplacent les actionneurs standards [30], tels que les moteurs ou les vérins. Ils offrent ainsi un meilleur compromis entre la force qu'ils développent et leur masse [29, 45]. En outre, les

actionneurs à base d'alliages à mémoire de forme sont silencieux en l'absence de moteur. Les déplacements de ces actionneurs sont liés à la transformation de phase induite par la variation de température ; cette variation engendre une déformation qui à son tour génère des déplacements de l'actionneur [27]. La variation de la température peut être générée par l'injection d'un courant électrique qui chauffe cet actionneur par effet Joule [30, 45]. Ce genre d'actionneur est appelé activateur électrique. Toutefois, ce type d'actionneurs augmente le temps de réponse du système ainsi que la perte énergétique [45].

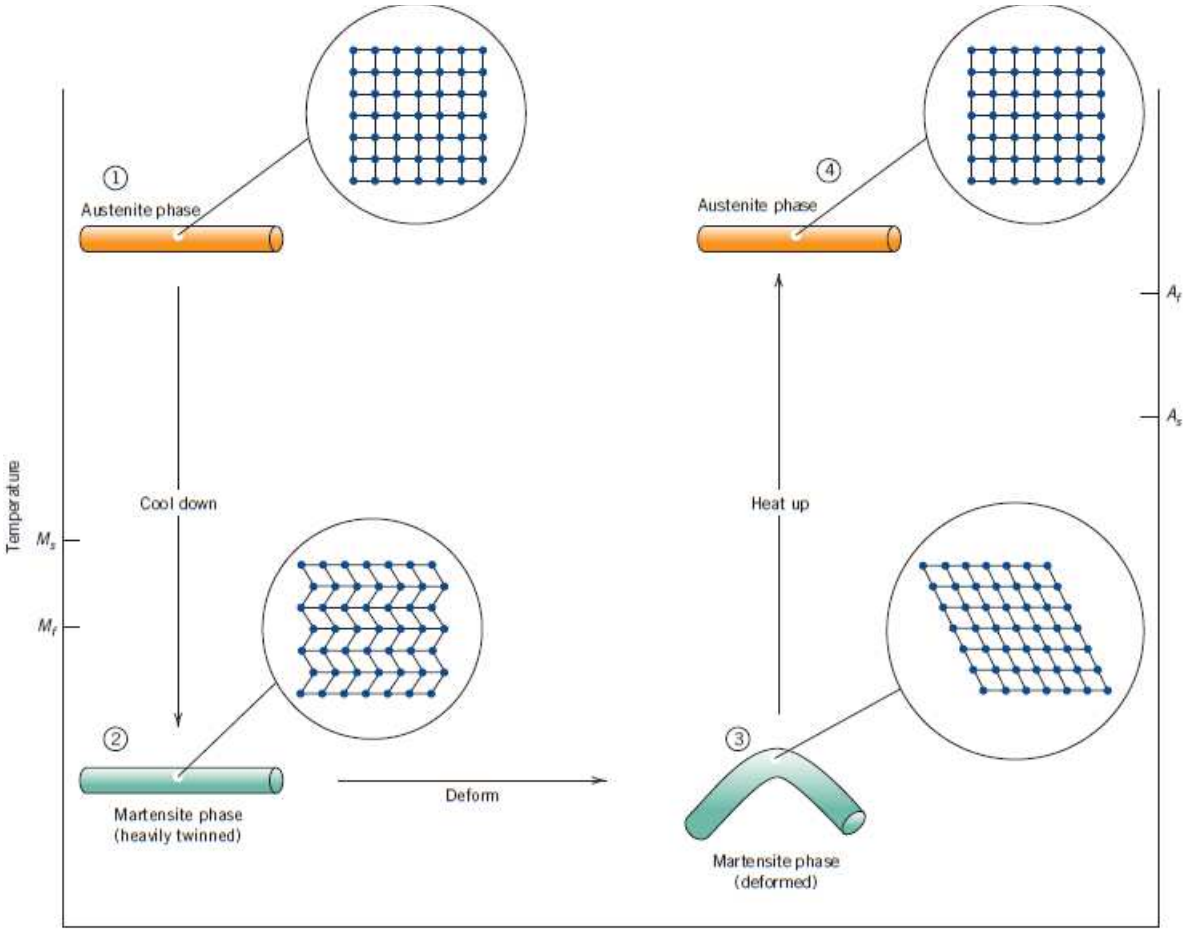


FIGURE 1.20 – Illustration de l'effet mémoire [25].

Dans une structure en AMF, la transformation de phase peut avoir lieu sous des chargements thermomécaniques arbitraires [24]. Ainsi, une bonne compréhension de ce phénomène sous l'effet de ce type de chargement s'avère indispensable. Pour ce faire, plusieurs études se sont focalisées sur la caractérisation du comportement axial et multiaxial de ces matériaux sous des chargements thermomécaniques variés.



FIGURE 1.21 – Actionneur rotatif à base d'AMF utilisé en aérospatial [29].



FIGURE 1.22 – Lime dentaire [MICRO MEGA, Besançon, France].

1.3.4 Étude du comportement des alliages à mémoire de forme

Depuis la découverte de la pseudo-élasticité en 1932 par Chang et Read dans un alliage d'Au-Cd [63], plusieurs études ont été menées afin de comprendre le comportement des AMF. Depuis une trentaine d'années, ceux-ci font l'intérêt de plusieurs recherches [45,72].

De nombreuses études se sont intéressées au comportement uniaxial des AMF [10, 14, 45, 72, 73, 74, 84, 100]. Toutefois, la complexité des chargements auxquels sont soumises certaines pièces nécessite l'établissement d'études multiaxiales sur ce genre de matériau. En effet, la nature du trajet de chargement influence la transformation de phase dans



FIGURE 1.23 – Lunettes [AspexTechnologies, Brevet LPMM].

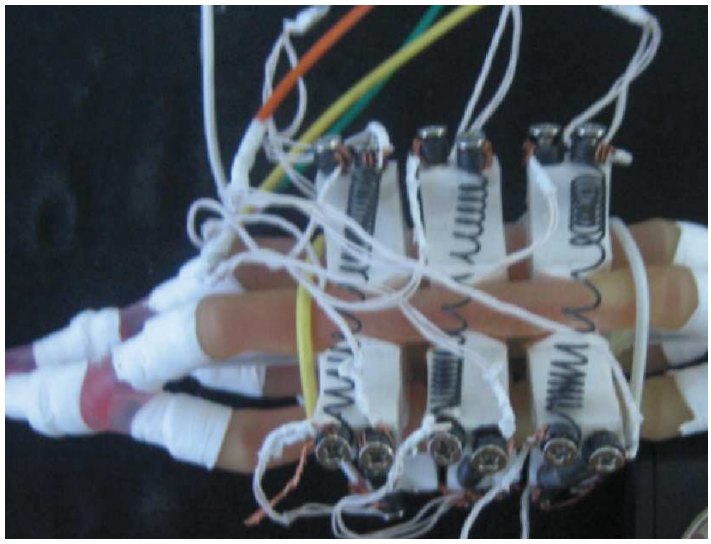


FIGURE 1.24 – Micro pompe à base de ressorts en NiTi [51].

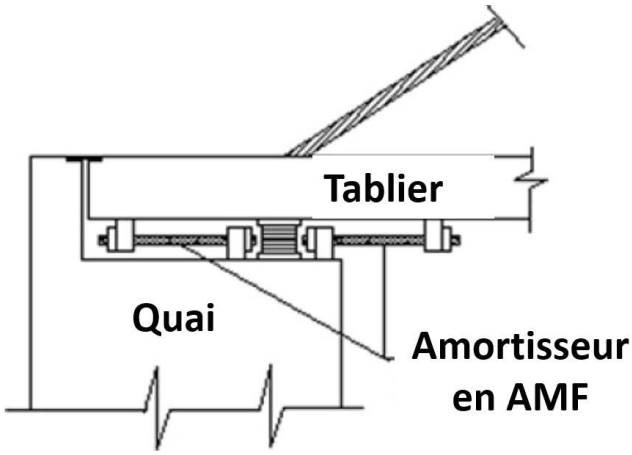


FIGURE 1.25 – Amortisseur de pont à base d'AMF de CuAlBe [90].

les AMF, modifiant par conséquent la résistance à la fatigue de ceux-ci. Encore, cette résistance dépend du taux de la contrainte appliquée [93].

Grabe et. al. ont étudié le comportement multiaxial d'un alliage à mémoire de forme à base de NiTi [48]. Ils ont utilisé un montage d'essai (Figure 1.29) qui leur a permet de caractériser le comportement d'un alliage de NiTi pour des trajets de chargement

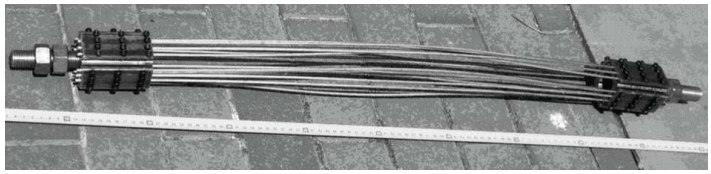
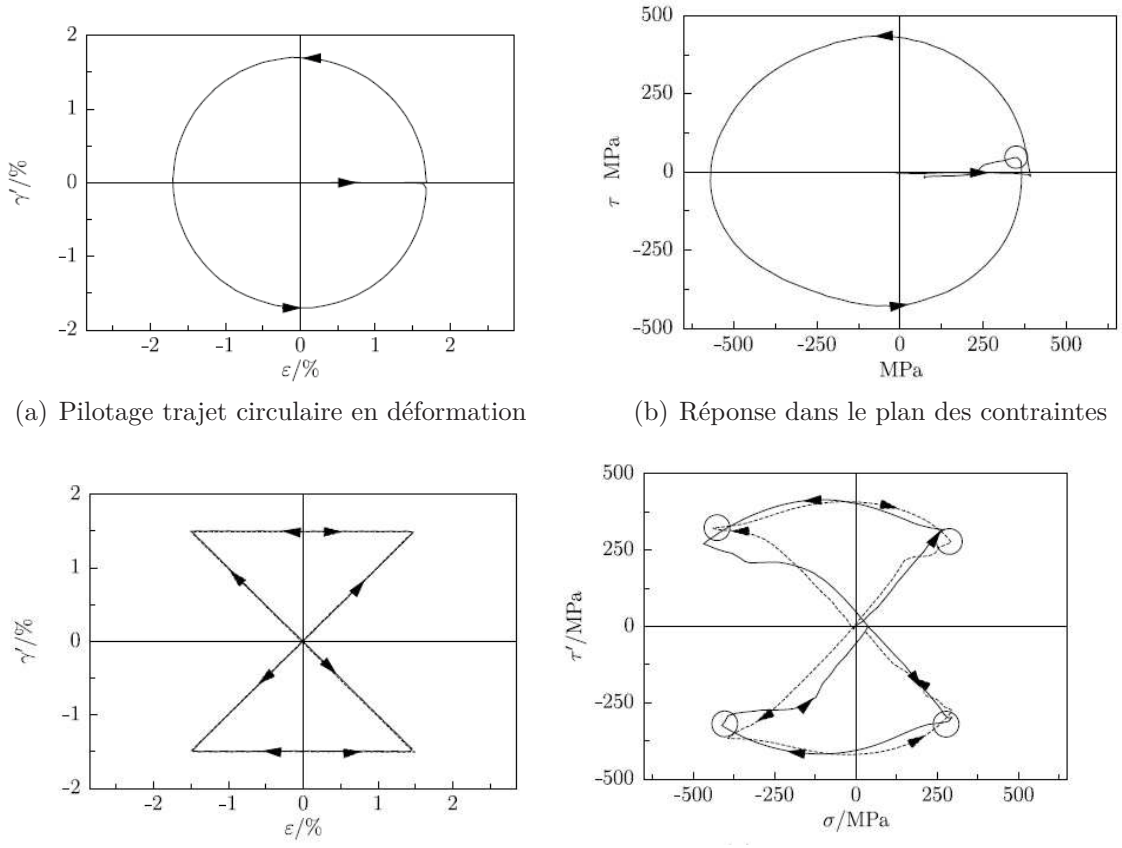


FIGURE 1.26 – Amortisseur d'effort de tremblement de terre [8].

dans le plan (σ, τ). Quelques trajets testés sont présentés sur la figure 1.27.



(a) Pilotage trajet circulaire en déformation

(b) Réponse dans le plan des contraintes

(c) Pilotage dans le plan de déformation

(d) Réponse dans le plan de contrainte

FIGURE 1.27 – Trajets de chargement multiaxial réalisés sur une éprouvette tubulaire de NiTi et réponse dans le plan de déformation [48].

Nous citons aussi, les travaux de Christophe Bouvet concernant le comportement multiaxial d'un AMF à base de CuAlBe [21]. Les résultats obtenus, dont l'un des trajets de chargement non proportionnel, sont présentés sur la figure 1.28.

Karine Taillard a étudié aussi le comportement multiaxial de deux AMF, le premier à base de CuAlBe et le second à base de NiTi. Elle a vérifié la validité de la relation de linéarité entre le taux de martensite créée et la déformation de transformation équivalente proposée par Vacher et Lexcellent [98] (Équation 1.2), dans des chargements proportionnels par une opération de dosage de phase [94].

$$z = \frac{\varepsilon^{tr}}{\gamma} \tag{1.2}$$

Récemment, Meharbi et. al. [68] ont étudié l'influence de différents trajets de chargement multiaxiaux sur le comportement proportionnel et non proportionnel, de tubes minces à base d'alliage à mémoire de forme de nickel titane. Ces tubes ont une longueur

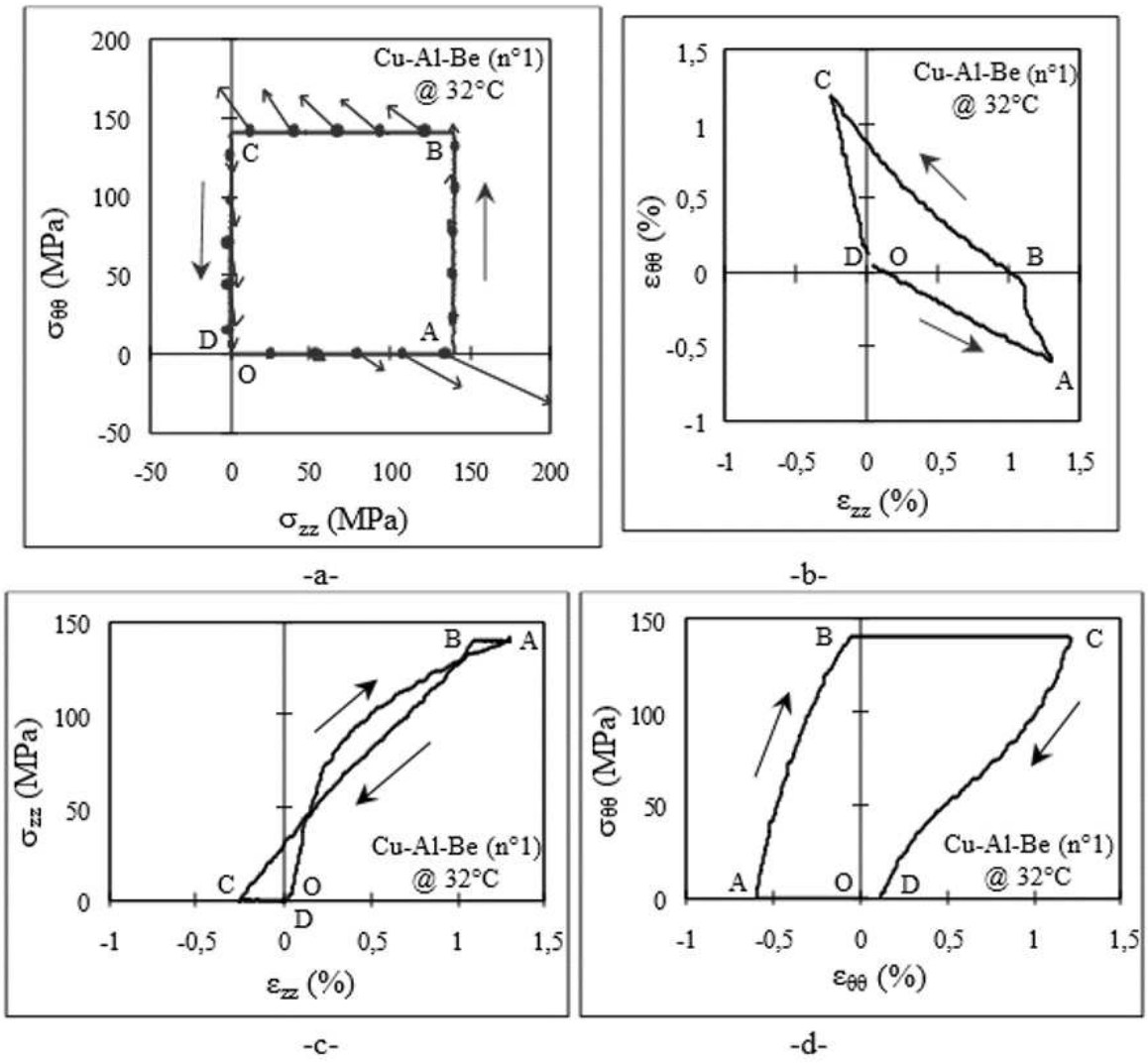


FIGURE 1.28 – Essai de traction-pression interne sous chargement non proportionnel carré. (a) chemin de chargement, (b) réponse en déformation, (c) et (d) courbes contrainte/déformation [21].

utile de 14 mm, un diamètre extérieur de 4.5 mm et un diamètre intérieur de 3.9 mm (Figure 1.30(a)).

Les essais mécaniques isothermes de cette étude ont été effectués en utilisant une machine de traction-torsion BOSE ElectroForce 3330. La température des essais a été gardée constante à 23 °C avec une enceinte thermique. Un ensemble de collets illustré sur la figure 1.30(b) sont utilisés pour saisir les tubes. Des pièces en acier, insérées, à l'intérieur des deux extrémités des éprouvettes servent à augmenter leur rigidité radiale. Le glissement de ces éprouvettes a été réduit par l'addition d'époxy dans la zone de leur fixation dans les mors [68].

Les températures de transformation de phase de cet alliage ont été caractérisées par

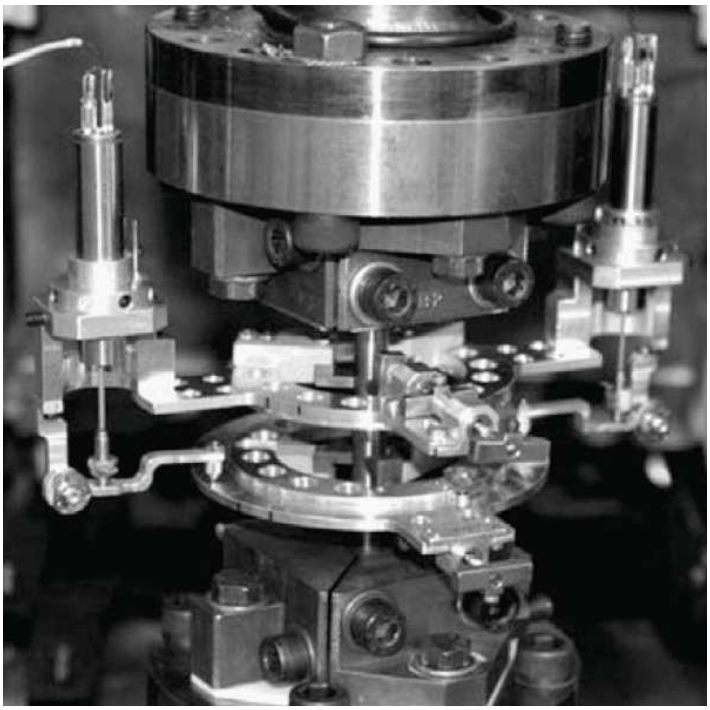
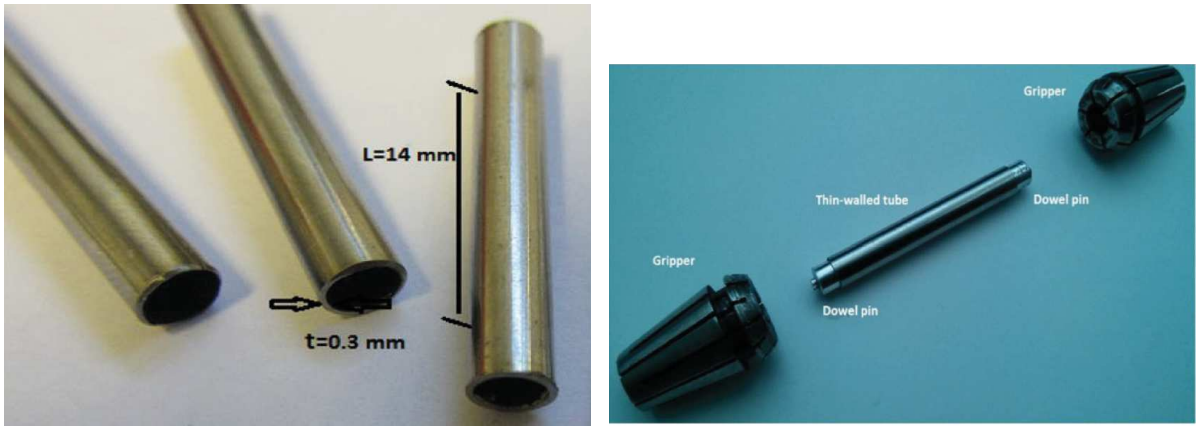


FIGURE 1.29 – Montage d'essai pour essais de traction-torsion [48].

DSC et sont $A_s = -25$ ° C, $A_f = 13$ ° C, $M_s = -70$ ° C, $M_f = -120$ ° C.



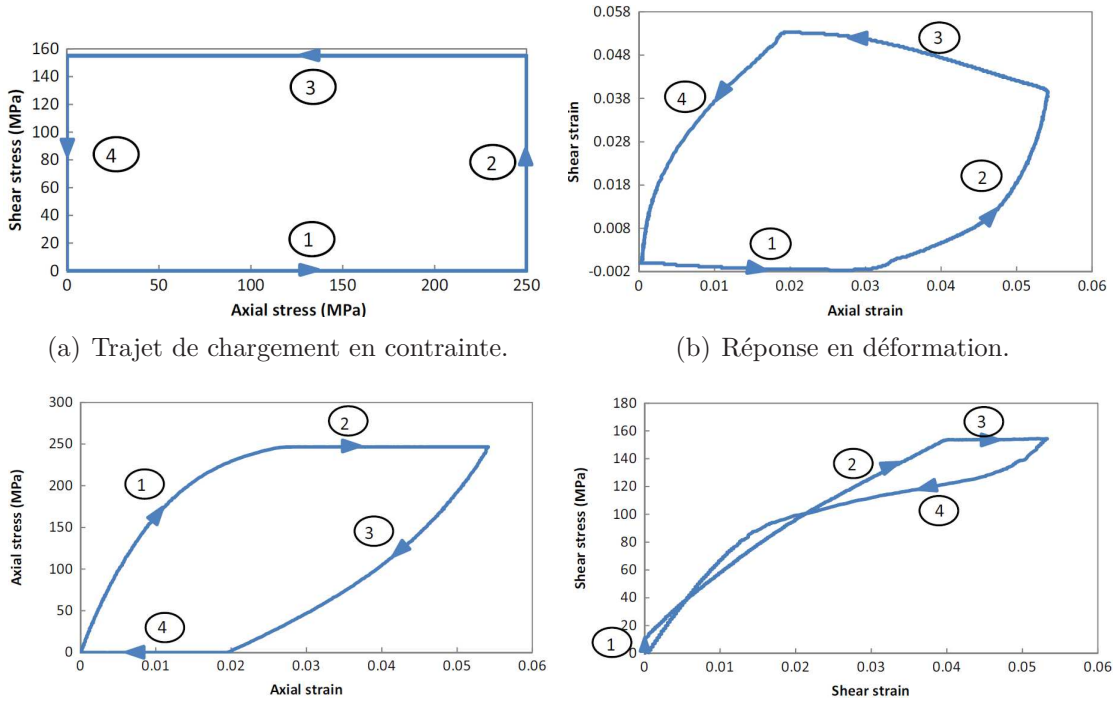
(a) Tubes minces à base de NiTi. (b) Configuration d'essai d'un AMF de NiTi.

FIGURE 1.30 – Présentation des éprouvettes à base de NiTi et du montage d'amarrage [68].

Le trajet de chargement non proportionnel appliqué en contrainte ainsi que les différentes réponses mécaniques obtenues sont illustrés dans la figure 1.31.

Aussi, nous citons les travaux de Ech-Chorfi sur un alliage de nickel-titane [38].

Malgré les nombreuses études multiaxiales réalisées sur les AMF, les données expérimentales concernant les chargements multiaxiaux restent encore rarissimes, et plus



(a) Trajet de chargement en contrainte.

(b) Réponse en déformation.

(c) Réponse en déformation-contraire axiales.

(d) Réponse en déformation-contraire axiales.

FIGURE 1.31 – Pilotage en contrainte et réponse en déformation d'un trajet non proportionnel sur tube en NiTi [68].

particulièrement dans le cas de chargements non proportionnels que nous traiterons dans cette étude.

L'interaction entre le chargement thermomécanique et la transformation de phase peut changer remarquablement leurs propriétés mécaniques et leur offrir des propriétés spécifiques telles que la récupération de la déformation. Par conséquent, la caractérisation de cette transformation et son influence sur ces matériaux nécessitent la réalisation d'essais thermomécaniques couplés avec un suivi de cette transformation qui peut être effectué par plusieurs techniques.

1.4 Techniques de suivi de transformation de phase

Dans cette partie, nous présentons le principe de différentes méthodes de caractérisation et de suivi de la transformation de phase. Nous dressons à la fin de cette partie un bilan de ces différentes techniques.

L'étude de la microstructure d'un matériau consiste à caractériser la quantité, les tailles, la forme et l'arrangement mutuel des phases qui le constituent [34]. Ainsi, la connaissance des phases existantes facilite la compréhension du comportement du matériau étudié [33]. L'un des intérêts du suivi de la transformation de phase est la compréhension du processus de déformation au cours des opérations de formage ou de grandes déformations [83]. Par exemple, le suivi de la fraction volumique de martensite permet le suivi du phénomène TRIP dans les aciers iTRIP [19]. Aussi l'établissement de modèles numériques prenant en compte l'effet de cette transformation sur le comportement des matériaux métastables nécessite son identification. De ce fait, il est indispensable d'utiliser une technique fiable et simple permettant de suivre l'évolution de la transformation de phase lors d'essais thermomécaniques.

Différents outils et méthodes de détermination et de suivi de la cinétique de la transformation de phase dans les matériaux métastables existent. Ces techniques se basent sur les propriétés physiques et structurales du matériau. Cette mesure peut être réalisé à l'échelle locale [86] par des techniques de pointes telles que la diffraction de neutrons ou à l'échelle du volume élémentaire représentatif par des techniques basées sur les propriétés physiques du matériau, telles que le magnétisme ou la résistivité. Elle peut être aussi réalisée au cours d'essais thermomécaniques ou à la fin de ceux-ci.

La complexité d'utilisation, les moyens mis en œuvre ainsi que la précision des résultats obtenus par une technique ou une autre font les principaux points de divergence de ces dernières. Le choix d'une technique adéquate pour le suivi de la transformation de phase se fait en fonction de l'aisance de son exploitation et de la précision du résultat obtenu.

Nous distinguons deux catégories de techniques de suivi de la transformation de phase qui sont des méthodes in-situ et des méthodes post-mortem. Ces différentes méthodes de suivi de la transformation de phase seront présentées succinctement ci-dessous.

1.4.1 Méthodes post-mortem

Ces techniques sont, généralement, utilisées pour l'identification des phases dans un matériau. Elles demeurent inadaptées au suivi continu de la transformation de phase durant un essai thermomécanique.

1.4.1.1 Calorimétrie différentielle à balayage (Differential scanning calorimetry : DSC)

La mesure par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permet de caractériser les températures de transformation [32], ainsi que les phases en présence dans le matériau. Par exemple, un décalage des températures de début de transformation de phase sur la mesure de DSC concernant des échantillons d'éprouvettes testés à différents niveaux de déformation permet de suivre cette transformation de phase [10].

Cette technique consiste à découper un morceau de quelques millimètres du matériau étudié et à le placer dans une capsule. Par suite, cet échantillon, étant introduit dans une machine de DSC, subit un chargement thermique dans une plage de température assez large, pour identifier les températures de transformation de phase. Lors de cette manipulation, des transformations de phase sont identifiées par la variation de la chaleur dégagée ou absorbée par l'éprouvette comparée à une éprouvette étalon. En effet, la transformation de phase de l'austénite en martensite est exothermique ; elle cause un dégagement de chaleur. Par opposition, la transformation de phase inverse est endothermique, elle cause une absorption de chaleur.

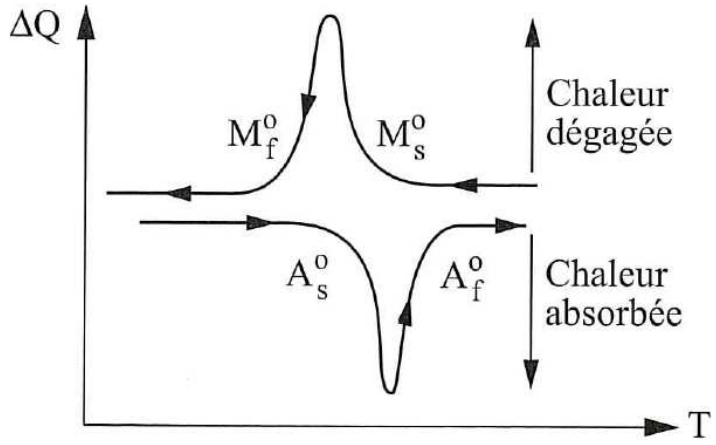


FIGURE 1.32 – Mesure des températures de transformation de phase par DSC [63]

Par convention, la transformation endothermique est équivalente à un pic en bas sur la mesure de la DSC tandis que la transformation exothermique est équivalente à un pic en haut [80].

Cette technique, puisqu'elle requiert le découpage d'un échantillon, est inadaptée au suivi in-situ de la transformation de phase lors d'essais thermomécaniques. Elle nécessitera d'utiliser une éprouvette à chaque niveau de déformation, chose qui demandera un nombre important d'éprouvettes.

1.4.1.2 Métallographie

Cette technique se base sur des images classiques de microscope (optique, électronique à balayage,...) allant jusqu'aux images 3D obtenues par exemple par tomographie.

La microscopie optique est l'une des méthodes de métallographie utilisée pour la caractérisation microstructurale des matériaux métalliques par réflexion [34, 80], permettant la détermination de la macrostructure ainsi que la microstructure du matériau. Elle permet, entre autres, le suivi de la transformation de phase dans ceux-ci. Pendant les observations de la microstructure, un grossissement de 50 à 1500 est indispensable pour faire une analyse des phases en présence. Ainsi, on détermine leurs natures, leurs formes et leurs dimensions. Des observations microscopiques ont permis l'identification des phases [13] ainsi que le suivi de la transformation de phase dans un acier iTRIP 600 [17]. La figure 1.33 illustre la microstructure initiale d'un acier iTRIP 600.

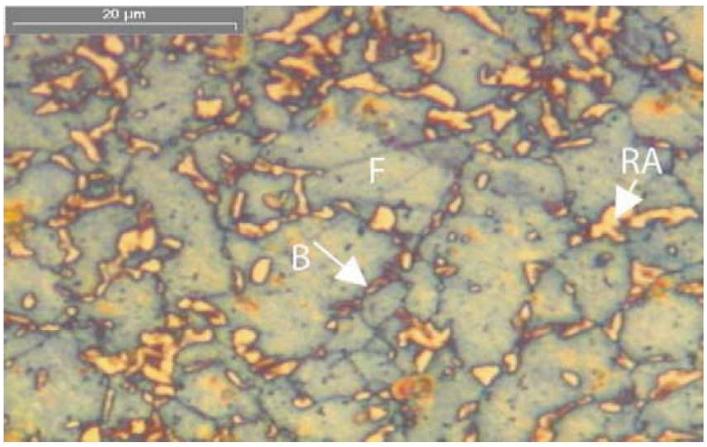


FIGURE 1.33 – Micrographie optique de l'acier iTRIP 600. F : ferrite ; B : bainite ; RA : austenite retenue [17].

Néanmoins, la détermination des phases présentes dans un matériau donné avec le microscope optique nécessite en plus de la performance et de la technicité de l'observateur [34] la connaissance de :

— La physico-chimie du matériau qui limite la nature des phases possibles à un nombre assez réduit ;
— Propriétés optiques spécifiques de ces phases ;
— L'effet de l'attaque d'acides sur les phases présumées qui permet de les distinguer.

Parmi ces méthodes de métallographie, l'EBSD (Electron backscattered diffraction) dont nous présentons quelques propriétés.

1.4.1.2.1 EBSD

L'EBSD est une technique de microscopie électronique (SEM : Scanning electron microscopy) permettant de déterminer les phases en présence dans un matériau métallique.

Elle est utilisée depuis sa mise en service en 1994 dans l'identification de phases présentes dans un matériau [87]. Cette technique permet d'exploiter les images prises par microscope électronique (SEM) afin de déterminer les phases cristallographiques en présence dans le matériau testé [65, 87, 103]. Elle consiste à exposer un échantillon poli à un faisceau d'électrons. Celui-ci est diffracté au contact de cet échantillon sur un écran phosphorescent qui converti les diffractions des électrons à une lumière, adaptée à la capture par des caméras (Figure 1.34).

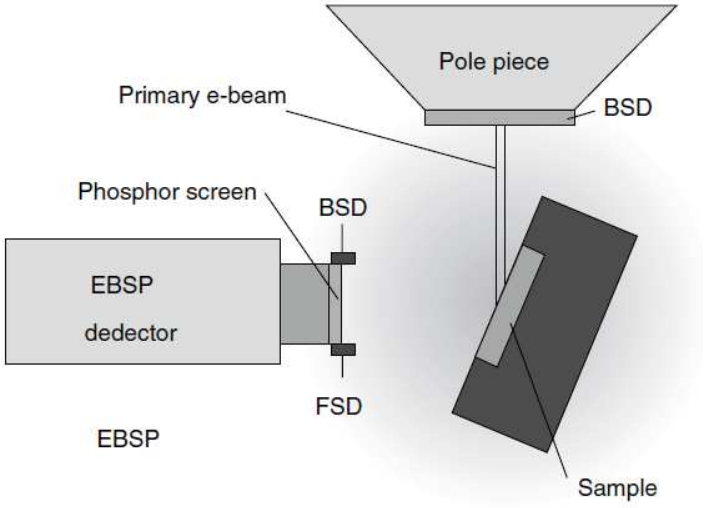


FIGURE 1.34 – Principe de mesure par EBSD [39].

La figure 1.35 illustre l'interaction du faisceau incident d'électrons avec le matériau, ainsi que les bandes de Kikuchi obtenues.

Lors de l'identification de phases, une recherche est faite dans une base d'informations cristallographiques [87]. L'analyse des micrographies de haute résolution obtenues par microscope électronique, et leurs comparaisons avec les bandes de Kikuchi (Figure 1.35) enregistrées dans une base de données, permettent de déterminer les orientations des atomes et par conséquent la structure de l'échantillon. Ainsi, on obtient statistiquement le taux des phases en présence.

Cette technique permet un suivi de la transformation de phase [61]. Par exemple, elle a été utilisée afin de détecter l'influence de ce phénomène sur l'emboutissage de tôles d'acier 304L [54] . Aussi, elle a été utilisée pour déterminer le taux de la martensite dans un alliage à mémoire de forme [99] .

Bien que cette technique micrographique permette de détecter la martensite formée, cette opération n'est pas simple à réaliser. En effet, la surface de l'échantillon devient

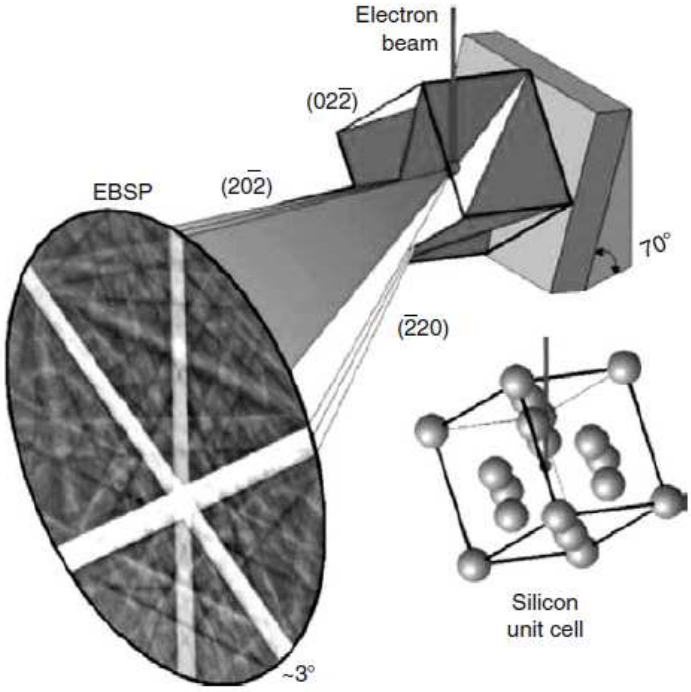


FIGURE 1.35 – Interaction des électrons du faisceau incident avec des matériaux cristallins [39].

rugueuse au cours de l'essai [103] causant l'augmentation de la fraction de la solution zéro, c'est-à-dire le taux des bandes de Kikuchi non indexées dans la base de données augmente de 4% à 11% [103]. Ainsi, la précision de cette méthode dépend d'un paramètre non maîtrisable qui est l'état de surface de l'échantillon étudié au départ et au cours de l'essai.

Pour résumer, la détermination des phases présentes dans un matériau peut se faire par microscopie optique ou par microscope à transmission d'électrons. Toutefois, une maîtrise de cette technique est indispensable pour la réussite du dosage de phase. En outre, elle se focalise sur une zone très réduite, par exemple, l'EBSD permet la mesure dans une zone de l'ordre de 100x100 micromètres [103].

Les méthodes que nous avons citées ci-dessus ne peuvent pas être utilisées lors de chargements thermomécaniques afin de caractériser la transformation de phase. Par conséquent, une présentation des méthodes qui sont utilisées in-situ, s'avère nécessaire.

1.4.2 Méthodes in-situ

Ces méthodes permettent le suivi de la cinétique de transformation de phase au cours d'un essai thermomécanique.

1.4.2.1 Émissions acoustiques

La transformation de phase peut être suivie par des mesures d'émissions acoustiques [64, 89].

Au cours d'un essai de traction, la mesure par émissions acoustiques permet de détecter plusieurs phénomènes qui arrivent dans le matériau au cours de la déformation (les dislocations, la transformation de phase) [64]. Chaque mécanisme de déformation est caractérisé par un taux d'émission acoustique ayant une amplitude et une fréquence appropriées. Une isolation de l'émission acoustique relative à chaque phénomène est réalisée statistiquement par des algorithmes spécifiques.

La transformation de phase est l'un des phénomènes qui peuvent être caractérisés par cette technique. Linderov et. al. [64] l'ont utilisée et ont vérifié les résultats obtenus avec la technique de l'EBSD.

Cette technique exige une maitrise et une analyse pointue basée sur des études statistiques.

1.4.2.2 Méthodes magnétiques

L'utilisation des caractéristiques magnétiques des phases présentes dans un matériau est une méthode non destructive [101] permettant le suivi de l'évolution de ces phases. La phase ferrite α ainsi que la phase martensitique α' sont les deux phases ferromagnétiques qui peuvent être présentes dans un acier austénitique métastable, alors que la phase austénitique γ est amagnétique [30, 43]. Cette caractéristique permet d'utiliser ces méthodes afin de suivre la transformation de phase martensitique et de quantifier le taux de martensite dans les aciers iTRIP [19]. Elle permet de mesurer le taux de ferrite des aciers austénito-ferritiques, le taux de la ferrite éventuelle des aciers austénitiques ou le taux de la martensite formée par écrouissage dans l'austénite. Différentes méthodes magnétiques ont été utilisées afin de caractériser la microstructure d'un acier austénitique 700 [101]. L'évolution quantitative de la transformation de phase martensitique dans un acier 304 a été réalisée par cette technique [33].

Ces méthodes peuvent être utilisées dans des mesures statiques ou in-situ. Plusieurs études ont montré l'efficacité de cette méthode dans le suivi de la transformation de phase dans un acier iTRIP [77, 83]. Un exemple d'un montage utilisé lors de cette opération est illustré sur la figure 1.36.

En outre, le Feritscope, instrument qui se base sur les propriétés magnétiques de la martensite, mesure le taux de la martensite dans un acier austénitique métastable. Cet outil a été utilisé pour la détermination du taux de martensite [2, 53] et pour suivre la transformation de phase au cours d'essais de fatigue sur un acier austénitique

métastable [58]. Lors de cette dernière étude, la sonde du Feritscope a été mise contre l'éprouvette subissant l'essai de fatigue (Figure 1.37).

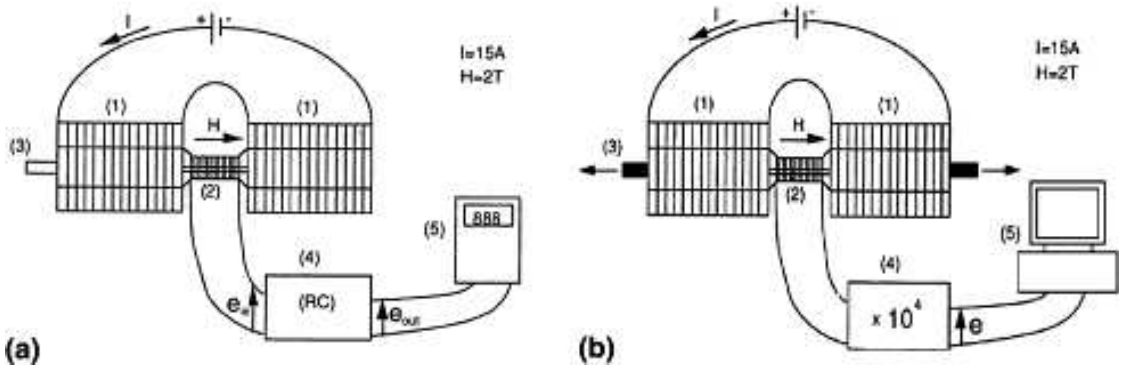


FIGURE 1.36 – Mesure magnétique [83].

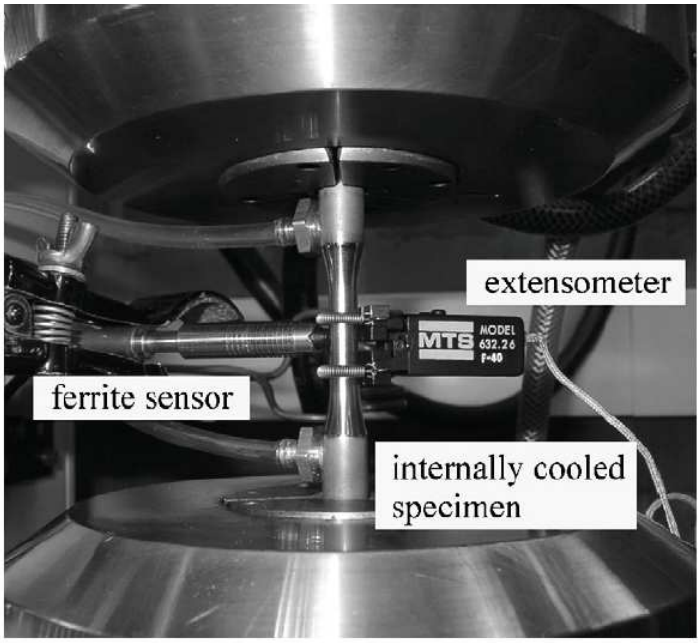


FIGURE 1.37 – Mesure magnétique par Feritscope [58].

Malgré les avantages de cette méthode de suivi de transformation de phase, elle présente l'inconvénient de réaliser des mesures locales et de se limiter aux matériaux contenant des phases ferromagnétiques. Par conséquent, cette technique ne peut pas être utilisée dans la détermination des phases présentes dans tous les matériaux métastables, par exemple, dans le cas du CuAlBe puisque les phases de ce matériau ne sont pas ferromagnétiques.

1.4.2.3 Diffraction de rayons X

La méthode de diffraction de rayons X (DRX) se base sur l'utilisation des rayons X pour l'identification des structures cristallines en présence dans l'échantillon testé [17].

Cette méthode consiste à projeter des rayons X, dont la production est détaillée dans [67], sur la surface de l'échantillon et mesurer l'intensité des rayons diffractés [67] par les électrons entourant le noyau [102].

Cette technique se base sur l'utilisation d'un goniomètre permettant de positionner le rayon incident, d'un tube de rayons X, d'une source et d'un détecteur pour mesurer les rayons diffractés [41]. Ces différents éléments sont illustrés sur la figure 1.38.

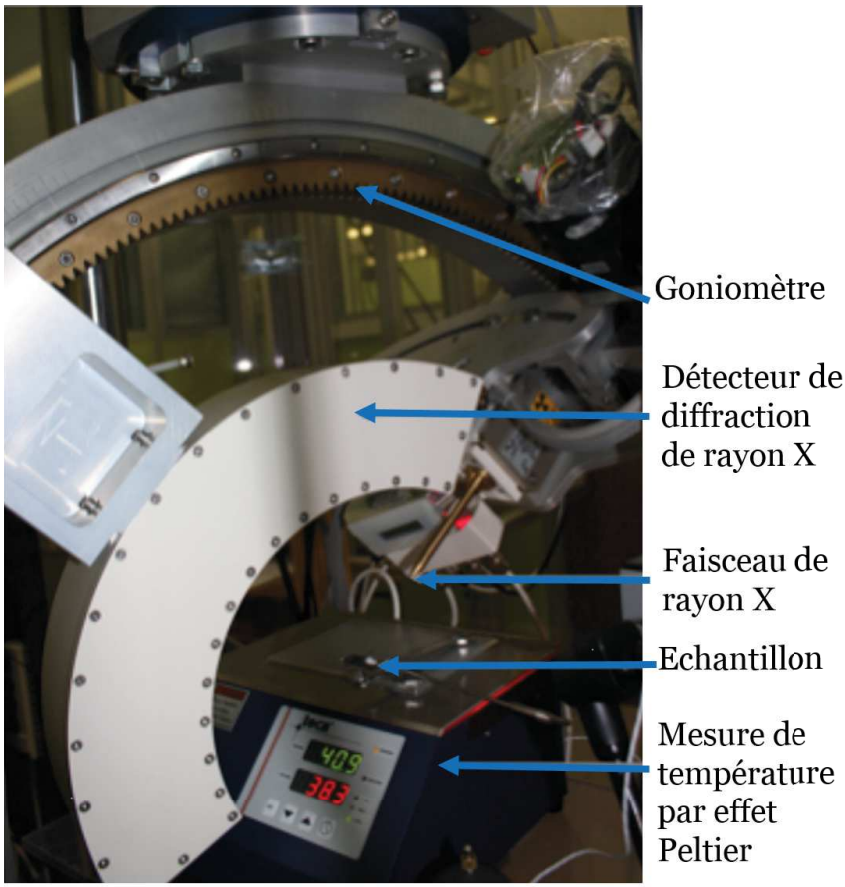


FIGURE 1.38 – Système de DRX montrant les phases présentes [41].

Dans un matériau métallique, chaque phase est caractérisée par un pic de DRX [53]. Afin de déterminer les phases présentes dans un matériau, on observe les pics des diffractions avec leur longueur et intensité et on les compare à des pics dans des bases de données de diffraction [67].

La figure 1.39 est un graphe de scan réalisé par DRX afin de déterminer les phases en présence dans le matériau.

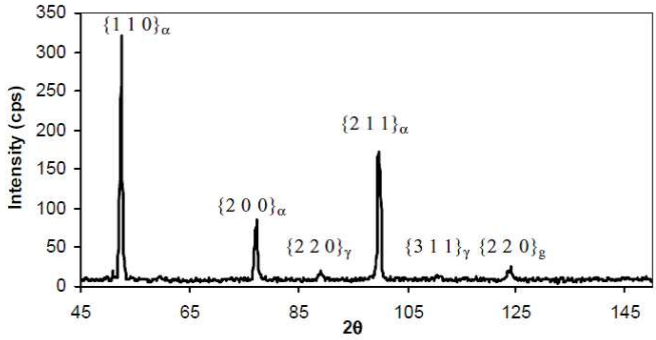


FIGURE 1.39 – Scan DRX [17].

Cette étape peut être précédée par une détermination chimique des phases en présence. Elle facilite ainsi la recherche automatisée de ces mêmes pics dans la base de données.

Cette technique a été utilisée pour le suivi de la transformation de phase dans des essais thermomécaniques sur des aciers iTRIP [10, 11, 17, 19, 77, 86, 88]. Elle est exploitée aussi pour la détermination des phases présentes dans d'autres matériaux [9, 32, 33, 76] lors des essais mécaniques ou lors de leur élaboration.

On utilise cette technique aussi pour identifier l'influence du procédé de fabrication sur la transformation de phase tel que le laminage [19, 53, 97]. La figure 1.40 montre que les pics de la martensite s'accroissent avec l'augmentation du taux de laminage.

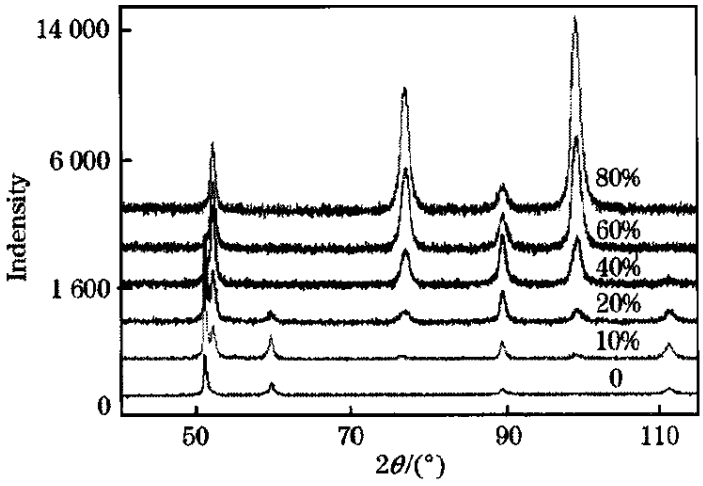


FIGURE 1.40 – Scan DRX réalisé sur une éprouvette en acier iTRIP 301LN après laminage [53].

Berrahmoune a caractérisé l'influence de la température sur la transformation de phase sur un acier iTRIP 304L avec la DRX (Figure 1.41) [17].

En somme, la méthode de DRX est une technique utilisée pour le suivi de la transformation de phase. Malgré les possibilités que cette technique offre, elle ne peut pas être

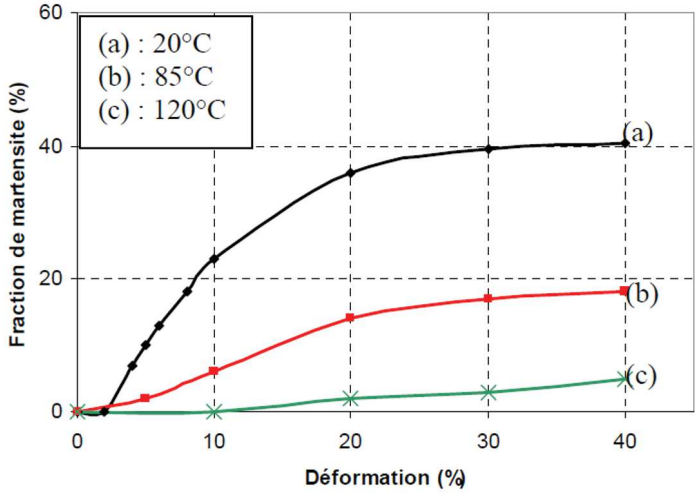


FIGURE 1.41 – Étude de l'influence de la variation de la température sur la transformation de phase dans un acier iTRIP 301LN [17].

utilisée dans toutes les conditions. La méthode de DRX est difficilement utilisée sur un échantillon soumis à un essai de traction.

Par ailleurs, la DRX a plusieurs inconvénients qui peuvent limiter son utilisation. Elle ne détecte pas la martensite à un taux inférieur à 5% [9]. En outre, au niveau de cette technique qui est surfacique, le dosage de phase obtenu ne concerne que la surface du matériau [17]. La mesure de la DRX est influencée aussi par l'état de surface de l'échantillon [41]. De plus, l'acquisition et la prise en main de ce genre d'installation requièrent des moyens importants.

Elle s'avère difficile à utiliser dans toutes les configurations d'essai, à savoir avec différentes machines d'essai mécaniques. Par ailleurs, les systèmes de mesure par DRX nécessitent des installations particulières.

1.4.2.4 Diffraction de neutrons

La diffraction de neutrons est une technique d'analyse de matériau basée sur la diffraction de neutrons sur ce matériau. Cette technique est utilisée dans la détermination des fractions volumiques des phases [55, 75] présentes dans un alliage à mémoire de forme CuAlBe [66] ou dans des aciers 304 [96].

Par exemple, elle a été utilisée pour déterminer les phases en présence dans les états vierge et déformé d'échantillons en acier austénitique [9] .

Aussi, cette technique a été utilisée in-situ dans des essais de traction pour la détermination de l'évolution de la transformation de l'austénite en martensite dans un AMF de CuAlBe [66]. C'est une technique utilisée pour des analyses en volume [66].

La figure 1.42 présente le suivi de la transformation de phase pour des niveaux de

contraintes progressifs lors d'essais de traction.

L'utilisation des neutrons libres exige leur extraction du noyau d'un atome puisqu'ils ne se trouvent pas dans la nature à l'état libre ; ils sont généralement localisés dans les noyaux des atomes composant les matériaux. Des techniques spécifiques sont à mettre en œuvre pour les libérer de leurs noyaux ; la production de neutrons peut se faire par fission dans des réacteurs nucléaires ou par exemple par le bombardement d'une cible à base de plomb liquide par des protons hautement énergétiques.

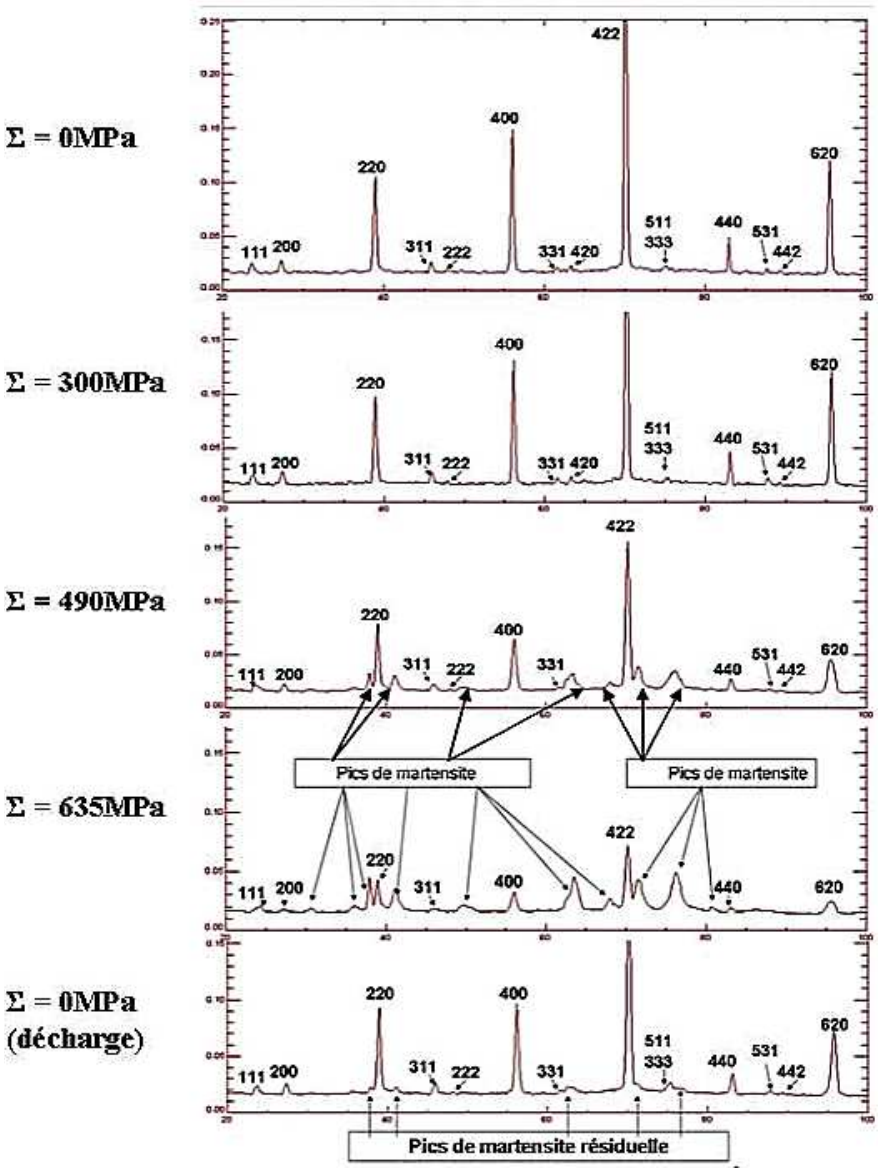


FIGURE 1.42 – Diffractomètre illustrant l'évolution de la transformation de phase en fonction du niveau de contrainte [66].

La technique de dosage de phase par diffraction de neutrons présente un outil efficace pour le suivi de la transformation de phase dans les matériaux. Toutefois, cette technique

reste non globale. L'étude est faite sur une petite zone représentative de l'échantillon, le reste de l'éprouvette est négligé. Par ailleurs, le taux de martensite est déduit inversement à partir du taux de l'austénite.

De plus l'utilisation de neutrons demande des installations de protection qui ont des dimensions importantes pouvant atteindre des dizaines de mètres [67]. En outre, ces installations sont très rares.

1.4.2.5 Dilatométrie

La dilatométrie est une méthode physique utilisée pour caractériser la transformation de phase dans un matériau métallique.

La transformation de phase engendre des modifications de la structure cristalline d'un matériau donné. Cette modification se traduit, à l'échelle macroscopique, par des variations de la géométrie de l'échantillon étudié. Par conséquent, la mesure de l'évolution de la longueur permet de déduire les transformations de phase qui peuvent avoir lieu pendant un cycle de refroidissement par exemple.

Cette technique a été utilisée dans plusieurs études pour déterminer les phases présentes dans un matériau [49].

L'utilisation de cette technique n'est pas possible pendant des essais mécaniques qui provoquent une déformation de l'échantillon à leurs tours. La distinction entre déformation due à la transformation de phase et déformation due à la sollicitation mécanique est indispensable pour l'utilisation de cette technique. Cela demeure compliqué à obtenir.

1.4.2.6 Méthode de résistivité

La mesure de variation de la résistance électrique permet aussi de déterminer la fraction volumique des différentes phases (austénite, martensite induite thermiquement ou mécaniquement).

La transformation de phase peut être suivie en continu dans un matériau, lors d'essais thermomécaniques, par une mesure de l'évolution de sa résistivité [80]. Celle-ci est le résultat des différentes résistivités des phases présentes dans ce dernier. La technique de résistivité dépend seulement de la conductivité du matériau. Ainsi, elle est utilisée afin de caractériser la conductivité de certains matériaux [36, 104]. Cette technique a été mise en ouevre pour détecter le début de la transformation de phase [23] et pour obtenir l'évolution de la transformation de phase dans des alliages à mémoire de forme [46, 95]. Néanmoins, la mesure de résistivité a été utilisée afin de déterminer les températures de début de transformation dans un alliage de NiTi [79]. La mesure de résistivité électrique est influencée par plusieurs paramètres.

1.4.2.6.1 Facteurs influençant la résistivité

La variation de la résistivité électrique, propriété qui change avec l'état du matériau, dépend de plusieurs paramètres physiques et mécaniques que nous présentons ci-dessous.

1.4.2.6.1.1 Température

La résistivité d'un matériau, indépendamment de la transformation de phase, augmente avec l'augmentation de la température. De ce fait, il est indispensable de comprendre et de caractériser l'influence de la température durant un essai de mesure de résistivité.

En effet, une loi a été proposée par Mathiessen stipulant que la variation de la résistivité d'un matériau métallique dépend de la variation de la température suivant la relation suivante [35] :

$$\rho = \rho_D + \rho_T$$

Avec ρ_D est la contribution due aux défauts du réseau et ρ_T est la contribution due aux vibrations thermiques des ions.

La présentation graphique de cette loi est donnée dans la figure 1.43.

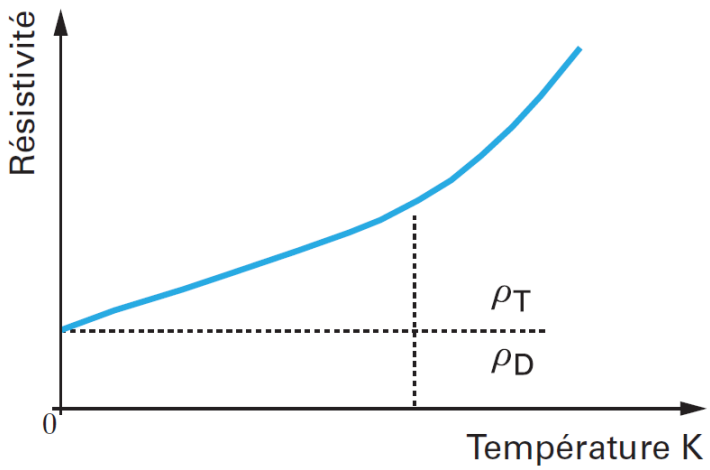


FIGURE 1.43 – La résistivité d'un matériau métallique en fonction de la température [35].

L'augmentation de la température cause l'écartement des atomes du réseau cristallin du matériau métallique de leurs positions d'équilibre. Ainsi, la circulation des électrons est entravée dans ce même réseau, causant une augmentation de la résistivité du matériau [35].

Cette résistivité est déterminée généralement à une température de 20°C.

1.4.2.6.1.2 Élasticité

L'élasticité n'a pas d'influence notable sur la résistance d'un matériau. Cela a été démontré par Saint-sulpice et. al. dans [85].

1.4.2.6.1.3 La plasticité

Par ailleurs, la résistivité est influencée par le taux de la plasticité. Cette influence reste minime [35], comparée à l'influence de la température ou des impuretés [25].

En effet, la déformation plastique cause un déplacement des atomes de leurs positions d'équilibre et augmente ainsi la densité des dislocations dans le matériau. Celles-ci sont piégées par les obstacles et deviennent de moins en moins mobiles. Ainsi, tout le réseau offre une importante résistance à la déformation ; c'est le durcissement par écrouissage. Cet état est aussi moins favorable à la circulation des électrons de conduction. Par conséquent, la plasticité provoque une augmentation de quelques pour cent de la résistivité du matériau [35].

1.4.2.6.1.4 Transformation de phase

La transformation de phase influence aussi la résistivité d'un matériau [80]. En effet, chaque phase à une résistivité particulière. La résistivité de la phase martensitique est plus importante que la résistivité de la phase austénitique [27]. Ainsi, l'apparition d'une nouvelle phase cause une modification de la résistivité du matériau.

1.4.3 Bilan

En résumé, la cinétique de transformation de phase peut être déterminée en utilisant différentes techniques. Dans le cas des aciers inoxydables métastables, tels que l'acier 301L ou l'acier 304L, les méthodes de DRX ou de diffraction de neutrons ont été largement utilisées [16, 52, 60]. Ces techniques de diffraction permettent des analyses très détaillées du changement de la microstructure durant le chargement mécanique. La structure de l'austénite ainsi que celles des différentes phases de martensite peuvent être distinguées. Toutefois, ces techniques de diffraction ne sont pas facilement accessibles et nécessitent une configuration spécifique pour réaliser des chargements in-situ. Aussi, ces techniques fournissent une information locale sur la transformation de phase et qui peut être à l'origine d'une mesure sous-estimée ou surestimée dans des cas où la transformation de phase est localisée.

De même, la variation de la valeur moyenne de la fraction volumique de martensite peut être obtenue en utilisant la méthode magnétique [3, 52, 82, 83]. Cette méthode est basée sur la différence des propriétés magnétiques de l'austénite et de la martensite.

Bien que cette méthode soit facile à utiliser, la mesure des propriétés magnétiques pendant le chargement nécessite des équipements spécifiques.

Une comparaison des résultats obtenus par différentes méthodes de suivi de la transformation de phase est présentée sur la figure 1.44.

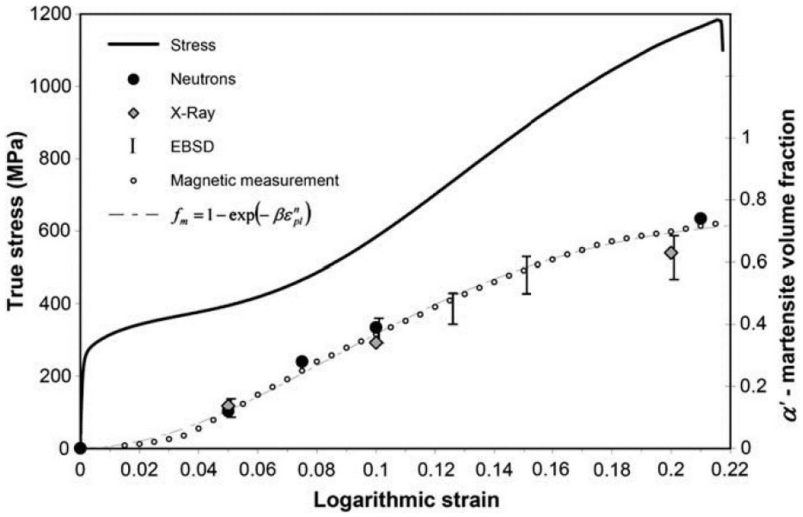


FIGURE 1.44 – Mesure de l'évolution de la fraction volumique de martensite après un essai de traction par différentes techniques [52].

Les techniques de suivi de la transformation de phase sont multiples, nous avons cité, dans la section précédente, les techniques les plus utilisées, leurs principes ainsi que leurs particularités. La facilité de mise en œuvre de ces techniques, et d'exploitation des résultats obtenus avec celles-ci sont deux facteurs majeurs pour le choix de l'utilisation d'une technique ou d'une autre.

D'autres techniques non citées telles que l'utilisation de la mesure de la dureté peuvent être utilisées dans le suivi de la transformation de phase. Puisque l'augmentation de la dureté est un indice de celle-ci [58].

Le tableau 1.1 dresse un bilan des propriétés des différentes techniques citées.

En somme, la variation de la résistivité peut être mise en œuvre pour distinguer les trois différents états microstructuraux durant les chargements thermomécaniques [46]. Avec de simples acquisitions in-situ et une méthode de post-traitement appropriée, le changement de la microstructure complexe dans les alliages à mémoire de forme peut être étudié. La distinction entre les trois différents états microstructuraux n'est pas toujours possible avec les autres techniques. Ainsi, nous utiliserons cette même technique dans cette étude pour des contraintes économiques et de savoir-faire.

Table 1.1 – Comparaison des méthodes de suivi de transformation de phase.

Méthode	In-situ	Simplicité	Coût	Locale ou globale
DSC	Non	Simple	Plus cher	Locale
Métallographie	Non	Complexe	Moins cher	Locale
Émissions acoustiques	Oui	Complexe	Moins cher	Globale
Magnétiques	Oui	Simple	Moins cher	Locale et globale
DRX	Oui	Complexe	Plus cher	Locale
Diffraction de neutrons	Oui	Complexe	Plus cher	Locale
Dilatométrie	Non	Simple	Moins cher	Globale
Résistivité	Oui	Simple	Moins cher	Globale

1.5 Conclusion

Nous avons présenté, dans ce chapitre, une étude bibliographique des différents aspects de la transformation de phase dans deux types de matériaux métastables que sont les AMF et les aciers iTRIP. Cette transformation est à l'origine de plusieurs propriétés mécaniques particulières dans ces deux catégories de matériaux et influence fortement leur comportement.

Cette transformation de phase est liée aux niveaux de contrainte ainsi qu'à la température. Par exemple, elle est beaucoup plus importante à basse température dans le cas des aciers iTRIP. Encore, chaque phase est caractérisée par une température de transformation dans les AMF.

Ainsi, la caractérisation de ce phénomène durant des chargements thermomécaniques s'avère indispensable pour la compréhension du comportement de ce genre de matériaux.

Nous avons, par ailleurs, passé en revue les techniques expérimentales utilisées pour la détermination et le suivi de la cinétique de transformation de phase. Celle-ci est prise en compte dans des modèles numériques phénoménologiques de simulation du comportement des matériaux métastables.

Après une présentation des AMF et des aciers iTRIP dans le premier chapitre, nous nous focalisons sur l'étude des aciers iTRIP et plus particulièrement les aciers inoxydables 301L et 304L. Ainsi, le chapitre suivant présente les essais réalisés et les moyens d'essai, puis la technique de dosage de phase développée par notre équipe basée sur le suivi de la résistivité du matériau.

Chapitre 2

Cinétique de transformation de phase dans des aciers austénitiques métastables

Sommaire

2.1 Introduction 51

2.2 Sollicitations uniaxiales et suivi de la transformation de phase 51

2.2.1 Moyens d'essai 52

2.2.1.1 Matériau 52

2.2.1.2 Dispositif expérimental 53

2.2.2 Exploitation des mesures de résistance électrique 55

2.2.3 Résultats expérimentaux 58

2.2.3.1 Influence de la température 62

2.2.3.2 Influence de l'élasticité et de la plasticité 64

2.2.3.3 Influence de la transformation de phase 66

2.2.4 Détermination de la fraction volumique de martensite 66

2.2.4.1 Influence de la loi de mélange 68

2.2.4.2 Comparaison avec d'autres méthodes 69

2.2.5 Bilan 70

2.3 Sollicitations complexes et suivi de la transformation de phase 72

2.3.1 Moyens d'essai 72

2.3.1.1 Matériau et éprouvette 72

2.3.1.2 Dispositif expérimental 73

2.3.1.3 Mesure de la déformation 78

2.3.1.4 Mesure de la résistance électrique 81
2.3.2 Exploitation des mesures de résistance électrique 83
2.3.3 Résultats expérimentaux 84
2.3.3.1 Pilotage des essais 86
2.3.3.2 Choix de la température d'essai 87
2.3.3.3 Essais de traction 87
2.3.3.4 Essai d'écrouissage 91
2.3.3.5 Essai de torsion 93
2.3.3.6 Essais non proportionnels 95
2.4 Conclusion 104

2.1 Introduction

Ce chapitre concerne la caractérisation du comportement uniaxial et multiaxial de deux nuances d'acier iTRIP (301L et 304L) couplée avec un suivi de la cinétique de transformation de phase.

L'objectif de ce chapitre est la constitution d'une base expérimentale sur le comportement axial et multiaxial des aciers iTRIP couplée avec le suivi de la cinétique de transformation de phase. Cette base servira de référence pour le développement et la validation de modèles numériques indispensables à la modélisation du comportement de ce type de matériaux.

Ainsi, les essais réalisés sur deux nuances d'aciers inoxydables, très utilisés dans l'industrie et sujets à une transformation de phase martensitique, à savoir les aciers iTRIP 301L et 304L, sont présentés.

D'abord, le matériau et le matériel d'essais utilisés dans la caractérisation du comportement uniaxial de l'acier iTRIP 301L sont exposés. Ensuite, la méthode de dosage de phase entreprise par notre équipe afin de caractériser la cinétique de transformation de phase dans cet acier sera déroulée. Enfin, une comparaison de nos résultats avec quelques résultats de la littérature sera effectuée.

De même, pour les essais multiaxiaux réalisés sur l'acier iTRIP 304L, nous présentons, dans un premier temps, le matériel d'essai utilisé. Plus précisément, nous montrons le montage d'essai que nous avons conçu pour réaliser ces essais multiaxiaux couplés avec le suivi de la transformation de phase. Dans un deuxième temps, la technique de dosage de phase ainsi que ses particularités pour ces essais multiaxiaux seront analysées. Les différents essais multiaxiaux réalisés sur l'acier iTRIP 304L et leurs résultats ainsi que les analyses qui en découlent sont présentés dans un dernier temps.

2.2 Sollicitations uniaxiales et suivi de la transformation de phase

Dans la première partie de cette section, nous présentons le matériau utilisé ainsi que le matériel d'essai mis en œuvre. La deuxième partie sera consacrée à la présentation de la méthode de dépouillement de la mesure électrique réalisée. La troisième partie sera attribuée aux essais réalisés. La quatrième partie sera consacrée à la détermination de la fraction volumique des phases présentes dans le matériau.

L'acier inoxydable métastable 301L est un matériau ductile qui connaît un très grand couplage entre la plasticité et la transformation de phase. Cette transformation engendre, par conséquent, un comportement thermomécanique fortement non linéaire et un effet

de surécrouissage dans le matériau [60]. Ce phénomène dépend aussi de la température. Par conséquent, la détermination de la cinétique de transformation de phase nécessite la réalisation d'essais thermomécaniques avec un suivi de la transformation de phase.

Nous avons réalisé des essais de traction isothermes à différentes températures pour étudier leurs influences sur le comportement du matériau et plus particulièrement sur la transformation de phase qui y arrive. Dans ces essais, l'évolution de la fraction volumique de martensite a été déterminée en continu par la méthode de mesure par quatre points. Cette méthode se base sur des mesures de la tension électrique (la résistance électrique) qui sont réalisées sur la partie utile de l'éprouvette au cours des essais thermomécaniques. Nous avons choisi par la suite une méthode de post-traitement appropriée basée sur les tensions enregistrées. De ce fait, il a été possible de déterminer l'effet de la température, de l'élasticité, de la plasticité et de la transformation de phase sur la résistivité du matériau étudié. Après identification de l'effet de chaque mécanisme de déformation, une méthode de détermination de la fraction volumique basée sur la variation de la résistivité a été développée et utilisée pour déterminer la cinétique de transformation de phase. Finalement, nous avons comparé nos résultats avec ceux obtenus par deux autres méthodes classiques : la diffraction de neutrons et la méthode magnétique [52].

La réalisation d'essais thermomécaniques isothermes à différentes températures couplés avec le suivi de la transformation de phase permet d'obtenir des paramètres indispensables à la caractérisation de cette transformation dans ce matériau. Ainsi, nous réalisons des essais thermomécaniques dont nous présentons les différents paramètres ainsi que les moyens d'essai mis en œuvre lors de cette campagne.

2.2.1 Moyens d'essai

Le matériau ainsi que le matériel d'essais utilisés pour réaliser des essais uniaxiaux seront présentés dans cette partie.

2.2.1.1 Matériau

Nous avons utilisé des éprouvettes en acier inoxydable austénitique métastable 301L, fourni par ArcelorMittal, dans les essais de cette partie. Ces éprouvettes sont sous forme de lame de $0,7$ mm d'épaisseur, de 6 mm de largeur et de 249 mm de longueur (Figure 2.1), découpées par électroérosion.

La composition chimique de cet acier est donnée dans le tableau 2.1.

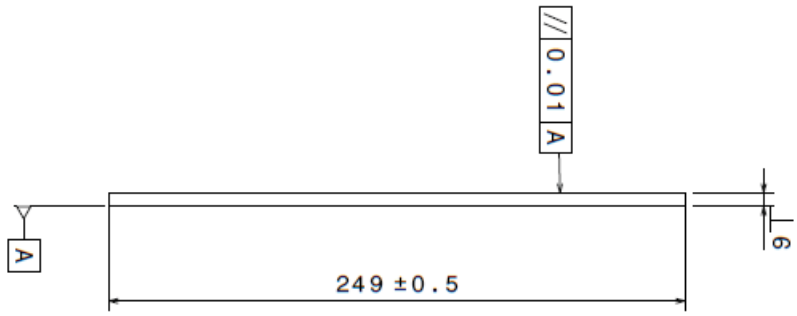


FIGURE 2.1 – Géométrie des éprouvettes en acier iTRIP 301L.

TABLE 2.1 – Composition chimique de l'acier inoxydable 301L étudié en pourcentage massique (%).

C	Cr	Ni	Si	Mn	Mo	Fe
0.05	17	7	0.5	1.5	0.1	balance

2.2.1.2 Dispositif expérimental

Les essais de traction de cette section, ont été réalisés sur une machine de traction électromécanique universelle Zwick modèle 2050 (Figure 2.2). Cette machine est pilotée par le biais d'un ordinateur équipé du logiciel de commande et d'acquisition TestxWare. L'effort est mesuré par un capteur de force de 50 kN (Figure 2.2) tandis que la déformation réelle est mesurée par un extensomètre électromécanique (Figure 2.3). Ainsi, les variations de la force et de la déformation sont mesurées en utilisant ce même système d'acquisition de données.

Une enceinte thermique a été utilisée pour réaliser les chargements thermiques voulus. La variation de la température de l'éprouvette est mesurée par deux thermocouples de type K fixés au milieu de la zone utile de l'éprouvette (Figure 2.3).

Quant à la mesure de la résistance électrique, elle a été effectuée par la méthode de mesure par quatre points. Elle permet d'évaluer la résistance électrique des éprouvettes par mesure de la tension électrique.

Cette méthode consiste à introduire un courant électrique constant fourni par un générateur de courant à travers deux points de l'éprouvette et de mesurer la tension résultante entre deux autres points situés entre ces deux premiers (Figure 2.4). Dans cette technique de mesure, l'éprouvette nécessite d'être isolée électriquement de la machine d'essai et de l'extensomètre pour éviter de fausser ces mesures électriques. Pour se faire, un carton isolant est placé entre les mors et des cales intermédiaires qui

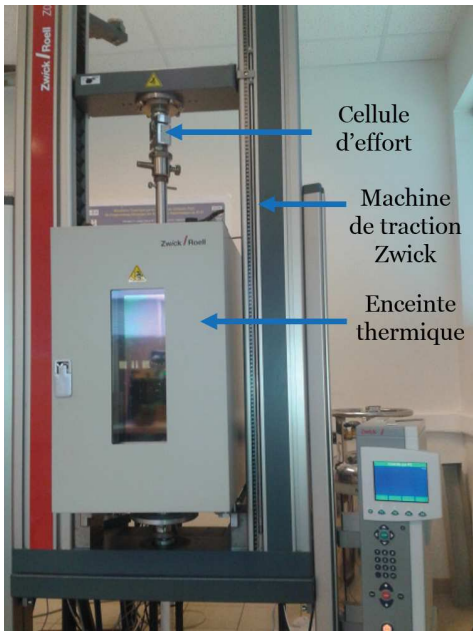


FIGURE 2.2 – Machine de traction Zwick avec enceinte thermique.

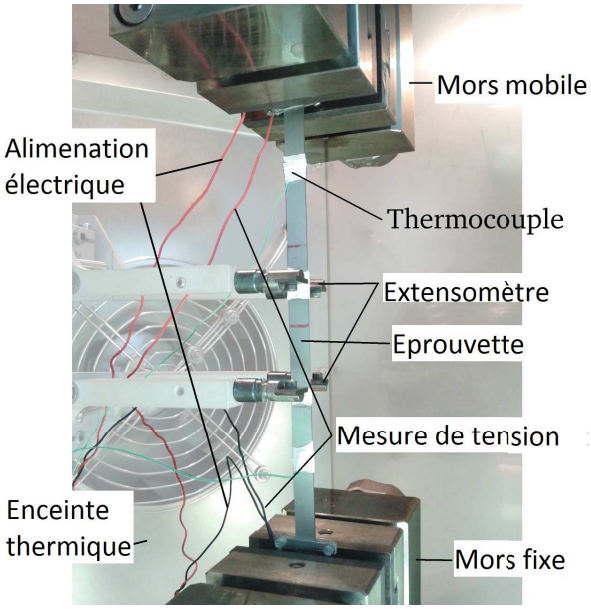


FIGURE 2.3 – Montage d'essais uniaxiaux.

sont en appui contre l'éprouvette. De même, du téflon a été mis entre les lames de l'extensomètre et l'éprouvette. Ainsi, les fluctuations et les erreurs qui peuvent résulter à cause de la circulation du courant électrique dans la machine d'essai sont évitées.

Par ailleurs, l'acquisition des valeurs de la résistance électrique est réalisée par le biais d'une carte d'acquisition commandée par Labview sur un deuxième ordinateur.

Deux systèmes d'acquisition sont utilisés (Figure 2.5). Le premier sert à enregistrer les valeurs fournies par la machine d'essai. Tandis que le deuxième enregistre les données

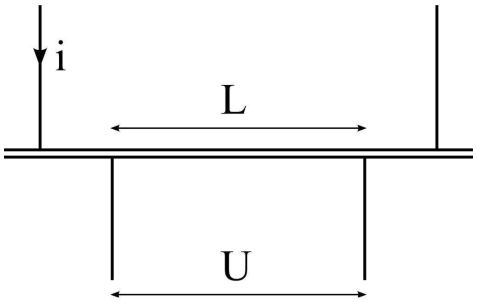


FIGURE 2.4 – Mesure de résistance par quatre points.

issues de la carte d'acquisition qui sont la tension électrique relative à la résistivité de l'échantillon et la température. Afin de synchroniser les acquisitions réalisées par ces deux systèmes, un signal sinusoïdal fourni par un générateur de signaux est injecté dans ces deux chaînes d'acquisition.

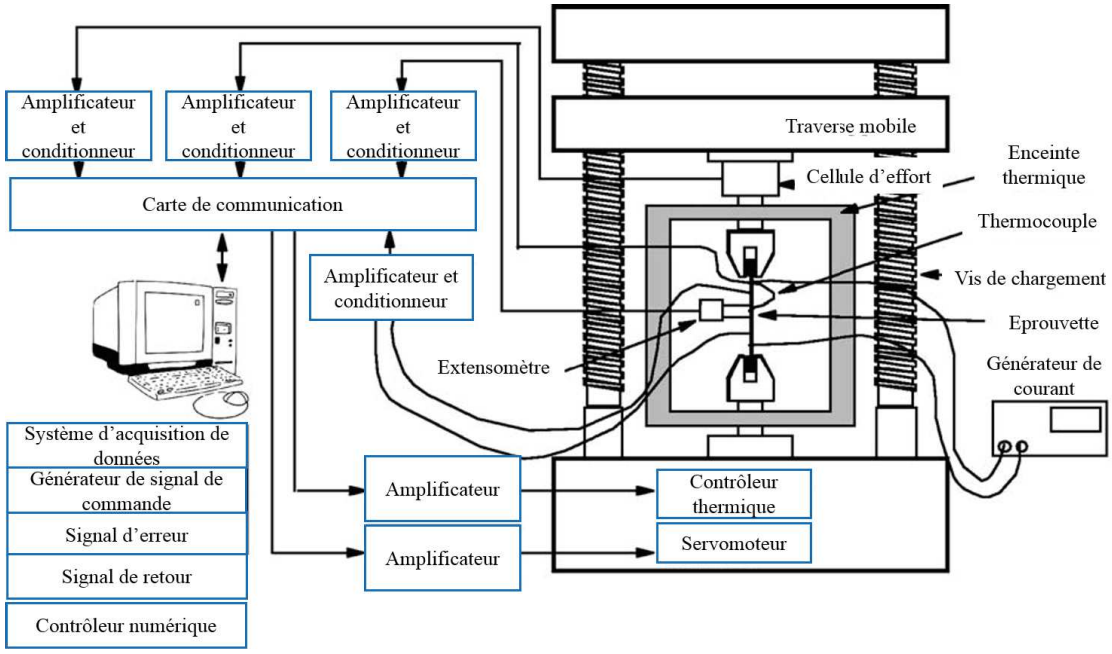


FIGURE 2.5 – Montage d'essai et d'acquisition.

2.2.2 Exploitation des mesures de résistance électrique

Une méthode de mesure et de post-traitement originale est utilisée afin d'aboutir au suivi de la transformation de phase.

Lors de cette étude, l'indicateur choisi pour réaliser le suivi de la transformation de phase est la variation de la résistivité en fonction des phases en présence dans l'alliage étudié. L'explication de la démarche que nous avons appliquée est présentée dans cette partie.

La tension mesurée, dans la méthode de mesure par quatre points, dépend du courant, constant durant les essais et de la résistance électrique de l'éprouvette. Cette résistance peut varier en fonction de plusieurs facteurs dont nous détaillerons l'étude ci-dessous :

En effet, la loi d'Ohm permet d'écrire,

$$U = Ri \tag{2.1}$$

Aussi, la résistance électrique dépend des dimensions de l'éprouvette ainsi que de sa résistivité, ρ :

$$R = \frac{L}{S}\rho \tag{2.2}$$

L étant la longueur de l'éprouvette entre les deux points de mesure (Figure 2.4) et S la section de l'éprouvette.

Si le volume de l'éprouvette est supposé être constant, on peut écrire,

$$V_0 = S_0 L_0 = SL \tag{2.3}$$

Alors, la résistance R dépend seulement de la longueur de l'échantillon et de sa résistivité.

$$R = \frac{L^2}{V_0}\rho \tag{2.4}$$

Pour une comparaison simple des différents essais, une expression différentielle est utilisée.

$$\Delta R = \frac{2L}{V_0}\rho\Delta L + \frac{L^2}{V_0}\Delta\rho \tag{2.5}$$

Le premier terme comprend la variation de la résistance due à la variation de la géométrie et sera noté ΔR_ε :

$$\Delta R_\varepsilon = \frac{2L}{V_0}\rho\Delta L \tag{2.6}$$

Le second terme de l'équation (2.5) est supposé comprendre tous les facteurs qui peuvent influencer la résistance d'un matériau, il sera noté ΔR_ρ :

$$\Delta R_\rho = \frac{L^2}{V_0}\Delta\rho \tag{2.7}$$

À ce terme, en assimilant la résistivité ρ à la résistivité initiale, ρ_0, et en divisant l'équation (2.5) par la résistance initiale, R_0, les équations suivantes sont obtenues :

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} + \frac{\Delta R_\rho}{R_0} \tag{2.8}$$

$$\frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} = \frac{\frac{2(L_0+\Delta L)}{V_0}\rho_0 \Delta L}{\frac{L_0^2}{V_0}\rho_0} \tag{2.9}$$

$$\frac{\Delta R_\rho}{R_0} = \frac{\frac{(L_0+\Delta L)^2}{V_0}\Delta\rho}{\frac{L_0^2}{V_0}\rho_0} \tag{2.10}$$

Cela peut être réécrit en utilisant la déformation $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$:

$$\frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} = 2(1+\varepsilon)\varepsilon \tag{2.11}$$

$$\frac{\Delta R_\rho}{R_0} = (1+\varepsilon)^2\frac{\Delta\rho}{\rho_0} \tag{2.12}$$

Un courant constant i est appliqué à l'éprouvette pendant les essais. De ce fait, l'équation (2.1) peut être dérivée ainsi :

$$\Delta U = i\Delta R \tag{2.13}$$

La variation de la tension peut être écrite ainsi :

$$\Delta U = U_0\frac{\Delta R}{R_0} = U_0(\frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} + \frac{\Delta R_\rho}{R_0}) \tag{2.14}$$

De ce fait, pour la variation de la tension, deux termes peuvent être définis. Le premier, concernant la variation de la tension causée par la variation de la géométrie, ΔU_ε :

$$\Delta U_\varepsilon = U_0\frac{\Delta R_\varepsilon}{R_0} = 2U_0(1+\varepsilon)\varepsilon \tag{2.15}$$

et le second, concernant la variation de la tension causée par la variation de la résistivité, ΔU_ρ :

$$\Delta U_\rho = U_0\frac{\Delta R_\rho}{R_0} = U_0(1+\varepsilon^2)\frac{\Delta\rho}{\rho_0} \tag{2.16}$$

Pendant un essai, la résistivité électrique ρ, dépend de la température T, de la fraction volumique de martensite z, de l'élasticité e (liée à l'effet de la contrainte) et de la plasticité cumulée p (liée aux effets microstructuraux induits tels que les dislocations) :

$$\rho = \rho(T, z, e, p) \tag{2.17}$$

Cela peut être aussi écrit comme une fonction des résistivités de la martensite et de

l'austénite ρ_M et ρ_A respectivement, en utilisant une loi de mélange en série.

$$\rho(\rho_A, \rho_M, z) = (1-z)\rho_A + z\rho_M \tag{2.18}$$

$$\begin{cases} \rho_A = \rho_A(T, e, p) & (2.19) \\ \rho_M = \rho_M(T, e, p) & (2.20) \end{cases}$$

La variation de la résistivité $\Delta\rho$ peut être écrite ainsi :

$$\Delta\rho = \Delta z(\rho_M - \rho_A) + (1-z)\Delta\rho_A + z\Delta\rho_M \tag{2.21}$$

Avec

$$\begin{cases} \Delta\rho_A = \dfrac{\partial\rho_A}{\partial T}\Delta T + \dfrac{\partial\rho_A}{\partial e}\Delta e + \dfrac{\partial\rho_A}{\partial p}\Delta p & (2.22) \\ \Delta\rho_M = \dfrac{\partial\rho_M}{\partial T}\Delta T + \dfrac{\partial\rho_M}{\partial e}\Delta e + \dfrac{\partial\rho_M}{\partial p}\Delta p & (2.23) \end{cases}$$

En remplaçant $\Delta\rho$ par son expression en fonction de $\Delta\rho_A$ et $\Delta\rho_A$ à partir des équations (2.22) et (2.23) en utilisant la loi de mélange de l'équation (2.18), on peut noter le changement de la tension dû à la variation de la résistivité ainsi :

$$\begin{aligned} \Delta U_\rho = U_0\frac{(1+\varepsilon)^2}{\rho_0}\Bigg(&\Delta z(\rho_M - \rho_A) + (1-z)\left(\frac{\partial\rho_A}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial\rho_A}{\partial e}\Delta e + \frac{\partial\rho_A}{\partial p}\Delta p\right) \\ &+ z\left(\frac{\partial\rho_M}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial\rho_M}{\partial e}\Delta e + \frac{\partial\rho_M}{\partial p}\Delta p\right)\Bigg) \end{aligned} \tag{2.24}$$

U_0 et ρ_0 sont mesurées au début de chaque essai et ΔT et ε sont mesurées au cours des essais. $\rho_M(T), \rho_A(T)$, $\frac{\partial\rho_M}{\partial T}$ et $\frac{\partial\rho_A}{\partial T}$ sont déterminées durant les essais de dilatométrie qui seront présentés et expliqués dans la section 2.2.3.1. $\frac{\partial\rho_M}{\partial p}$ et $\frac{\partial\rho_A}{\partial p}$ sont déterminées durant les essais de traction expliqués dans la section 2.2.3.2.1. $\frac{\partial\rho_M}{\partial e}$ et $\frac{\partial\rho_A}{\partial e}$ sont déterminées durant des décharges élastiques expliquées dans la section 2.2.3.2.2.

Ainsi, il est possible de lier la fraction volumique de martensite à la variation de la tension. Pour ce faire, les influences de la température, de l'élasticité et de la plasticité sur la variation de la tension doivent être connues. Des essais spécifiques et une méthode de post-traitement appropriée sont présentés dans la section 2.2.3.1 afin d'isoler l'effet de chaque mécanisme sur la variation de la tension.

2.2.3 Résultats expérimentaux

Dans cette partie, nous avons réalisé des essais uniaxiaux jusqu'à rupture à différentes températures afin de déterminer la cinétique de transformation de phase des éprouvettes

en acier inoxydable 301L.

Le pilotage des essais est fait en déformation avec une vitesse de chargement faible de 2.10^{-3} $\%.s^{-1}$. Cette vitesse est choisie pour éviter l'auto échauffement de l'éprouvette testé ; une vitesse de déformation élevée est à l'origine de l'augmentation de la température de l'éprouvette qui influence à son tour la transformation de phase [86].

Nous mesurons la température de l'éprouvette au cours des essais avec deux thermocouples de type K. Cette mesure permet de vérifier que les essais sont réalisés à des températures presque constantes (Figure 2.6).

La contrainte axiale σ est calculée par la relation suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \tag{2.25}$$

Avec F est l'effort de traction appliqué sur l'éprouvette et S_0 la section de l'éprouvette.

La déformation axiale est fournie par le système d'acquisition.

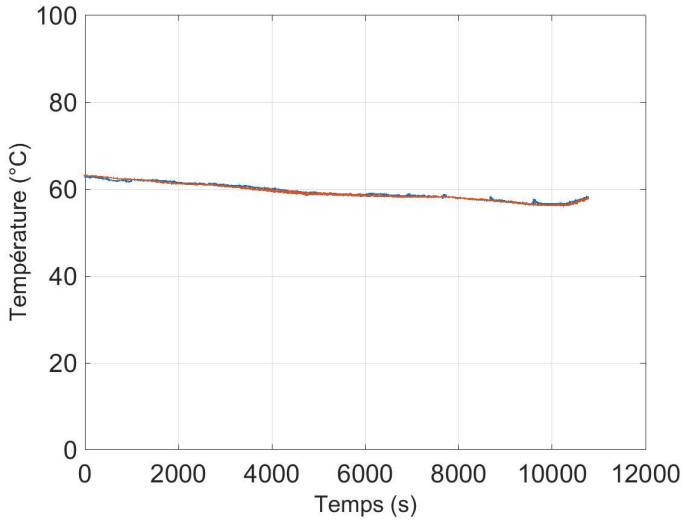


FIGURE 2.6 – Température de l'éprouvette durant l'essai à 60 °C.

Avant le lancement des essais thermomécaniques programmés, l'éprouvette est placée entre les deux mors de la machine de traction à l'intérieur de l'enceinte thermique. Le montage d'essai est illustré sur la figure 2.3 de la page 54.

Le montage de l'éprouvette dans les mors de la machine d'essai doit être effectué avec une attention particulière pour éviter toute déformation accidentelle de l'éprouvette avant le début de l'essai. Elle est placée verticalement dans le mors du haut et serrée sans excès après contrôle de sa verticalité. De même, le mors du bas est aussi serré contre l'éprouvette tout en évitant de trop la serrer et en contrôlant l'effort engendré à cause de cette manipulation. De cette manière, nous évitons d'appliquer un effort de

traction sur l'éprouvette en traction avant de lancer l'essai.

Après montage et instrumentation de l'éprouvette (Figure 2.3, page 54), l'enceinte thermique est fermée et programmée pour obtenir la température d'essai voulue. L'opération de chauffage dans le cas des essais à haute température ou de refroidissement dans le cas des essais à basse température est effectuée tout en contrôlant l'effort mesuré par la machine de traction. Au cours du chauffage ou du refroidissement, l'éprouvette ainsi que le reste des pièces de la machine de traction situé à l'intérieur de l'enceinte se dilatent ou se rétractent, cela cause une augmentation de l'effort de traction ou de compression que l'éprouvette subit. Pour y remédier, nous pilotons manuellement la traverse de la machine de traction afin de remettre la valeur de l'effort à l'état initial. En obtenant la température programmée, nous lançons l'acquisition par la carte d'acquisition pilotée par Labview qui acquiert la tension électrique (résistivité) ainsi que la température de l'éprouvette au cours de l'essai.

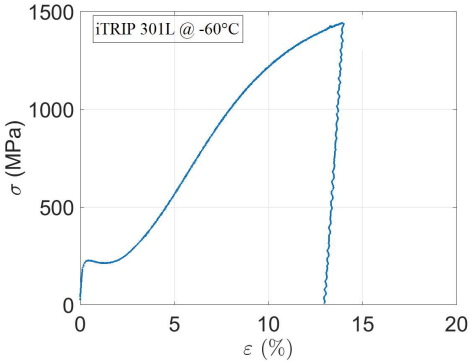
La mesure de contrainte en fonction de la déformation est alors obtenue avec les moyens d'acquisition mentionnés précédemment. Ainsi, nous identifions le comportement en traction de l'acier austénitique 301L à différentes températures dans ces essais (Figure 2.7).

Table 2.2 – Influence de la transformation de phase sur les propriétés du matériau.

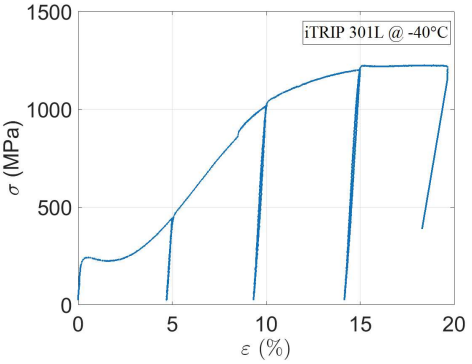
Température (°C)	-60	-40	20	40
Déformation maximale (%)	12	16	20	29
Contrainte maximale (MPa)	1200	1200	850	800

Le comportement uniaxial de ce matériau varie remarquablement en fonction de la température d'essai. D'ailleurs, la courbe de traction de l'acier 301L à 100 °C ne présente pas de surécrouissage (Figure 2.7(g)), qui est un signe de l'absence de la transformation de phase, comparée aux courbes de comportement de ce matériau à basse température. Ces courbes de traction présentent un surécrouissage qui est d'autant plus marqué et arrive pour des déformations moins importantes quand la température diminue. Cet écrouissage supplémentaire est induit par la transformation martensitique. Autrement dit, il est lié directement à la quantité de martensite formée, qui est beaucoup plus importante dans les basses températures puisque la transformation de phase arrive facilement à cause de l'instabilité de l'austénite avec la baisse de la température [17, 19].

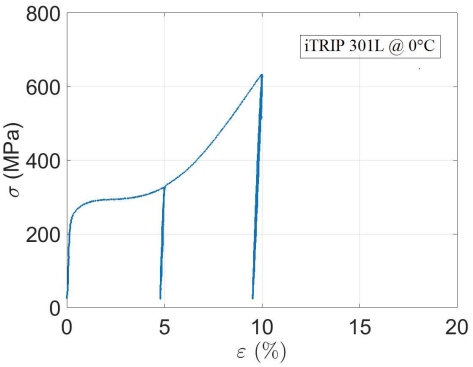
Il est à noter aussi que la contrainte à la rupture et la dureté du matériau augmentent tandis que la ductilité du matériau diminue avec la baisse de la température. D'ailleurs, les éprouvettes testées aux basses températures contiennent plus de martensite transformée et rompent à un niveau de déformation inférieur à celui des éprouvettes testées à



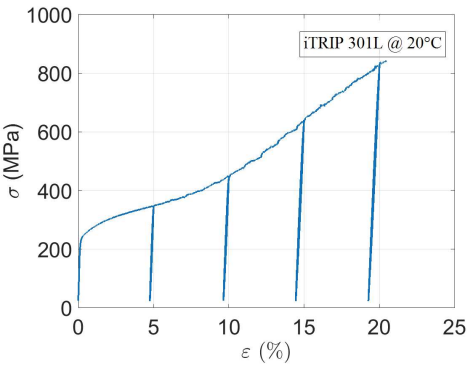
(a) Essai de traction à -60 °C



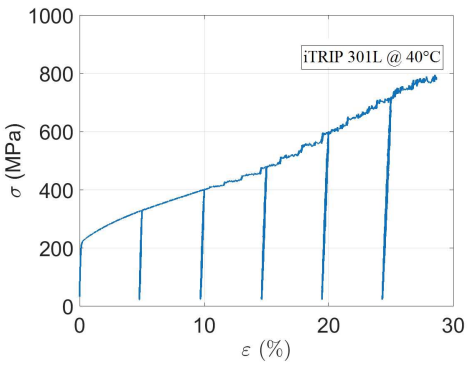
(b) Essai de traction à -40 °C



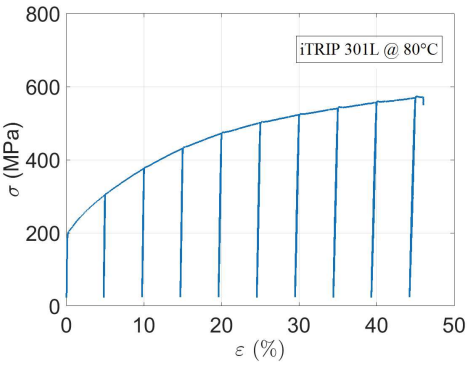
(c) Essai de traction à 0 °C



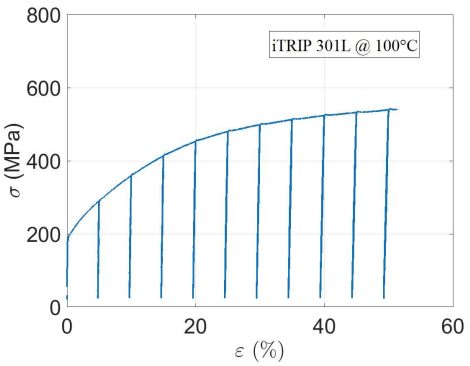
(d) Essai de traction à 20 °C



(e) Essai de traction à 40 °C



(f) Essai de traction à 80 °C



(g) Essai de traction à 100 °C

FIGURE 2.7 – Essais de traction isothermes sur acier 301L.

des températures plus élevées (Tableau 2.2). Par contre, elles ont des contraintes de rupture plus importantes (Tableau 2.2). Ce phénomène est lié à la transformation de phase.

Ainsi, ces différents chargements thermomécaniques montrent, clairement, l'influence de la température sur la cinétique de transformation de phase de notre matériau. La baisse de la température cause une augmentation du taux de transformation de phase dans ce matériau.

À partir de ces essais thermomécaniques à différentes températures, nous étudierons l'effet de la plasticité, de l'élasticité et de la transformation de phase.

2.2.3.1 Influence de la température

Compte tenu de l'équation (2.24), le but de cette section est d'identifier la résistivité de la martensite et de l'austénite, $\rho_M(T)$ et $\rho_A(T)$. Nous déterminons aussi l'effet de la température sur la résistivité électrique des deux phases, $\frac{\partial \rho_M}{\partial T}$ et $\frac{\partial \rho_A}{\partial T}$ séparément d'autres effets.

Ainsi, des essais de dilatométrie ont été réalisés sur des éprouvettes dans un état austénitique et martensitique. Ce type d'essais consiste à appliquer un cycle thermique sur une éprouvette, qui n'est soumise à aucun chargement mécanique, tout en mesurant les variations de la déformation ainsi que les variations de résistance électrique de l'éprouvette avec la méthode des quatre points.

L'éprouvette dans un état martensitique a été obtenue en réalisant un essai de traction jusqu'à rupture à -60 °C. Nous avons réalisé un essai de dilatométrie sur cette éprouvette rompue, en considérant qu'elle est totalement martensitique.

Durant ces essais, il n'a eu ni élasticité, ni plasticité et ni transformation de phase. Les figures 2.8 et 2.9 illustrent la variation de la tension, ΔU, mesurée durant les essais de dilatométrie en comparaison avec la variation de la tension calculée à partir de la variation de la géométrie, ΔU_ε (Équation (2.15)) respectivement pour une éprouvette dans un état austénitique et martensitique. Les discontinuités dans la variation de la tension ΔU mesurée durant l'essai de dilatométrie pour l'éprouvette dans un état martensitique (Figure 2.9) sont dues à la perte de contact électrique durant l'essai.

La variation de la tension causée par les variations géométriques, ΔU_ε, induites par la température a été très faible. Par conséquent, les résistivités de la martensite et de l'austénite varient significativement et linéairement en fonction de la température.

Ainsi, on peut noter :

$$\begin{cases} \rho_A(T) = \rho_A(T_0) + \dfrac{\partial \rho_A}{\partial T}(T - T_0) & (2.26) \\ \rho_M(T) = \rho_M(T_0) + \dfrac{\partial \rho_M}{\partial T}(T - T_0) & (2.27) \end{cases}$$

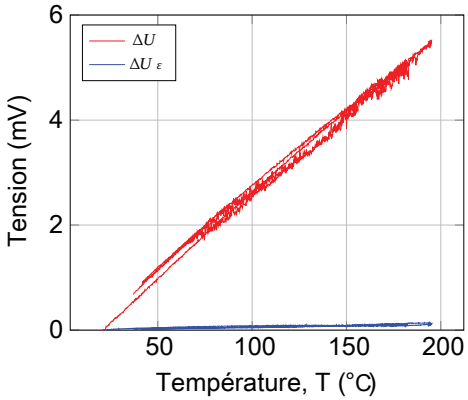


FIGURE 2.8 – Variation de la tension en fonction de la température pour une éprouvette à l'état austénitique.

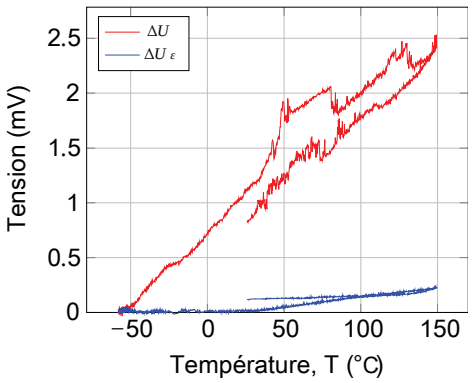


FIGURE 2.9 – Variation de la tension en fonction de la température pour une éprouvette à l'état martensitique.

Avec $\frac{\partial \rho_A}{\partial T}$ et $\frac{\partial \rho_M}{\partial T}$ qui correspondent aux pentes des courbes de la variation de la résistivité. Ces pentes ont été déduites de la variation de la tension en utilisant l'équation (2.16). La figure 2.10 illustre la variation de la résistivité de l'austénite et de la martensite en fonction de la température dans le matériau testé. Cette variation de la résistivité, ρ, a été observée durant des essais de dilatométrie. Ces résultats ont été utilisés pour vérifier la cohérence de la résistivité de l'austénite au début de tous les essais de traction isothermes réalisés dans cette section.

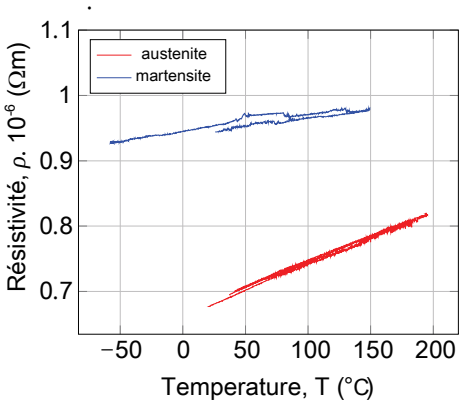


FIGURE 2.10 – Détermination de la résistivité de l'austénite et de la martensite en fonction de la température.

Ainsi, nous déterminons à partir de la figure 2.10 la variation de la résistivité de l'austénite ainsi que celle de la martensite en fonction de la température. Elles sont, respectivement, $\frac{\partial \rho_A}{\partial T} = 8.10^{-10}\ \Omega\mathrm{m}^o\mathrm{C}^{-1}$ et $\frac{\partial \rho_M}{\partial T} = 3.10^{-10}\ \Omega\mathrm{m}^o\mathrm{C}^{-1}$.

2.2.3.2 Influence de l'élasticité et de la plasticité

Nous avons réalisé des essais de traction thermomécaniques afin de caractériser l'influence de l'élasticité ainsi que de la plasticité sur la variation de la résistivité de notre matériau.

2.2.3.2.1 Plasticité

L'influence de la plasticité sur la résistivité de l'austénite a été étudiée en utilisant un essai de traction à haute température (100 °C), durant lequel, aucune transformation de phase n'a lieu. De ce fait, l'influence de la plasticité peut être facilement isolée des effets de la transformation de phase. La figure 2.11 illustre la comparaison de la variation de la tension, ΔU, observée pendant l'essai et l'estimation de la variation de la tension due à la variation géométrique, ΔU_ε (Équation (2.15)). Aucune différence significative ne se trouve entre les deux courbes ; de ce fait, nous concluons que la plasticité a une influence négligeable sur la résistivité du matériau par rapport aux autres phénomènes [25, 35]. Une explication de ce phénomène a été présentée dans la section 1.4. Pour la martensite, l'absence des effets de la plasticité peut être supposée du fait que la ductilité de la martensite à basse température est très faible. Il n'a pas été possible de réaliser le même type d'essai dans un état martensitique pur, car notre matériel ne permet pas d'atteindre la température de cet état.

De ce fait, cette absence de l'effet de la plasticité sur la martensite a été supposée

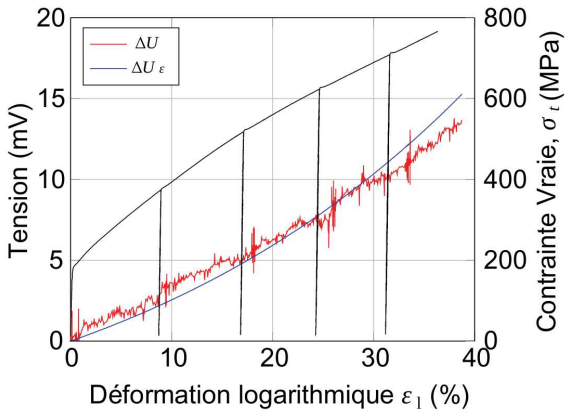


FIGURE 2.11 – Variation de la tension en fonction de la déformation logarithmique ε_l durant un essai de traction à 100 °C.

pour cette étude.

$$\frac{\partial \rho_A}{\partial p} = \frac{\partial \rho_M}{\partial p} \approx 0 \tag{2.28}$$

2.2.3.2.2 Élasticité

Quant à la détermination de l'influence de l'élasticité sur la résistivité du matériau, on procède à une charge décharge de l'éprouvette à chaque 5 % de déformation.

L'influence de l'élasticité sur la résistivité a été, aussi, vérifiée durant l'essai décrit dans la section 2.2.3.2.1 en utilisant les étapes de charge-décharge élastiques. Pendant ces étapes, il n'a eu ni transformation de phase ni plasticité (Figure 2.11). Par conséquent, l'influence de l'élasticité a été facilement isolée des autres effets. La figure 2.12 montre la variation de la tension, ΔU, mesurée pendant une étape de l'essai, et la variation de la tension estimée due à la variation géométrique ΔU_ε (Équation (2.15)). D'après les courbes, on constate qu'aucune différence significative ne se trouve entre ces dernières. La charge et la décharge élastiques ne modifient pas la valeur de la tension mesurée ΔU qui reste égale à ΔU_ε Alors, nous en concluons que l'élasticité n'a pas d'influence significative sur la résistivité de l'austénite (Équation (2.29)). Pour la martensite, l'absence de tout effet de l'élasticité a été supposée comme pour l'effet de plasticité.

$$\frac{\partial \rho_M}{\partial e} = \frac{\partial \rho_A}{\partial e} = 0 \tag{2.29}$$

Pour les analyses décrites dans la section 2.2.4, nous supposons l'absence de l'effet de l'élasticité afin de simplifier l'écriture de l'équation (2.24).

Les étapes de charge-décharge élastiques ont été réalisées durant la majorité des essais

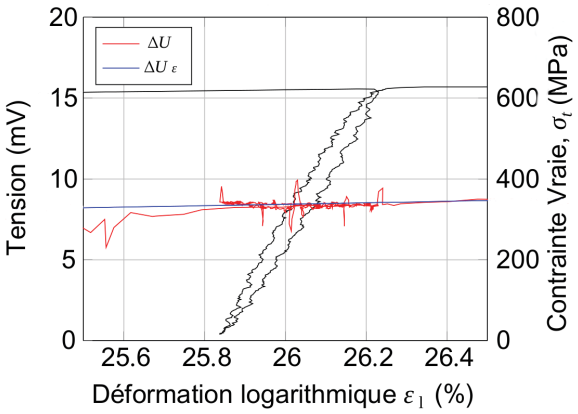


FIGURE 2.12 – Variation de la tension électrique durant les charges et les décharges élastiques d'un essai de traction à 100 °C

uniaxiaux isothermes de ce chapitre. Dans chaque cas, aucune différence significative n'a été observée entre ΔU et ΔU_ε.

2.2.3.3 Influence de la transformation de phase

L'influence de la transformation de phase martensitique sur la résistivité a été étudiée lors d'un essai de traction à une basse température de -60 °C durant lequel la transformation de phase se produit. Cette température est la plus basse température fournie par l'enceinte thermique utilisée dans ce chapitre. La figure 2.13 montre la comparaison entre la variation de la tension observée ΔU et la variation de la tension estimée, due à la variation géométrique ΔU_ε (Équation (2.15)). La différence très importante entre la courbe estimée et la courbe observée nous amène à conclure que la transformation à une influence significative sur la résistivité de l'échantillon.

Les résultats montrés dans la figure 2.13 illustrent clairement l'effet de la transformation de phase sur la résistivité du matériau. Puisque la plasticité et l'élasticité n'ont aucun effet. Il est possible de développer une méthode de détermination de la fraction volumique des phases basée sur la variation de la résistivité.

2.2.4 Détermination de la fraction volumique de martensite

Dans les sections précédentes, nous avons démontré que seulement la température et la transformation de phase affectent significativement la résistivité de l'éprouvette. En conséquence, nous pouvons déterminer la fraction volumique de martensite à partir de la mesure de la tension en utilisant une méthode de post-traitement appropriée.

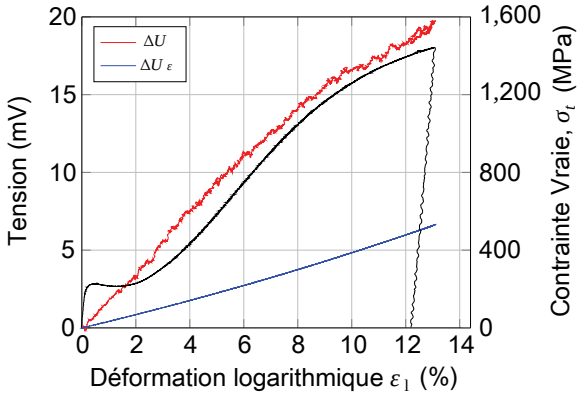


FIGURE 2.13 – Variation de la tension en fonction de la déformation logarithmique ε_l durant un essai de traction à -60 °C.

La fraction volumique de martensite peut être calculée de l'équation (2.18) :

$$z = \frac{\rho(T) - \rho_A(T)}{\rho_M(T) - \rho_A(T)} \tag{2.30}$$

Avec $\rho_A(T)$ et $\rho_M(T)$ définies dans les équations (2.26) et (2.27). Elles ont été déterminées durant les essais de dilatométrie décrits dans la section 2.2.3.1 (Figure 2.10).

La figure 2.14 montre la fraction volumique observée durant les essais de traction isothermes à six températures différentes. Elle devient de plus en plus remarquable à une température de 20 °C. Par ailleurs avec les basses températures, cette transformation arrive rapidement et elle est presque complète à moins de 15 % de déformation. Par contre, la transformation de phase pour une température de 60 °C est très faible. Le bruit de mesure du résultat à 60 °C est dû à une amplification du faible bruit de mesure de la tension causée par la méthode de post-traitement.

Ainsi, cet alliage connaît une transformation de phase martensitique liée à la plasticité à basse température. Elle commence à des niveaux de déformation faibles et le matériau atteint rapidement à peu près un état martensitique complet. À haute température la transformation de phase arrive à des niveaux de déformation plus importants qui sont de l'ordre de 5% pour une température de 20 °C et de 15 % pour une température de 60 °C. Cela est dû à la stabilité de la phase austénitique à haute température.

À de grandes déformations, le taux de transformation martensitique diminue [19] ; l'augmentation des dislocations stabilise la phase austénitique [19]. Cela est caractérisé par la tendance de la courbe de dosage de phase à devenir tangente au taux de 100 % de martensite.

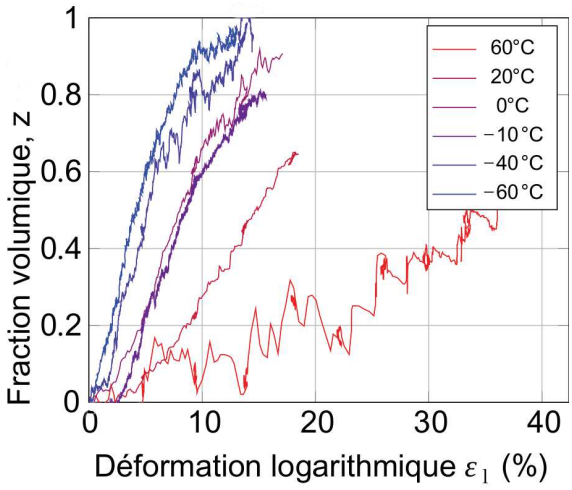


FIGURE 2.14 – Variation de la fraction volumique de la martensite durant des essais de tractions à différentes températures.

2.2.4.1 Influence de la loi de mélange

Étant donné que les résistivités de l'austénite et de la martensite sont assez différentes, le choix de la loi de mélange peut avoir un impact important sur les résultats de la fraction volumique des phases. D'ailleurs, différentes lois de mélange peuvent être prises en compte. Dans la section précédente, la loi de mélange en série a été utilisée (Équation (2.18)), mais d'autres lois peuvent être utilisées, par exemple :

— La loi en parallèle :

$$\rho = \frac{\rho_A \rho_M}{z\rho_A + (1-z)\rho_M} \tag{2.31}$$

— Les deux lois de mélange de Hashin et Shtrickman (notées H&S+ et H&S- dans la figure 2.15)

$$\rho = \frac{z\rho_M + \frac{3(1-z)\rho_A\rho_M}{2\rho_A+\rho_M}}{z + \frac{3(1-z)\rho_M}{2\rho_A+\rho_M}} \tag{2.32}$$

$$\rho = \frac{z\rho_M + \frac{3(1-z)\rho_A(\rho_A+\rho_M)}{5\rho_A+\rho_M}}{z + \frac{3(1-z)(\rho_A+\rho_M)}{5\rho_A+\rho_M}} \tag{2.33}$$

— La loi de mélange de Bruggeman [69] :

$$z = 1 - \frac{\rho - \rho_M}{\rho_A - \rho_M}\left(\frac{\rho_A}{\rho}\right)^{\frac{2}{3}} \tag{2.34}$$

Les différentes lois de mélange ont été utilisées dans l'essai de traction à -60 °C. À cette température, la cinétique de transformation de phase varie considérablement en

comparaison avec les essais réalisés dans les hautes températures. La figure 2.15 montre que la loi de mélange n'a pas une influence significative sur les résultats de la fraction volumique de martensite. Par conséquent, nous recommandons d'utiliser la loi la plus simple qui est la loi en série.

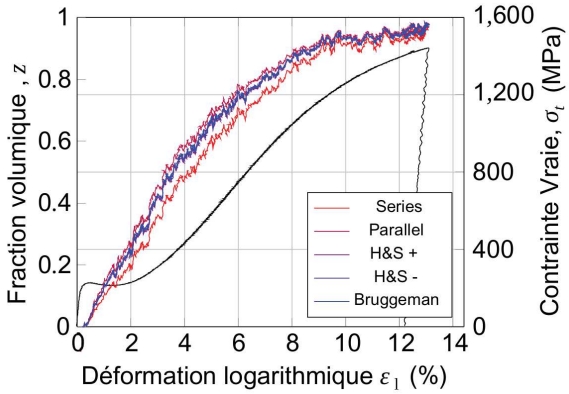


FIGURE 2.15 – Influence des lois de mélange sur la cinétique de transformation de phase.

2.2.4.2 Comparaison avec d'autres méthodes

Pour évaluer la validité de nos résultats de fraction volumique de martensite déterminée par le suivi de la variation de la résistivité électrique, nous avons comparé nos résultats avec ceux obtenus par deux autres techniques.

Haušild et al [52] ont publié des résultats pour le même acier 301L obtenu du même fournisseur (ArcelorMittal) en utilisant des mesures par diffraction de neutrons et des mesures magnétiques. La figure 2.16 montre la comparaison entre la technique que nous avons utilisé et celles-ci. Pour cette température, une bonne concordance entre les résultats est notée.

Qualitativement, nous arrivons par cette méthode, avec des moyens simples et un post-traitement bien fondé avec des hypothèses particulières, à avoir la même tendance de transformation de phase.

Quantitativement parlant, les moyens de mesure peuvent être la cause de la différence des valeurs de fraction volumique de martensite pour les faibles déformations. Aussi, l'hypothèse que nous avons faite concernant l'état martensitique de l'éprouvette testée à -60 °C, afin de déterminer la résistivité de la martensite, peut être une origine de cet écart. Pour des déformations plus importantes, les résultats de nos mesures ont tendance à se rapprocher de celles obtenues par Haušild et al [52].

Ces résultats restent très proches dans la mesure où les techniques utilisées diffèrent l'une de l'autre. Comme nous l'avons cité dans le chapitre 1, la technique de mesure par

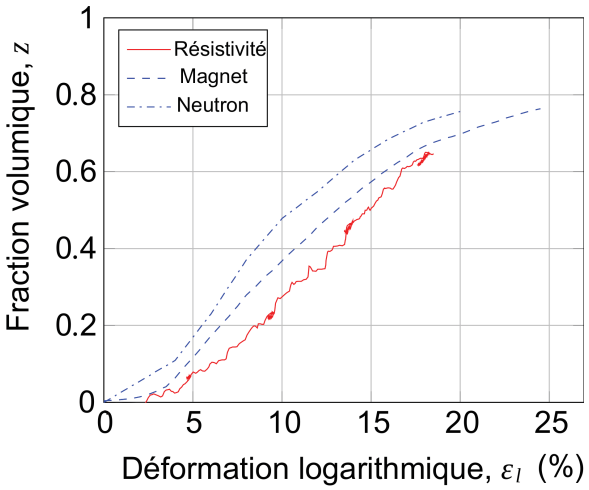


FIGURE 2.16 – Fraction volumique de martensite, z, en fonction de la déformation logarithmique ε_l durant un essai de traction à température ambiante

diffraction de neutrons reste une technique de mesure locale par rapport à notre technique. Localement, la transformation de phase peut être plus importante qu'au niveau global de l'éprouvette. Cela peut expliquer la détection précoce de la transformation de phase dans le matériau. La méthode magnétique reste une méthode, dans certains cas, locale et qui peut surestimer le taux de martensite.

2.2.5 Bilan

Les aciers austénitiques métastables sont des aciers qui ont la particularité d'être le siège d'une transformation de phase. Cette dernière change les caractéristiques mécaniques de ce type de matériau. Le suivi de cette transformation peut se faire par plusieurs méthodes. Dans notre cas, nous avons opté pour la méthode de mesure de résistivité par la technique de mesure par quatre points.

Dans ce sens, nous avons réalisé des essais thermomécaniques uniaxiaux sur un acier austénitique métastable 301L. En parallèle, la tension électrique des éprouvettes a été mesurée pendant ces essais. Après un post-traitement approprié basé sur les mesures de cette tension, les effets de la température, de la plasticité, de l'élasticité et de la transformation de phase sur la résistivité du matériau considéré ont été étudiés. Nous avons montré, par conséquent, que seules, la température et la transformation de phase affectent significativement cette résistivité. De ce fait, il est possible d'utiliser la variation de celle-ci comme indicateur de la transformation de phase.

L'influence de la loi de mélange utilisée pour la détermination de la fraction volumique de phase a été aussi étudiée. Son calcul avec cinq différentes lois de mélanges a été effectué. Aucune influence significative n'a été observée sur les valeurs de cette fraction.

Pour valider la méthode proposée pour la détermination de la fraction volumique de phase, nous avons comparé les résultats de dosage à température ambiante avec ceux de la littérature utilisant la méthode magnétique et celle par diffraction de neutrons. Une bonne concordance existe entre les résultats obtenus dans les trois méthodes. Aussi, les résultats obtenus sont compatibles avec la cinétique de transformation de phase typique dans ce matériau. Par conséquent, nous proposons dans cette étude une méthode simple pour la détermination de la cinétique de transformation basée sur la variation de la résistivité électrique.

Nous pouvons, alors, exploiter cette technique dans le cas des éprouvettes tubulaires soumises à des chargements multiaxiaux.

2.3 Sollicitations complexes et suivi de la transformation de phase

Plusieurs études uniaxiales ont été réalisées sur des aciers iTRIP [20,33,50,53,58]. Pour des raisons de simplification, ces essais de traction sont utilisés afin de déterminer les paramètres nécessaires à l'alimentation de modèles numériques. Ils servent aussi à valider les résultats de ceux-ci [50]. Toutefois, la complexité des chargements thermomécaniques auxquels les pièces mécaniques à base d'aciers austénitiques métastables sont réellement soumises nécessite l'établissement de modèles multiaxiaux qui sont alimentés et vérifiés par des résultats d'essais multiaxiaux qui restent insuffisants. Ainsi, cette étude fournit davantage de résultats multiaxiaux.

Plusieurs montages expérimentaux permettent la réalisation d'essais mécaniques multiaxiaux. Ce type d'essais peut être réalisé avec des éprouvettes plates. L'état de contrainte multiaxial par exemple en traction-cisaillement peut être généré avec un chargement uniaxial par le montage Arcan [4]. Par ailleurs, les éprouvettes avec des formes cruciformes permettent aussi de créer un état de contrainte multiaxial [91].

Toutefois, ces montages ne permettent pas de réaliser des essais de compression par exemple. Ainsi, l'utilisation d'éprouvettes tubulaires permet de réaliser tous ces types d'essais.

Nous exposons, dans cette section, une technique expérimentale originale permettant de caractériser les propriétés multiaxiales et la cinétique de transformation de phase de ce matériau.

Ainsi, nous présentons notre montage d'essai ainsi que la géométrie de nos éprouvettes à base de l'acier iTRIP 304L pour réaliser des chargements multiaxiaux. Par ailleurs, la technique de dosage de phase utilisée sera présentée. Pour finir avec une présentation des essais et des résultats obtenus.

2.3.1 Moyens d'essai

Dans cette partie, une présentation du matériel d'essai, du matériau et de l'éprouvette d'essai sera faite. Nous allons faire particulièrement le point sur le montage d'essai que nous avons conçu spécialement pour mener les essais multiaxiaux de ce travail.

2.3.1.1 Matériau et éprouvette

L'acier 304L est le plus commun des aciers inoxydables. Cet acier austénitique métastable a une structure cristallographique cubique à faces centrées qui lui confère une extrême ductilité et par conséquent une ténacité importante [59]. Il a une grande

résistance à la corrosion et facilement formable [59]. Il contient de 18 à 20 % de chrome et de 8 à 10.5 % de nickel pour le rendre austénitique [6].

Pour réaliser nos essais multiaxiaux, nous avons besoin d'éprouvettes tubulaires à base d'acier inoxydable austénitique métastable 304L, ayant une géométrie adaptée à ce type d'essais. Ainsi, nous avons conçu et réalisé des éprouvettes permettant d'effectuer des essais mécaniques multiaxiaux, de traction-compression-torsion couplés avec un suivi de la transformation de phase. La forme des éprouvettes a été sélectionnée en fonction des dimensions des barreaux ronds d'origine dont nous disposions, du type d'essais à réaliser et des contraintes dimensionnelles du montage d'essai. Ces éprouvettes ont été dimensionnées au flambage afin de pouvoir réaliser des essais de compression sans que les éprouvettes ne flambent.

En effet, nous disposions de barreaux d'acier inoxydable austénitique 304L qui ont 120 mm de longueur et 20 mm de diamètre. Ce type de barreaux ainsi que la nature des essais multiaxiaux à réaliser imposent le choix d'une forme d'éprouvette tubulaire mince permettant d'avoir un champ de contrainte homogène dans la section utile de l'éprouvette. Dans la littérature, plusieurs modèles d'éprouvettes tubulaires ont été utilisés. Grabe et al. ont utilisé une éprouvette tubulaire en NiTi pour des essais multiaxiaux [48] (Figure 2.17(a)). Michel Coret a utilisé l'éprouvette du LMT (Figure 2.17(c)) [31]. Karine Taillard a réalisé des essais multiaxiaux sur une éprouvette tubulaire en CuAlBe [94] (Figure 2.17(b)).

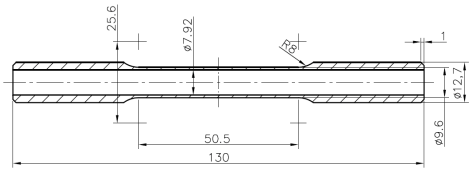
Notre modèle d'éprouvette a une section constante le long de la partie utile. Les dimensions de cette section doivent être suffisamment grandes, relativement aux dimensions de la microstructure (taille de grain en particulier) afin de réduire la dispersion des résultats des essais [34]. Par ailleurs, la forme des têtes des éprouvettes plus large avec une surface plus grande a pour but de réduire la contrainte dans cette zone. Ainsi, elles subissent moins de contraintes puisque cette dernière est le rapport entre l'effort et la surface [28]. Des congés de raccordement sont placés entre les têtes d'amarrage et la partie utile de l'éprouvette afin d'éviter les ruptures à ce niveau sous l'effet d'une forte concentration de contraintes.

Ainsi, nous avons conçu nos éprouvettes suivant la géométrie présentée dans la figure 2.18. Elles ont été usinées par tournage à partir de barreaux d'acier iTRIP 304L.

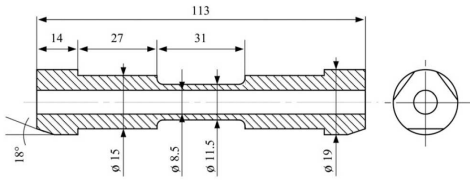
2.3.1.2 Dispositif expérimental

Nous avons conçu et réalisé un montage d'essai original, permettant d'effectuer des essais thermomécaniques multiaxiaux proportionnels et non proportionnels, isothermes et anisothermes couplés avec des mesures de résistivité.

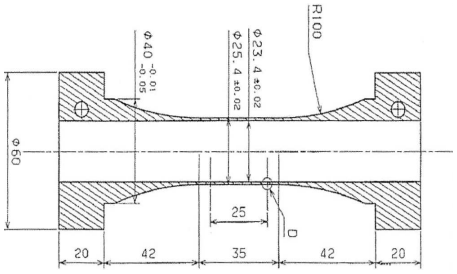
En effet, la réalisation d'essais multiaxiaux (Traction-Compression-Torsion) isothermes



(a) Éprouvette tubulaire [48]



(b) Éprouvette tubulaire [95]



(c) Éprouvette LMT [31]

FIGURE 2.17 – Différentes formes d'éprouvettes pour essais multiaxiaux.

et anisothermes nécessitant un système d'amarrage adapté que nous présentons.

Pour réaliser les essais de cette section, nous disposons d'une machine à quatre colonnes pour essais de traction compression torsion statiques et dynamiques de TEMA Concept®(TTC). C'est une machine électrohydraulique asservie, constituée de deux vérins hydrauliques (le premier est linéaire tandis que le deuxième est rotatif) et qui sont fixés au bâti, d'une traverse mobile guidée en translation par quatre colonnes [1] cylindriques liées au bâti et d'un système d'amarrage hydraulique pour monter les éprouvettes. Elle dispose aussi, d'une cellule d'effort FGP Sensors & Instrumentation de type FN7432 d'une capacité en traction de 100 kN et de 1000 Nm en torsion (Figure 2.21). Celle-ci est étalonnée avant le début des essais. Ainsi, la TTC permet d'appliquer un effort de traction et de torsion combinés sur les éprouvettes étudiées tout en contrôlant indépendamment et simultanément la contrainte axiale, la déformation axiale ainsi que l'effort de torsion et la déformation de cisaillement.

Une enceinte thermique de type Servathin assure les conditions thermiques adéquates pour réaliser des essais isothermes et anisothermes. Elle permet d'atteindre une température maximale de 100 °C et une température minimale de -70 °C (Figure 2.20(b)).

1. Les machines de traction à faible capacité ont deux colonnes [34].

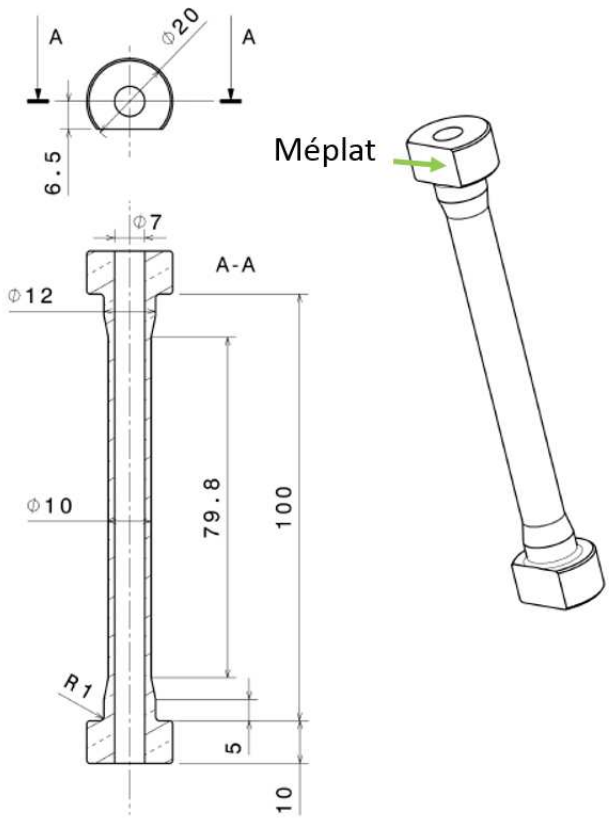


FIGURE 2.18 – Plan des éprouvettes tubulaires.

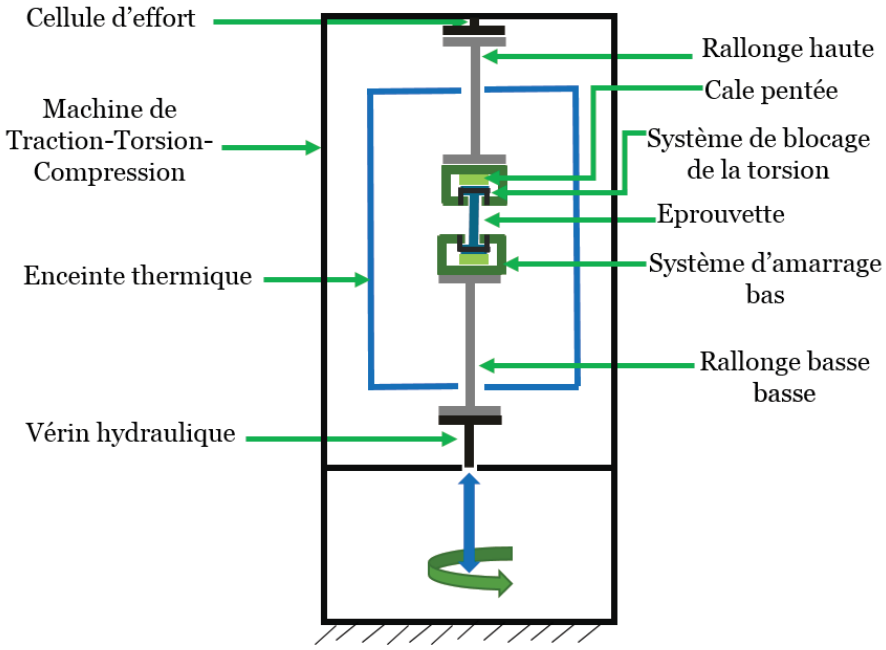
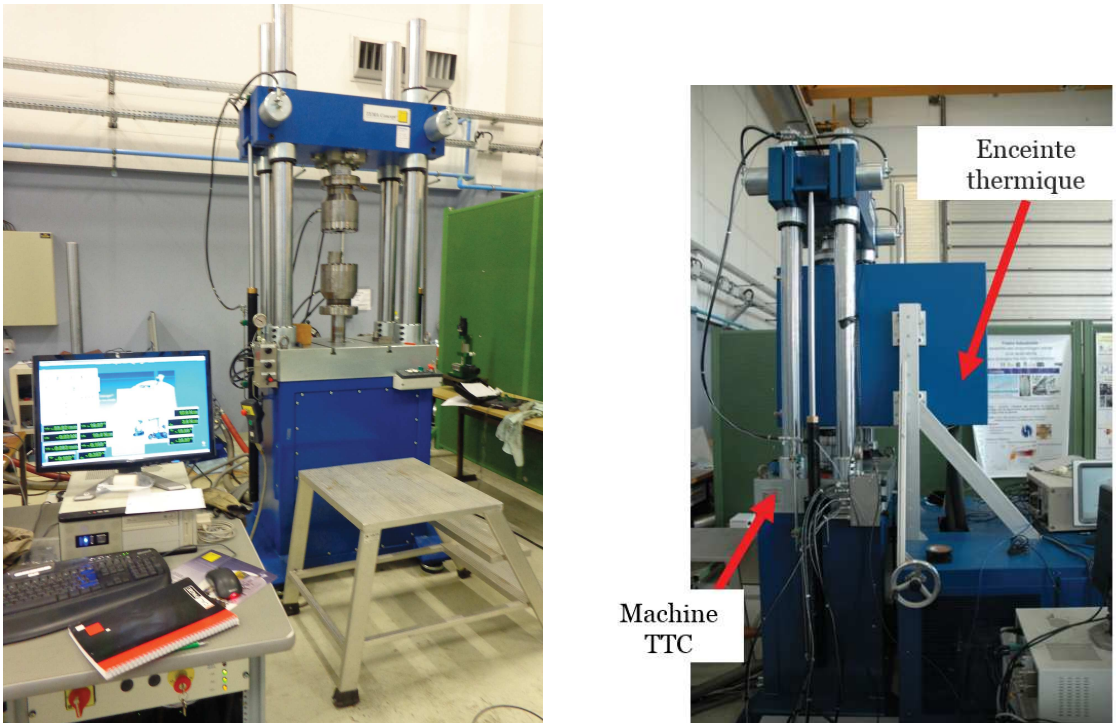


FIGURE 2.19 – Schéma du montage d'essai.



(a) Machine Traction-Torsion-Compression de base.

(b) Machine Traction-Torsion-Compression et enceinte thermique.

FIGURE 2.20 – Machine Traction-Torsion-Compression.

Le montage standard de la TTC, avec des mors hydrauliques (Figure 2.20(a)), ne permet pas de réaliser les essais thermomécaniques multiaxiaux prévus pour cette étude.

Par conséquent, nous avons adapté et réalisé un nouveau système de montage à base de rallonges et d'un système d'amarrage spécifique pour réaliser nos essais multiaxiaux à l'intérieur de l'enceinte thermique (Figure 2.21). Ces rallonges sont dimensionnées pour atteindre les niveaux de déformations maximums des éprouvettes en traction et en torsion. Le parcours du vérin n'est en aucun cas entravé par la présence de l'enceinte thermique, aussi bien en traction-compression, qu'en torsion.

En somme, l'utilisation de rallonges permet de réaliser des essais thermomécaniques dans les conditions particulières de température mentionnées ci-dessus. De plus, la forme de l'éprouvette ainsi que celle du système d'amarrage permettent de réaliser des essais multiaxiaux.

Quant au système d'amarrage choisi, il est adapté pour effectuer des tests de traction, de compression et de torsion. Premièrement, nous avons opté pour des mors qui vont tirer sur l'éprouvette à partir de la zone de traction mentionnée dans la figure 2.22 pour les essais de traction. Deuxièmement, la transmission du mouvement de rotation nécessaire pour les essais de torsion est réalisée par contact entre deux surfaces planes. Celui-ci est transmis par le biais d'une pièce (Figure 2.22) qui bloque l'éprouvette en

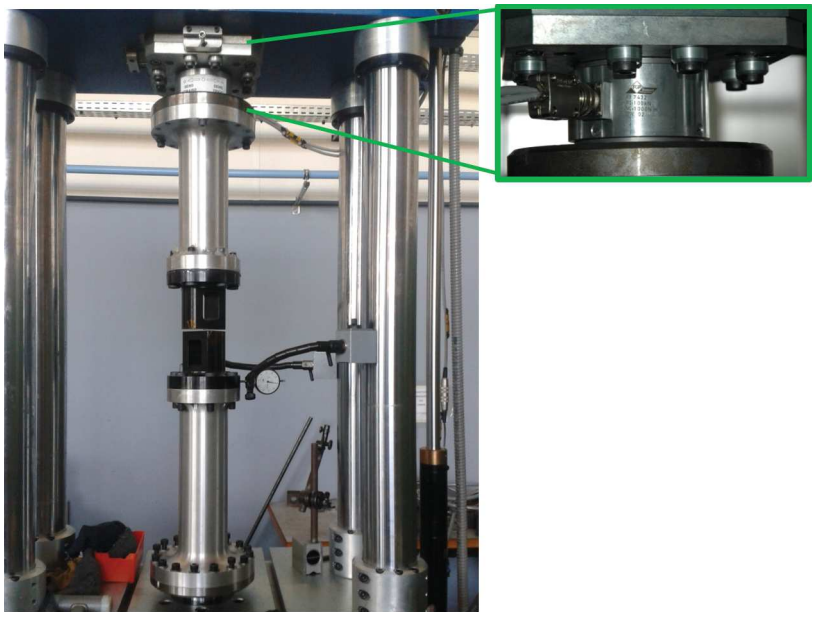


FIGURE 2.21 – Machine TTC équipée des rallonges et des mors.

rotation grâce au méplat de celle-ci. Afin de pouvoir réaliser des essais de compression, un système de cales pentées est utilisé (Figure 2.22).

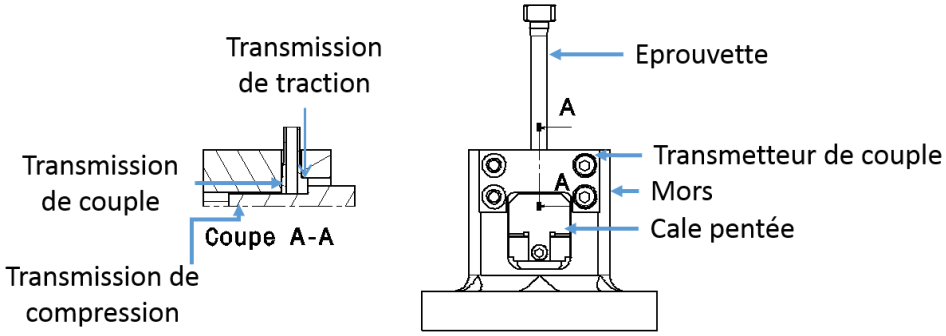


FIGURE 2.22 – Plan de transmission du couple, de la traction et de la compression à une éprouvette tubulaire.

Le capteur d'effort a été, aussi, équipé d'un système de chauffage (Figure 2.23) qui le maintient à une température de fonctionnement optimal. Nous avons opté pour le chauffage de la plaque d'interface située entre le capteur d'effort et la rallonge haute en aluminium dans le but de le garder à une température constante. Un flux d'eau chauffée à 90 °C est pompé dans un tuyau en spirale entourant ces deux pièces. Par ailleurs, nous avons bien isolé l'enceinte thermique pour que le capteur d'effort ne soit pas refroidi à cause des fuites d'air froid émanant de celle-ci.

Afin de s'assurer que la cellule d'effort est utilisée dans son domaine de fonctionnement optimum et que la mesure réalisée par le capteur de force et de couple soit correcte



FIGURE 2.23 – Système de chauffage de la plaque d'interface.

pendant les essais, la température de ce capteur a été mesurée en collant un thermocouple de type T sur celui-ci.

Nous avons établi un protocole que nous appliquons systématiquement avant chaque campagne d'essai, afin d'assurer la coaxialité des axes de notre montage et celui du vérin de la machine. Un autre protocole de montage de l'éprouvette a été également élaboré, vu la particularité des essais multiaxiaux.

2.3.1.3 Mesure de la déformation

Le choix d'une technique de mesure de déformation permet de caractériser le comportement thermomécanique des éprouvettes tubulaires en acier iTRIP 304L. Celles-ci peuvent atteindre de grandes déformations à rupture qui sont de l'ordre de 35 à 50 % [16]. Les moyens de mesure dont nous disposons ne permettent pas de mesurer ce taux de déformation. Nous présenterons les différentes techniques de mesure de déformation, leurs limitations dans le cas de notre matériau et la stratégie suivie pour réussir cette mesure.

La stéréo-corrélation d'image est un système de mesure de déformation des éprouvettes non planes (par exemple, les éprouvettes tubulaires ou cubiques). C'est une méthode sans contact qui mesure le champ de déformation dans des éprouvettes au cours des essais mécaniques à l'aide de deux caméras. Cette technique est de plus en plus utilisée dans la caractérisation du comportement mécanique de matériaux [38] grâce à la qualité des mesures réalisées et aux avantages qu'elle offre. Or, ce système permet d'observer et de calculer la déformation sur une grande zone [38]. Toutefois, cette technique n'est pas facilement utilisable pour réaliser des essais à basse température et dans une enceinte

thermique. Aussi, le taux de déformation mesurable est de l'ordre de 6 % dans le cas de notre matériau.

De même, l'utilisation de l'extensomètre dont nous disposons pour la mesure des déformations dans les éprouvettes tubulaires d'acier iTRIP 304L, s'avère impossible, car l'ouverture maximale admissible par celui-ci est de l'ordre de 2.5 mm ; cette ouverture permet de mesurer une déformation axiale maximale de l'ordre de 11% en traction.

Les jauges extensomètriques, de même que les deux premières méthodes, ne peuvent pas être utilisées vu le taux de déformation important, atteint par ce type de matériau.

En somme, la mesure de la déformation ne peut pas être faite avec les trois différentes méthodes de mesure disponibles. Les éprouvettes en acier inoxydable se déforment à des taux très importants dépassant les limites admises par ces techniques. Ainsi, il nous a fallu trouver un autre moyen permettant de mesurer ces grandes amplitudes de déformation.

2.3.1.3.1 Calibrage des mesures extensométriques et des mesures des capteurs vérin

Des solutions alternatives peuvent être utilisées en vue de mesurer de grandes déformations.

Par exemple, la mesure du déplacement et de la rotation du vérin fait partie de ces méthodes [14, 20, 34]. La déformation peut être, également obtenue par interpolation de la mesure de la longueur initiale ainsi que de la déformation plastique finale en fonction du temps [83].

Nous avons élaboré ainsi une technique expérimentale permettant de déduire la déformation des éprouvettes. En effet, un lien entre la déformation et le déplacement du vérin axial de la machine d'essai pour des essais de traction a été établi. De même pour la torsion, nous avons établi un lien entre la déformation en torsion et la rotation du vérin rotatif. Pour ce faire, nous avons réalisé un essai de traction jusqu'à rupture de l'éprouvette et un essai de torsion sur deux éprouvettes en acier. Dans ces deux essais, les déformations ont été mesurée avec un extensomètre multiaxial de type epsilon 3550 à température ambiante. Comme l'extensomètre ne couvre que 11% de déformation axiale, nous étions obligés de démonter et de remonter l'extensomètre sur l'éprouvette juste avant d'atteindre sa limite de mesure de déformation. De ces deux essais, nous avons déduit une relation liant ses mesures de déformation et la mesure du déplacement et de la rotation du vérin (figures 2.24 et 2.25).

Dans cet essai, nous calculons la déformation axiale nominale ε avec la relation :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \tag{2.35}$$

Avec l_0 est la l'ouverture de l'extensomètre et Δl est l'allongement mesuré.

Dans l'essai de torsion(Figure 2.25), nous utilisons la déformation de cisaillement en petites déformations.

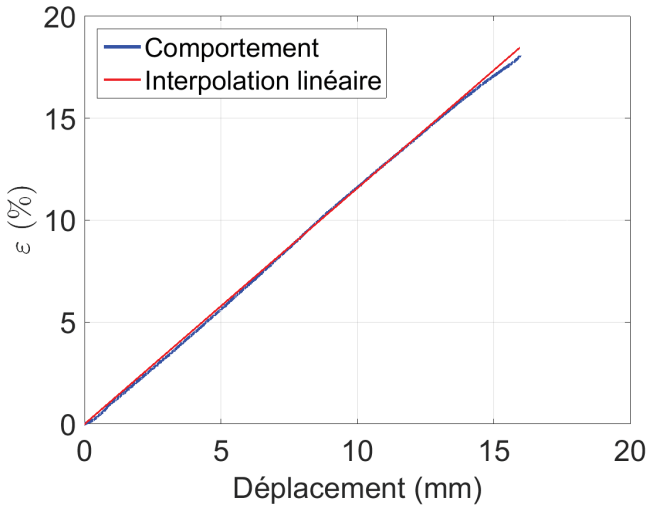


FIGURE 2.24 – Évolution de la déformation axiale en fonction du déplacement du vérin.

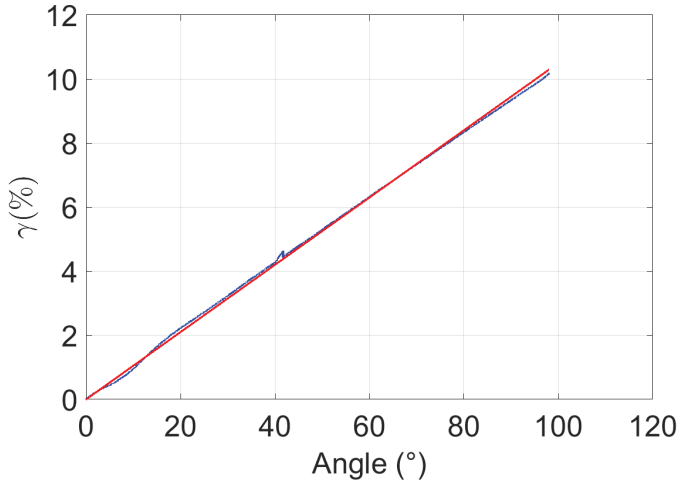


FIGURE 2.25 – Évolution de la déformation de cisaillement en fonction de l'angle de rotation du vérin.

Suite aux essais que nous avons faits sur des éprouvettes en acier, nous pouvons conclure qu'une relation linéaire se trouve entre les mesures de l'extensomètre et les

mesures du capteur de déplacement et de rotation du vérin et dont les coefficients ont été déterminés de ces essais.

Ainsi, en l'absence d'une technique adaptée, et facilement mise en œuvre pour la mesure de la déformation dans nos essais, nous avons opté pour l'utilisation de la mesure du déplacement et de la rotation du vérin. Par conséquent, le post-traitement des résultats de mesure de déplacement et de rotation du vérin nous permet de déduire les déformations équivalentes dans le matériau.

La température des éprouvettes a été mesurée avec deux thermocouples de type T collés sur le corps des éprouvettes.

2.3.1.4 Mesure de la résistance électrique

Le suivi de la transformation de phase des éprouvettes est assuré par la mesure de l'évolution de la résistivité électrique (tension) au cours des essais par la méthode des quatre points.

Comparée aux éprouvettes plates étudiées dans la section 2.2, la géométrie des éprouvettes tubulaires nécessite un système de mesure particulier qui s'adapte à cette dernière. La variation géométrique due à la déformation impose aussi l'utilisation d'un dispositif adéquat pour la mesure de la tension électrique. De nombreuses techniques de mesure de tension électrique ont été utilisées dans la littérature afin de caractériser la conductivité ou la résistivité d'un matériau. L'alimentation et la mesure de la tension ont été faites par des trombones [85] qui ne sont pas adaptés aux éprouvettes tubulaires. Karine Taillard a soudé les fils de mesure de la tension électrique sur ces éprouvettes [94].

Dans notre cas, nous avons conçu une cosse spécifique à la mesure de la tension des éprouvettes tubulaires (Figure 2.26). Elle est constituée de deux pièces en laiton, une pièce arrière et une pièce de devant, et de deux ressorts de rappel guidés par deux vis. Ces ressorts de compression permettent à ces cosses de rester en appui permanent contre l'éprouvette malgré la réduction du diamètre externe des éprouvettes. Ainsi, une perte de contact électrique éventuelle entre l'éprouvette et le système de mesure de la tension est évitée.

Pour réaliser la mesure de la résistance électrique, nous avons utilisé un générateur de courant électrique dans le cas des éprouvettes plates en acier iTRIP 301L (Section 2.2). Ce générateur fournit un courant de faible intensité non adapté au cas de nos éprouvettes tubulaires. En effet, elles ont une surface plus importante leur assurant une faible résistance électrique. Ainsi, la tension ($U = Ri$) résultante est si faible qu'elle est du niveau du bruit de nos moyens d'acquisition. Par conséquent, nous nous sommes passés de ce générateur de courant et nous avons utilisé un suiveur de fissure du même type que celui utilisé par Karine Taillard dans sa thèse [94].

Nous alimentons ainsi l'éprouvette avec un courant électrique fourni par un suiveur de fissures de type CELIANS (Figure 2.27). Il permet d'alimenter l'éprouvette avec un courant électrique sous forme d'impulsions [94]. Cette propriété permet de ne pas surchauffer l'éprouvette testée par effet joule. Pour plus de détail sur ce moyen de mesure, le lecteur peut consulter la thèse de Karine Taillard [94].

D'une part, la transmission de cette tension d'entrée est faite par les deux cales pentées qui sont en contact avec les deux têtes de l'éprouvette (Figure 2.26). Le courant électrique passe aussi dans ces derniers. Un isolant en carton est placé entre ces mors et les rallonges afin d'empêcher le passage du courant dans la machine d'essai. Aussi, des rondelles en plastique sont utilisées pour assurer une isolation électrique entre les mors et les vis en contact avec les rallonges. D'autre part, la mesure de la tension de l'éprouvette est faite avec le système des deux cosses.

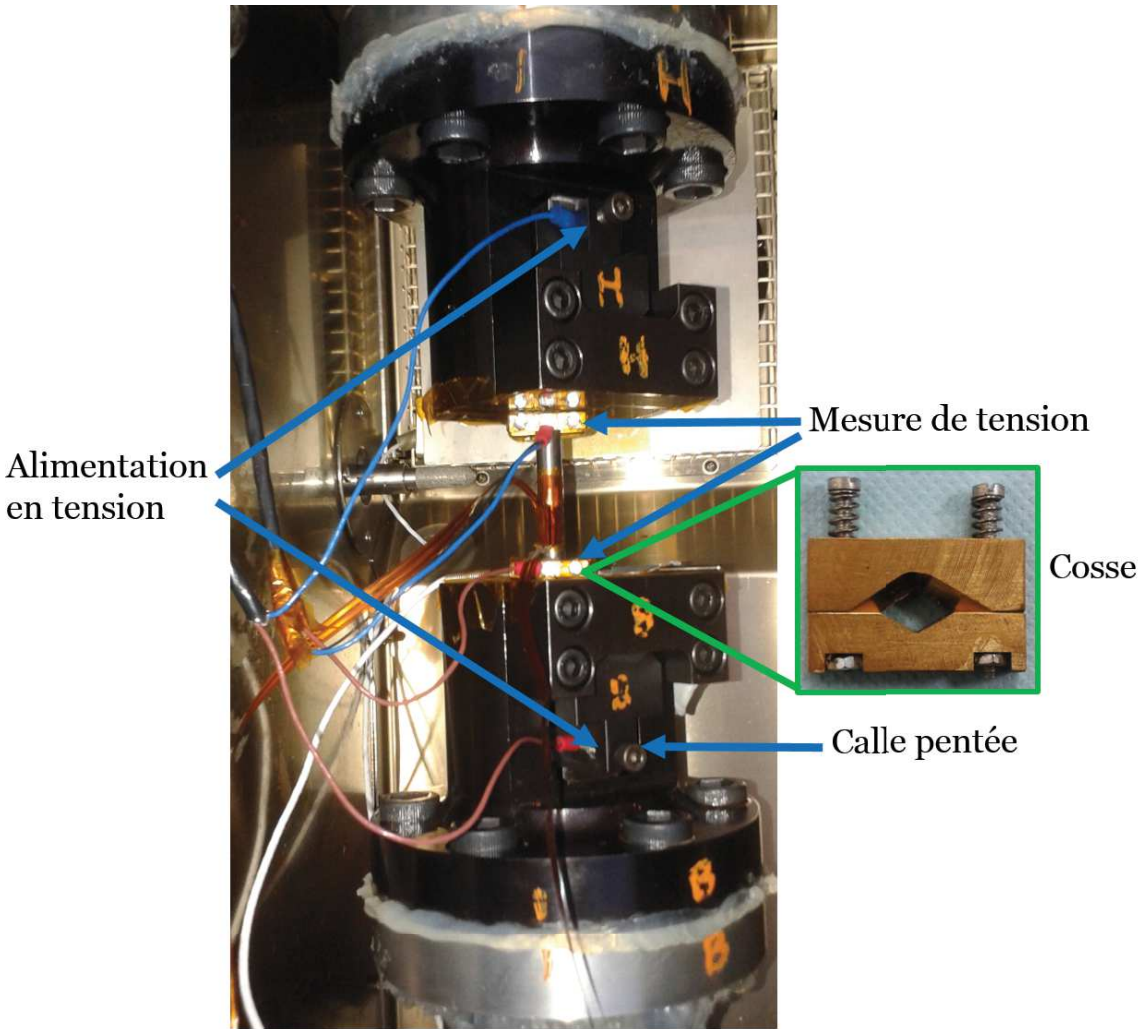


FIGURE 2.26 – Instrumentation de l'éprouvette.

Grâce à ce montage spécifique, nous avons pu faire le suivi de la transformation de



FIGURE 2.27 – Suiveur de fissure.

phase avec la méthode des quatre points.

2.3.2 Exploitation des mesures de résistance électrique

Le dosage de phase est obtenu en exploitant la mesure de la tension électrique durant les essais isothermes. Cette opération de dosage de phase est différente de celle présentée dans le cas uniaxial vu la particularité des éprouvettes tubulaires.

Les essais sur les éprouvettes en iTRIP sont des essais isothermes réalisés à une température de -35 °C. Par conséquent, l'effet de la variation de la température sur la résistivité de l'austénite et de la martensite est éliminé. Aussi, les effets de l'élasticité et de la plasticité ne sont pas pris en considération puisqu'ils sont négligeables par rapport à la transformation de phase, comme nous l'avons démontré dans la section 2.2.

D'abord, nous supposons que la tension corrigée ΔU_C est relative à la transformation de phase.

Le calcul de cette tension ΔU_C relative à la transformation de phase est fait par soustraction de la partie de tension due au changement de la longueur et de la section de l'éprouvette engendrées par sa déformation axiale de la tension initiale [85].

$$\Delta U_C = \Delta U - \Delta U_\varepsilon \tag{2.36}$$

Avec

$$U_\varepsilon = 2U_0(1+\varepsilon)\varepsilon \tag{2.37}$$

Tel que U_0 est la tension mesurée au départ de l'essai.

Aussi, on suppose que l'éprouvette est dans un état austénitique pur au début de l'essai. Cela nous conduit à dire que la tension mesurée par le suiveur de fissure au début de l'essai est relative à la phase austénitique pure et notée U_A.

Afin d'avoir une information sur le taux final de martensite (martensite induite par la

contrainte) dans les éprouvettes, nous réalisons des relevés de celui-ci z_f sur l'éprouvette avec un Feritscope® FMP30 après rupture de l'éprouvette. Cette méthode magnétique permet de mesurer le taux de martensite formée dans nos éprouvettes austénitiques [63]. Un calibrage du Feritscope a été fait avec des cales étalons standard à base de ferrite.

Nous avons démontré dans la section 2.2 que la résistivité de l'acier iTRIP 301L ne dépend que de la transformation de phase. Ainsi, nous pouvons dire que la variation de la tension corrigée est proportionnelle à la variation du taux de martensite dans le matériau.

Alors, on peut écrire :

$$\Delta z = K \Delta U_c \tag{2.38}$$

Alors

$$K = \frac{\Delta z}{\Delta U_c} \tag{2.39}$$

Dans les essais de cette section $\Delta z = z_{finale}$ mesurée à la fin de l'essai, car le matériau au départ est totalement austénitique. Cela a été vérifié en mesurant le taux de la martensite dans nos éprouvettes par Feritscope.

Aussi, $\Delta U_{c,finale}$ est la tension finale obtenue à la fin de l'essai.

Alors on peut déterminer le facteur K par la relation :

$$K = \frac{z_{finale}}{\Delta U_{c,finale}} \tag{2.40}$$

Ainsi, la variation de la fraction volumique de martensite est :

$$\Delta z = \frac{z_{finale}}{\Delta U_{c,finale}} \Delta U_c \tag{2.41}$$

Ainsi, le taux de martensite formé est déduit à partir de la courbe d'évolution de la tension électrique mesurée au cours de l'essai.

Après présentation de la méthode d'exploitation de la tension mesurée afin d'aboutir à la fraction volumique de martensite z, des chargements mécaniques uniaxiaux et multiaxiaux proportionnels et non proportionnels couplés avec un suivi de la transformation de phase sont réalisés sur des éprouvettes tubulaires.

2.3.3 Résultats expérimentaux

Les différents essais multiaxiaux proportionnels et non proportionnels réalisés sur notre matériau sont présentés dans cette section. Nous commençons par des essais uniaxiaux de traction et de torsion réalisés sur des éprouvettes tubulaires pour atteindre des essais avec des chargements mécaniques multiaxiaux.

La température à laquelle ces derniers ont été réalisés est de -35 °C. Au cours de la descente en température, l'hygrométrie est contrôlée pour qu'elle reste à son plus bas niveau. Ceci limite la formation du givre au sein de l'enceinte thermique pouvant fausser la régulation thermique de celle-ci en couvrant son thermocouple.

Nous utilisons dans cette section, la contrainte et la déformation équivalentes de Von Mises données respectivement par les relations

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma^2 + 3\tau^2} \tag{2.42}$$

Nous calculons, les contraintes axiales et de cisaillement à partir de l'effort F et du couple C mesurés avec la cellule d'effort.

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \tag{2.43}$$

avec S_0 est la section de nos éprouvettes calculée par :

$$S_0 = \pi \frac{{D_{ext}}^2 - {D_{int}}^2}{4} \tag{2.44}$$

Avec :

D_{ext} : est le diamètre extérieur de l'éprouvette en mm (10 mm).

D_{int} : est le diamètre intérieur de l'éprouvette en mm (7 mm).

$$\tau = \frac{M_t}{2I} D_{ext} \tag{2.45}$$

Avec M_t est le moment de torsion

$$I = \frac{\pi(D_{ext}^4 - D_{int}^4)}{32} \tag{2.46}$$

Aussi, la déformation équivalente est donnée par :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\varepsilon^2 + \frac{\gamma^2}{3}} \tag{2.47}$$

Nous calculons aussi, la déformation plastique cumulée avec :

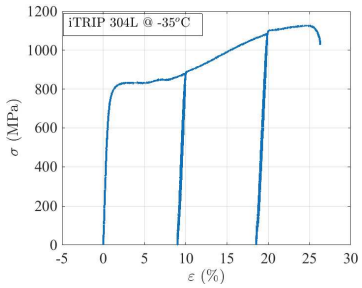
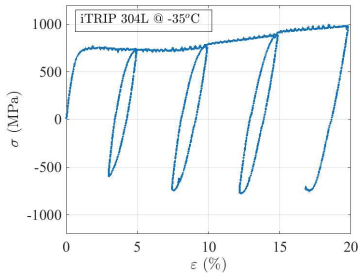
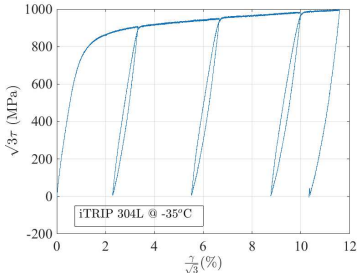
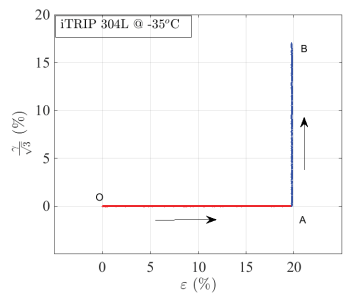
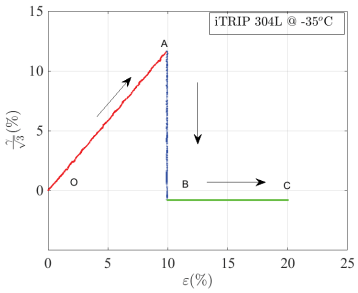
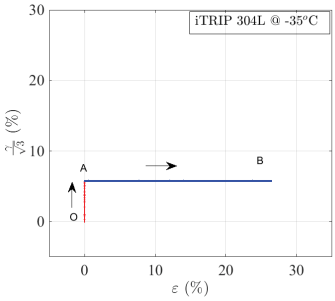
$$p = \int_{trajet} \mathrm{d}p = \int_{trajet} \sqrt{{\mathrm{d}\varepsilon_p}^2 + \frac{{\mathrm{d}\gamma_p}^2}{3}} \tag{2.48}$$

Le niveau de déformation du début de transformation est déterminé par un essai de traction. Suite au calcul de ce dernier, un essai de torsion est réalisé. Le but de celui-ci est de vérifier l'influence de la torsion sur la transformation de phase. Par la suite, nous avons programmé des essais dans le plan des contraintes (σ, $\sqrt{3}\tau$) pour mettre

en évidence l'influence du chargement multiaxial sur la transformation de phase dans l'acier iTRIP 304L.

Le tableau 2.3 résume les essais réalisés dans cette section.

TABLE 2.3 – Chargements mécaniques réalisés sur des éprouvettes tubulaires en acier iTRIP 304L.

Essais uniaxiaux		
Traction	Écrouissage	Torsion
		
Essais multiaxiaux		
Traction-Torsion	Traction-Torsion 2	Torsion-Traction
		

2.3.3.1 Pilotage des essais

Le pilotage dans la série d'essais que nous avons faite a été réalisé en déplacement et angle vérin afin d'atteindre les taux de déformations prédéfinies.

Les trajets de chargements en déformation ont été programmés en se basant sur le calcul de la déformation en fonction du déplacement et de la rotation du vérin. D'abord, nous identifions la déformation axiale ainsi que la déformation angulaire voulue. Puis, nous en déduisons les déplacements et l'angle avec lesquels le pilotage du vérin axial et rotatif sera fait.

Ce pilotage en déformation a été fait avec des vitesses très faibles pour éviter l'auto-échauffement de l'éprouvette [17]. Une grande vitesse de déformation cause

l'augmentation de la température de l'éprouvette. Cela réduit le taux de martensite qui peut être formé dans l'éprouvette. Pour vérifier que la température des éprouvettes reste constante, nous l'avons mesurée avec deux thermocouples placés sur la partie utile de cette dernière (Figure 2.28).

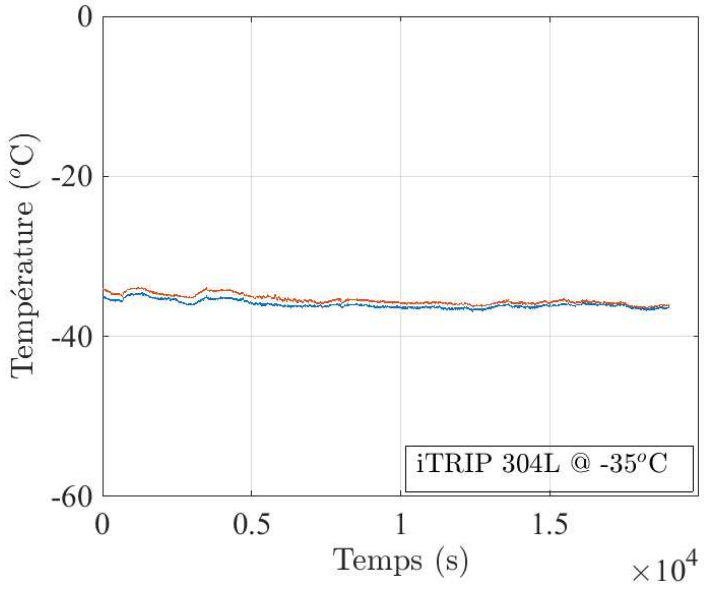


FIGURE 2.28 – Évolution de la température d'une éprouvette au cours de l'essai d'écrouissage.

2.3.3.2 Choix de la température d'essai

Le choix de la température d'essai pour mettre en évidence l'influence de la transformation de phase sur le comportement de l'acier 304L est primordial.

La cinétique de transformation de phase est plus rapide à basse température qu'à haute température. Aussi, le taux de transformation de phase est plus important à basse température [17].

Des essais ont été réalisés sur un acier iTRIP 304 à une température de -50 °C [33]. Comme l'austénite devient moins stable à basse température [17], nous avons réalisé nos essais à une température de -35 °C, la transformation de phase est plus remarquable.

2.3.3.3 Essais de traction

2.3.3.3.1 Vérification de la mesure de déformation par le système GOM

La vérification du lien entre les déformations et les mesures des capteurs du vérin permet l'exploitation de celles-ci pour les essais à réaliser.

Nous avons utilisé le système Aramis GOM pour cette vérification jusqu'à un niveau de déformation axiale de 6%.

Les mesures de déformations obtenues par corrélation d'images et par calculs à partir des mesures des capteurs de déplacement et de rotation du vérin sont très proches. Nous notons bien que la courbe de mesure fournie par le système de corrélation d'image GOM ainsi que la courbe de déformation déduite comme nous l'avons expliqué ci-dessus collent bien (Figure 2.29) à l'exception de la zone de début de plasticité du matériau dont la déformation est légèrement surestimée. Par ailleurs, nous arrivons, à estimer la déformation, que ça soit dans la partie élastique ou plastique du comportement de ce dernier. Le module de Young de l'essai de traction sur l'éprouvette en acier iTRIP est de 198 GPa. Cette valeur est identique au module de Young des aciers austénitiques métastables [30].

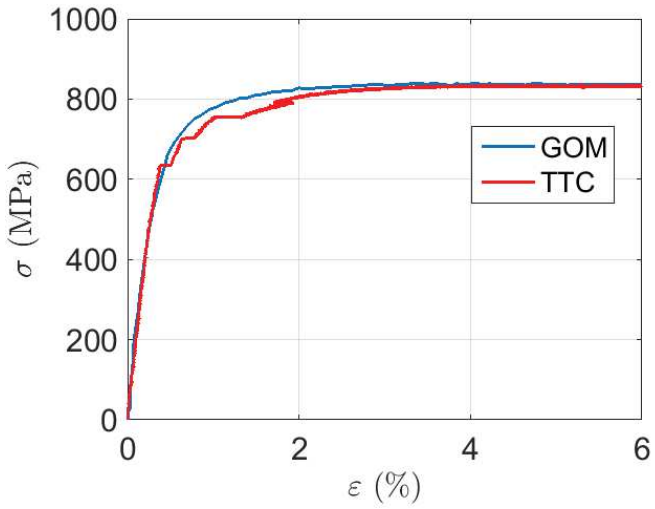


FIGURE 2.29 – Comparaison de la mesure GOM et de la mesure de déformation estimée à partir du déplacement du vérin dans un essai de traction.

Après cette validation de l'estimation de la déformation à partir de la mesure du déplacement vérin, nous nous sommes intéressés à d'autres essais mécaniques plus complexes.

2.3.3.3.2 Essai de traction à -35 °C

Pour caractériser le comportement de notre acier sous l'effet de la transformation de phase, nous avons réalisé, par similitude aux essais réalisés dans la première section, un premier essai de traction avec des charges et des décharges à des niveaux de déformations croissantes. Le but des charges et décharges élastiques est également de valider l'absence d'effet de l'élasticité sur la transformation de phase de ce matériau.

Nous avons appliqué sur l'éprouvette des chargements en déplacement tout en gardant un couple nul. Ces chargements ont été progressifs ; nous avons chargé l'éprouvette à des niveaux de déformations de 10 %, 20 % et 30 % (Figure 2.30). Durant les décharges, nous avons déchargé l'éprouvette tout en mettant comme consigne à atteindre un effort nul et non pas une consigne en déformation nulle afin de ne pas comprimer l'éprouvette. Étant déformée plastiquement, l'éprouvette, ne peut pas revenir à son état de déformation initiale ; elle ne récupère que la partie élastique de sa déformation.

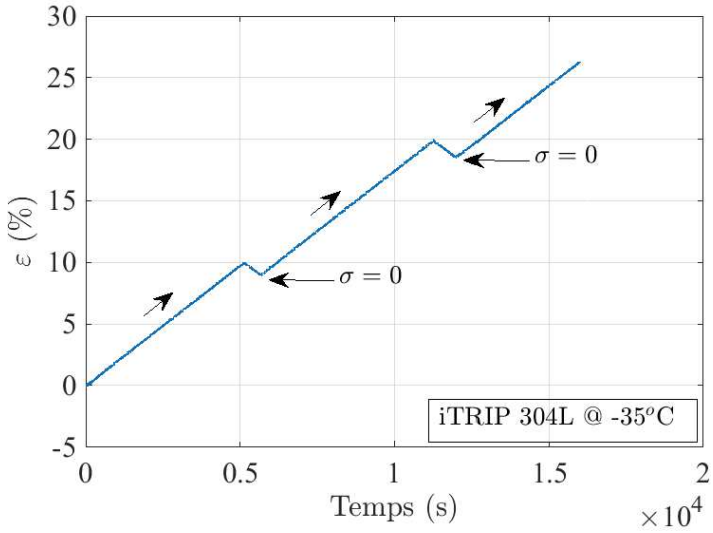


FIGURE 2.30 – Essai de traction avec des charges et des décharges élastiques.

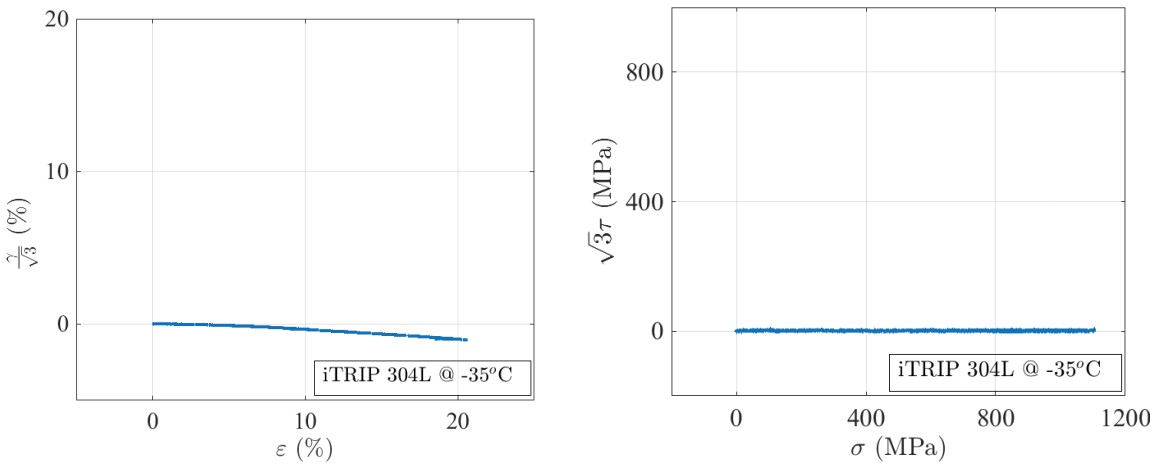
La vitesse de déplacement du vérin a été calculée afin d'obtenir une vitesse de déformation très faible, de l'ordre de 2.10^{-3} $\%.s^{-1}$ [85] afin d'éviter l'auto-échauffement de l'éprouvette. Nous avons contrôlé la température de l'éprouvette par deux thermocouples de type T collés sur l'éprouvette. La mesure de la tension électrique est réalisée avec la même méthode de mesure par quatre points décrite dans la section 2.3.1.4.

Après montage de l'éprouvette, nous l'avons refroidi à une température de -35 °C. Le temps nécessaire pour qu'elle atteigne cette température d'une manière homogène et stabilisée est de trois heures. Le maintien de cette dernière au cours de l'essai est une condition sine qua non pour que ce dernier soit isotherme.

Au niveau du pilotage en torsion, nous imposons un couple nul équivalent d'une contrainte de cisaillement nulle (Figure 2.31(b)). Ainsi, la déformation de cisaillement est presque nulle (Figure 2.31(a)) dans cet essai.

Nous obtenons une courbe de comportement qui révèle un surécrouissage relatif à la transformation de phase martensitique (Figure 2.32).

Le comportement de l'éprouvette reste élastique jusqu'à atteindre la limite d'élasticité $\sigma_y = 740$ MPa. Cette limite élastique est celle de la phase austénitique ; durant cette



(a) Réponse en déformation.

(b) Réponse en contrainte.

FIGURE 2.31 – Essai de traction avec charges et décharges sur éprouvette tubulaire en acier iTRIP 304L.

étape élastique, c'est la phase austénitique qui se déforme. La contrainte de rupture est de 1028 MPa et la contrainte maximale avant rupture est de 1128 MPa. L'éprouvette a rompu à une déformation maximale de 26 %.

La courbe de tension corrigée ΔU_c sur la figure 2.32, reste tangente à 0 au début de l'essai vu qu'aucune transformation de phase n'a eu lieu.

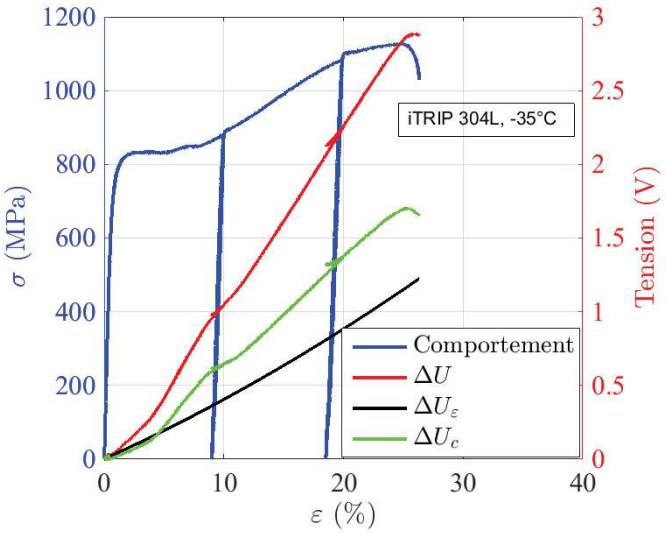


FIGURE 2.32 – Essai de traction avec mesure de la tension électrique.

Arrivant à la première décharge élastique, la courbe de la figure 2.32 illustre bien que la tension corrigée reste constante. Cela confirme l'indépendance de la résistivité vis-à-vis de la déformation élastique. Cette tension est due directement à la transformation de

phase comme nous l'avons mentionné dans [85].

À la fin de l'essai, la déformation maximale atteinte est de 26% tandis que le matériau s'est transformé en une structure martensitique à 55%. Cette valeur a été déterminée avec le Feritscope comme expliqué dans les démarches d'exploitation de la tension.

Ainsi, nous obtenons, la courbe de dosage de phase (Figure 2.33) qui a la même allure que les résultats de la littérature.

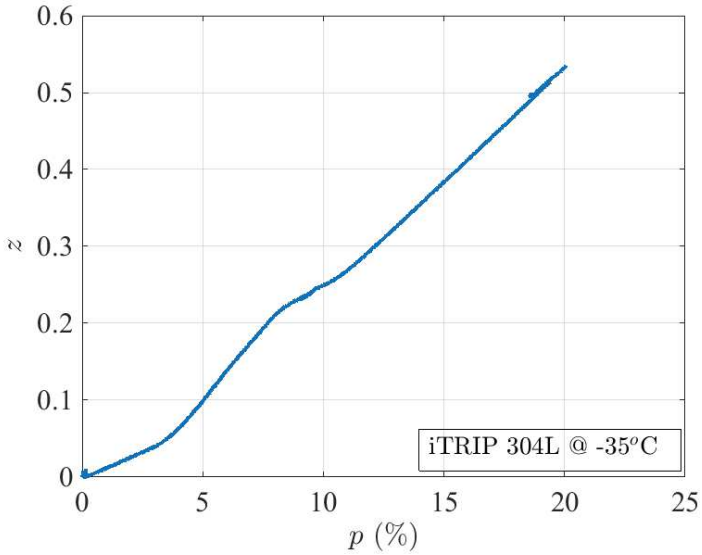


FIGURE 2.33 – Essai de traction avec dosage de phase.

2.3.3.4 Essai d'écrouissage

Le but de cet essai est de déterminer le type d'écrouissage dominant dans ce matériau afin d'alimenter et de valider les modèles numériques.

Dans cet essai, plusieurs cycles de chargement en traction compression sont effectués (Figure 2.34). Le premier cycle commence par une traction jusqu'à atteindre une déformation de 5%. Puis une décharge en traction et une charge en compression jusqu'au début de la déformation plastique de l'éprouvette en compression. Ces mêmes cycles ont été reprogrammés pour atteindre des déformations en traction de 10 %, 15 % et enfin pour 20 % avec des phases en compression jusqu'au début de la déformation plastique en compression.

La réponse de cet essai en contrainte déformation est présentée sur la figure 2.35. Nous observons, un surécrouissage au niveau de la courbe de comportement dans le plan (ε, σ). Ce dernier est le signe d'une transformation de phase qui arrive dans le matériau.

Durant ces cycles, la déformation et la contrainte de cisaillement restent nulles

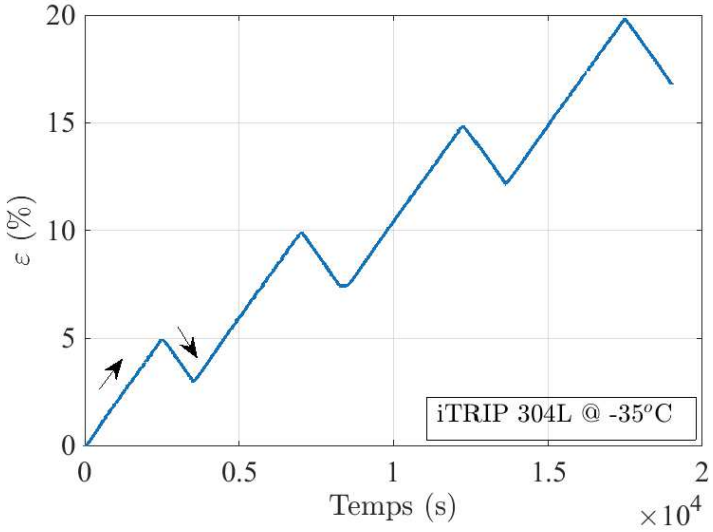


FIGURE 2.34 – Pilotage d'un essai d'écrouissage.

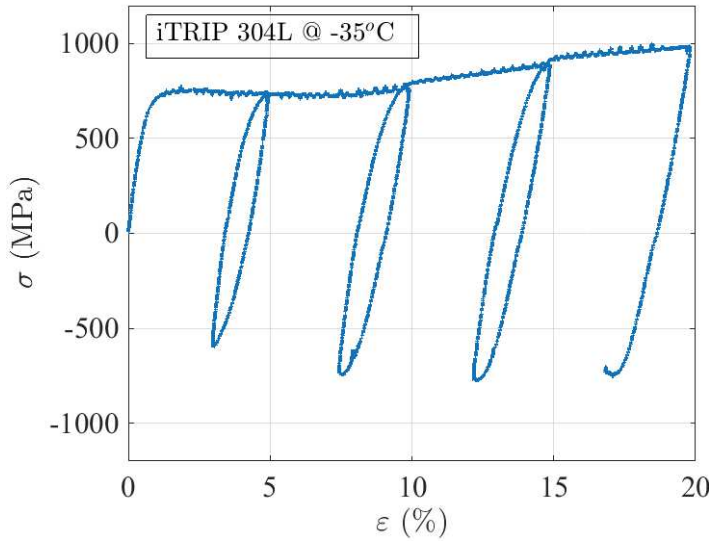
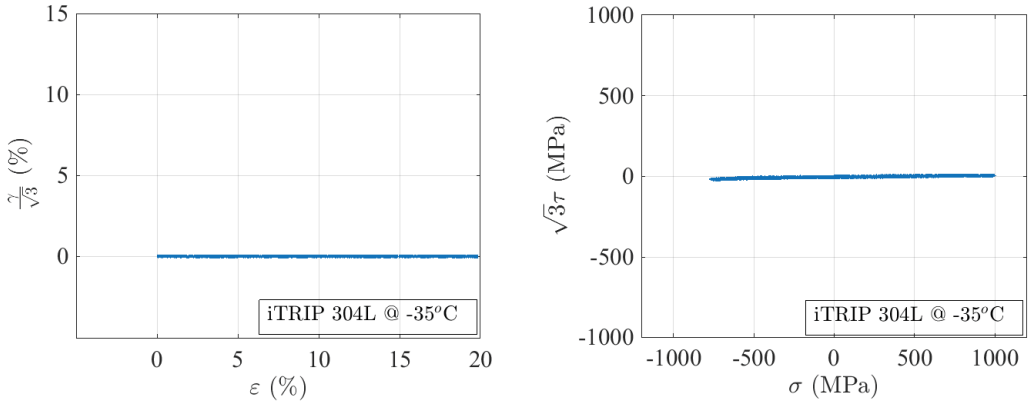


FIGURE 2.35 – Essai d'écrouissage dans le plan (ε, σ).

(Figures 2.36(a) et 2.36(b)). Cela confirme que c'est un chargement purement en traction compression.

Nous obtenons la courbe de dosage de phase 2.37. Nous observons aussi dans cet essai, lors des charges et décharges élastiques, que le taux de martensite produit n'évolue pas ; le matériau ne se transforme pas durant ces étapes (Figure 2.37). Nous confirmons, ainsi, le résultat présenté dans l'essai de traction.



(a) Évolution des déformations. (b) Réponse en contrainte.

FIGURE 2.36 – Évolution des déformations et des contraintes pour un essai d'écrouissage.

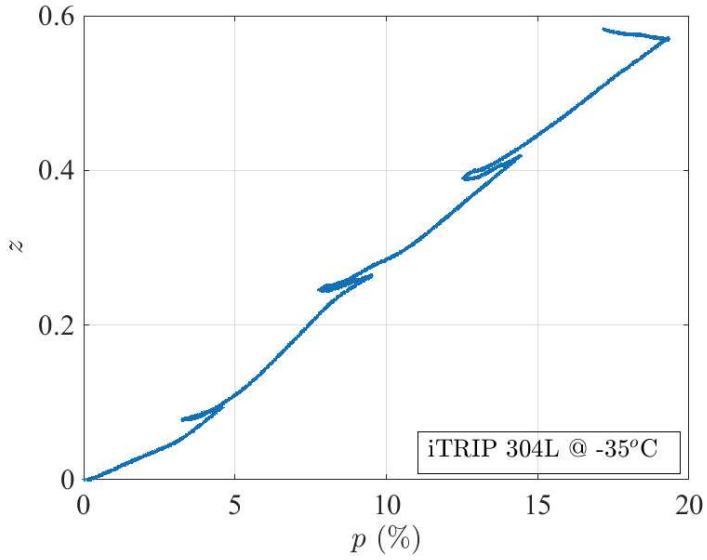


FIGURE 2.37 – Évolution de la fraction volumique de martensite lors d'un essai d'écrouissage.

2.3.3.5 Essai de torsion

Nous avons réalisé un essai de torsion à -35 °C avec des charges et des décharges élastiques pour déterminer l'influence de la torsion sur la transformation de phase.

Lors de cet essai, nous avons réalisé sur cette éprouvette des charges et des décharges en torsion du vérin rotatif. L'asservissement du vérin axial a été fait en effort nul afin d'avoir un essai purement en torsion. La figure 2.38 montre le trajet de chargement réalisé lors de cet essai. Les décharges ont été faites en imposant au vérin rotatif d'atteindre un couple nul.

C'est un essai purement en torsion. En effet, la figure 2.39(b) montre que l'effort

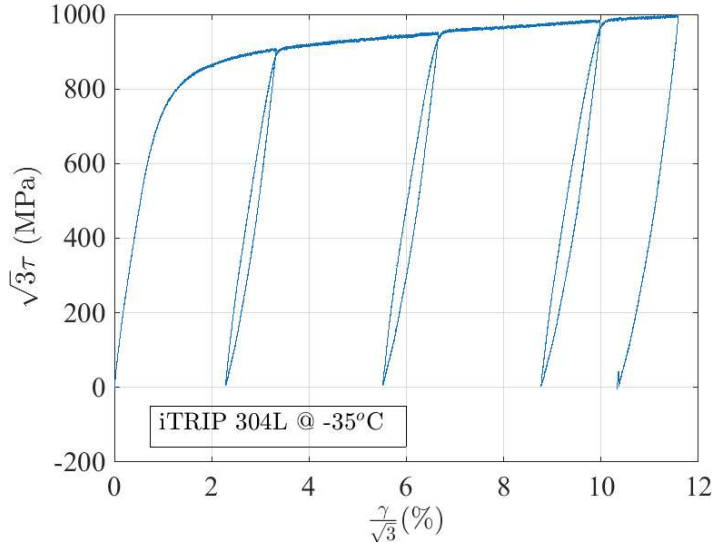
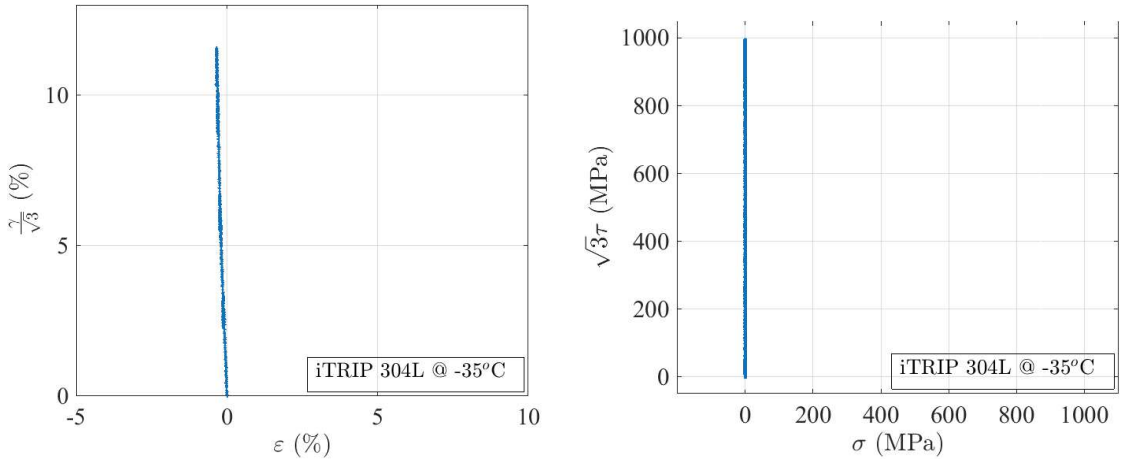


FIGURE 2.38 – Évolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation de cisaillement.

de traction reste nul au cours de l'évolution du couple. Aussi, la même remarque est relevée concernant la déformation axiale qui reste presque nulle (Figure 2.39(a)).



(a) Essai de torsion en déformation.

(b) Essai de torsion en contrainte.

FIGURE 2.39 – Évolution de la contrainte et de la déformation dans un essai de torsion.

La variation de la tension corrigée au cours de cet essai reste très faible (Figure 2.40) par rapport à la tension mesurée lors de l'essai de traction.

Nous observons dans cet essai de torsion que le taux de martensite formé est presque nul (Figure 2.41). Cela est à cause du taux faible de déformation plastique engendrée en torsion.

Étant arrivé aux limites de déformation en torsion que pouvait fournir la machine (120 °), nous nous sommes posés la question suivante :

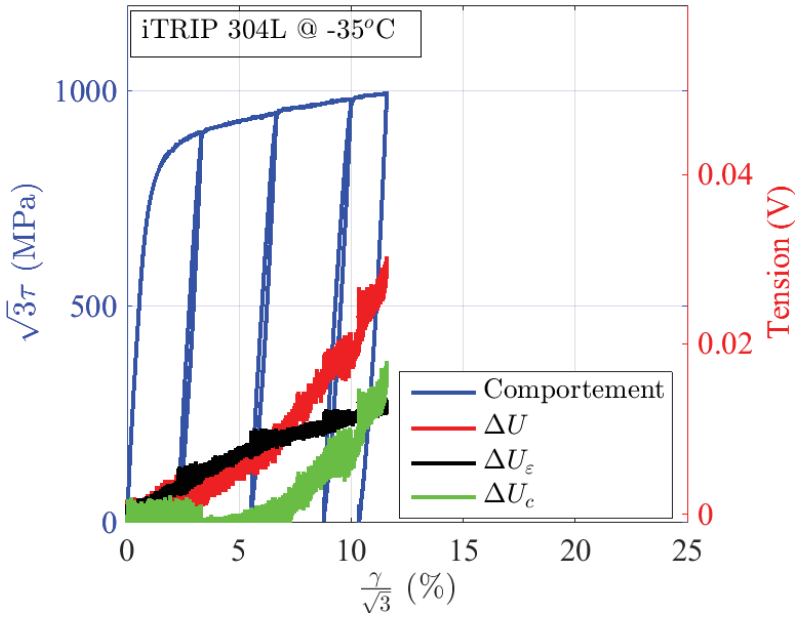


FIGURE 2.40 – Évolution de la tension en fonction de la déformation de cisaillement.

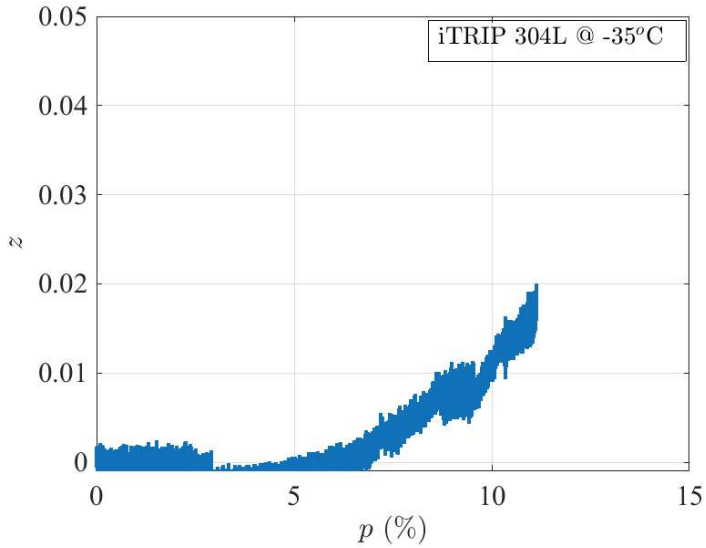


FIGURE 2.41 – Évolution du taux de martensite.

Est-ce qu'une initiation de la transformation de phase par le biais d'un essai de traction ne la rendra pas plus importante en torsion ?

Pour répondre à cette question, nous avons fait un essai de traction pour démarrer la transformation de phase pour enchainer par la suite avec de la torsion.

2.3.3.6 Essais non proportionnels

L'étude de l'influence de la combinaison des chargements de traction et de torsion sur la transformation de phase est réalisée dans cette partie. Pour ce faire, des essais

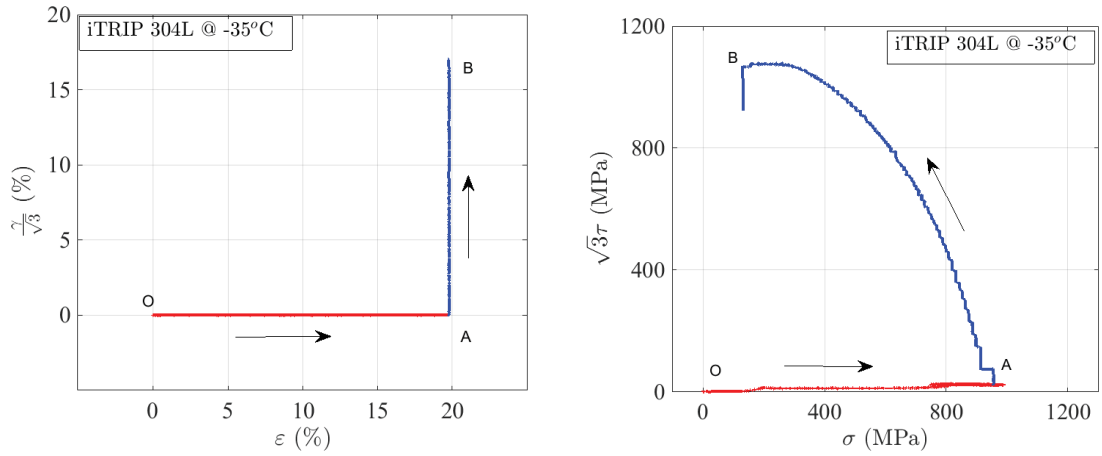
multiaxiaux de traction-torsion en suivant différentes configurations de chargement sont réalisés.

2.3.3.6.1 Essai de traction-torsion

Au cours de ce troisième essai, nous voulons mettre en évidence le taux de la transformation de phase résultant d'un chargement non proportionnel de traction-torsion.

Nous déformons l'éprouvette en traction à un taux suffisant pour démarrer la transformation de phase martensitique, puis nous enchainons avec de la torsion. Nous avons choisi une déformation axiale de 20 %, vu que la transformation de phase est très remarquable à ce niveau de déformation comme nous l'avons montré dans le premier essai de traction de cette section.

Ainsi, nous avons appliqué une déformation axiale de 20 % sur une de nos éprouvettes à une température de -35 °C tout en gardant une déformation de cisaillement nulle (Figure 2.42(a)). Puis, nous avons maintenu ce même niveau de déformation axiale, tout en augmentant la déformation de cisaillement jusqu'à rupture de l'éprouvette.



(a) Trajet de chargement en déformation.

(b) Réponse en contrainte.

FIGURE 2.42 – Trajet de chargement et réponse en contrainte d'un essai de traction-torsion non proportionnel.

La figure 2.42(b) illustre l'évolution de la contrainte de traction et de cisaillement dans cet essai. Durant, la phase de traction, la contrainte de traction maximale atteinte est de 1000 MPa. En torsion, on obtient, à peu près la même contrainte équivalente de 1000 MPa. Ainsi, nous caractérisons, le comportement de notre matériau dans le plan de contraintes.

Nous présentons les courbes de contraintes en fonction des déformations dans les figures 2.43 et 2.44.

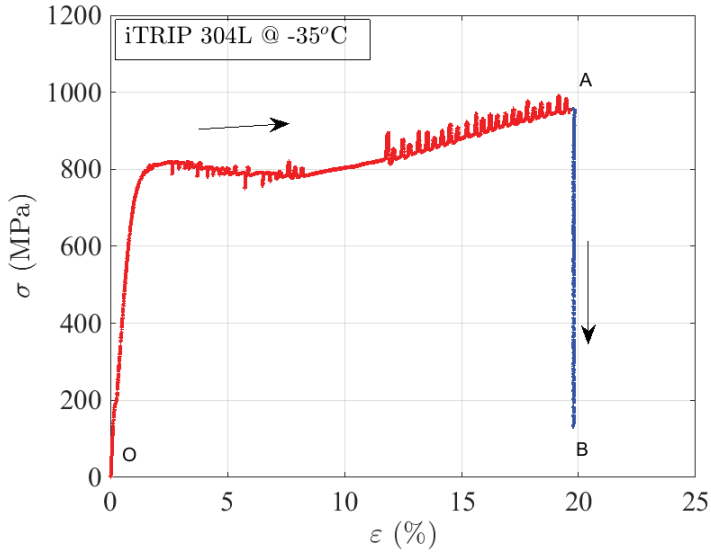


FIGURE 2.43 – Réponse en déformation d'un essai de traction-torsion

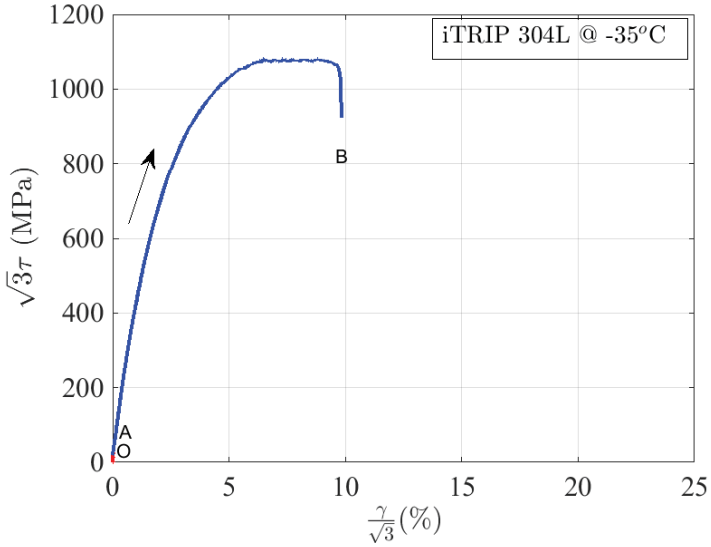
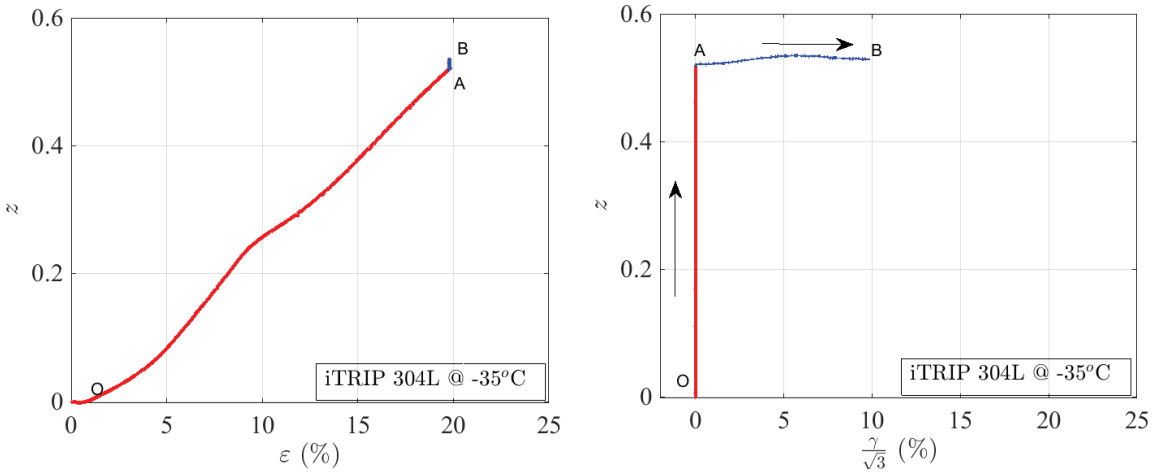


FIGURE 2.44 – Essai de traction-torsion dans le plan de cisaillement.

L'évolution de la fraction volumique de martensite est tracée en fonction de la déformation axiale et la déformation de cisaillement sur la figure 2.45. Nous constatons que la transformation de phase démarre avec la déformation plastique axiale. Cette même valeur finale reste constante lors de la phase de torsion. Cela est dû au faible niveau de déformation engendré par les limites en torsion de la machine d'essai.

Nous comparons notre résultat de suivi de la cinétique de transformation de phase avec les résultats d'Angel [3] sur la figure 2.46. Ainsi, nous remarquons que la cinétique



(a) z en fonction de la déformation axiale. (b) z en fonction de la déformation axiale.

FIGURE 2.45 – Évolution de la transformation de phase en fonction des déformations.

de transformation de phase de notre matériau a la même tendance que celle du matériau testé par Angel.

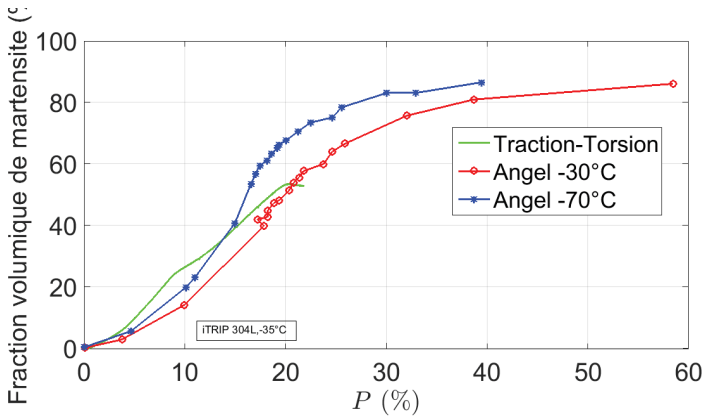


FIGURE 2.46 – Comparaison de la cinétique de transformation de phase avec les résultat de Angel [3].

Nous avons noté, dans cet essai, que malgré l'initiation de la transformation de phase par la traction, le taux de cette transformation engendré par la torsion reste très faible, voire même négligeable. Ainsi, nous avons essayé de caractériser l'influence de la combinaison proportionnelle de la traction et de la torsion. Nous avons, aussi, fait un essai de torsion dans les deux sens pour balayer un maximum de déformation plastique en torsion.

2.3.3.6.2 Essai de traction-torsion

Nous présentons le trajet de chargement de cet essai sur la figure 2.47.

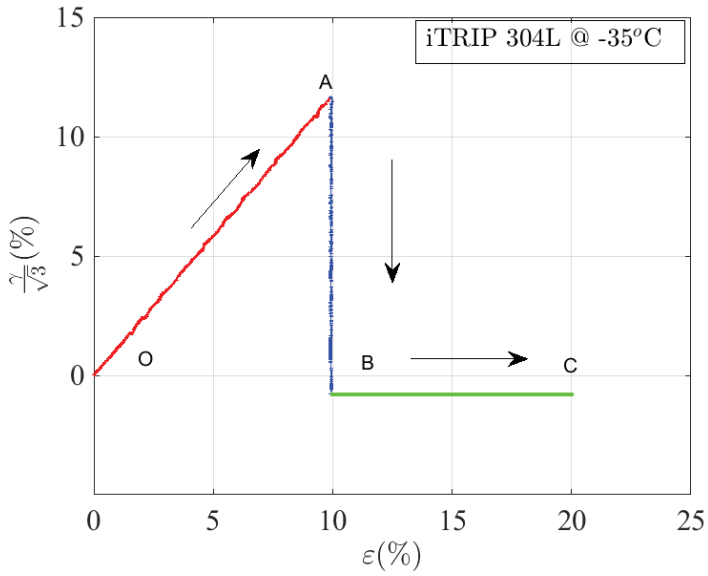


FIGURE 2.47 – Trajet de chargement en déformation.

La réponse en contrainte de cet essai et présentée sur la figure 2.48.

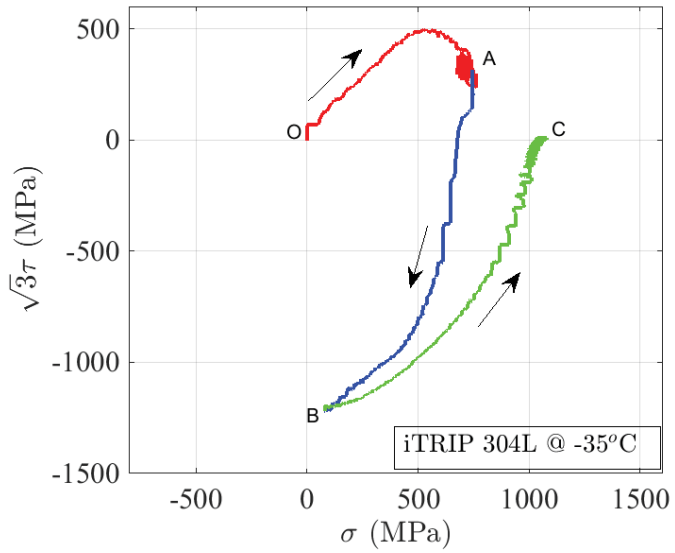
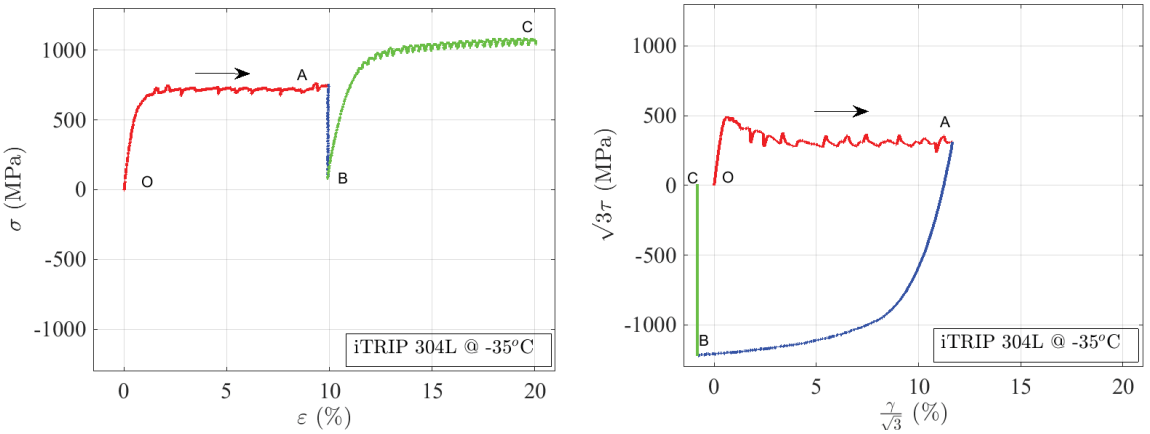


FIGURE 2.48 – Réponse en contrainte dans le plan (σ, $\sqrt{3}\tau$).

Nous présentons les courbes de contraintes en fonction des déformations dans la figure 2.49.

Nous présentons l'évolution de la fraction volumique de martensite en fonction de la déformation axiale et de la déformation de cisaillement sur la figure 2.50.

Sur la courbe de dosage de phase, nous notons que durant la phase de traction-torsion, nous obtenons la même courbe obtenue lors de l'essai de traction simple avec un léger

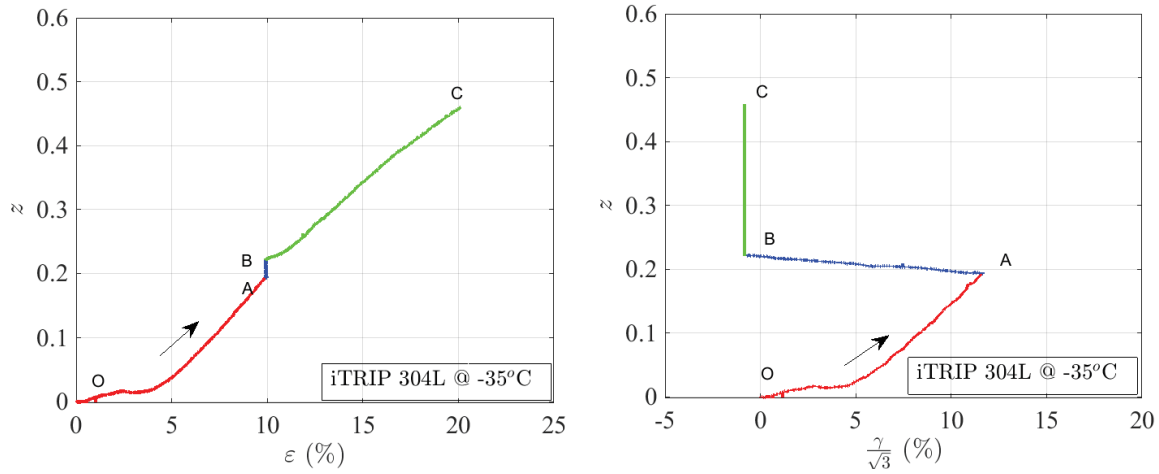


(a) Réponse en traction (b) Réponse en cisaillement

FIGURE 2.49 – Réponse de l'essai de traction-torsion dans les plan (ε,σ) et dans le plan ($\frac{\gamma}{\sqrt{3}}$,$\sqrt{3}\tau$)

décalage dû à la faible transformation de phase causée par la torsion.

Malgré le taux de déformation de la plasticité cumulée en torsion, on obtient toujours, de très faibles niveaux de transformation de phase en torsion.



(a) z en fonction de la déformation axiale. (b) z en fonction de la déformation axiale.

FIGURE 2.50 – Évolution de la transformation de phase en fonction des déformations.

Nous présentons sur la figure 2.51 l'évolution de la fraction volumique de martensite dans le matériau en fonction de la plasticité cumulée.

Nous notons que malgré l'augmentation de la déformation équivalente de cisaillement, le taux de la transformation de phase est faible. Cela confirme, également, que l'effet de la torsion sur la transformation de phase reste faible.

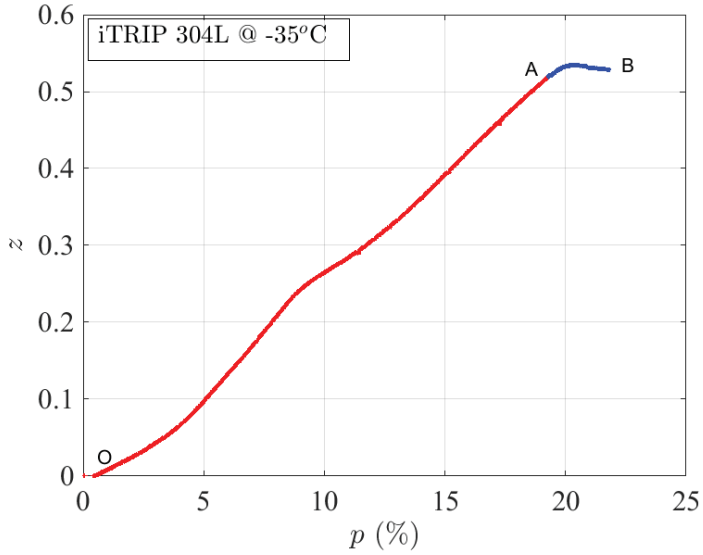


FIGURE 2.51 – Cinétique de transformation de phase en fonction de la plasticité cumulée.

2.3.3.6.3 Essai de torsion, traction

Au début de l'essai, nous appliquons sur l'éprouvette une déformation de cisaillement équivalente de 6% suivie d'une déformation axiale tout en maintenant le niveau de déformation en torsion constant jusqu'à sa rupture (Figure 2.52).

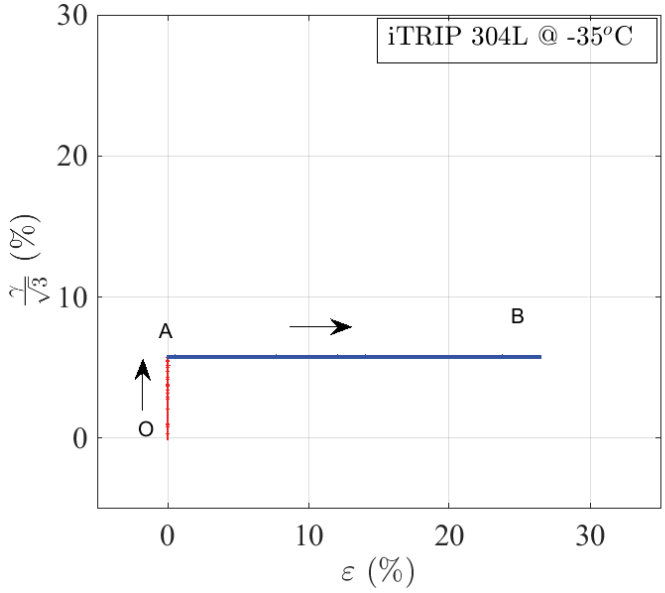


FIGURE 2.52 – Trajet de chargement en déformation.

Nous observons à la fin de chargement (Figure 2.53), juste avant le point B, une baisse de la contrainte de traction qui est due au début du palier de la plasticité en

traction (Figure 2.54). En dépassant ce dernier, la contrainte axiale augmente à nouveau jusqu'à rupture de l'éprouvette.

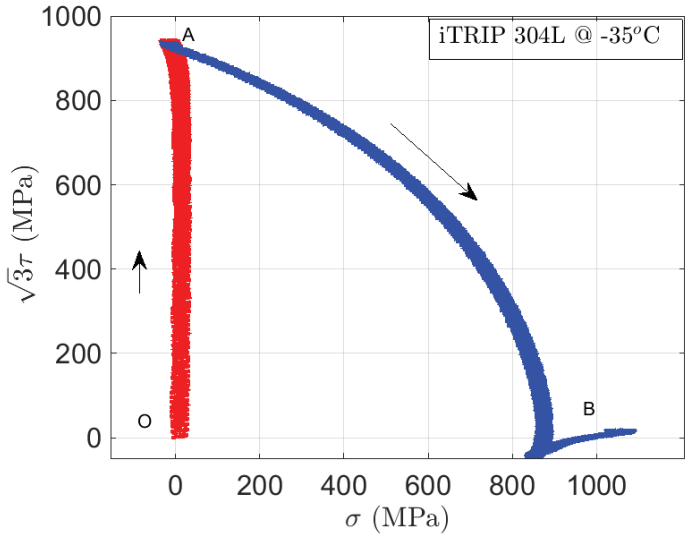


FIGURE 2.53 – Réponse en contrainte.

Nous présentons aussi l'évolution des contraintes en fonction des déformations dans les figures 2.54 et 2.55.

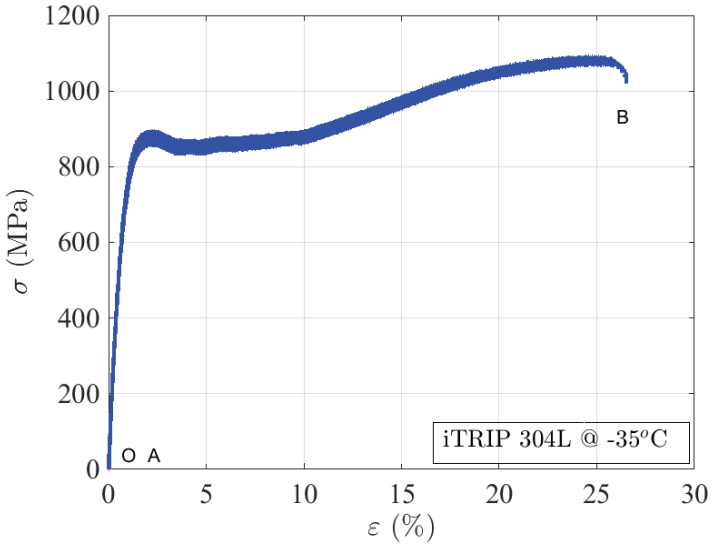


FIGURE 2.54 – Réponse en contrainte déformation axiales.

Pendant la phase de torsion, le matériau ne se transforme pas, la transformation de phase commence au début de la déformation plastique en traction. Un changement léger de la pente de la courbe de dosage de phase est dû au surécrouissage observé sur la courbe de la figure 2.54.

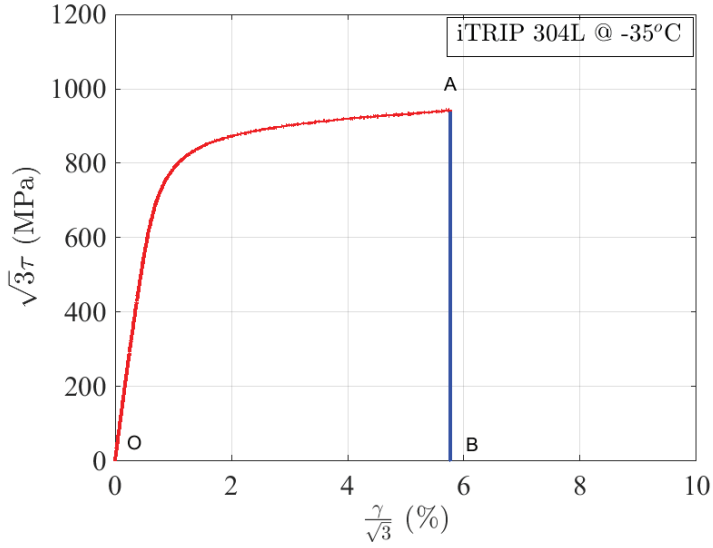
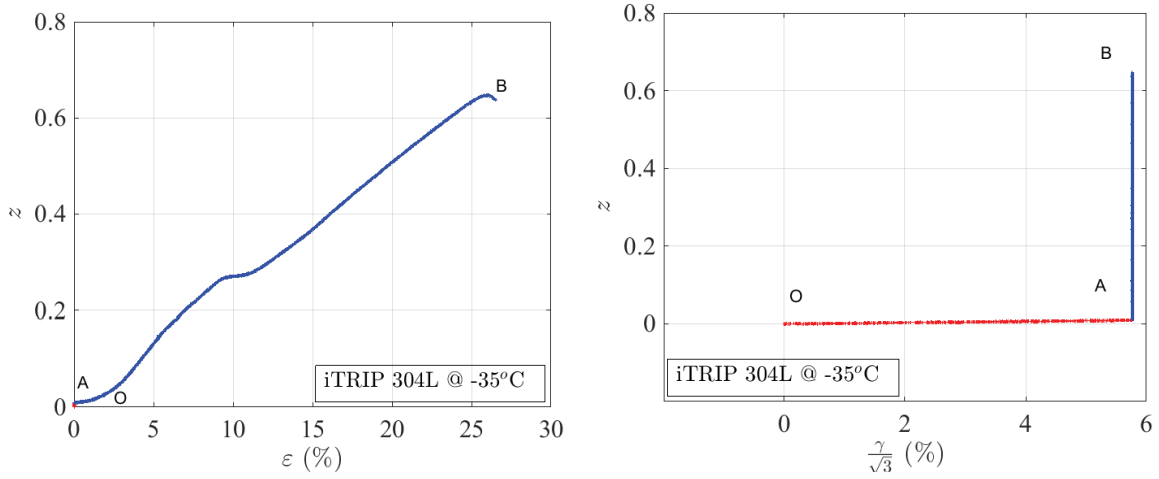


FIGURE 2.55 – Réponse en contrainte déformation de cisaillement.

Dans cet essai, nous avons montré aussi que le taux de transformation de phase en torsion reste négligeable comparé à celui en traction (Figure 2.56).



(a) z en fonction de la déformation axiale.

(b) z en fonction de la déformation axiale.

FIGURE 2.56 – Évolution de la transformation de phase en fonction des déformations.

Nous présentons sur la figure 2.57 l'évolution de la transformation de phase en fonction de la plasticité cumulée. Nous observons que malgré la présence d'un taux de 10% de plasticité cumulée au départ dû à la torsion, la transformation de phase reste presque nulle. À l'application de la traction, la transformation de phase devient de plus en plus importante.

En guise de conclusion, nous n'avons pas pu mettre en évidence l'influence du chargement en torsion dans les essais multiaxiaux sur la transformation de phase. Quel

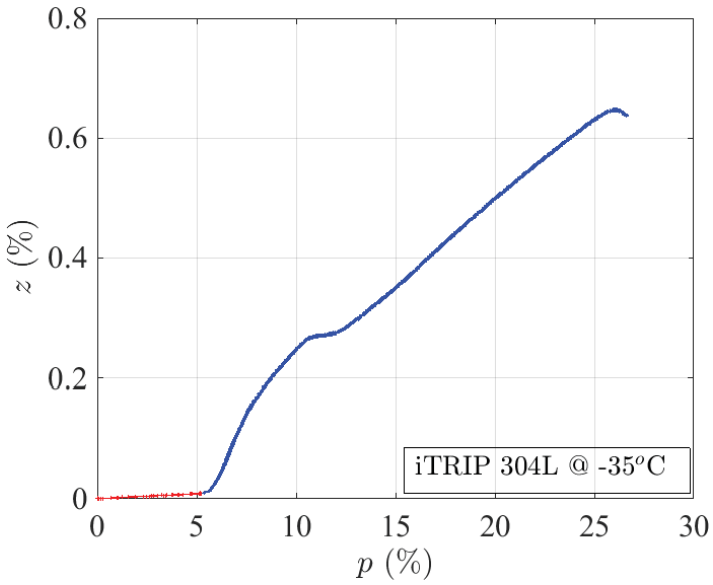


FIGURE 2.57 – Dosage de phase en fonction de la déformation plastique cumulée.

que soit l'ordre de la torsion dans le trajet de chargement, nous nous sommes trouvés bloqués par la limite en torsion du vérin rotatif. Toutefois, nous avons remarqué que, comparé à la traction, le taux de transformation de phase en torsion est plus faible. Ce résultat va de même que les résultats montrés dans les travaux de Lebedev et al [60].

2.4 Conclusion

La transformation de phase induite par la déformation plastique influence considérablement le comportement des aciers austénitiques métastables.

Dans la première section, nous avons réalisé des chargements thermomécaniques sur des éprouvettes plates à base d'acier iTRIP 301L afin d'étudier l'interaction entre la nature du chargement thermomécanique et la transformation de phase. Pour ce faire, nous avons réalisé des essais de traction jusqu'à rupture sur des éprouvettes en acier iTRIP 301L à des températures variables.

Ces essais thermomécaniques ont été couplés avec une mesure de la tension électrique (la résistance électrique). Ainsi, une technique originale de suivi de la transformation de phase basée sur la mesure de la résistance électrique a été présentée. Les paramètres indispensables à cette opération de dosage ont été extraits des essais thermomécaniques réalisés.

Grâce à ces essais, il a été possible de déterminer l'effet de la température, de l'élasticité, de la plasticité et de la transformation de phase sur la résistivité électrique du matériau étudié. Après identification de l'effet de chaque mécanisme de déformation,

cette méthode de dosage de phase a été exploitée pour déterminer la cinétique de transformation de phase de notre matériau. Nous avons comparé nos résultats avec ceux obtenus par deux autres méthodes que sont la diffraction de neutrons et la méthode magnétique. Ainsi, la validité de notre démarche a été illustrée.

Dans la deuxième section, nous avons conçu et réalisé un système permettant d'effectuer des essais thermomécaniques multiaxiaux. Ainsi, nous avons équipé la machine d'essai par des rallonges et des têtes d'amarrage spécifiques pour des essais multiaxiaux thermomécaniques. Nous avons aussi choisi la géométrie des éprouvettes à étudier.

Pour la mesure de la résistivité, nous avons adapté la technique de mesure de résistivité développée pour des éprouvettes plates au cas des éprouvettes tubulaires en réalisant un système de mesure adapté à cette nouvelle géométrie. Ainsi, nous avons établi une méthode de mesure et de post-traitement pour réaliser le dosage de phase dans des éprouvettes en acier austénitique métastable.

Le trajet réalisé en traction permet l'identification de la transformation de phase dans notre matériau. Nous avons voulu avoir le même résultat pour des essais en torsion et en couplant ces deux types de chargements. Toutefois, nous avons fait face durant nos essais à un obstacle relatif au niveau d'angle maximum du vérin. Cela nous a empêchés d'atteindre des déformations en torsion plus importantes permettant de comprendre davantage les variations de la transformation de phase en torsion. Le taux de transformation de phase reste très faible et presque nul pour le taux maximal de torsion obtenu par les moyens d'essais dont on dispose ce qui ne nous permet pas de conclure sur l'effet de la torsion sur la transformation de phase dans l'acier iTRIP 304L.

Dans le chapitre suivant, nous étudions un alliage à mémoire de forme ayant une basse ductilité comparée à celle de l'acier iTRIP 304L. Cela nous permettra de cerner davantage la transformation de phase en torsion et de montrer l'influence de la torsion sur ce phénomène. Dans, ce même chapitre, nous appliquons à un autre matériau, une méthode de dosage de phase appropriée ayant le même principe que la méthode présentée dans ce chapitre. Ainsi, un dosage de phase sera réalisé dans l'étude d'un AMF à base de CuAlBe.

Chapitre 3

Cinétique de transformation de phase dans un alliage à mémoire de forme

Sommaire

3.1 Introduction 109

3.2 Sollicitations uniaxiales et suivi de transformation de phase 109

3.2.1 Matériau 110

3.2.2 Moyens d'essai 110

3.2.3 Exploitation des mesures de résistance électrique 110

3.2.4 Résultats expérimentaux 113

3.2.4.1 Essai de dilatométrie 113

3.2.4.2 Essai de superélasticité 116

3.2.4.3 Essai de pseudoplasticité 119

3.2.4.4 Essais d'effet mémoire assisté 122

3.3 Sollicitations complexes et suivi de transformation de phase 130

3.3.1 Matériau et éprouvette 130

3.3.2 Dispositif expérimental 131

3.3.3 Exploitation des mesures de résistance électrique 132

3.3.4 Notations 133

3.3.4.1 Calcul de la contrainte équivalente σ_{eq} pour un AMF [21] 133

3.3.4.2 Calcul de la déformation équivalente de transformation 136

3.3.5 Résultats expérimentaux 138

3.3.5.1 Identification des températures de transformation de phase par DSC 139

3.3.5.2 Essai de traction-compression 140

3.3.5.3 Essai de traction cyclique 143

3.3.5.4 Essai de torsion 146
3.3.5.5 Essais proportionnels 150
3.3.5.6 Essais non proportionnels 152
3.4 Conclusion. 176

3.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de constituer une base expérimentale sur le comportement axial et multiaxial des AMF couplé avec un suivi de la cinétique de transformation de phase. Ceci est dans l'intention de comprendre le comportement et la cinétique de transformation de phase dans ce type d'alliages. Cette base servira à alimenter et valider des modèles numériques relatifs à ce type de matériaux.

Dans la première section, une étude expérimentale du comportement thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme à base de fils de CuAlBe est exposée. Nous présentons cet AMF ainsi que le matériel d'essai. Par ailleurs, nous développons notre technique de dosage de phase qui nous permet d'atteindre un dosage de phase dans des états biphasés (austénite, martensite orientée/ martensite thermique, martensite orientée) et triphasés (austénite, martensite thermique et martensite orientée) dans nos essais. Nous présentons des résultats originaux, plus particulièrement, dans l'état triphasé qui a été peu abordé dans la littérature.

Dans la seconde section, nous présentons le matériel et la technique expérimentale utilisée aussi que la méthode de dosage de phase relative aux éprouvettes tubulaires. Encore, nous montrons des résultats originaux de trajets de chargements proportionnels et non proportionnels isothermes réalisés sur des éprouvettes tubulaires de CuAlBe. En conséquence, une validation de la relation linéaire entre la déformation de transformation équivalente et le taux de la martensite formée, dans des chargements proportionnels et non proportionnels, sera réalisée.

3.2 Sollicitations uniaxiales et suivi de transformation de phase

Les AMF peuvent contenir une phase, deux phases et, dans certains cas de chargements thermomécaniques, trois phases. Ce dernier cas peut avoir lieu dans le chargement d'effet mémoire assisté par exemple.

Dans cette section, nous avons caractérisé le comportement uniaxial d'un alliage à mémoire de forme de CuAlBe avec un suivi de la transformation de phase. Ainsi, nous réalisons un dosage de phase de ce matériau dans un état biphasé où deux phases parmi l'austénite, la martensite thermique et la martensite orientée peuvent être présentes. Aussi, nous réalisons le dosage de phase dans un état triphasé où les trois phases déjà citées peuvent constituer le matériau. Ce dernier cas de dosage triphasé a été rarement abordé dans la littérature [46].

3.2.1 Matériau

Dans les essais de cette section, nous avons utilisé des éprouvettes filaires d'un diamètre de 1 mm à base d'AMF de CuAlBe martensitique à température ambiante. Les températures de transformation de phase de ce matériau sont présentées dans le tableau 3.1 de la page 113.

3.2.2 Moyens d'essai

Les essais thermomécaniques ont été réalisés en exploitant la même machine électromécanique universelle Zwick ainsi que l'enceinte thermique utilisée dans la section 2.2. Cette machine est dotée d'une cellule d'effort d'une gamme de 500 N. Le même extensomètre epsilon 3550 est utilisé, mais, cette fois-ci avec des lames adaptées aux éprouvettes filaires afin de mesurer la déformation axiale ε. Le matériau est déformé avec une faible vitesse qui est de 10^{-3} $\%s^{-1}$ pour éviter l'auto-échauffement des éprouvettes [84]. Une vitesse de déformation élevée cause une augmentation de la température de l'éprouvette influençant la transformation de phase. La température de l'éprouvette est mesurée sur le corps de celle-ci avec deux thermocouples de type K.

Une vitesse de refroidissement de 2 °C.min^{-1} a été choisie dans les essais non isothermes.

Concernant la résistance électrique de l'éprouvette, elle est mesurée avec la technique de quatre points. Pour ce faire, l'éprouvette doit être isolée électriquement des mors de la machine et de son extensomètre. Par conséquent, un carton isolant est placé entre les mors et des cales intermédiaires qui serrent l'éprouvette. De même, du téflon a été mis entre les lames de l'extensomètre et l'éprouvette.

Avant de présenter les essais réalisés ainsi que leurs résultats, une présentation de la méthode de dépouillement de la tension est présentée.

3.2.3 Exploitation des mesures de résistance électrique

Plusieurs études se sont focalisées sur la réalisation du dosage de phase dans un état biphasé où aucune distinction n'est faite entre la martensite orientée et la martensite autoaccommodée. Pour aboutir à ce dosage, nous utilisons les résultats de plusieurs essais thermomécaniques. Aussi, nous présentons ci-dessous les calculs qui sont indispensables à cette opération :

L'évolution du taux des phases présentes dans le matériau est basée, dans cette étude, sur le suivi de la variation de la résistivité moyenne de l'éprouvette étudiée. Nous déduisons cette valeur en mesurant la tension de l'éprouvette par la méthode des quatre

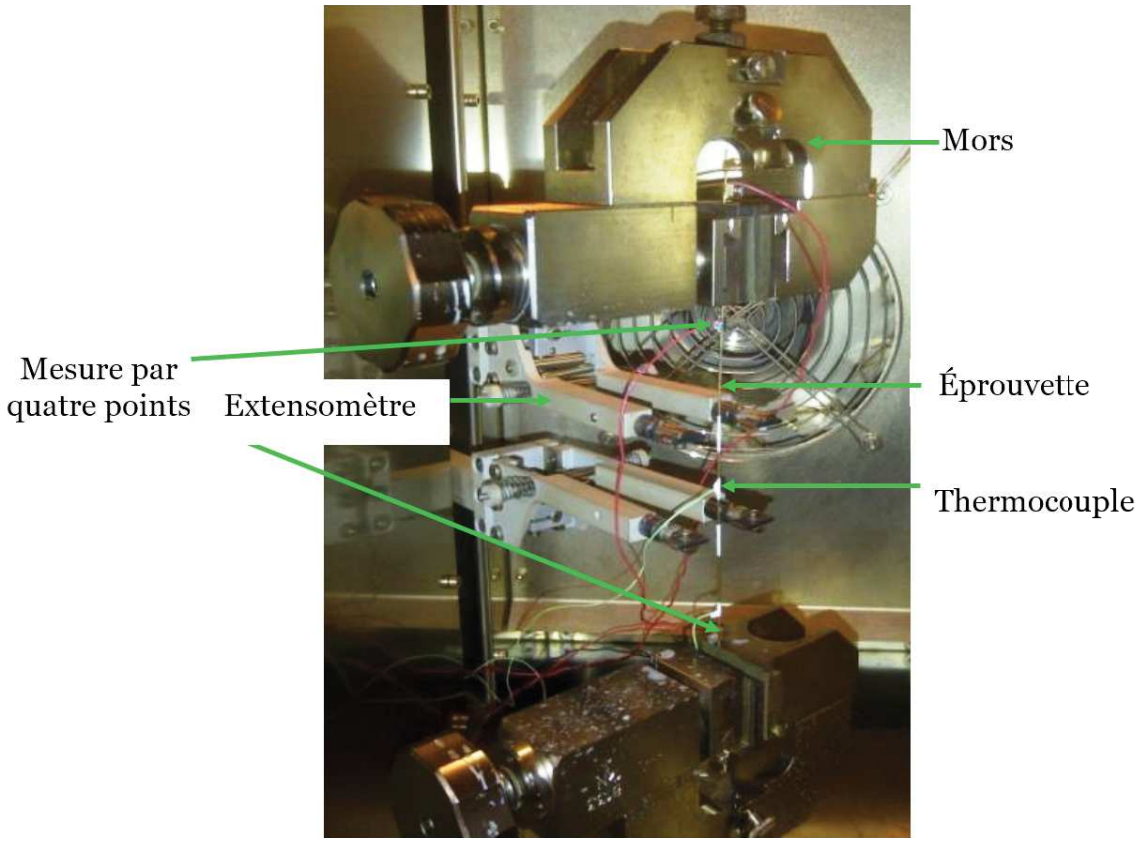


FIGURE 3.1 – Instrumentation d'un fil en CuAlBe.

points. En effet, la résistance électrique de l'échantillon, R est une fonction de la tension mesurée, U et du courant imposé, i :

$$R = \frac{U}{i} \tag{3.1}$$

La résistivité moyenne, ρ, de la zone de mesure de l'éprouvette située entre les deux fils de mesure de tension est donnée par la relation suivante :

$$\rho = R\frac{S}{L} \tag{3.2}$$

En supposant que le volume de la zone étudiée est constant au cours de l'essai, nous écrivons :

$$V = V_0 = SL = S_0L_0 \tag{3.3}$$

En remplaçant S par sa valeur à partir de l'équation (3.3) en fonction de S_0, L_0 et L,

nous obtenons,

$$\rho = \frac{US_0L_0}{iL^2} = \frac{US_0L_0}{i(L_0+\Delta L)^2} \tag{3.4}$$

Ainsi, nous obtenons, la variation de la résistivité :

$$\rho = \frac{US_0}{iL_0(1+\varepsilon)^2} \tag{3.5}$$

Par ailleurs, on observe expérimentalement que la résistivité d'une phase pure varie linéairement en fonction de la température (Figure 3.3, page 114). Cela nous amène à noter :

$$\begin{cases} \rho^A(T) = \rho_0^A + (T-T_0)\mu^A & (3.6) \\ \rho^{M_s}(T) = \rho_0^{M_s} + (T-T_0)\mu^{M_s} & (3.7) \\ \rho^{M_t}(T) = \rho_0^{M_t} + (T-T_0)\mu^{M_t} & (3.8) \end{cases}$$

Avec, d'une part M_t est la martensite thermique et M_s est la martensite orientée et d'une autre par μ^A, μ^{M_t} et μ^{M_s} sont respectivement les pentes de variation de la résistivité de l'austénite, de la martensite thermique et de la martensite orientée en fonction de la température.

Aussi, la résistivité globale est supposée suivre la loi de mélange :

$$\rho = (1-z_s-z_t)\rho^A(T) + z_s\rho^{M_s}(T) + z_t\rho^{M_t}(T) \tag{3.9}$$

Avec z_s et z_t sont, respectivement, les fractions volumiques de martensite orientée et thermique. Dans l'opération de dosage de phase que nous réalisons, nous distinguons deux cas :

— Un état dit biphasé : dans cet état, seules deux phases parmi l'austénite, la martensite autoaccommodée et la martensite orientée peuvent être présentes dans le matériau ;
— Un état triphasé : dans ce deuxième cas, les trois phases, à savoir la phase austénitique, la phase martensitique autoaccommodée et la phase martensitique orientée, peuvent être présentes.

Après présentation des calculs indispensables à la caractérisation de la résistivité du matériau, nous présentons les résultats des essais réalisés.

3.2.4 Résultats expérimentaux

Des essais uniaxiaux ont été effectués pour réaliser le dosage de phase des éprouvettes dans un état biphasé et triphasé. Dans un premier temps, nous déterminons l'évolution de la résistivité de chaque phase en fonction de la température. Dans un deuxième temps, nous réalisons des essais de superélasticité pour illustrer le comportement superélastique des AMF et pour réaliser un dosage de phase dans un état biphasé. Dans un troisième temps, nous réalisons un essai de pseudoplasticité pour illustrer le comportement pseudoplastique de notre matériau et effectuer le dosage de phase où la martensite thermique et la martensite orientée existent. Nous finissons par la présentation du dosage de phase dans un cas triphasé dans des essais montrant la propriété d'effet mémoire assisté des AMF.

3.2.4.1 Essai de dilatométrie

Les résistivités de la phase martensitique et de la phase austénitique aussi que les températures de début et de fin de transformation de ces deux phases sont parmi les propriétés des AMF. Ces températures peuvent être déterminées par la technique de mesure de résistivité électrique dans un essai de dilatométrie [32, 45, 62] ou par la DSC (Differential Scanning Calorimetry) [27, 32].

Ainsi, nous réalisons un essai de dilatométrie sur une éprouvette filaire en CuAlBe. Cet essai sert à déterminer l'évolution des résistivités de l'austénite ρ_A et de la martensite thermique notée ρ_{M_t} en fonction de la température. Les températures de transformation de l'austénite (A_s, A_f) et de la martensite (M_s, M_f) sont aussi déterminées à partir de cet essai.

Pour ce faire, nous refroidissons l'éprouvette sous contrainte nulle d'une température de 125 °C à une température de 22 °C. Puis nous la réchauffons pour atteindre une température de 125 °C. En parallèle de ce chargement thermique, la variation de la tension de l'éprouvette est mesurée (Figure 3.2) . Nous déduisons de cette dernière la variation de la résistivité de l'échantillon en fonction de la température en la calculant avec l'équation (3.5). Cette dernière variation est illustrée sur la figure 3.3.

Par ailleurs, nous déduisons les températures de transformation résumées dans le tableau 3.1. Ce sont des températures auxquelles, la pente de la variation linéaire de la résistivité du matériau change.

Table 3.1 – Températures de transformation des éprouvettes filaires en CuAlBe.

Température de transformation	M_s	M_f	A_s	A_f
Valeur (°C)	75	49	80	98

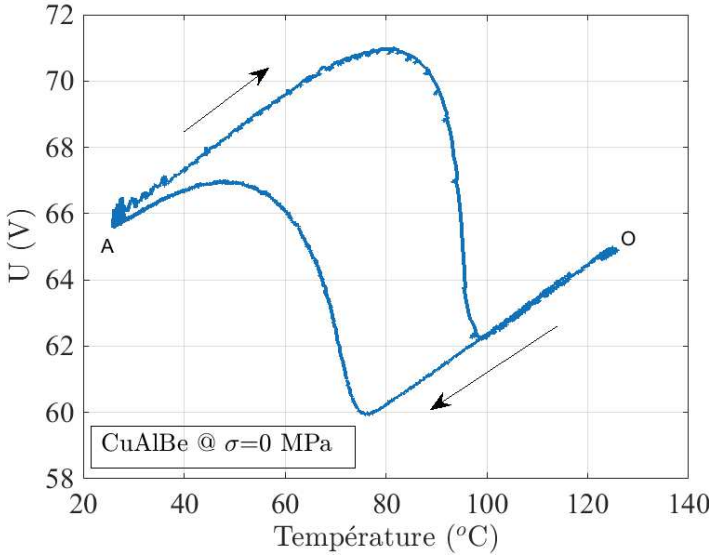


FIGURE 3.2 – Variation de la tension au cours d'un cycle thermique réalisé sur un fil en CuAlBe.

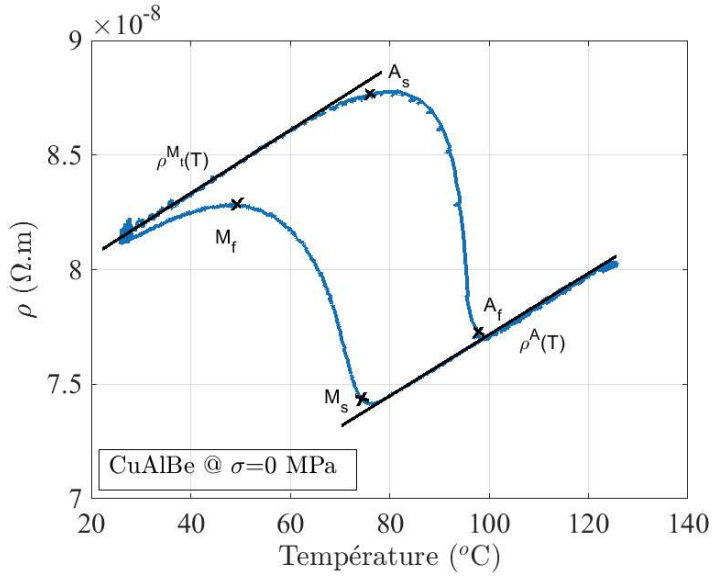


FIGURE 3.3 – Variation de la résistivité au cours d'un cycle thermique réalisé sur un fil en CuAlBe.

Nous déduisons les résistivités des phases austénitique et martensitique thermique à partir des pentes de la courbe. Lorsque l'éprouvette est refroidie à une température de début de transformation martensitique M_s, le matériau commence à se transformer en martensite. Il devient dans un état biphasé où l'austénite et la martensite thermique existent. En continuant le refroidissement, le matériau continue à se transformer, jusqu' à atteindre un état martensitique pur à M_f. Inversement, la résistivité du matériau évolue linéairement en fonction de la température au cours du chauffage tant que la

température est inférieure à celle de début de transformation austénitique A_s, puisqu'il reste dans un état complètement martensitique. Cette évolution caractérise la résistivité de la martensite thermique (M_t). Lorsque la température atteint A_s, le début d'une transformation de phase caractérisée par une diminution de la résistivité commence. Le matériau se transforme d'un état à base de martensite induite thermiquement à un état biphasé à base d'austénite et de M_t et atteint à la température de fin de transformation austénitique A_f un état austénitique pur. Par conséquent, la pente de résistivité redevient linéaire caractérisant de cette façon la variation de la résistivité de l'austénite en fonction de la température.

Ainsi, ce premier essai nous permet de déterminer l'évolution de la résistivité de l'austénite et de la martensite induite thermiquement en fonction de la température.

Nous rappelons la loi de mélange utilisée.

$$\rho = (1 - z_s - z_t)\rho^A(T) + z_s\rho^{M_s}(T) + z_t\rho^{M_t}(T) \tag{3.10}$$

Dans ce cas et en l'absence de contrainte, la fraction volumique de martensite orientée est nulle. Alors, nous déduisons la valeur de z_t en remplaçant z_s par 0 dans l'équation 3.10.

Nous obtenons les valeurs de z_t et de z_s suivant les équations ci-dessous.

$$\begin{cases} z_t = \dfrac{\rho - \rho^A(T)}{\rho^{M_t}(T) - \rho^A(T)} & (3.11) \\ z_s = 0 & (3.12) \\ z_a = 1 - z_t & (3.13) \end{cases}$$

La détermination de la variation de résistivité de l'austénite et de la martensite thermique en fonction de la température permet, en exploitant les relations (3.11), (3.12) et (3.13) dans le cas du dosage de phase dans un état biphasé, d'obtenir les courbes de dosage de phase mentionnées sur la figure 3.4. Lorsqu'on refroidit l'éprouvette, la transformation de l'austénite en martensite commence à M_s et se termine à M_f où la microstructure du matériau redevient martensitique.

À une température inférieure à A_s le matériau est totalement martensitique ; le taux de la martensite est égal à 1. Au fur et à mesure que la température dépasse A_s, le matériau se transforme en un état mixte où la martensite autoaccommodée et l'austénite existent. Arrivant à une température supérieure à A_f le matériau devient totalement austénitique ; le taux de l'austénite est égal à 1 ($z_a = 1$). Tandis que le taux de la martensite autoaccommodée devient nul ($z_t = 0$).

Ainsi, la détermination de l'évolution de la résistivité de l'austénite et de la martensite

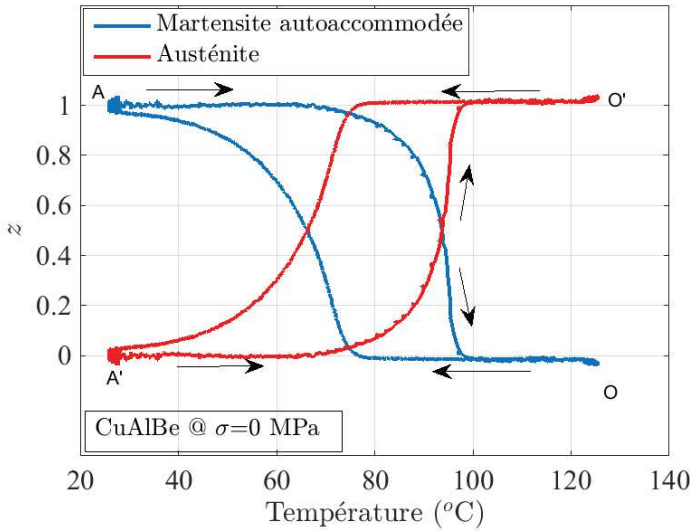


FIGURE 3.4 – Variation de la fraction volumique de l'austénite et de la martensite autoaccommodée durant un cycle thermique appliqué sur un fil en CuAlBe.

thermique, nous permet d'aboutir au dosage de phase dans les essais thermomécaniques que nous présenterons.

3.2.4.2 Essai de superélasticité

Nous avons réalisé un essai de traction à 120 °C sur une éprouvette filaire en CuAlBe. Nous commençons par le chauffage de l'éprouvette pour finir avec un chargement en traction puis un déchargement (Figure 3.5).

Nous présentons dans la figure 3.6 le comportement superélastique du matériau et l'évolution de la tension de l'éprouvette mesurée avec la méthode de mesure par quatre points.

Vu que la température de l'essai est supérieure à A_f, alors, l'éprouvette de cet essai, se trouve dans un état austénitique. Le comportement élastique, au départ de l'essai, est relatif à la déformation élastique de l'austénite. Le changement de la pente du comportement du matériau est le signe d'une transformation de phase. Pendant la décharge de la traction, une transformation inverse est produite dans le matériau. Le comportement du matériau redevient élastique sans aucune déformation résiduelle. Ainsi, nous mettons en évidence l'effet de superélasticité dans celui-ci.

Nous calculons à partir de la tension mesurée, l'évolution de la résistivité de notre éprouvette que nous présentons dans la figure 3.7. Nous exploitons ainsi, la loi des mélanges (Équation (3.9)) en considérant que seule la martensite orientée peut se former dans ses conditions d'essai. Chose que nous avons montrée ci-dessus. De ce fait, nous considérons que la fraction volumique de martensite z_t est nulle.

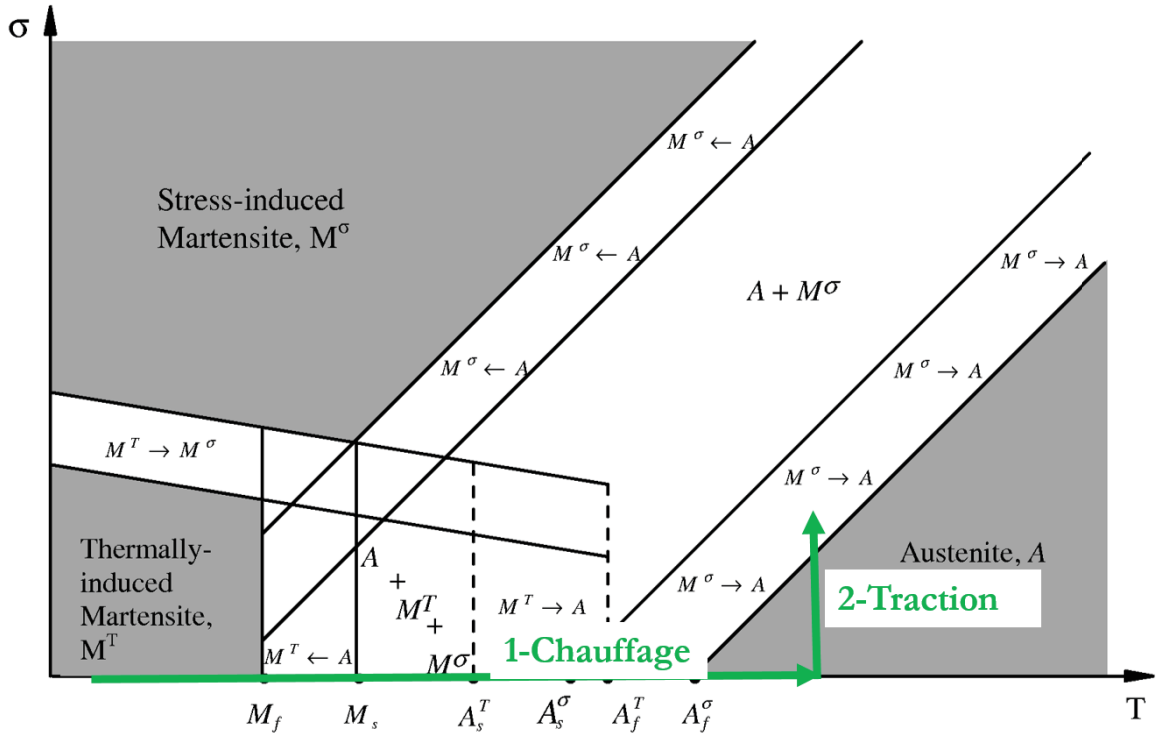


FIGURE 3.5 – Trajet de chargement thermomécanique dans le pseudodiagramme d'état pour un essai de superélasticité à 120 °C.

À partir de ces conditions, nous obtenons le dosage de phase dans un état biphasé où l'austénite et la martensite orientée sont les deux phases qui peuvent être présentes en utilisant la loi de mélange (Équation (3.14)).

$$\rho = (1 - z_s - z_t)\rho^A(T) + z_s\rho^{M_s}(T) + z_t\rho^{M_t}(T) \tag{3.14}$$

Puisque $z_t = 0$, nous déduisons les équations suivantes :

$$\begin{cases} z_s = \dfrac{\rho - \rho^A(T)}{\rho^{M_s}(T) - \rho^A(T)} & (3.15) \\ z_t = 0 & (3.16) \\ z_a = 1 - z_s & (3.17) \end{cases}$$

Vu que nous n'avons pas pu mesurer l'évolution de la résistivité de la martensite orientée, nous supposons que la variation de la résistivité de la martensite orientée ρ_{M_σ} à la même pente que celle de la martensite thermique ρ_{M_t}, nous notons $\mu^{M_t} = \mu^{M_s}$.

En exploitant les équations (3.15) et (3.17), nous trouvons l'évolution de la fraction volumique de martensite orientée et de l'austénite. La figure 3.8 montre l'évolution du taux de la martensite orientée et de l'austénite. Cette martensite qui est créée par la transformation de l'austénite suite à la contrainte de traction appliquée. Nous obtenons

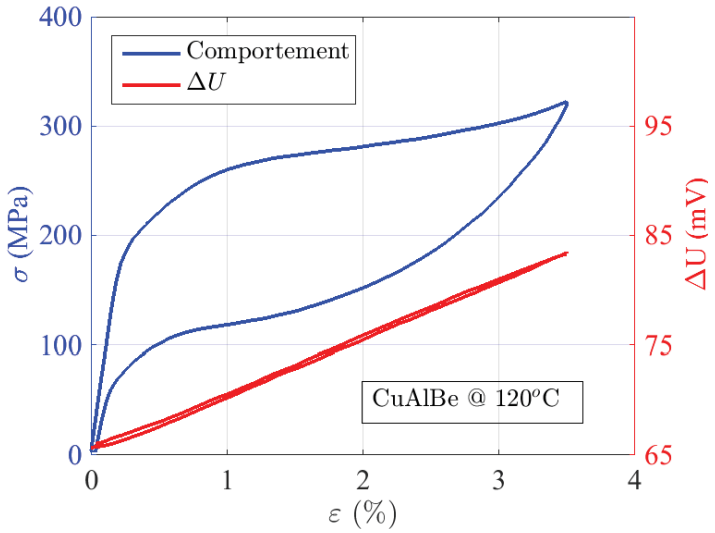


FIGURE 3.6 – Évolution de la contrainte et de la tension en fonction de la déformation pour un essai de superélasticité à 120 °C.

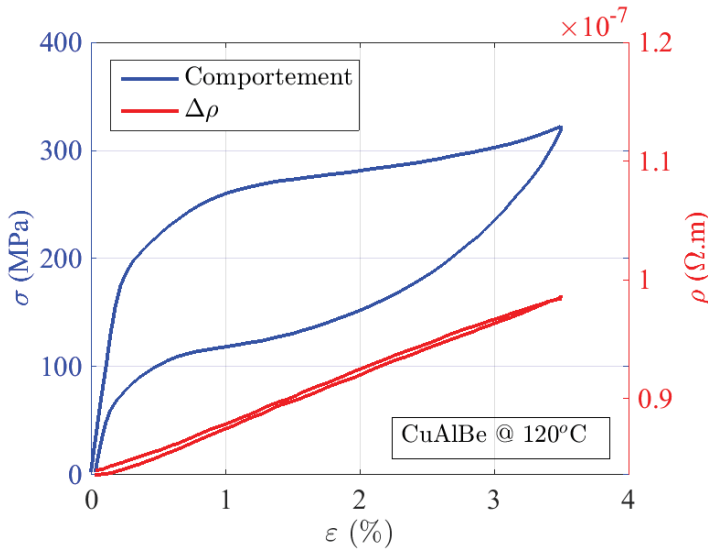


FIGURE 3.7 – Évolution de la contrainte et de la résistivité de l'éprouvette en fonction de la déformation pour un essai de superélasticité à 120 °C.

un taux de 0,55 de martensite pour une déformation de transformation de 2.8 %. Le taux de la martensite autoaccommodée est nul durant cet essai.

Par conséquent, nous avons réalisé le dosage de phase de nos éprouvettes dans un essai de superélasticité. Nous en déduisons que la fraction volumique de martensite orientée obéit à la relation de linéarité.

$$z_s = \frac{\varepsilon^{tr}}{\gamma}$$

Après vérification de la relation de linéarité entre la fraction volumique de martensite

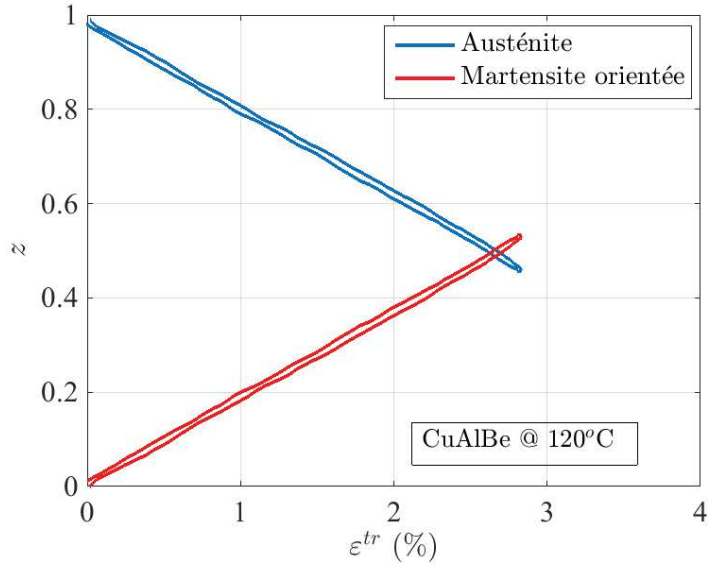


FIGURE 3.8 – Dosage de phase pour un essai de superélasticité sur un fil en CuAlBe.

orientée et la déformation de transformation dans un essai superélastique, nous nous focaliserons sur la vérification de cette relation dans d'autres types de chargements thermomécaniques.

3.2.4.3 Essai de pseudoplasticité

La pseudoplasticité est un aspect du comportement mécanique des AMF. Ce phénomène se produit à des températures inférieures à la température M_f. Dans ce cas, le matériau est initialement dans un état martensitique induit thermiquement.

Cet essai de pseudoplasticité sur un AMF de CuAlBe est réalisé pour montrer l'évolution de la fraction volumique de martensite induite par la contrainte en fonction de la déformation de réorientation.

Nous avons réalisé un essai de pseudoplasticité à une température de 0 °C (0 °C $< M_f$) où notre matériau est composé de martensitique induite thermiquement.

Ainsi, nous refroidissons l'éprouvette à une température de 0 °C puis nous appliquons un chargement et un déchargement en traction (Figure 3.9).

À la suite de l'application d'une contrainte, la martensite est orientée et au bout du compte, nous obtenons de la martensite induite par la contrainte. L'évolution de la contrainte σ et de la résistivité électrique en fonction de la déformation axiale sont représentées sur la figure 3.10.

En effet, la martensite se déforme avec une pente élastique jusqu'à atteindre le point où la déformation devient pseudoplastique. Durant la décharge, le matériau garde sa déformation pseudoplastique.

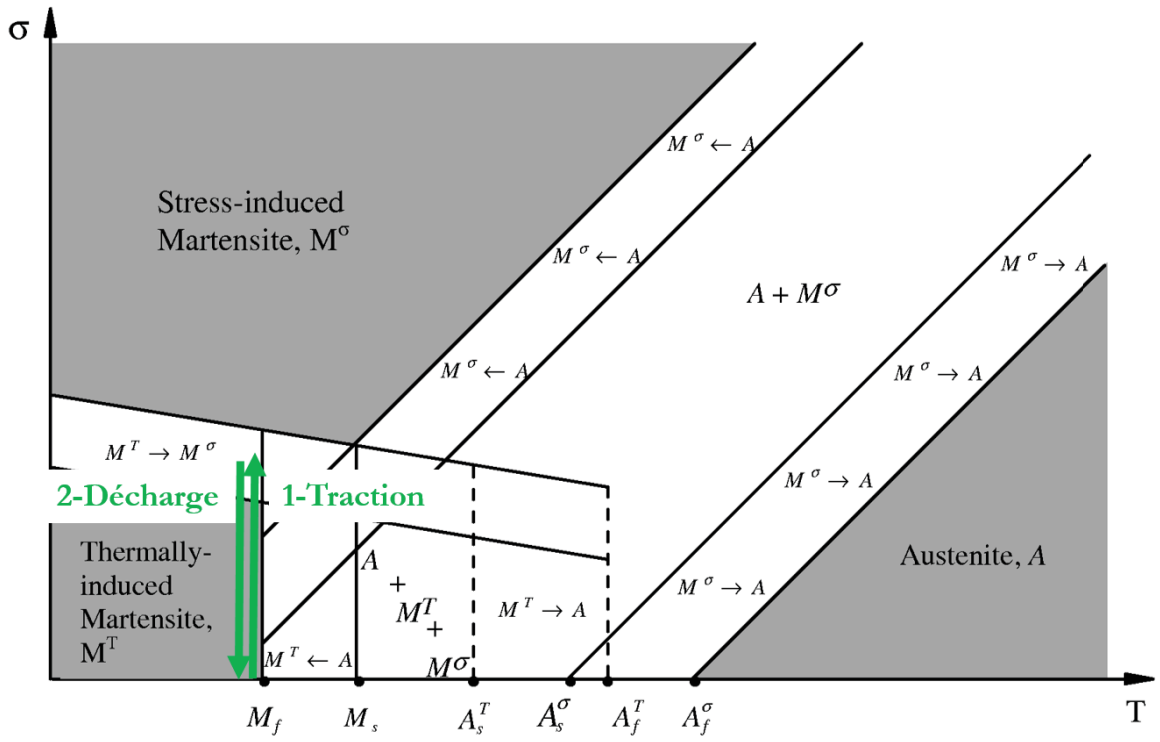


FIGURE 3.9 – Trajet de chargement thermomécanique dans le pseudodiagramme d'état dans un essai de pseudoplasticité à 0 °C.

Une réorientation de M_t en M_σ est activée durant le chargement en traction. Pendant le déchargement, la transformation M_σ en M_t est probablement légèrement activée. Cela engendre la présence d'une déformation résiduelle ou pseudoplastique à la fin de l'essai.

Dans cet essai, nous réalisons un dosage de phase dans un état biphasé où la martensite thermique avec de la martensite orientée peuvent être présentes. Ainsi, nous obtenons les relations de dosage de phase à partir de la loi de mélange (Équation 3.18) :

$$\rho = (1 - z_s - z_t)\rho^A(T) + z_s\rho^{M_s}(T) + z_t\rho^{M_t}(T) \tag{3.18}$$

$$\begin{cases} z_s = \dfrac{\rho - \rho^{M_t}(T)}{\rho^{M_s}(T) - \rho^{M_t}(T)} & (3.19) \\ z_t = 1 - z_s & (3.20) \\ z_a = 0 & (3.21) \end{cases}$$

Par conséquent, nous obtenons la courbe de dosage de phase (Figure 3.11) dans un état biphasé où la martensite thermique de même que la martensite orientée sont présentes.

Nous notons que la fraction volumique de martensite induite par la contrainte

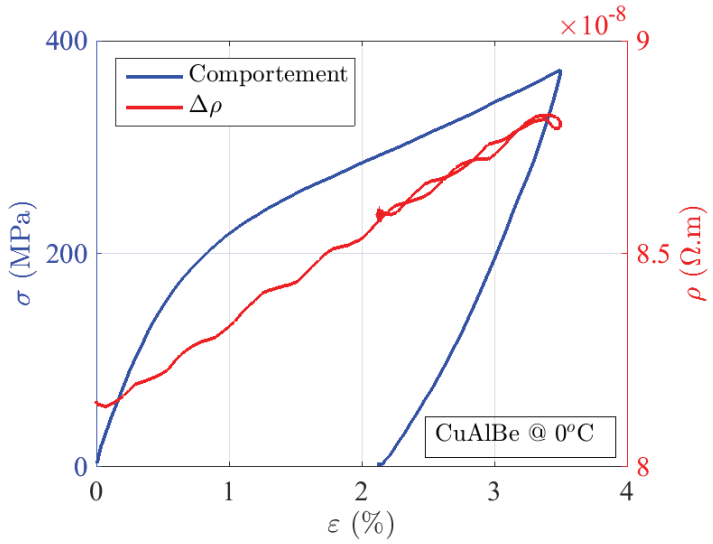


FIGURE 3.10 – Évolution de la contrainte et de la résistivité en fonction de la déformation dans un essai de pseudoplasticité à 0 °C.

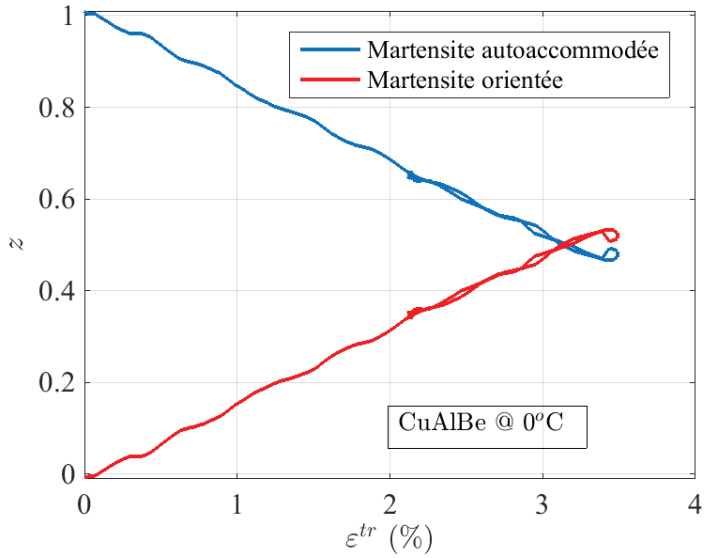


FIGURE 3.11 – Dosage de phase en fonction de la déformation dans un essai de pseudoplasticité à 0 °C.

augmente linéairement par rapport à la déformation de réorientation (Figure 3.11). Inversement, le taux de la martensite autoaccommodée diminue. Une bonne partie de la martensite orientée reste durant la décharge.

Nous avons réalisé le dosage de phase de nos éprouvettes dans un essai de pseudoplasticité. Nous concluons aussi que la fraction volumique de martensite orientée obéit à la relation de linéarité suivante.

$$z_s = \frac{\varepsilon^{tr}}{\gamma}$$

Nous avons réalisé le dosage de phase dans un cas biphasé dans deux chargements en traction distincts. Dans l'essai de superélasticité, la fraction volumique de l'austénite et de la martensite orientée a été déterminée. Par similitude, l'évolution du taux de la martensite orientée et de la martensite thermique a été caractérisée lors d'un essai de pseudoélasticité.

Nous avons conclu comme le montrent les figures 3.8 et 3.11 que la fraction volumique de la martensite orientée évolue linéairement en fonction de la déformation de transformation.

Dans certaines conditions d'utilisation, l'effet mémoire de forme des AMF est mis en application comme nous l'avons cité dans le chapitre 1. Dans ce type de chargement thermomécanique, on obtient un état où les trois phases, à savoir, de l'austénite, de la martensite orientée et de la martensite thermique peuvent coexister. Il en découle l'intérêt de réaliser ce type de dosage de phase.

3.2.4.4 Essais d'effet mémoire assisté

Nous réalisons des essais à effet mémoire assisté à différents niveaux de contrainte (55, 130 et 250 MPa). Le pseudo-diagramme d'état de la figure 3.12 illustre le trajet de chargement appliqué dans ces essais.

Dans ce type de chargement, de l'austénite, de la martensite orientée et de la martensite thermique peuvent être présentes simultanément dans le matériau testé. En effet, de la martensite orientée est créée sous la contrainte appliquée lorsque la température baisse. Aussi, un taux de l'austénite est transformé en martensite autoaccommodée lorsqu'on continue le refroidissement et en atteint la température de début de transformation M_s. Par ailleurs, une partie de l'austénite non transformée reste aussi dans le matériau. Sous contrainte, une opération de chauffage cause la transformation inverse de la martensite autoaccommodée et de la martensite orientée en austénite. Cela nécessite un dosage de phase de cet état triphasé lors d'un chargement à effet mémoire de forme.

Dans cet essai, nous chauffons l'éprouvette à 150 °C afin d'avoir un matériau dans un état austénitique pur. En effet, cette opération de chauffage cause la transformation de la martensite autoaccommodée en austénite. Une contrainte de traction, inférieure à celle de début de transformation martensitique, est alors appliquée sur l'éprouvette et gardée constante le long de cet essai anisotherme (Figure 3.13).

L'application d'un chargement thermique dans le domaine de transformation de phase sur une éprouvette en AMF soumise à une contrainte permet d'illustrer l'effet mémoire

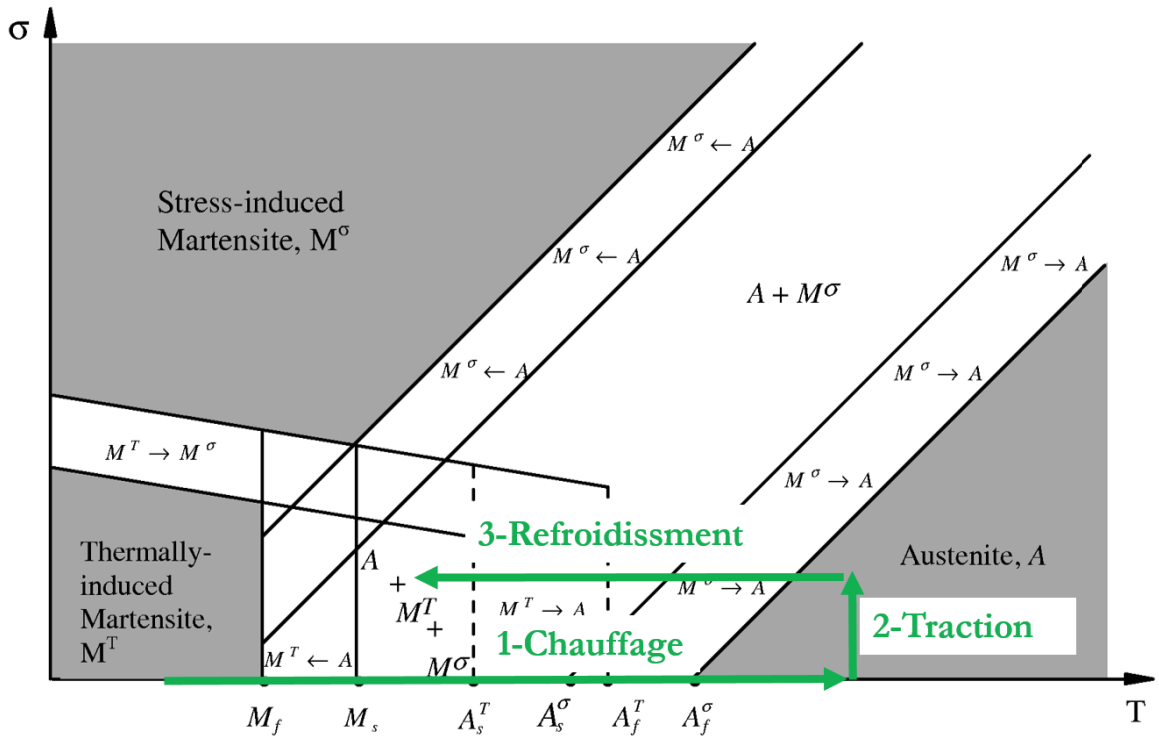


FIGURE 3.12 – Illustration de l'effet mémoire de forme.

de forme de ce type de matériau. Dans l'essai illustré sur la figure 3.13 la contrainte de traction appliquée sur l'éprouvette est de 55 MPa. Cette transformation de phase produit une déformation réversible de 1.5 %.

Après vérification de l'hypothèse de linéarité entre la fraction volumique de martensite orientée et la déformation de transformation : $z_s = \dfrac{\varepsilon^{tr}}{\gamma}$ dans les essais précédents, nous déterminons le dosage de phase dans un cas triphasé ou l'austénite, la martensite orientée et la martensite thermique peuvent coexister.

Nous développons les calculs réalisés afin d'obtenir le dosage de phase dans ce type de chargement.

En élasticité, nous avons ;

$$\sigma = E\varepsilon^e \tag{3.22}$$

Avec E le module de Young total du matériau obtenu par une loi de mélange ;

$$E = (1 - z_s - z_t)E^A + z_s E^{M_s} + z_t E^{M_t} \tag{3.23}$$

et la déformation totale donnée par :

$$\varepsilon^e = \varepsilon - \varepsilon^{tr} - \varepsilon^{th} \tag{3.24}$$

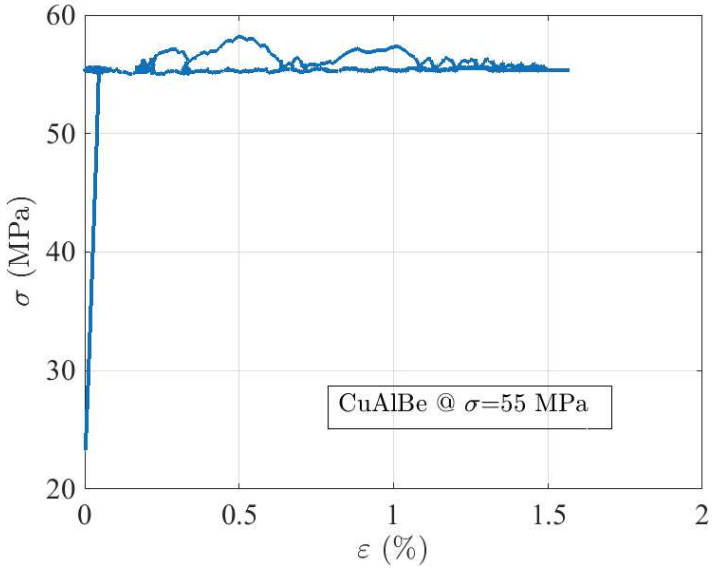


FIGURE 3.13 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un essai d'effet mémoire assisté à 55 MPa.

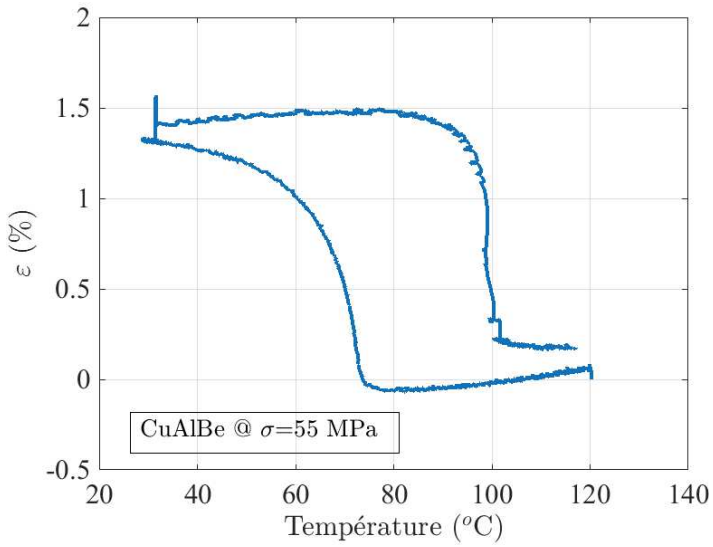


FIGURE 3.14 – Évolution de la déformation en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 55 MPa.

Avec $\varepsilon^{th} = \alpha T$ tel que α est le coefficient de dilatation thermique de notre matériau déterminé lors de l'essai de dilatométrie.

Nous avons :

$$E^{M_s} = E^{M_t} = E^M \tag{3.25}$$

À partir de la loi de mélange (Équation (3.26),

$$\rho = (1 - z_s - z_t)\rho^A(T) + z_s\rho^{M_s}(T) + z_t\rho^{M_t}(T) \tag{3.26}$$

Nous obtenons la valeur de la fraction volumique de martensite thermique :

$$z_t = \frac{\rho + (z_s - 1)\rho^A - z_s\rho^{M_s}}{\rho^{M_t} - \rho^A} \tag{3.27}$$

En remplaçant E^{M_s}, E^{M_t} par E^M et en remplaçant par l'équation 3.24 et l'équation 3.27 dans l'équation 3.22, nous obtenons la relation suivante.

$$\left(\varepsilon - \varepsilon^{tr} - \varepsilon^{th}\right)\left(\left(1 - \frac{\rho - \rho^A}{\rho^{M_t} - \rho^A}\right)E^A + \frac{\rho - \rho^A}{\rho^{M_t} - \rho^A}E^M + \left(1 - \frac{\rho^{M_s} - \rho^A}{\rho^{M_t} - \rho^A}\right)\frac{E^M - E^A}{\gamma}\varepsilon^{tr}\right) = \sigma \tag{3.28}$$

Soient a et b tels que

$$\left(\varepsilon - \varepsilon^{tr} - \varepsilon^{th}\right)\left(a + b\varepsilon^{tr}\right) = \sigma \tag{3.29}$$

Alors

$$\varepsilon^{tr} = \frac{\sqrt{(a - b(\varepsilon - \varepsilon^{th}))^2 - 4b(\sigma - a(\varepsilon - \varepsilon^{th}))} - (a - b(\varepsilon - \varepsilon^{th}))}{2b} \tag{3.30}$$

Enfin, nous obtenons la valeur de la fraction volumique de martensite thermique en fonction de la martensite orientée.

$$z_t = \frac{\rho - \rho^A(T) - z_s\left(\rho^{M_s}(T) - \rho^A(T)\right)}{\rho^{M_t}(T) - \rho^A(T)} \tag{3.31}$$

Ainsi, en exploitant la mesure de la résistivité du matériau au cours de l'essai et la linéarité entre la fraction volumique de martensite orientée et la déformation de transformation équivalente, démontrée dans les essais précédents, nous obtenons la variation de la fraction volumique de la martensite thermique (Figure 3.15).

Dans cet essai, une opération de dosage de phase triphasé est réalisée. Le passage d'un état austénitique à un état martensitique, où deux types de martensite existent, est réalisé en exploitant les relations de dosage de phase (Figure 3.15). Les valeurs qui sont inférieures à 0 sont dues à la chute de tension observée dans la zone où la martensite thermique atteint un taux approximatif de $0,8$.

Nous réalisons, un deuxième essai de dosage de phase à une contrainte plus élevée de 130 MPa (Figure 3.16).

Pour l'essai réalisé à 130 MPa, nous obtenons l'évolution de la déformation en fonction de la température (Figure 3.17).

Aussi, nous obtenons le dosage de phase dans un cas où l'austénite, la martensite thermique et de la martensite orientée existent. Nous affichons dans la figure 3.18

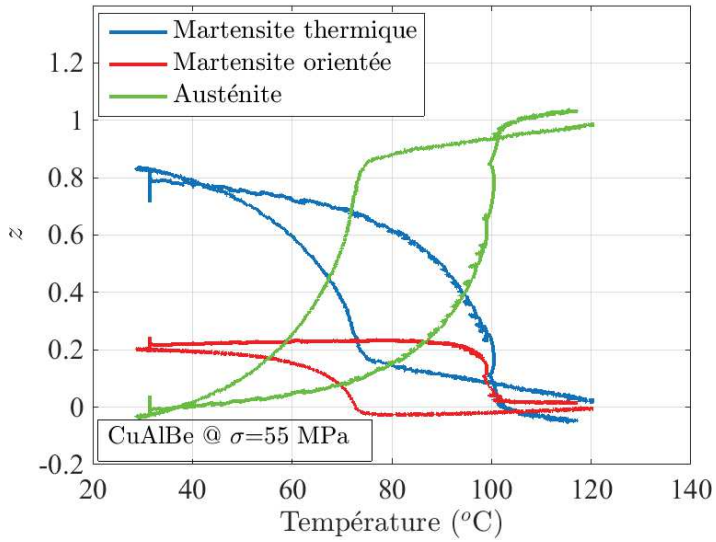


FIGURE 3.15 – Évolution de la fraction volumique de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 55 MPa.

l'évolution de l'austénite, de la martensite orientée et de la martensite thermique en fonction de la température.

Les valeurs négatives de la fraction volumique observées lors du dosage de phase sont dues à des chutes de tension lors de l'essai.

Le même essai d'effet mémoire est réalisé à une contrainte de 250 MPa. Après chauffage de l'éprouvette à une température supérieure à A_f, une contrainte en traction

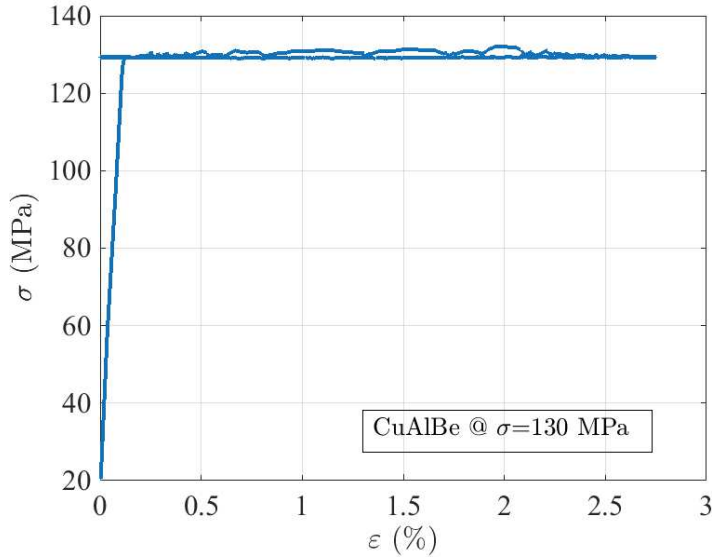


FIGURE 3.16 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un essai d'effet mémoire assisté.

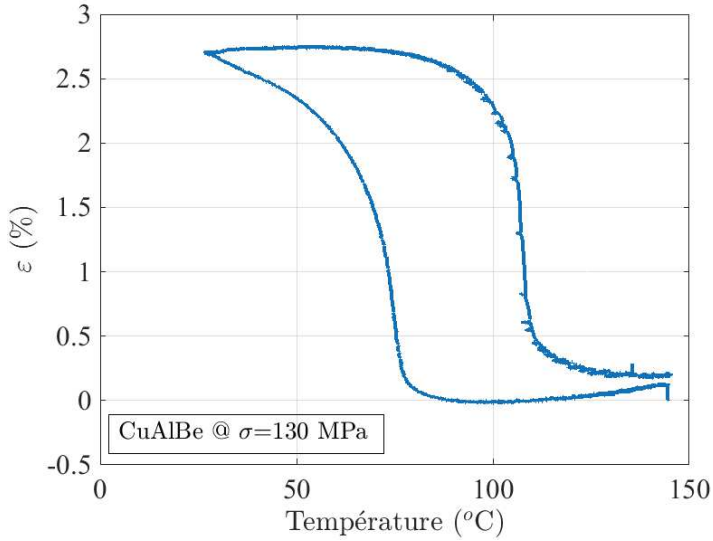


FIGURE 3.17 – Évolution de la déformation en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 130 MPa.

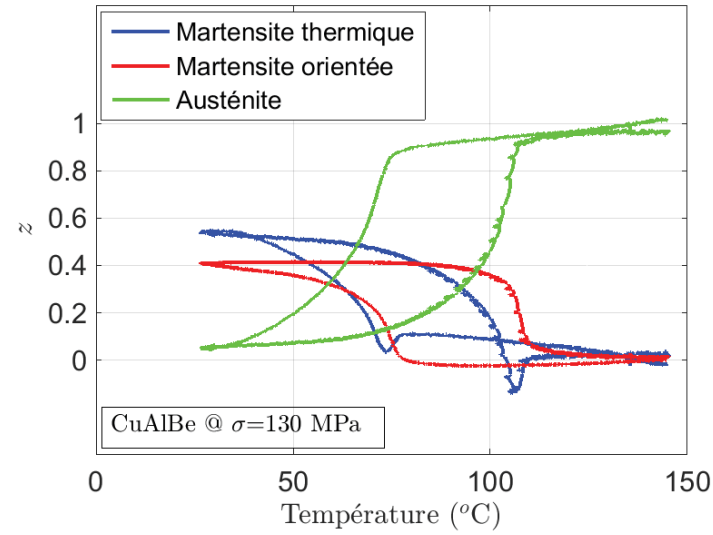


FIGURE 3.18 – Évolution de la fraction volumique de l'austénite, de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 130 MPa.

est appliquée sur l'éprouvette (Figure 3.19). Celle-ci subit, par la suite un cyclage thermique à basse température. La figure 3.20 montre l'évolution de la déformation en fonction de la variation de la température. Nous observons que le matériau atteint une déformation importante de 5 % à peu près, lors de cet essai d'effet mémoire.

Ainsi, l'augmentation de la contrainte au départ, avant de lancer le refroidissement de l'éprouvette, favorise davantage la transformation de phase et par conséquent l'effet mémoire de forme.

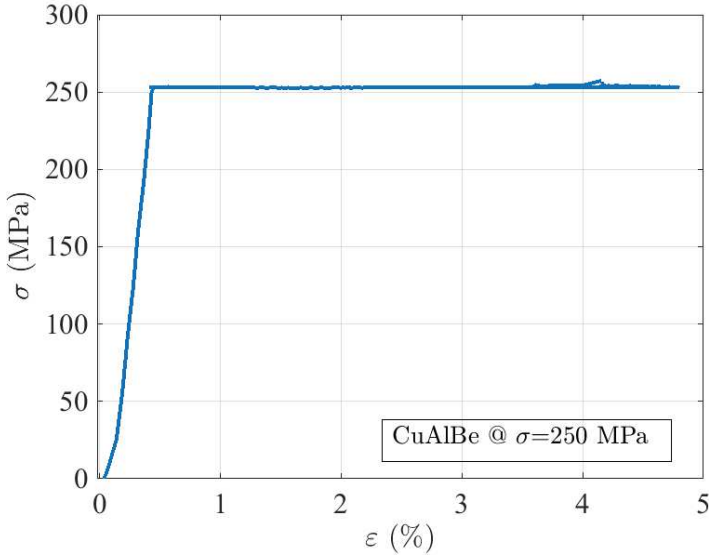


FIGURE 3.19 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation dans un essai d'effet mémoire assisté à 250 MPa.

Nous traçons l'évolution de la déformation en fonction de la température sur la figure 3.20.

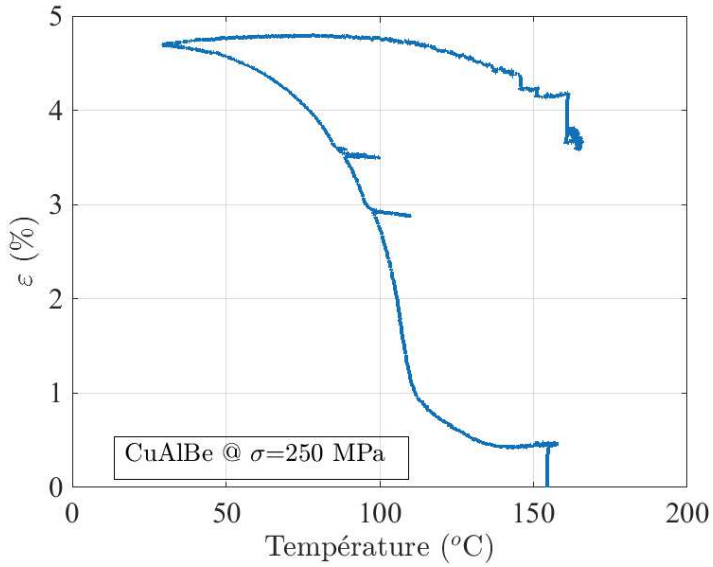


FIGURE 3.20 – Évolution de la déformation en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté 250 MPa.

Aussi, nous obtenons, l'évolution de l'austénite, de la martensite orientée et de la martensite thermique en fonction de la température (Figure 3.21). Le taux de la martensite orientée est supérieur dans cet essai au taux de la martensite thermique. Cela cause une déformation plus importante de l'éprouvette.

En somme, nous avons identifié les températures de transformation d'un alliage à

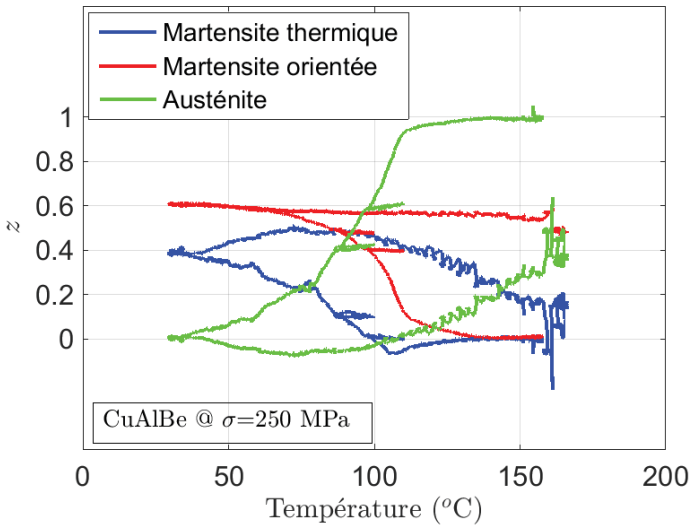


FIGURE 3.21 – Évolution de la fraction volumique de l'austénite et de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée en fonction de la température dans un essai d'effet mémoire assisté à 250 MPa.

mémoire de forme à base de CuAlBe ainsi que l'évolution des résistivités des phases austénitique, martensitique orientée et thermique en fonction de la température. Des essais thermomécaniques dans lesquels une opération de dosage de phase est réalisée, ont été effectués. Une détermination du taux de l'austénite, de la martensite thermique et de la martensite orientée a été obtenue pour des trajets de chargement de superélasticité et de pseudoélasticité. Une validation de la relation de linéarité entre la fraction volumique de martensite orientée et de la déformation de transformation est effectuée dans ces deux premiers types de chargements thermomécaniques. Ainsi, une opération de dosage de phase triphasé a été effectuée dans un essai d'effet mémoire assisté.

Ainsi, dans la section suivante, nous nous intéressons à un alliage du même type que celui étudié dans cette section, mais cette fois-ci dans un cadre multiaxial.

3.3 Sollicitations complexes et suivi de transformation de phase

La proportionnalité entre le taux de déformation de transformation équivalente et le taux de la martensite a certes été validée dans des cas de chargements multiaxiaux proportionnels [94]. Néanmoins, elle n'a pas été validée dans le cas de chargements non proportionnels.

Dans cette section, une base d'essais expérimentaux relatifs au comportement multiaxial sous des chargements proportionnels et non proportionnels pilotés en déplacement-angle et en contrainte de l'alliage à mémoire de forme de CuAlBe est constituée. Plus précisément, ils nous permettent de valider la relation linéaire entre la déformation de transformation de phase et la fraction volumique de martensite. Par ailleurs, cette base peut être aussi utilisée pour améliorer les modèles actuels concernant le comportement superélastique des AMF. Ces essais pourront servir à alimenter et valider les modèles numériques.

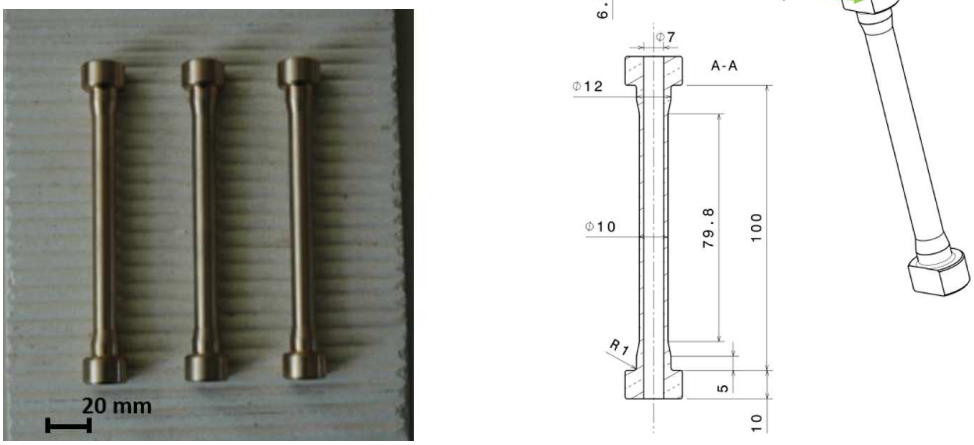
Un dosage de phase a été réalisé en parallèle de ces chargements thermomécaniques. Dans ces essais, nous allons mettre en évidence l'effet superélastique relatif à ce matériau métastable lors de chargements thermomécaniques complexes.

Ainsi, dans les essais présentés ci-dessous, nous développons notre méthode de dosage de phase dans le cas de chargements proportionnels dans un premier temps puis dans des cas de figure avec des chargements non proportionnels.

3.3.1 Matériau et éprouvette

Nous avons utilisé des éprouvettes tubulaires ayant la même géométrie que les éprouvettes présentées dans la section 2.3. Elles ont un diamètre extérieur de 10 mm et un diamètre intérieur de 7 mm (Figure 3.22). Ces éprouvettes ont été réalisées par tournage à base de barreaux ronds de 20 mm de diamètre et de 120 mm de longueur, fourni par Némésis en alliage à mémoire de forme en CuAlBe polycristallin, superélastique à température ambiante.

Elles ont subi un traitement thermique avant leurs utilisations dans les essais de cette section. Elles ont été chauffées dans un four à l'air ambiant à 650 °C pendant 20 minutes puis trempées à l'eau chaude à 100 °C pendant une heure [62]. Ce traitement permet d'obtenir une taille de grains homogène [73] et de relâcher les contraintes résiduelles dues à l'usinage dans celles-ci.



(a) Éprouvettes tubulaires en CuAlBe (b) Plan des éprouvettes

FIGURE 3.22 – Éprouvettes tubulaires de CuAlBe

3.3.2 Dispositif expérimental

Nous avons utilisé la même machine d'essai électrohydraulique asservie équipée du montage d'essai développé dans la section 2.3.

Dans une première campagne d'essais, les mesures de déformation axiale et radiale ont été réalisées avec un extensomètre biaxial de marque epsilon 3550 avec un écartement longitudinal de $22,45$ mm entre ses pointes. L'alimentation de l'éprouvette avec une tension électrique traversant aussi le corps de l'extensomètre peut influencer les résultats obtenus avec la méthode de mesure par quatre points. Afin d'éviter cela, nous isolons électriquement les pointes de l'extensomètre en tungstène et le corps de l'éprouvette par du scotch.

Dans une deuxième campagne d'essais, nous avons utilisé le système Aramis GOM pour la mesure de la déformation. De cette manière, nous utilisons une méthode originale basée sur la stéréo corrélation d'images. Cette technique de mesure de champ de déformations permet de réaliser des mesures à distance des éprouvettes [38] et sans aucun contact avec celles-ci. Par ailleurs, un suivi de l'évolution de la déformation sur une grande surface est obtenu [38].

Dans les essais où nous avons utilisé le système Aramis, la mesure de la tension est synchronisée avec les mesures réalisées par celui-ci.

La température des éprouvettes a été mesurée, au cours des essais par un thermocouple de type T.

Le même système de mesure de tension par la méthode de quatre points, cité dans

la section 2.3, est utilisé pour mesurer la résistivité des éprouvettes au cours de ces essais. Dans ce système, la transmission de la tension d'entrée générée par un suiveur de fissure est faite par les cales pentées (Figure 2.22 de la page 77) qui sont en contact avec la tête de l'éprouvette. Tandis que, la mesure de la tension est faite par des cosses (Figure 3.23).

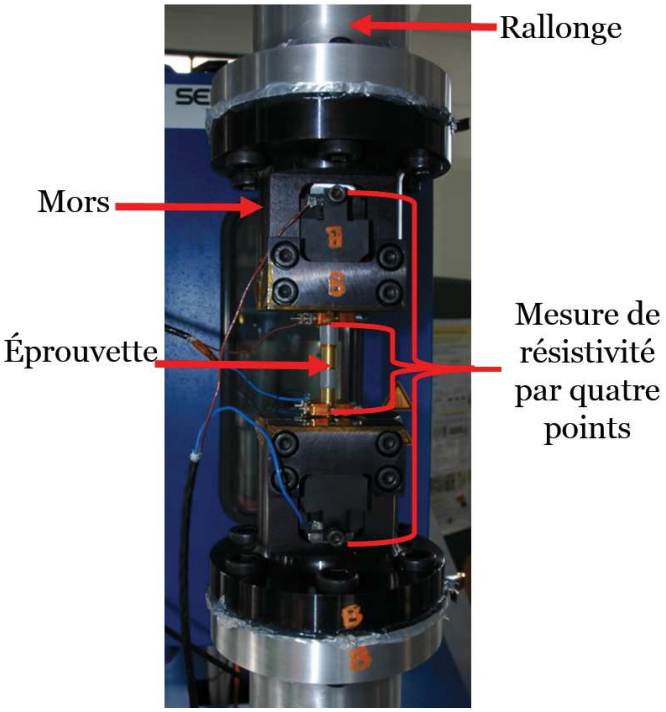


FIGURE 3.23 – Instrumentation d'une éprouvette tubulaire en CuAlBe.

L'acquisition des différentes mesures expérimentales a été effectuée par un système d'acquisition de signaux de type Nicolet. Cet appareil permet d'acquérir huit canaux distincts.

3.3.3 Exploitation des mesures de résistance électrique

Nous obtenons l'évolution du taux de martensite dans le matériau en exploitant les mesures de tension obtenues au cours des essais thermomécaniques réalisés.

Les essais sur les éprouvettes en CuAlBe sont réalisés à une température ambiante supposée constante autour de 20 °C. Par conséquent, l'effet de la température sur la résistivité de l'austénite et de la martensite est absent.

Nous pouvons écrire la résistivité totale de notre matériau en fonction des résistivités de la martensite ρ_M et de l'austénite ρ_A, en utilisant une loi de mélange en série.

$$\rho(\rho_A, \rho_M, z) = (1 - z)\rho_A + z\rho_M \tag{3.32}$$

Alors, nous obtenons la fraction volumique de martensite suivante :

$$z = \frac{\rho(T) - \rho_A(T)}{\rho_M(T) - \rho_A(T)} \tag{3.33}$$

et nous avons calculé dans la section 3.2 la résistivité en fonction de la tension U, de la section S_0, du courant i, de la longueur initiale de l'éprouvette L_0 et de la déformation ε :

$$\rho = \frac{US_0}{iL_0(1+\varepsilon)^2} \tag{3.34}$$

En remplaçant ρ, ρ_A et ρ_M par leurs valeurs calculées en utilisant l'équation 3.34 dans l'équation 3.33, nous obtenons :

$$z = \frac{U - U_0(1+\varepsilon)^2}{U_M - U_0(1+\varepsilon_f)^2} \tag{3.35}$$

Avec :

— U est la tension mesurée au cours de l'essai ;

— U_0 est la tension initiale mesurée au début de l'essai et qui est supposée être la tension relative à la résistivité de la phase austénitique ;

— U_M est la tension qu'on devait mesurer dans un état martensitique total obtenue à 6 % de déformation. C'est une tension relative à la résistivité de la martensite. Cette valeur est obtenue en extrapolant la mesure de la tension ;

— ε est la déformation axiale mesurée au cours de l'essai ;

— ε_f est la déformation axiale maximale supposée égale à 6 %.

3.3.4 Notations

La contrainte équivalente de Von Mises ne caractérise pas la contrainte de début de transformation des AMF dans le cas de chargements multiaxiaux, nous présentons ci-dessous le calcul de la contrainte équivalente des AMF.

3.3.4.1 Calcul de la contrainte équivalente σ_{eq} pour un AMF [21]

Nous calculons la contrainte équivalente de transformation ainsi que la déformation équivalente de transformation proposée par Bouvet [21]. Ce calcul est indispensable pour la réalisation de trajets de chargements thermomécaniques sur notre matériau dans cette section.

La contrainte équivalente est donnée par la relation suivante :

$$\sigma_{eq} = \bar{\sigma} g(y_\sigma) \tag{3.36}$$

Avec y_σ est le troisième invariant du tenseur de contraintes, g est une fonction permettant d'avoir une surface seuil de transformation convexe [62] et $\bar{\sigma}$ est la contrainte équivalente de Von Mises.

En effet, le comportement des AMF en traction compression est dissymétrique. La contrainte équivalente de Von Mises est insuffisante pour prendre en compte cette dissymétrie.

Pour pouvoir écrire cette relation, une hypothèse de volume constant lors de la transformation de phase est faite. Cette écriture permet par le biais de la fonction g de prendre en considération tous les cas de dissymétrie possibles entre la traction et la compression.

Cette même définition permet aussi d'englober le cas particulier de la contrainte équivalente de Von Mises avec un $y_\sigma = 1$.

Cette relation a été validée par des résultats expérimentaux [21].

Nous calculons les différents paramètres de cette relation.

D'une part, nous avons :

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2} dev(\boldsymbol{\sigma}) : dev(\boldsymbol{\sigma})} \tag{3.37}$$

Tel que

$$dev(\boldsymbol{\sigma}) = \boldsymbol{\sigma} - \frac{1}{3} trace(\boldsymbol{\sigma}) \boldsymbol{I} \tag{3.38}$$

Dans un cas de traction torsion, le tenseur des contraintes s'écrit ainsi :

$$\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & 0 & \tau_{13} \\ 0 & 0 & 0 \\ \tau_{13} & 0 & 0 \end{pmatrix}_{(\vec{x},\vec{e_r},\vec{e_\theta})} \tag{3.39}$$

De l'équation 3.38 et de l'équation 3.39, on trouve l'équation suivante :

$$dev(\boldsymbol{\sigma}) = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & 0 & \tau_{13} \\ 0 & 0 & 0 \\ \tau_{13} & 0 & 0 \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} \frac{\sigma_{11}}{3} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\sigma_{11}}{3} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\sigma_{11}}{3} \end{pmatrix} \tag{3.40}$$

Alors

$$dev(\boldsymbol{\sigma}) = \begin{pmatrix} \frac{2}{3}\sigma_{11} & 0 & \tau_{13} \\ 0 & -\frac{\sigma_{11}}{3} & 0 \\ \tau_{13} & 0 & -\frac{\sigma_{11}}{3} \end{pmatrix} \tag{3.41}$$

Alors

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2}\left(\frac{4}{9}\sigma_{11}^2 + 2\tau_{13}^2 + \frac{2}{9}\sigma_{11}^2\right)} \tag{3.42}$$

Donc

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\sigma_{11}^2 + 3\tau_{13}^2} \tag{3.43}$$

D'autre part, nous avons y_σ le troisième invariant du tenseur des contraintes qui vaut

$$y_\sigma = \frac{27}{2}\frac{det(dev(\boldsymbol{\sigma}))}{\bar{\sigma}^3} \tag{3.44}$$

De l'équation 3.41, on calcule :

$$det(dev(\boldsymbol{\sigma})) = \frac{2}{27}\sigma_{11}^3 + \frac{1}{3}\sigma_{11}\tau_{13}^2 \tag{3.45}$$

En remplaçant par les équations 3.43 et 3.45 dans 3.44, on obtient :

$$y_\sigma = \frac{\sigma_{11}^3 + \frac{9}{2}\sigma_{11}\tau_{13}^2}{(\sigma_{11}^2 + 3\tau_{13}^2)^{\frac{3}{2}}} \tag{3.46}$$

Nous avons la fonction de dissymétrie définie par Bouvet et. al. [22]

$$g(y_\sigma) = cos\left(\frac{cos^{-1}(1 - a(1 - y_\sigma))}{3}\right) \tag{3.47}$$

Cette fonction permet de prendre en compte la dissymétrie existante entre le comportement des AMF en traction et en compression [38, 48]. Ainsi, nous calculons le coefficient de dissymétrie a pour le prendre en considération dans le calcul de la contrainte équivalente AMF.

Ainsi, nous trouvons la contrainte équivalente suivante

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma_{11}^2 + 3\tau_{13}^2}cos\left(\frac{cos^{-1}\left(1 - a\left(1 - \frac{\sigma_{11}^3 + \frac{9}{2}\sigma_{11}\tau_{13}^2}{(\sigma_{11}^2 + 3\tau_{13}^2)^{\frac{3}{2}}}\right)\right)}{3}\right) \tag{3.48}$$

Ainsi, nous déduisons la contrainte équivalente σ_{eq} pour les AMF. Aussi, nous calculons, la déformation équivalente de transformation pour les AMF.

3.3.4.2 Calcul de la déformation équivalente de transformation

La déformation de transformation équivalente est définie par Bouvet et. al. [22] en se basant sur l'égalité entre la puissance de transformation et la puissance de transformation équivalente.

$$\boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\varepsilon^{tr}} = \sigma_{eq}\varepsilon_{eq}^{tr} \tag{3.49}$$

Ainsi, l'expression de ε_{eq}^{tr} est ,

$${\varepsilon_{eq}}^{\mathrm{tr}} = \bar{\varepsilon}^{\mathrm{tr}}\frac{g(-{y_\varepsilon}^{\mathrm{tr}})}{g(-1)} \tag{3.50}$$

Tel que g la fonction de dissymétrie.

$$g(y) = cos\left(\frac{cos^{-1}(1-a(1-y))}{3}\right) \tag{3.51}$$

Nous avons,

$${y_\varepsilon}^{\mathrm{tr}} = 4\frac{det(\boldsymbol{\varepsilon^{tr}})}{\bar{\varepsilon}^{\mathrm{tr}^3}} \tag{3.52}$$

et

$$\bar{\varepsilon}^{\mathrm{tr}} = \sqrt{\frac{2}{3}\boldsymbol{\varepsilon^{tr}} : \boldsymbol{\varepsilon^{tr}}} \tag{3.53}$$

Le tenseur de la déformation de transformation est calculé ainsi :

$$\boldsymbol{\varepsilon^{tr}} = \boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon_e} \tag{3.54}$$

$$\boldsymbol{\varepsilon^{tr}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & 0 & \frac{\gamma_{13}}{2} \\ 0 & b & 0 \\ \frac{\gamma_{13}}{2} & 0 & b \end{pmatrix} - \begin{pmatrix} \frac{\sigma_{11}}{E} & 0 & \frac{\tau_{13}}{2G} \\ 0 & 0 & 0 \\ \frac{\tau_{13}}{2G} & 0 & 0 \end{pmatrix} \tag{3.55}$$

$$\boldsymbol{\varepsilon^{tr}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E} & 0 & \frac{\gamma_{13}}{2} - \frac{\tau_{13}}{2G} \\ 0 & b & 0 \\ \frac{\gamma_{13}}{2} - \frac{\tau_{13}}{2G} & 0 & b \end{pmatrix} \tag{3.56}$$

La transformation de phase se fait avec une très faible variation de volume inférieur à $0,3\%$, ce qui nous permet d'écrire,

$$trace(\boldsymbol{\varepsilon^{tr}}) = 0 \tag{3.57}$$

Alors

$$trace(\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{tr}}) = 2b + \left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right) = 0 \tag{3.58}$$

On en déduit que

$$b = \frac{1}{2}\left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right) \tag{3.59}$$

En remplaçant b par sa valeur dans la matrice de déformation équivalente de transformation, on obtient la matrice suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{tr}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E} & 0 & \frac{\gamma_{13}}{2} - \frac{\tau_{13}}{2G} \\ 0 & \frac{1}{2}(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}) & 0 \\ \frac{\gamma_{13}}{2} - \frac{\tau_{13}}{2G} & 0 & \frac{1}{2}(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}) \end{pmatrix} \tag{3.60}$$

Donc :

$$\bar{\varepsilon^{\mathrm{tr}}} = \sqrt{\frac{2}{3}\left(\left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right)^2 + 2\left(\frac{\gamma_{13}}{2} - \frac{\tau_{13}}{2G}\right)^2 + 2\left(\frac{1}{2}\left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right)\right)\right)^2} \tag{3.61}$$

Alors

$$\bar{\varepsilon^{\mathrm{tr}}} = \sqrt{\left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right)^2 + \frac{1}{3}\left(\gamma_{13} - \frac{\tau_{13}}{G}\right)^2} \tag{3.62}$$

$$det(\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{tr}}) = \frac{1}{2}\left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right)\left(\frac{1}{2}\left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right)^2 - \left(\frac{\gamma_{13}}{2} - \frac{\tau_{13}}{2G}\right)^2\right) \tag{3.63}$$

$$\Rightarrow det(\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathbf{tr}}) = \frac{1}{4}\left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right)\left(\left(\varepsilon_{11} - \frac{\sigma_{11}}{E}\right)^2 - \frac{1}{2}\left(\gamma_{13} - \frac{\tau_{13}}{G}\right)^2\right) \tag{3.64}$$

Ainsi, en remplaçant chaque variable par sa valeur dans l'équation 3.50, nous obtenons le calcul de la déformation de transformation équivalente de transformation.

$${\varepsilon_{eq}}^{tr} = \sqrt{\varepsilon^{tr2} + \frac{4}{3}\gamma^{tr2}}\ \frac{\cos\left(\dfrac{\cos^{-1}\left(1 - a\left(1 + \dfrac{2\varepsilon^{tr}\left(\frac{1}{2}\varepsilon^{tr2} - \gamma^{tr2}\right)}{\left(\varepsilon^{tr2} + \frac{4}{3}\gamma^{tr2}\right)^{\frac{3}{2}}}\right)\right)}{3}\right)}{\cos\left(\dfrac{\cos^{-1}(1-2a)}{3}\right)} \tag{3.65}$$

Après proposition d'une technique de dosage de phase, une campagne d'essais multiaxiaux sur éprouvettes tubulaires en CuAlBe est réalisée afin de valider la relation de linéarité entre le taux de fraction volumique de martensite et la déformation de

transformation équivalente dans des chargements multiaxiaux.

Dans la partie suivante, les différents chargements thermomécaniques réalisés dans le cas des éprouvettes tubulaires de cette étude sont présentés. Les différents résultats d'essais ainsi que les conclusions qui en découlent sont exposés.

3.3.5 Résultats expérimentaux

Dans cette étude, le matériau est totalement austénitique ; la température à laquelle les essais sont réalisés est de 20 °C. Cette température demeure supérieure à celle de fin de transformation austénitique A_f de ce matériau.

Le suivi de l'évolution de la transformation de phase dans l'alliage étudié nécessite la connaissance de plusieurs paramètres expérimentaux. En effet, la connaissance de la déformation, de la contrainte et de la tension électrique permettra d'aboutir au dosage de phase de notre matériau. Ainsi, pour caractériser le comportement et la cinétique de transformation de phase de ce type de matériaux, plusieurs essais thermomécaniques sont à réaliser.

Le dépouillement des résultats des essais réalisés offre les informations indispensables à la compréhension de l'influence du type de chargement sur le comportement et la transformation de phase dans le matériau testé.

La réalisation d'essais thermomécaniques multiaxiaux permet de comprendre et de caractériser la transformation de phase dans le cas des éprouvettes tubulaires sous des chargements complexes.

Nous avons réalisé des essais de traction-torsion proportionnels et non proportionnels sur des éprouvettes en alliage à mémoire de forme CuAlBe.

Le protocole de préparation et de réalisation des essais de cette section respecte les mêmes opérations mentionnées dans la section 2.3 à l'exception de l'opération de refroidissement vu que les essais de cette section sont réalisés à température ambiante.

Après montage de l'éprouvette en CuAlBe de la même façon que les éprouvettes en acier 304L mentionnée dans le chapitre 2.3, cette dernière est instrumentée. Nous plaçons un thermocouple de type T pour la mesure de la température de l'éprouvette.

Les cosses de mesure de tension sont placées des deux côtés autour de l'éprouvette afin de réaliser correctement la mesure de la résistance électrique (Figure 3.23). Cette tension électrique mesurée est exploitée suivant la démarche expliquée précédemment pour aboutir au dosage de phase. Dans les essais de cette section, nous utilisons la notation de la déformation équivalente de cisaillement au sens des AMF γ_{eq}, ainsi que pour la contrainte équivalente au sens des AMF, τ_{eq}.

3.3.5.1 Identification des températures de transformation de phase par DSC

Nous avons déterminé les températures de transformation de notre matériau par une mesure de DSC.

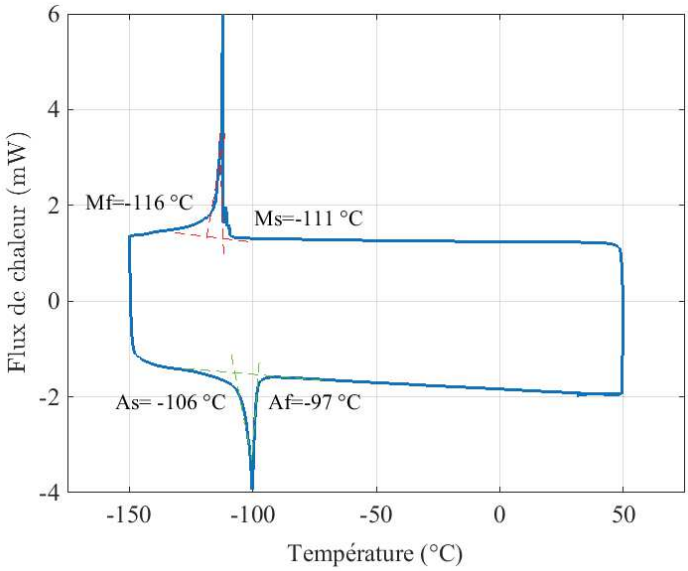


FIGURE 3.24 – Détermination de la température de transformation par DSC

Cette détermination nécessite de préparer l'échantillon et de l'encapsuler. Un morceau d'éprouvette est découpé avec électroérosion. Il est mis ensuite dans une capsule puis introduit dans la DSC. Pour notre matériau, la mesure par DSC a été réalisée avec une vitesse de variation de la température de 5 °C.min^{-1}. D'abord, avec un chauffage de l'échantillon à une température de 50 °C pour le mettre dans un état austénitique. Ensuite, un refroidissement jusqu'à une température de -150 °C est appliqué. Enfin, un chauffage à température ambiante est exercé sur l'échantillon. Cette opération permet, par conséquent, d'obtenir les températures de transformation de phase résumées dans le tableau 3.2.

TABLE 3.2 – Températures de transformation des éprouvettes tubulaires en CuAlBe.

Température de transformation	M_s	M_f	A_s	A_f
Valeur (°C)	-111	-116	-106	-97

D'après la mesure par DSC, les températures de début de transformation de phase martensitique sont très basses dans notre matériau. Aussi, nous ne pouvons pas atteindre ces températures avec l'enceinte thermique dont nous disposons. Cela a rendu impossible la mise en évidence de l'effet mémoire assisté dans le matériau étudié, ainsi que la mesure de la résistivité de la martensite.

Après détermination des températures de transformation, nous avons réalisé des essais proportionnels et non proportionnels.

3.3.5.2 Essai de traction-compression

Ce chargement mécanique de traction-compression est piloté en déformation-couple. Du côté vérin de traction, nous avons imposé une déformation de 1% à atteindre tandis que nous avons imposé au vérin de torsion de garder un couple nul. La vitesse de chargement a été de $0,001$ mm.s^{-1}. Une mesure de la variation de la tension électrique a été réalisée au cours de cet essai.

La réponse dans le plan (ε, σ) de cet essai est présentée sur la figure 3.25.

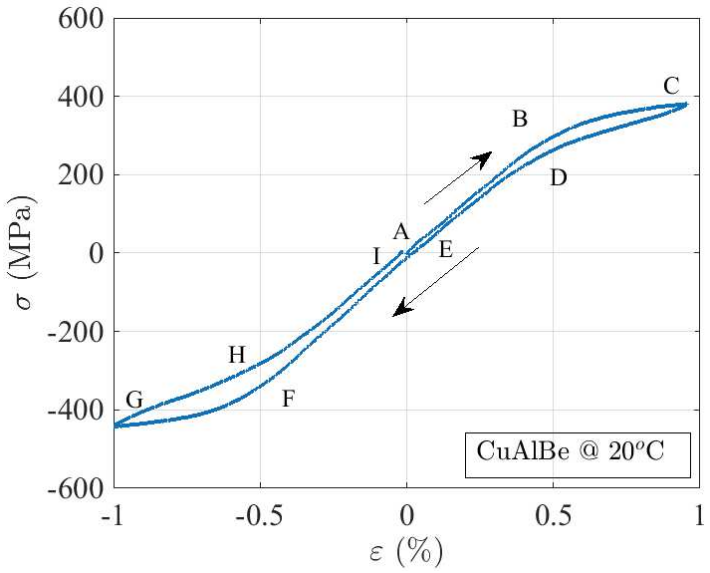


FIGURE 3.25 – Essai de traction-compression.

Nous déterminons lors de l'essai de traction un module de Young de 73000 MPa pour ce matériau.

Étant donné que notre AMF est superélastique à température ambiante, le comportement superélastique de ce matériau est mis en évidence à température ambiante lors de cet essai de traction-compression.

Pendant la charge en traction (A-B), nous remarquons que le comportement de l'éprouvette en traction est élastique. Cette élasticité est relative à la déformation élastique de la phase austénitique. Le début de la transformation de phase coïncide avec une variation de la pente du comportement du matériau [38] (B-C). Cette partie caractérise le début de la transformation de phase et l'apparition de la phase martensitique dans l'éprouvette. Durant, la décharge, après dépassement du point C caractérisant le début de la transformation inverse, la martensite formée pendant la charge diminue

et le comportement de l'éprouvette redevient élastique, cette élasticité qui a la même pente que celle obtenue lors de la charge et qui est propre à la phase austénitique. Une déformation résiduelle négligeable subsiste dans le matériau et qui peut être due à de la martensite bloquée [84].

Durant la compression, nous retrouvons qualitativement la même courbe obtenue en traction. D'abord, une partie où l'austénite se déforme élastiquement entre les points E et F. Ensuite, un point d'inflexion où l'austénite commence à se transformer en martensite (F-G). Ensuite, la déformation inverse de la martensite en austénite entre les points G et H et enfin la décharge élastique de l'austénite jusqu'à atteindre un niveau de déformation résiduelle qui subsiste à la fin de l'essai au point I. Cette déformation résiduelle est causée par de la martensite bloquée [73, 84].

Nous remarquons une dissymétrie au niveau du comportement de notre matériau en traction-compression sur la figure 3.26. Afin de prendre en compte cette dissymétrie, la fonction g, définie précédemment, intègre un coefficient de dissymétrie a.

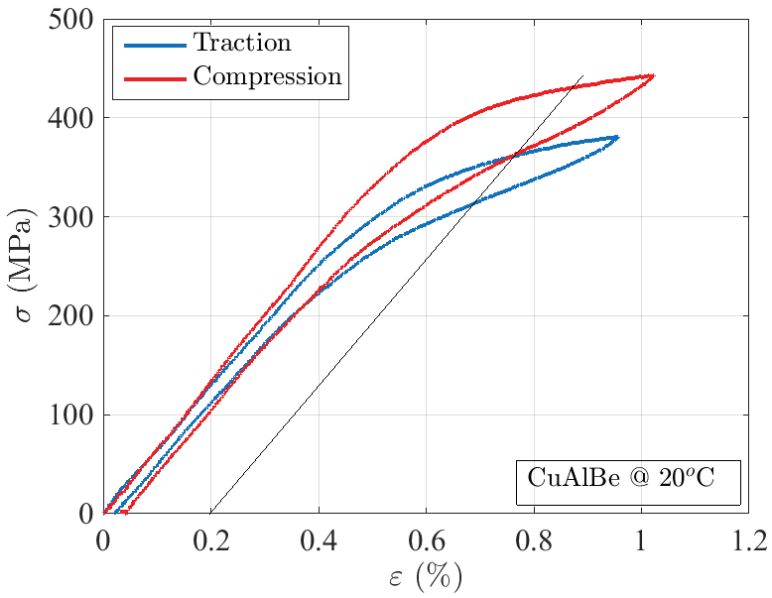


FIGURE 3.26 – Dissymétrie entre la traction et la compression.

La détermination du coefficient de dissymétrie a, en exploitant le résultat de cet essai, nous permet de programmer des trajets de chargement en torsion.

Le coefficient de dissymétrie a peut-être déterminé de deux manières. On peut le calculer à partir d'un essai de traction-compression ou par le biais d'un essai de traction et un essai de torsion.

Pour le cas de la traction-compression, on calcule le coefficient de dissymétrie a à partir des limites de transformation directe en traction σ_0^t et en compression σ_0^c.

Pour un essai de traction, l'équation 3.36 devient,

$\sigma_{eq}^{trac} = \sigma_0^t g(1) = \sigma_0^t$

et pour un essai de compression, l'équation 3.36 devient,

$\sigma_{eq}^{comp} = \sigma_0^c g(-1)$ avec $g(-1) = cos\left(\frac{cos^{-1}(1-2a)}{3}\right)$

À partir de ces deux relations, et en se basant sur l'égalité des contraintes équivalentes au début de la transformation en traction et en compression, nous trouvons :

$$cos\left(\frac{cos^{-1}(1-2a)}{3}\right) = \frac{\sigma_0^t}{\sigma_0^c} \tag{3.66}$$

Alors :

$$\frac{cos^{-1}(1-2a)}{3} = cos^{-1}\left(\frac{\sigma_0^t}{\sigma_0^c}\right) \tag{3.67}$$

Donc :

$$1-2a = cos\left(3cos^{-1}\left(\frac{{\sigma_0}^t}{\sigma_0^c}\right)\right) \tag{3.68}$$

On en déduit que :

$$a = \frac{1}{2}\left(1 - cos\left(3cos^{-1}\left(\frac{{\sigma_0}^t}{\sigma_0^c}\right)\right)\right) \tag{3.69}$$

$$a = \frac{1}{2}\left[1 - \cos\left(3\arccos\left(\frac{\sigma_0^t}{\sigma_0^c}\right)\right)\right] \tag{3.70}$$

Pour ce faire nous déterminons les valeurs de la contrainte de début de transformation en traction à $\sigma_0^t = 365$ MPa et la contrainte de début de transformation en compression à $\sigma_0^c = 430$ MPa pour un offset de déformation de 0.2 %.

Ainsi nous trouvons un coefficient de dissymétrie $a = 0,55$.

Après calcul du coefficient de dissymétrie a, nous pouvons calculer la déformation de transformation équivalente ε_{eq}^{tr} et obtenir l'évolution de la fraction volumique de martensite z en fonction de cette dernière.

La courbe de la tension corrigée ΔU_c sur la figure 3.27 montre une coïncidence entre l'apparition du comportement superélastique du matériau et l'augmentation de la tension électrique. Cette augmentation s'explique par le début de la transformation de phase dans l'éprouvette testée. La mesure d'une tension corrigée négative lors de la phase de compression est due probablement à un décalage des cosses de mesure de la tension électrique de leurs positions initiales.

En effet, la déformation de l'éprouvette reste élastique au début de l'essai vu que le matériau est austénitique. La variation de la tension ΔU_c durant la partie élastique est presque nulle confirmant une absence de la transformation de phase dans le matériau étudié. Un changement de la pente de la courbe marque le début de la transformation de phase. Ainsi, l'augmentation de la tension ΔU_C, ayant lieu après la partie élastique du comportement du matériau, indique la présence d'une transformation de phase [27].

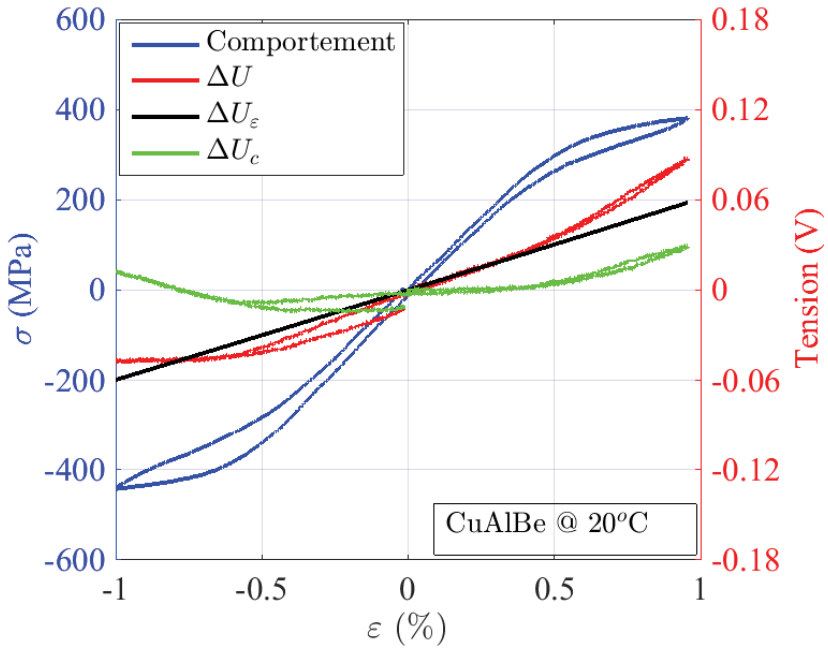


FIGURE 3.27 – Essai de traction-compression avec mesure de tension

Nous parvenons, avec cette technique de mesure, à bien suivre la transformation de phase dans notre matériau lors de cet essai.

Nous réalisons, à partir de la tension mesurée, un dosage de phase illustrant l'évolution de la transformation de phase dans ce matériau au cours d'un essai de traction compression. La figure 3.28 illustre une évolution presque linéaire de la fraction volumique de martensite en fonction de la déformation équivalente de transformation lors de la phase de traction pendant la charge et la décharge. Toutefois, le problème de mesure de la tension électrique est à l'origine du décalage du dosage de phase en compression. Malgré cela, nous observons, aussi, que l'évolution de la courbe durant la phase de compression reste toujours linéaire en fonction de la déformation de transformation. Ainsi, nous validons dans ce cas de chargement, la linéarité entre z et ε_{eq}^{tr}.

3.3.5.3 Essai de traction cyclique

Cet essai consiste à appliquer sur l'éprouvette étudiée des charges et des décharges en contrainte avec des valeurs maximales progressives. Après chaque décharge, le niveau de contrainte finale est augmenté jusqu'à rupture de l'éprouvette.

La figure 3.29 montre le niveau de contrainte programmé après chaque cycle.

La courbe contrainte-déformation et celles des tensions sont présentées sur la figure 3.30. Ces courbes montrent que le matériau, austénitique au début des chargements, commence à se transformer à partir d'une contrainte seuil.

Aussi, le matériau mémorise le point de déformation et de contrainte maximales du

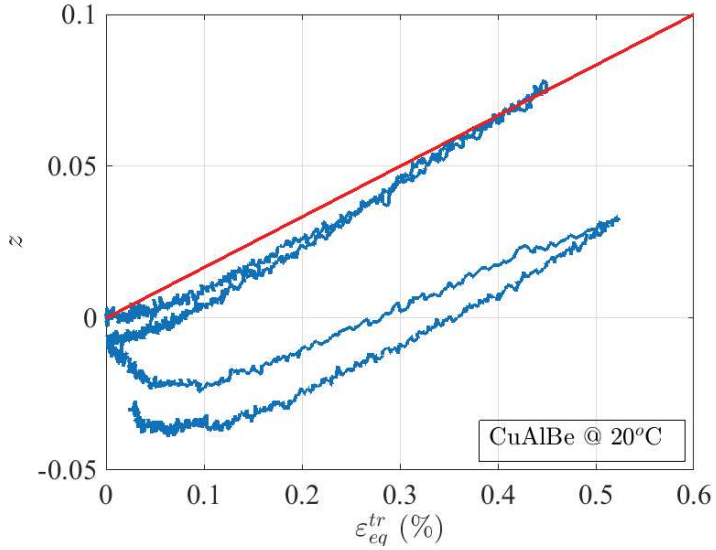


FIGURE 3.28 – Évolution de la fraction volumique z en fonction de la déformation de transformation au cours d'un essai de traction-compression.

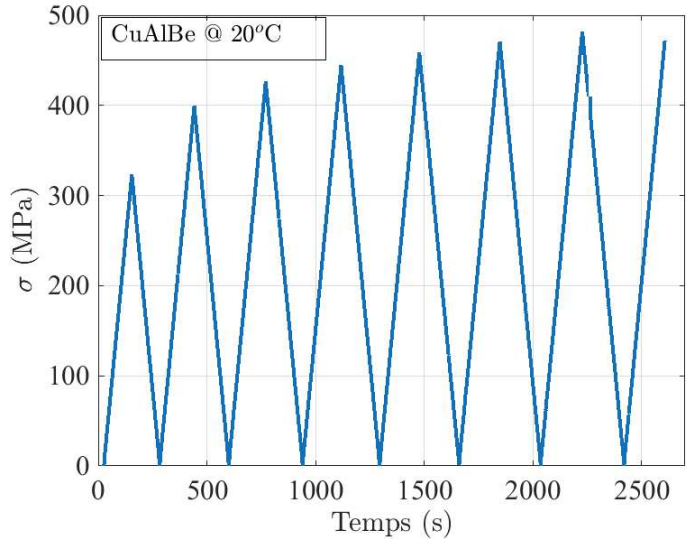


FIGURE 3.29 – Niveau de chargement en contrainte pour un essai de traction cyclique.

chargement précédent ; les courbes passent toujours par le niveau de déformation et de contrainte maximale du cycle précédent [84].

Cet essai montre l'effet du cyclage sur le comportement superélastique (Figure 3.30). Nous remarquons que la déformation résiduelle s'accumule avec l'augmentation du niveau de contrainte maximale atteint. Ce phénomène détériore, à un certain niveau de déformation, le comportement pseudoélastique du matériau [72].

Nous obtenons la courbe de dosage de phase (Figure 3.31) en exploitant la technique de dosage de phase présentée précédemment. Nous observons que la fraction volumique de martensite augmente avec le niveau de déformation atteint. Par ailleurs, les chargements

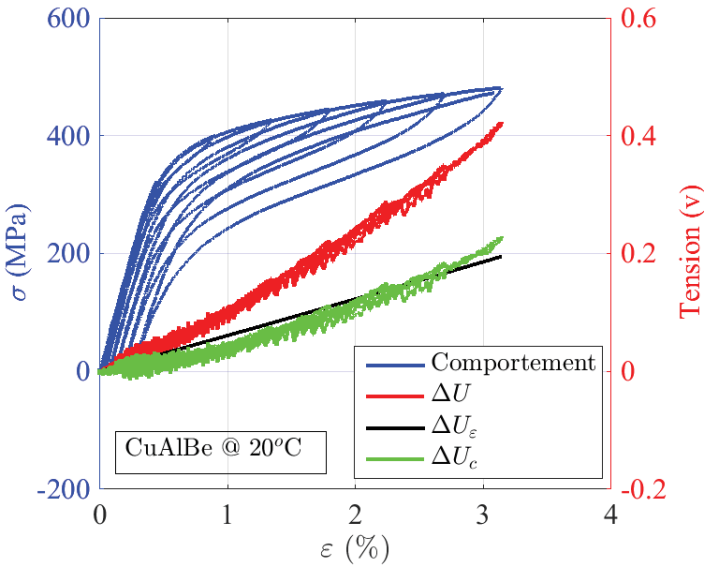


FIGURE 3.30 – Essai de traction cyclique sur éprouvette tubulaire en CuAlBe.

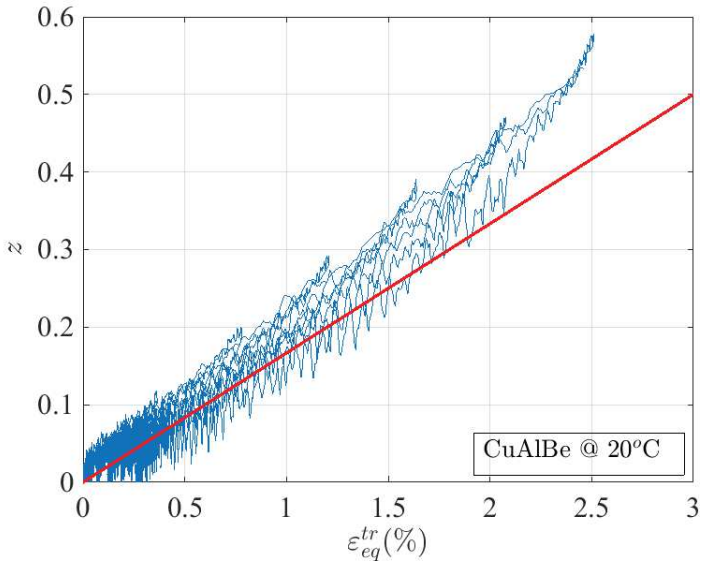


FIGURE 3.31 – Évolution de la fraction volumique de martensite z en fonction de la déformation de transformation lors d'un essai de traction cyclique.

cycliques n'influencent pas la relation de linéarité entre le taux de martensite formé et la déformation de transformation équivalente.

Un niveau de transformation de $z = 0,6$ est atteint à une déformation de transformation équivalente de $2,5$ %. La proportionnalité entre ces deux variables est vérifiée sur la globalité du chargement. Toutefois, un léger décollement à la fin de chaque cycle est observé et qui peut venir des paramètres de calcul de la déformation de transformation équivalente. Par exemple, la valeur du module de Young peut varier à cause de la présence de la martensite bloquée. Lors de nos calculs, nous considérons le module de

Young obtenue dans le premier cycle de charge.

3.3.5.4 Essai de torsion

Pour déterminer l'influence de la torsion sur la transformation de phase dans notre matériau, un essai de torsion est réalisé à température ambiante. Cela, après détermination de la contrainte de début de transformation de phase en torsion en se basant sur la valeur du coefficient de dissymétrie a calculé à partir de l'essai de traction-compression précédent. Nous procèderons, ainsi, dans cet essai à une vérification de ce coefficient de dissymétrie.

Dans cet essai de torsion, nous avons réalisé une charge en torsion dans les deux sens avec un pilotage en angle variable et en effort nul (Figure 3.32). D'un côté, nous imposons au vérin rotatif d'atteindre un angle, d'un autre, nous imposons au vérin linéaire de garder un effort constant et nul. Durant la décharge finale, une contrainte nulle en traction et torsion ont été mise en consignes.

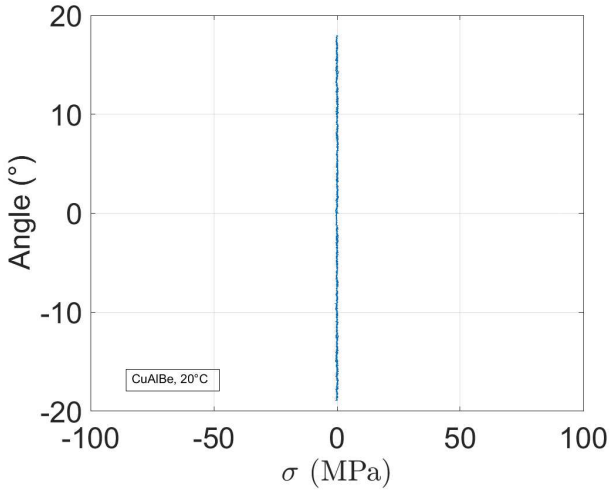


Figure 3.32 – Pilotage d'un essai de torsion en angle variable et en contrainte de traction nulle.

Le comportement de notre éprouvette en torsion est présenté sur la figure 3.33. Nous notons, comme dans l'essai de traction que le comportement du matériau est élastique dans la première partie (A-B). Cette élasticité est due à la déformation élastique de la phase austénitique dans le matériau. L'apparition de la phase de martensite est illustrée par le début du changement de la pente du comportement du matériau (B-C). Lors du début de la décharge, la transformation inverse est produite dans cette éprouvette (C-D). Le comportement de l'éprouvette redevient élastique après la fin de la transformation inverse de la martensite en austénite (D-E). Nous chargeons, par la

suite, l'éprouvette en torsion dans le sens opposé (E-I). Nous remarquons, le même comportement superélastique de l'éprouvette.

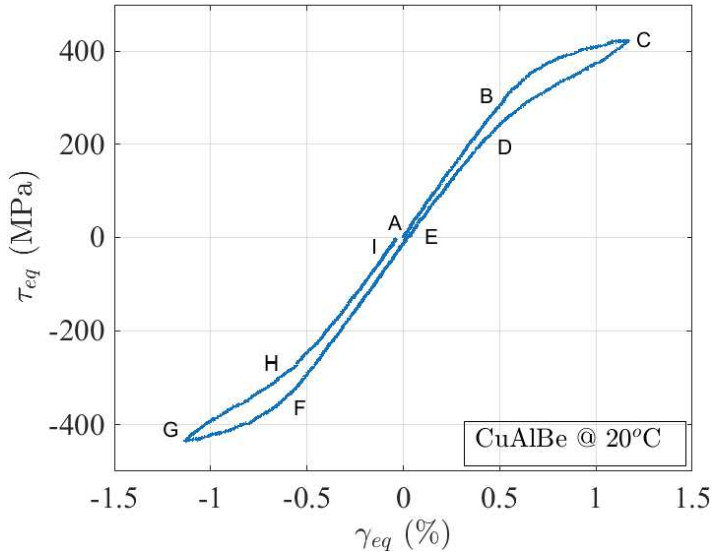


FIGURE 3.33 – Présentation d'un essai de torsion dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq})

Sur la figure de torsion 3.34, nous ne remarquons pas la même dissymétrie observée dans l'essai de traction-compression. Le comportement du matériau est presque le même dans les deux sens de torsion. Nous remarquons, dans le cas de la torsion, une presque absence de dissymétrie.

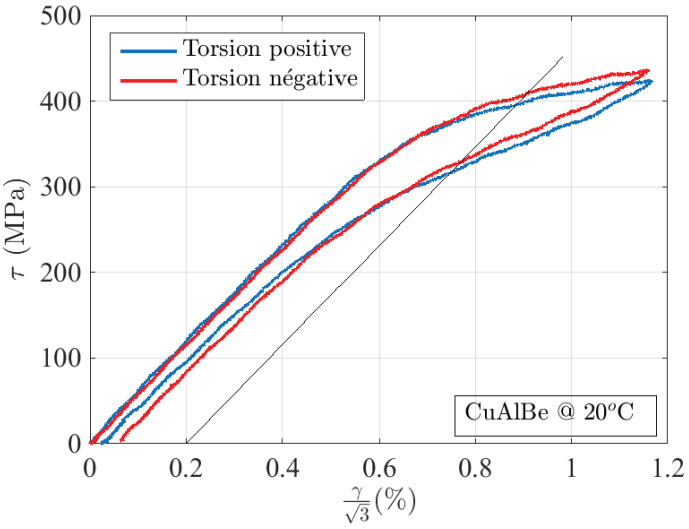


FIGURE 3.34 – Présentation de la dissymétrie pour un essai de torsion.

Nous calculons aussi, le coefficient de dissymétrie en nous basant sur ce résultat et le résultat de l'essai de traction-compression cité précédemment.

Pour un essai de traction, l'équation 3.36 devient,

$$\sigma_{eq}^{trac} = \sigma_0^t g(1) = \sigma_0^t \tag{3.71}$$

et pour un essai de torsion pur, l'équation 3.36 devient,

$$\sigma_{eq}^{tor} = \tau_0^0 g(0) \tag{3.72}$$

Avec τ_0^0 est la contrainte seuil de transformation de phase en torsion.
et

$$g(0) = cos\left(\frac{cos^{-1}(1-a)}{3}\right) \tag{3.73}$$

À partir de ces deux relations, et en se basant sur l'égalité des contraintes équivalentes au début de la transformation en traction et en torsion, nous trouvons :

$$cos\left(\frac{cos^{-1}(1-a)}{3}\right) = \frac{\sigma_0^t}{\sqrt{3}\tau_0} \tag{3.74}$$

Alors :

$$\frac{cos^{-1}(1-a)}{3} = cos^{-1}\left(\frac{\sigma_0^t}{\sqrt{3}\tau_0}\right) \tag{3.75}$$

Donc :

$$1 - a = cos\left(3cos^{-1}\left(\frac{{\sigma_0}^{\mathrm{t}}}{\sqrt{3}\tau_0}\right)\right) \tag{3.76}$$

On en déduit que :

$$a = 1 - cos\left(3cos^{-1}\left(\frac{{\sigma_0}^{\mathrm{t}}}{\sqrt{3}\tau_0}\right)\right) \tag{3.77}$$

En utilisant les contraintes de début de transformation en traction ${\sigma_0}^{\mathrm{t}} = 365$ MPa et en torsion $\sqrt{3}\tau_0 = 397$ MPa déterminées à un offset de $0,2\%$, nous trouvons un coefficient de dissymétrie $a = 0,65$.

En comparant ce facteur avec le facteur de dissymétrie en traction-compression de $0,55$, une différence existe. Elle peut venir d'une faible anisotropie dans le matériau.

Nous utilisons dans le reste de dépouillement une valeur du facteur de dissymétrie $a = 0.6$.

La mesure de la tension au cours de l'essai nous permet d'obtenir les courbes suivantes (Figure 3.35).

Nous réalisons le même post-traitement expliqué précédemment à partir de la tension mesurée pour obtenir l'évolution de la fraction volumique de la martensite. De cette manière, nous obtenons, l'évolution de la fraction volumique de martensite en fonction de la déformation équivalente de transformation (Figure 3.36). Cette variation reste linéaire, malgré que la pente de l'évolution de z soit légèrement inférieure à la pente

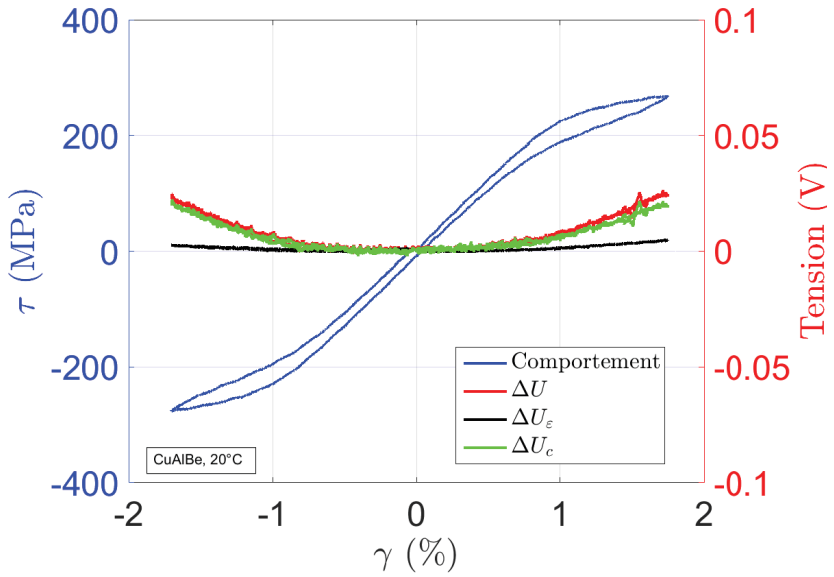


FIGURE 3.35 – Présentation d'un essai de torsion dans le plan (γ, τ)

estimée. Cela peut s'expliquer par l'apparition d'autres variantes de martensite en torsion. En somme, la relation de linéarité entre la déformation de transformation et la fraction volumique de martensite est validée dans cet essai malgré la différence de la pente observée.

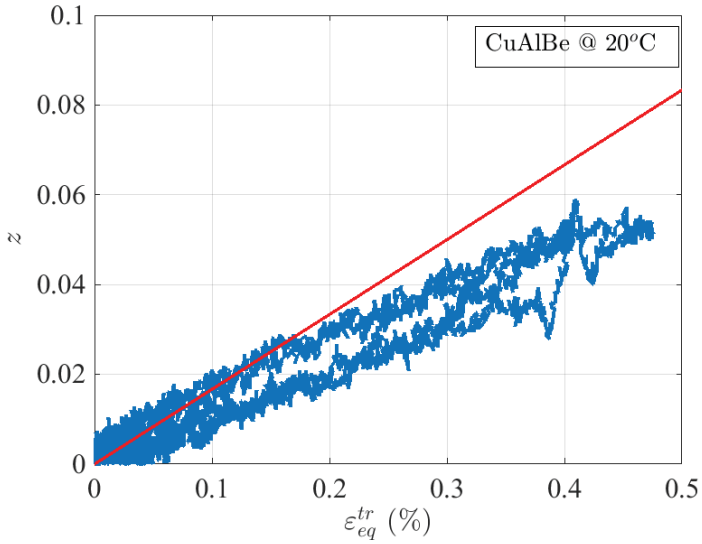


FIGURE 3.36 – Dosage de phase dans un essai de torsion.

Nous avons démontré l'influence de la nature du chargement uniaxial sur la transformation de phase dans notre matériau, pour la traction ou de la torsion un suivi de la transformation est réalisé. L'essai de traction et de traction cyclique montrent une coïncidence entre le comportement superélastique et la transformation de phase. De

même, l'essai de torsion confirme cette observation. Dans ce cas, nous avons réalisé séparément des essais dans deux directions de contraintes différentes. Cela fournit quelques paramètres pour simuler des trajets de chargements simples. Nous avons aussi vérifié la relation de linéarité entre la fraction volumique de martensite et la déformation de transformation équivalente.

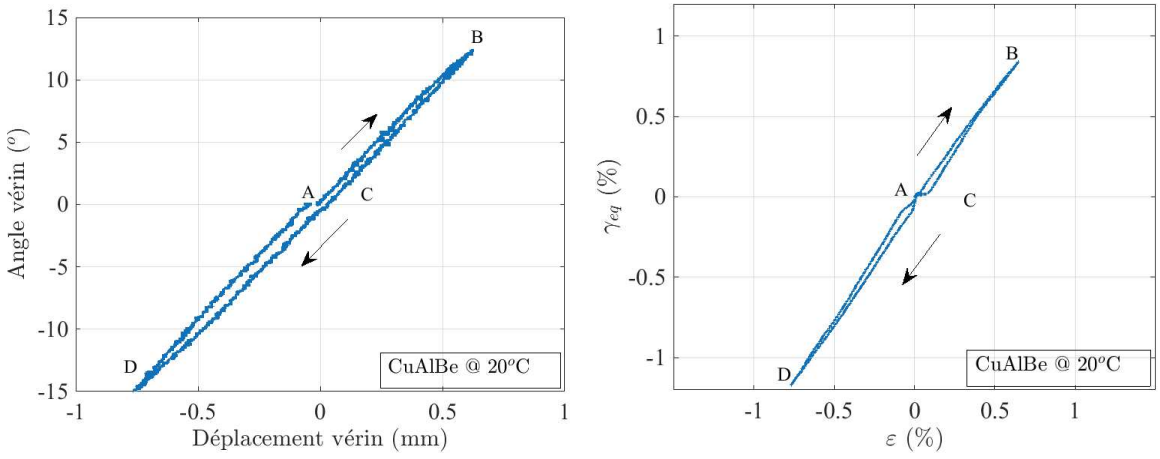
Après réalisation des essais uniaxiaux, nous étudions l'influence du type de chargement multiaxial sur la transformation de phase martensitique. Plus particulièrement, la combinaison des deux types de chargements uniaxiaux précédents. D'abord, dans des chargements proportionnels puis dans des chargements non proportionnels.

3.3.5.5 Essais proportionnels

Nous réalisons des chargements proportionnels en combinant la traction et la torsion pour caractériser leur influence sur le comportement et la transformation de phase arrivant dans le matériau. Nous commençons par un trajet proportionnel simple afin de voir comment est le comportement de la transformation de phase dans le matériau.

3.3.5.5.1 Essai de traction-torsion proportionnel

La vitesse de torsion a été calculée pour avoir la même vitesse dans le plan de contraintes équivalentes. Dans cet essai, nous avons chargé l'éprouvette dans le plan de contraintes équivalentes à 45 %. Nous avons piloté cet essai en déplacement et en angle (Figure 3.37(a)) après les avoir estimés à partir des contraintes de traction et de torsion équivalentes voulues.



(a) Pilotage d'un essai de traction-torsion proportionnel

(b) Réponse en déformation

FIGURE 3.37 – Essai de traction-torsion proportionnel

La figure 3.37(b) présente la réponse de cet essai dans le plan des déformations.

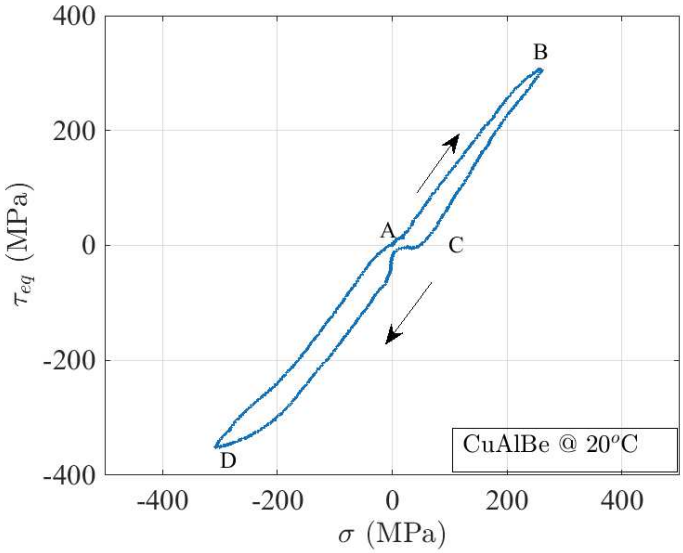


FIGURE 3.38 – Réponse en contrainte d'un essai de traction-torsion proportionnel.

La figure 3.38 illustre la réponse dans de cet essai dans le plan (τ_{eq}, σ)

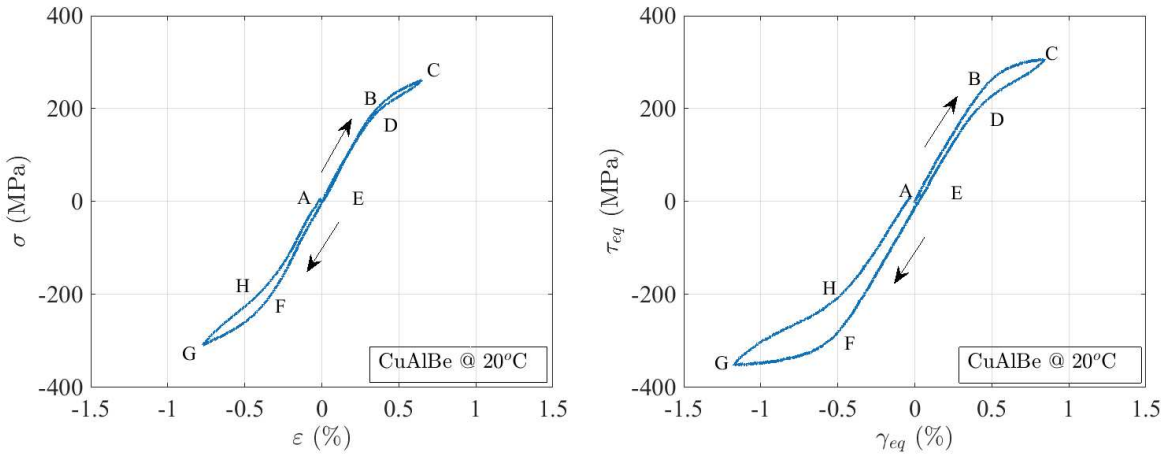
Nous remarquons sur les deux figures 3.39(a) et 3.39(b), dans la première phase de l'essai que le comportement du matériau est élastique dans les deux directions de chargement. Ce comportement caractérise l'élasticité de l'austénite. Un changement de la pente caractérisant le comportement superélastique de notre alliage est le signe d'une transformation de phase qui se produit en traction et en torsion. Lors de la décharge, la transformation inverse se produit dans les deux sens. Arrivant à une contrainte équivalente nulle, le chargement en compression et en torsion dans un sens opposé au premier est opéré. Les mêmes observations relevées dans la première partie du trajet de chargement sont relevées dans ce sens.

Donc, nous concluons que le chargement proportionnel permet d'illustrer une transformation de phase qui se produit en traction-torsion et en compression-torsion.

Dans cet essai de traction-torsion proportionnel, le couplage de la traction et de la torsion crée une transformation de phase dans le matériau.

Nous avons mesuré la tension électrique de l'éprouvette au cours de l'essai. On en déduit la courbe de dosage de phase (Figure 3.40).

Nous mettons en évidence, l'influence du chargement proportionnel sur la transformation de phase dans notre alliage. Nous observons que l'évolution de la transformation de phase en fonction de la déformation équivalente de transformation est globalement linéaire. Cela confirme les résultats déjà obtenus [26]. Alors, nous nous sommes penchés sur la vérification de cette même relation dans d'autres chargements multiaxiaux non proportionnels qui manquent de résultats dans la littérature.



(a) Réponse en déformation et contrainte axiales. (b) Réponse en déformation et contrainte de cisaillement.

FIGURE 3.39 – Réponse dans le plan de déformation-contrainte d'un essai de traction, torsion proportionnel

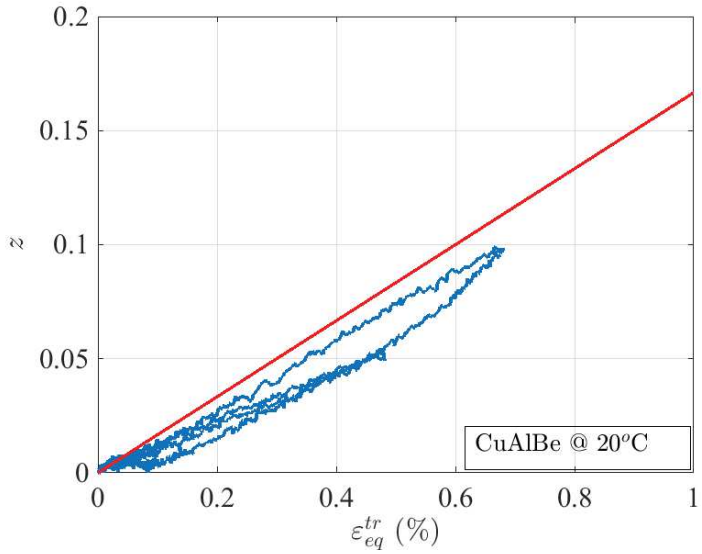


FIGURE 3.40 – Dosage de phase dans un essai de traction torsion proportionnel

3.3.5.6 Essais non proportionnels

La complexité des chargements auxquels sont soumises les pièces mécaniques à base d'AMF oblige d'étudier ce type de chargement non proportionnel. Durant, ce type de chargement, la création de la martensite par une étape de chargement et sa réorientation par une autre étape peuvent se produire. Aussi, la création d'autres variantes de martensite peut avoir lieu. Par conséquent, ce type de chargements reste intéressant à explorer dans la démarche de caractérisation du comportement de notre alliage. Ainsi, des résultats expérimentaux de base seront fournis pour élaborer, vérifier

et valider des modèles numériques dans des chargements avec des changements de direction de chargement. Particulièrement, nous vérifierons la validité de la relation linéaire entre la fraction volumique de martensite et la déformation de transformation équivalente dans des chargements non proportionnels.

À l'exception des essais carrés, la mesure de la déformation dans les essais non proportionnels est réalisée par le système de stéréo corrélation d'images GOM.

3.3.5.6.1 Essais triangle (Traction → Traction-Torsion → Torsion)

Nous avons réalisé plusieurs trajets de chargement non proportionnel dans le plan (σ, τ_{eq}) illustrés sur la figure 3.41. Les niveaux de contraintes équivalentes programmés sont : 250 MPa, 375 MPa et 400 MPa.

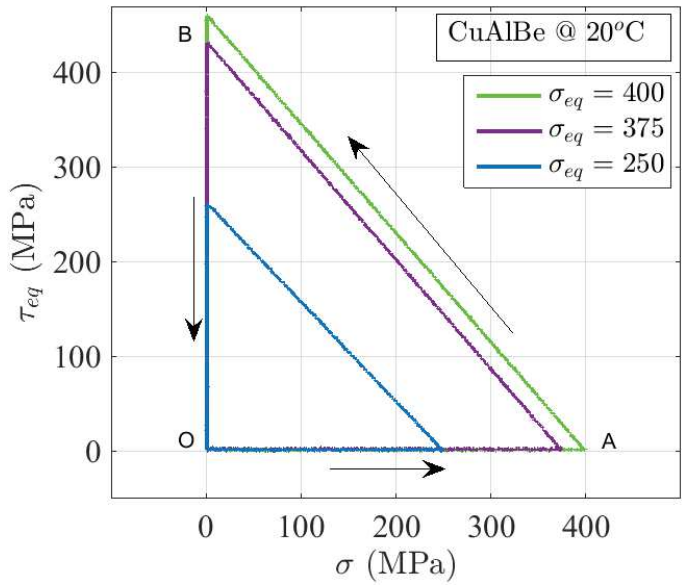


FIGURE 3.41 – Trajet de chargement dans le plan(σ, τ_{eq}).

Ainsi, la courbe de la figure 3.42 présente la réponse de ces essais dans le plan des déformations (ε, γ_{eq}).

Nous présentons en détail l'essai réalisé à une contrainte 400 MPa (Figure 3.43). Au départ, une contrainte de traction de 400 MPa est appliquée sur l'éprouvette à une vitesse de $0,1$ kN.s^{-}1 tout en gardant un couple nul en torsion. Arrivant à cette contrainte maximale (Point A, Figure 3.43), l'éprouvette est chargée en torsion tout en déchargeant la traction. À la fin de cette phase (Point B, Figure 3.43), la contrainte de traction est nulle, tandis que la contrainte en torsion est maximale. Par la suite, nous déchargeons la torsion tout en gardant la contrainte axiale nulle pour atteindre une contrainte nulle en torsion.

La réponse du matériau dans le plan des déformations est présentée sur la figure 3.44.

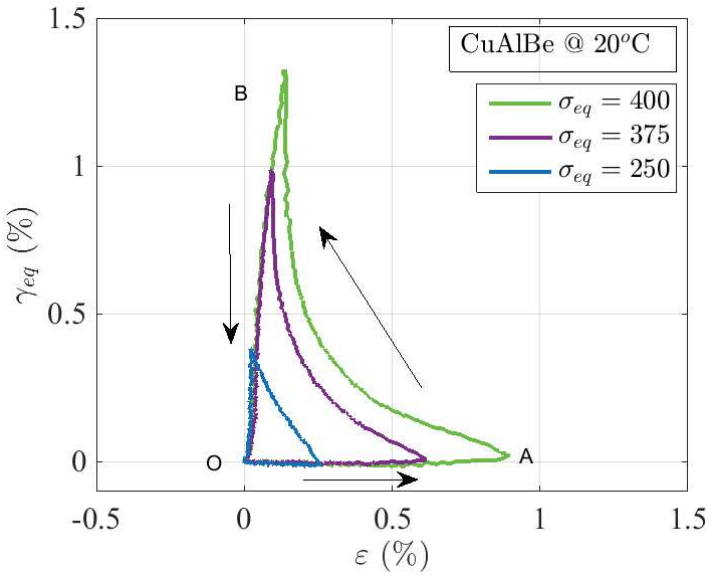


FIGURE 3.42 – Évolution des déformations pour un essai triangulaire (ε, γ_{eq}).

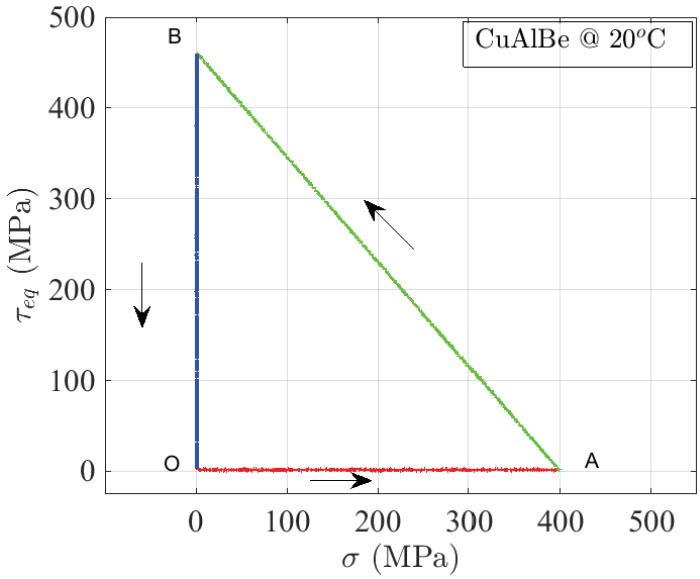


FIGURE 3.43 – Trajet de chargement.

La réponse dans le plan (ε, σ) est donnée dans la figure 3.45. Durant la charge en traction, le comportement élastique du matériau est relatif à la déformation élastique de l'austénite (Figure 3.45). Juste après, nous observons, le début de changement de pente relatif à la transformation de phase directe de l'austénite en martensitique. De même, lorsque le chargement en torsion et la décharge en traction commencent, nous observons que la transformation inverse de la martensite en austénite commence dans la courbe de traction et que le matériau récupère sa pente élastique relative à l'austénite. Cela ne dure pas longtemps, vu que le matériau commence à se transformer en torsion avec un

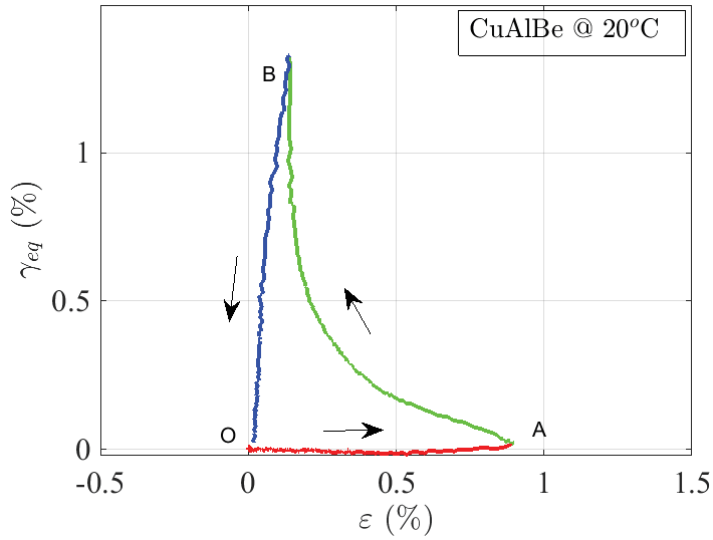


FIGURE 3.44 – Réponse dans le plan des déformations.

changement de la pente élastique comme le montre la figure 3.46. À la fin de la décharge en traction et la charge en torsion, une déformation résiduelle est observée en traction qui est relative à la martensite formée en torsion. La décharge de la torsion permet de récupérer cette déformation résiduelle. Ainsi, le matériau illustre un comportement superélastique dans la globalité de ce trajet de chargement.

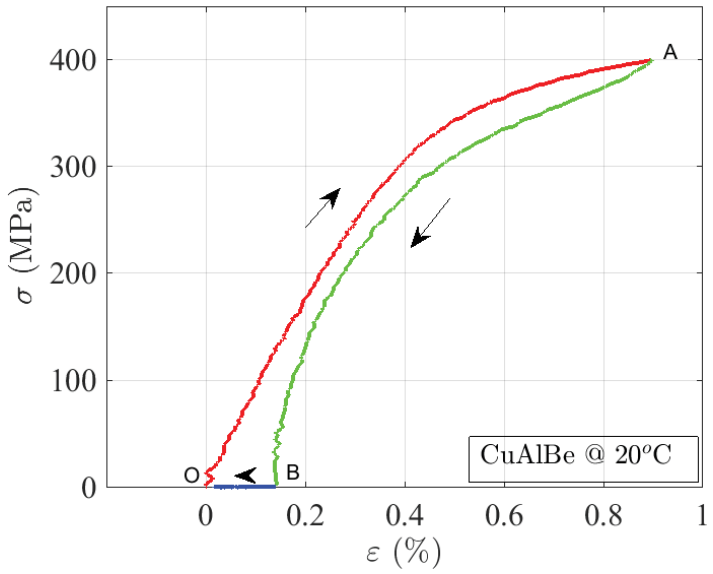


FIGURE 3.45 – Réponse en déformation et contrainte axiales.

La mesure de la tension électrique permet d'avoir une courbe de tension brute notée ΔU, d'une tension relative à la déformation axiale notée ΔU_ε et d'une tension corrigée notée ΔU_c relative à la transformation de phase (Figure 3.47).

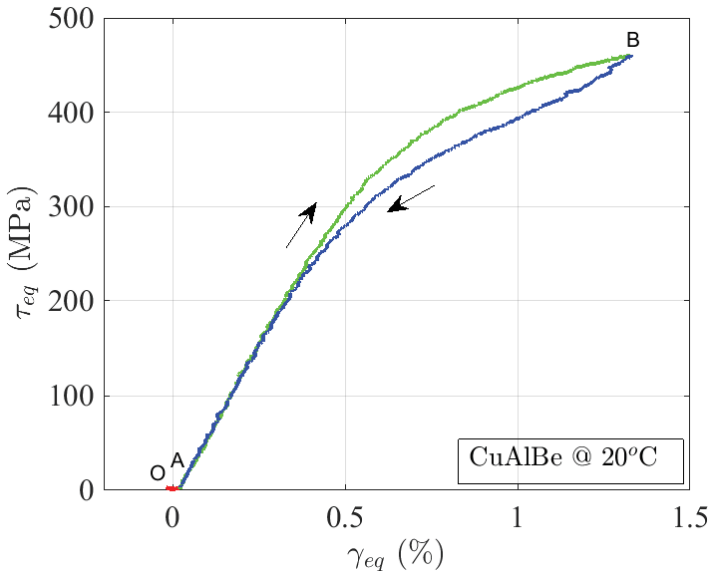


FIGURE 3.46 – Réponse en déformation et contrainte de cisaillement.

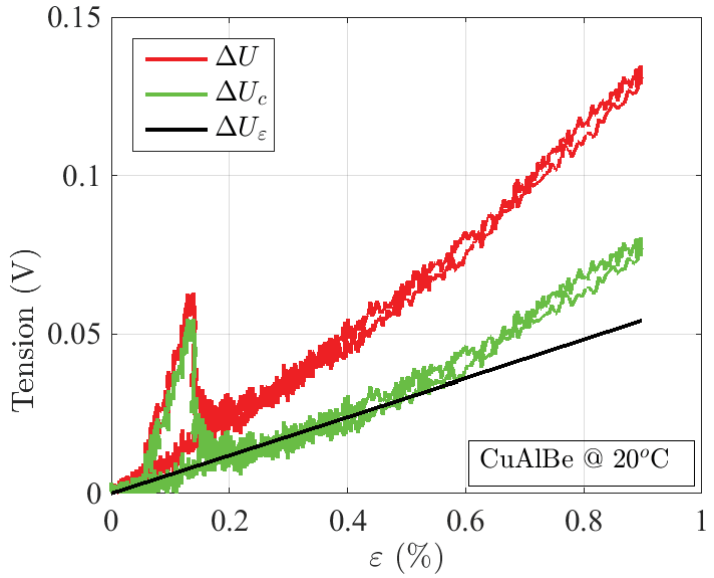


FIGURE 3.47 – Évolution de la tension.

À partir de cette mesure de tension électrique et à partir du calcul de la déformation de transformation équivalente, nous obtenons, la courbe de dosage de phase (Figure 3.48). Sur cette courbe, l'évolution de la transformation de phase reste linéaire par rapport à la déformation de transformation équivalente. Toutefois, un écart par rapport à la pente repère est peut-être dû à une sous-estimation de la tension finale. L'allure pendant le chargement en traction et lors de la décharge en traction, charge en torsion est la même, sauf qu'au début de la déformation en torsion, la pente de cette dernière change. Cela est peut-être dû à la réorientation de martensite ou à la création d'autres variantes de

martensite différentes de celles créées en traction.

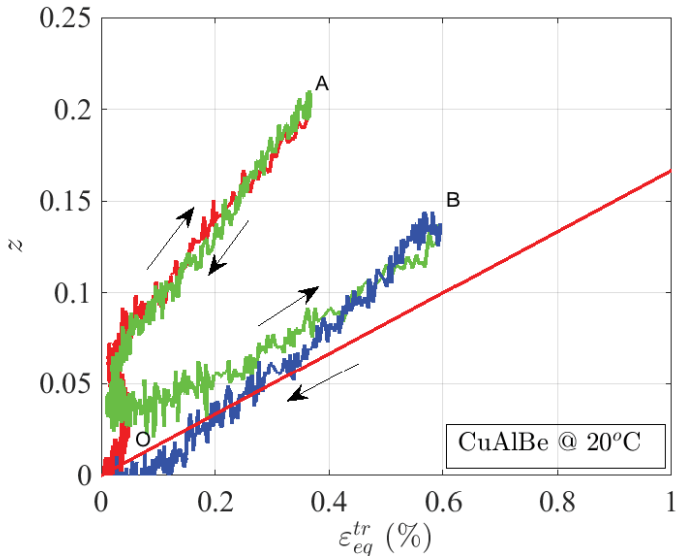


FIGURE 3.48 – Dosage de phase pour un essai triangle

En conclusion, nous montrons dans ce trajet de chargement que l'évolution de la fraction volumique de martensite que ça soit en traction ou en torsion reste linéaire en fonction de la déformation de transformation équivalente. Cela confirme les résultats obtenus précédemment dans les essais uniaxiaux et dans les essais proportionnels que nous avons déjà réalisés.

Après post-traitement des résultats des différents trajets de chargement triangulaires non proportionnels commençant par la traction, nous obtenons la courbe de dosage de phase (Figure 3.49).

Nous avons montré, pour ce type de trajet de chargement non proportionnel que la relation de linéarité entre la fraction volumique de martensite et la déformation de transformation équivalente est vérifiée. Ainsi, nous changeons le type de trajet de chargement pour démontrer la validité de cette même relation.

3.3.5.6.2 Essais triangles (Traction-Torsion → Torsion → Traction)

Nous avons réalisé différents trajets de chargement de ce type, avec différents niveaux de contraintes. La figure 3.50 illustre un résumé des chargements appliqués dans le plan (σ, τ_{eq}).

Nous obtenons les réponses de ces trajets de chargement en déformation sur la figure 3.51.

Le dosage de phase réalisé dans ces essais est présenté dans la figure 3.52. Nous observons, en majorité que l'évolution de la fraction volumique de martensite est linéaire en fonction de la déformation de transformation. Pour le chargement à 250 MPa, la

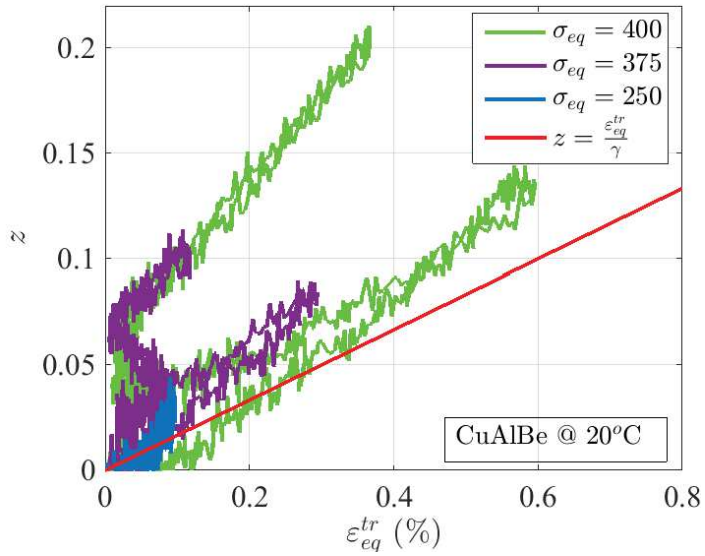


FIGURE 3.49 – Évolution de la fraction volumique de martensite pour des chargements non proportionnels.

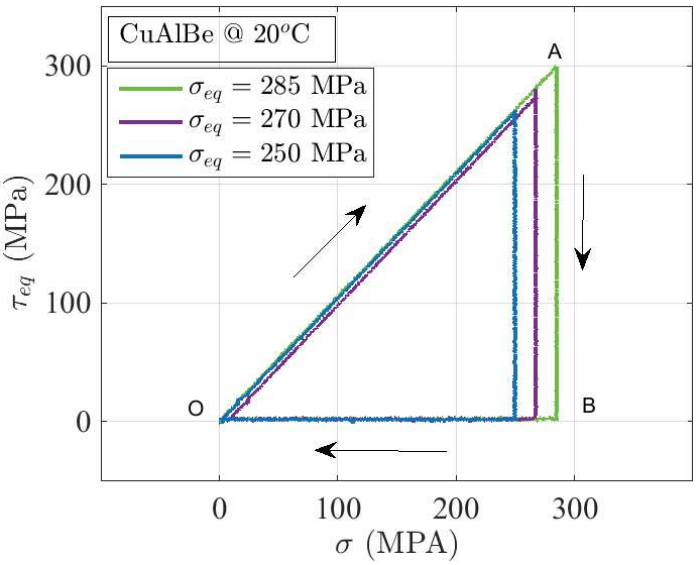


FIGURE 3.50 – Pilotage des essais triangle débutant par la traction-torsion.

transformation de phase est très faible pour être correctement identifiée par notre technique.

Nous présentons en détail le cas de chargement à 285 MPa où nous avons eu le taux de transformation de phase le plus important (Figure 3.53).

La courbe de la figure 3.54 présente la réponse obtenue en déformation.

Durant la charge proportionnelle, la déformation axiale et celle de cisaillement augmentent proportionnellement (Figure 3.54). Lors de la décharge en torsion, la déformation de cisaillement diminue ainsi que la petite partie de déformation axiale due

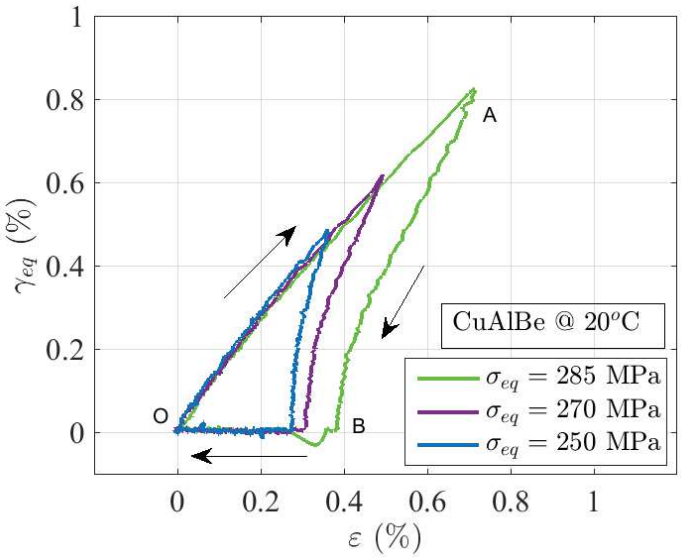


FIGURE 3.51 – Réponse en déformation des essais triangle débutant par la traction-torsion.

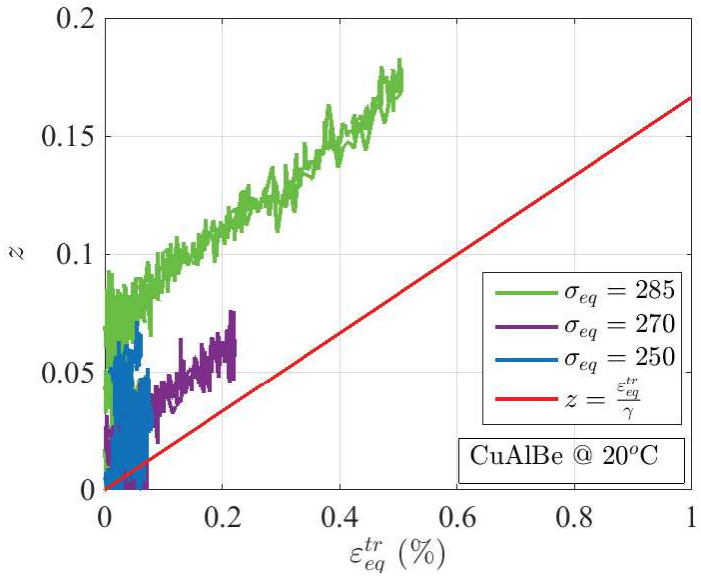


FIGURE 3.52 – Réponse en déformation des essais triangle débutant par la traction-torsion.

à la déformation de cisaillement. Lors de la décharge en contrainte axiale, la déformation axiale diminue avec la contrainte.

Nous présentons cet essai dans le plan (ε, σ) sur la figure 3.55 et dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}) sur la figure 3.56.

Nous observons une pente élastique relative au comportement élastique de l'austénite en chargeant l'éprouvette en traction-torsion sur les deux courbes des figures 3.55 et 3.56. La variation de la pente du comportement coïncide avec une transformation de phase

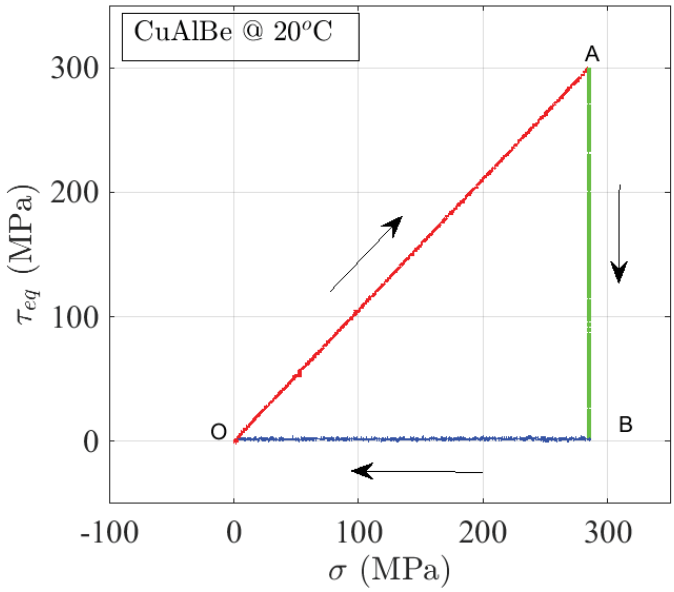


FIGURE 3.53 – Chargement triangulaire dans le plan équivalent AMF(σ, τ_{eq}).

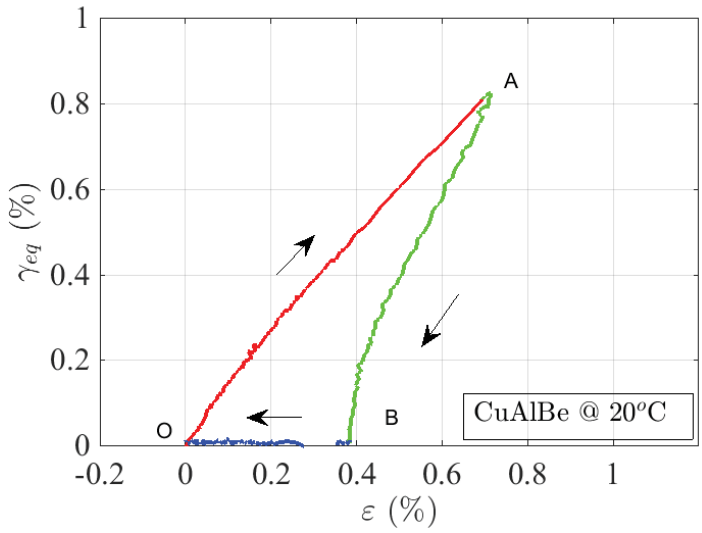


FIGURE 3.54 – Réponse en déformation dans le plan (ε, γ_{eq}).

directe qui a lieu dans les deux directions de chargement. Cette transformation s'inverse lors de la deuxième partie du trajet de chargement jusqu'au point où la contrainte de torsion devient nulle. Par la suite, la décharge de traction permet d'atteindre une déformation nulle.

La correction de la tension mesurée en fonction de la déformation est présentée sur la figure 3.57.

Le dosage de phase de cet essai est présenté sur la figure 3.58. On note que la relation de linéarité entre la déformation de transformation et la fraction volumique de

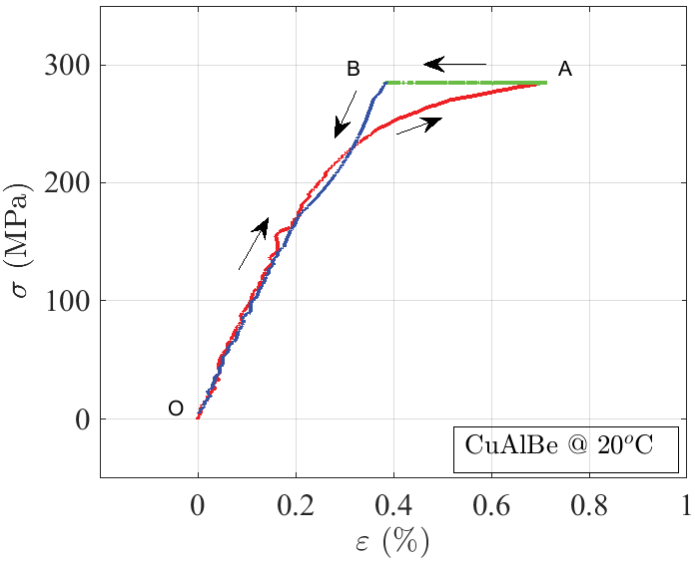


FIGURE 3.55 – Réponse du matériau dans le plan (ε, σ).

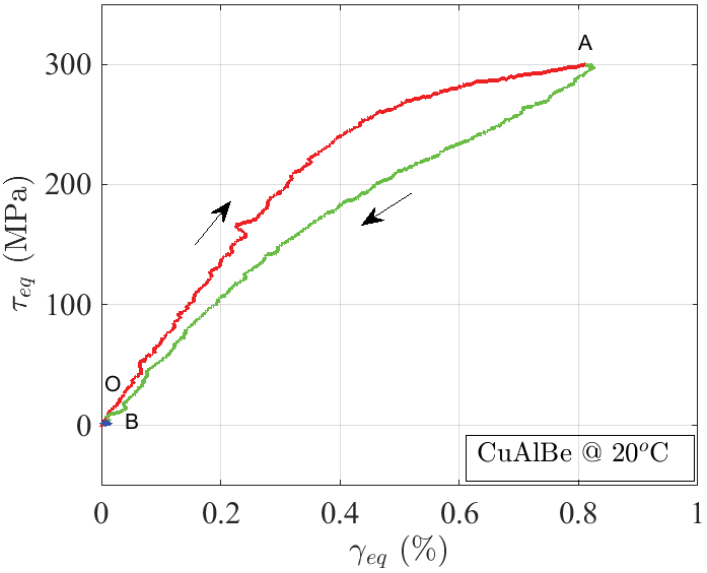


FIGURE 3.56 – Réponse du matériau dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}).

martensite dans ce type de trajet de chargement non proportionnel est vérifiée.

3.3.5.6.3 Essai triangle (Traction-Torsion → Traction → Torsion)

Nous résumons les essais réalisés dans la figure 3.59.

Nous obtenons la réponse en déformation illustrée sur la figure 3.60.

Le dosage de phase de ces essais est sur la figure 3.61.

Malgré le petit écart noté à 0 % de déformation de transformation équivalente et qui peut venir des paramètres de calcul de cette déformation, l'évolution de la fraction

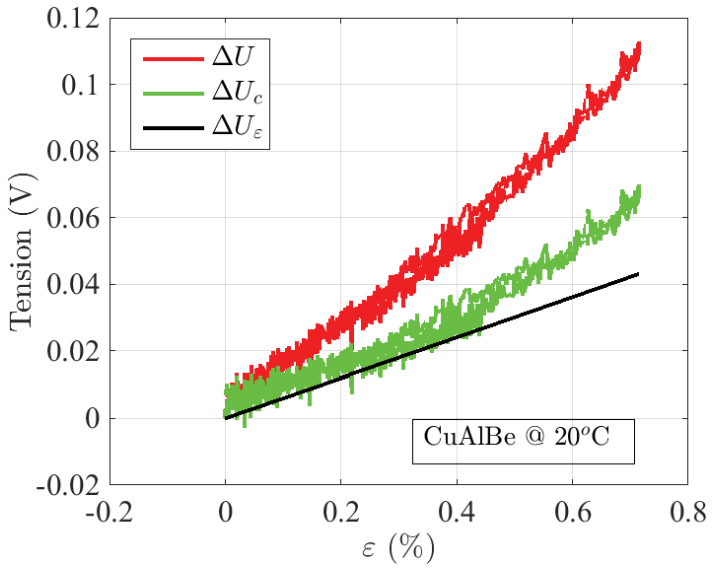


FIGURE 3.57 – Variation de la tension en fonction de la déformation.

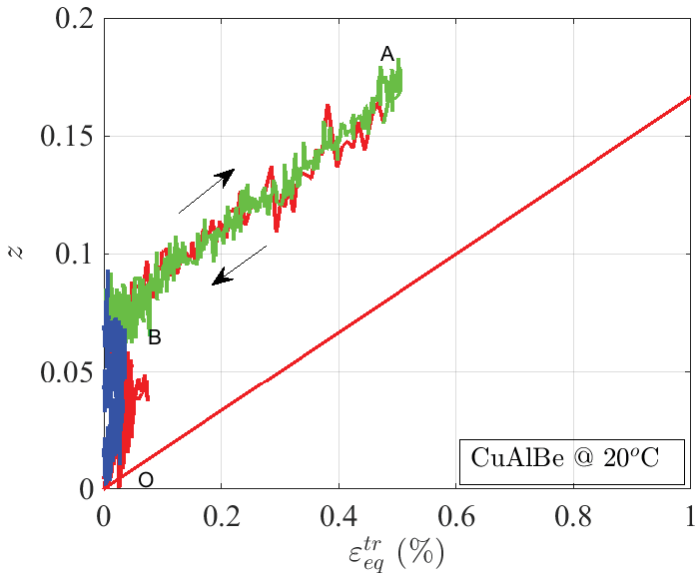


FIGURE 3.58 – Dosage de phase des essais triangle débutant par la traction-torsion.

volumique est linéaire en fonction de la déformation de transformation.

Nous présentons les résultats détaillés concernant l'essai réalisé à une contrainte de 300 MPa. Le trajet de chargement programmé dans cet essai est présenté sur la figure 3.62.

La réponse du matériau dans le plan des déformations (ε, γ_{eq}) est donnée dans la figure 3.63.

Nous représentons aussi, les réponses dans le plan (ε, σ) ainsi que la réponse dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}) respectivement sur les figures 3.64 et 3.65.

Nous remarquons sur les deux courbes des figures 3.64 et 3.65 un effet de superélasticité.

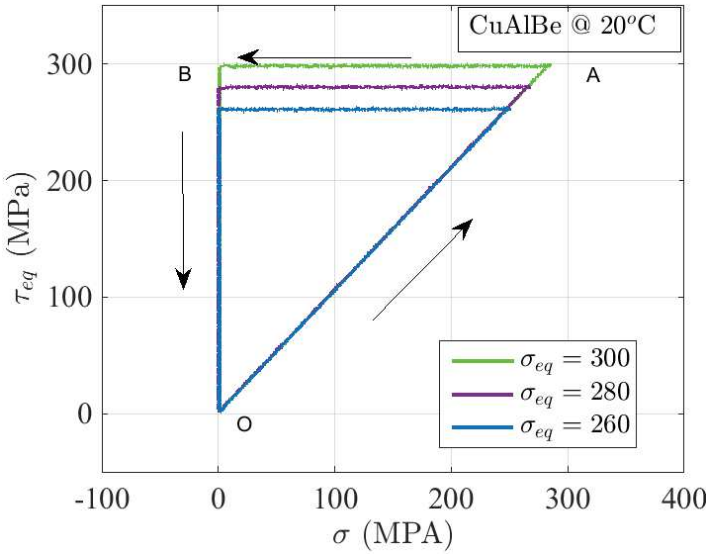


FIGURE 3.59 – Pilotage des essais triangle débutant par la traction-torsion.

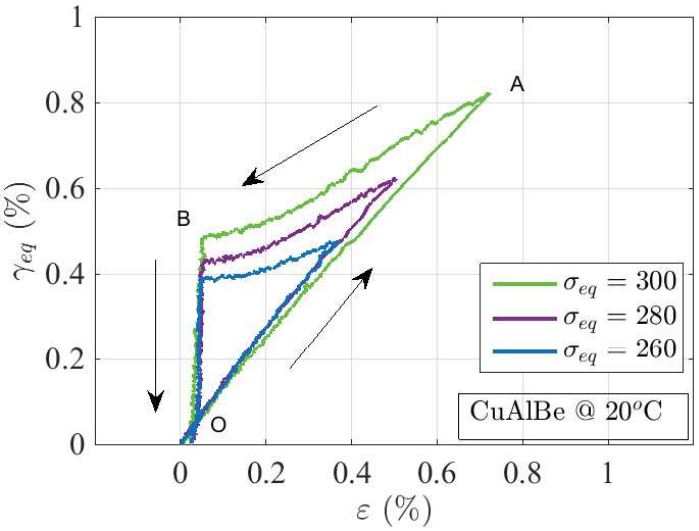


FIGURE 3.60 – Réponse en déformation des essais triangle débutant par la traction-torsion.

Il est caractérisé par l'inflexion du comportement du matériau, juste après la pente élastique de la phase austénitique, dans les deux directions de chargement. En effet lors de la phase de traction-torsion, de la martensite est créée dans notre éprouvette. Durant la décharge en traction, la transformation inverse est activée. La décharge finale (B-O) correspondant à la fin de l'essai, aucune déformation résiduelle ne subsiste.

Le dosage de phase obtenu dans cet essai est présenté sur la figure 3.66.

Nous observons que pendant la phase de traction torsion, le taux de la martensite évolue linéairement en fonction de la déformation de transformation (Figure 3.66).

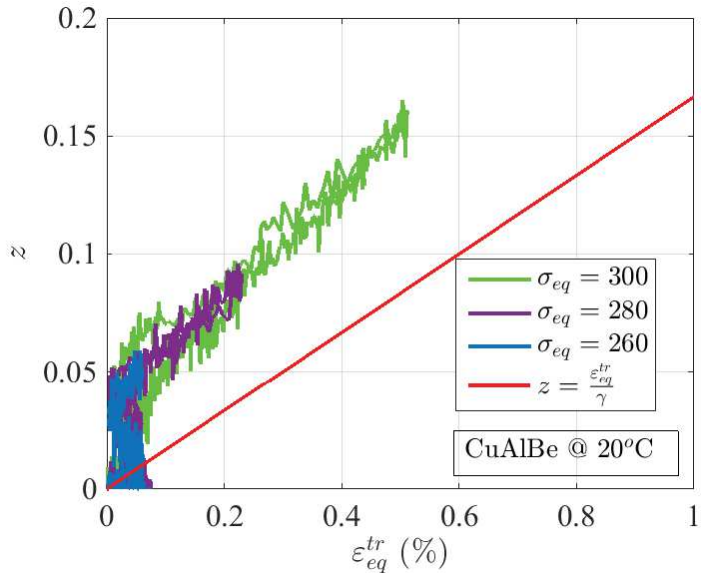


FIGURE 3.61 – Dosage de phase des essais triangle débutant par la traction-torsion.

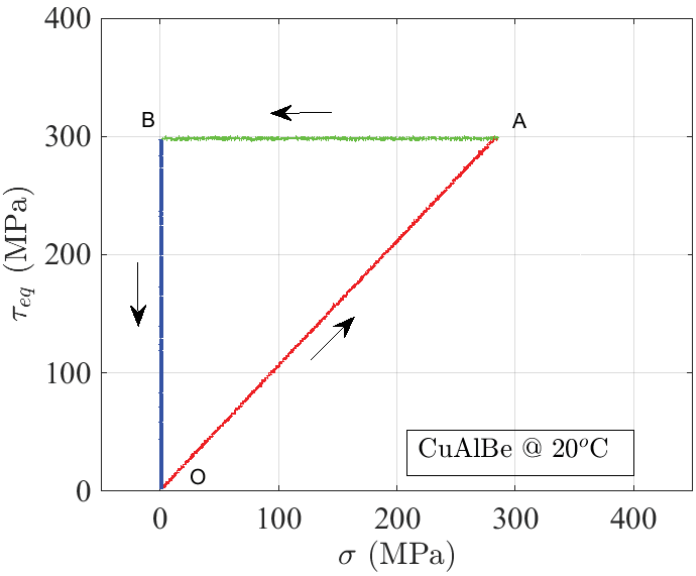


FIGURE 3.62 – Pilotage d'un essai triangulaire dans le plan (σ, τ_{eq})

Aussi, lors de la décharge de la traction, la transformation inverse baisse le taux de la martensite d'une manière linéaire aussi. Un faible taux de transformation de phase est généré par la torsion dans cet essai. Nous concluons de cet essai que la linéarité est aussi validée pour cet essai.

3.3.5.6.4 Essai carré.

Cet essai a été piloté en déplacement et en angle du vérin. Nous avons estimé les déplacements et les angles équivalents aux contraintes de torsion et de traction

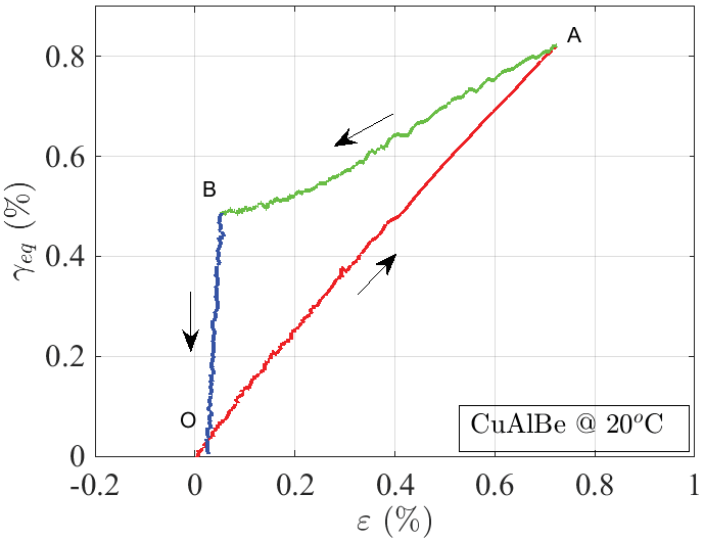


FIGURE 3.63 – Réponse dans le plan (ε, γ_{eq}) d'un essai triangle.

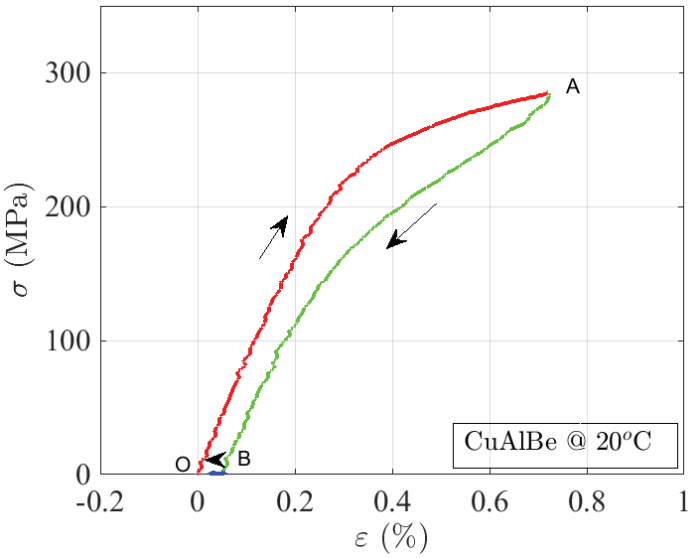


FIGURE 3.64 – Réponse dans le plan (ε, σ)

équivalentes pour illustrer l'effet de la nature de ce type chargement non proportionnel sur la transformation de phase.

La figure 3.67 illustre le trajet de chargement programmé.

La réponse dans le plan (ε, γ_{eq}) est présentée sur la figure 3.68.

La réponse de ce chargement en contrainte est présentée dans la figure 3.69.

L'évolution des contraintes de traction et de cisaillement en fonction de leurs déformations sont respectivement présentées sur les figures 3.70 et 3.71.

Nous remarquons que dans la globalité du chargement (Figure 3.72), l'évolution de la transformation de phase est linéaire en fonction de la déformation de transformation.

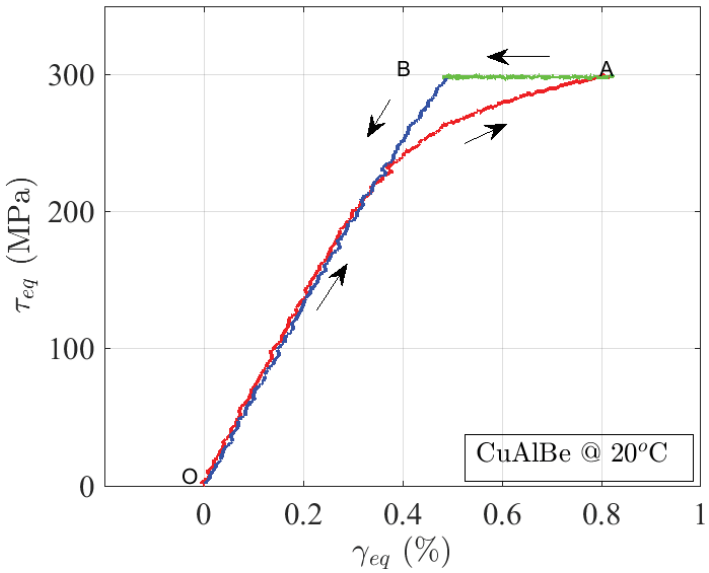


FIGURE 3.65 – Réponse dans le plan(γ_{eq}, τ_{eq})

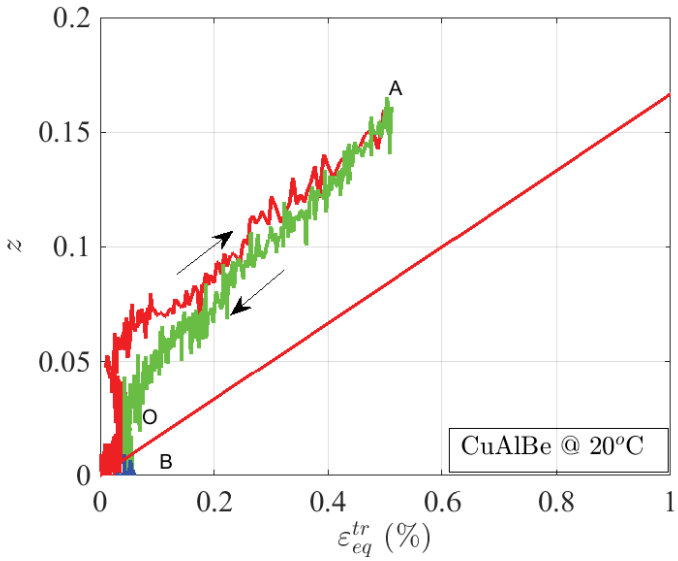


FIGURE 3.66 – Dosage de phase des essais triangle débutant par la traction-torsion.

Le léger écart observé par rapport à la fraction volumique suivant la loi $z = \frac{\varepsilon^{tr}}{\gamma}$ durant la phase de torsion est peut-être dû aux paramètres de dépouillement utilisés pour le calcul de la déformation de transformation équivalente.

3.3.5.6.5 Essai carré positif

Cet essai carré non proportionnel est piloté en contrainte et dont le trajet est présenté sur la figure 3.73.

La réponse de cet essai en déformation est présentée sur la figure 3.74.

Nous remarquons un début de la transformation de phase en traction. Durant, le

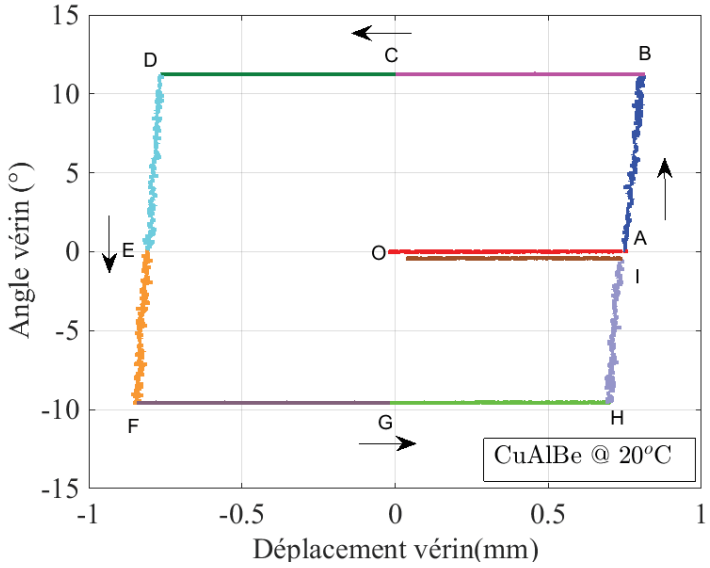


FIGURE 3.67 – Commande du vérin pour un essai carré.

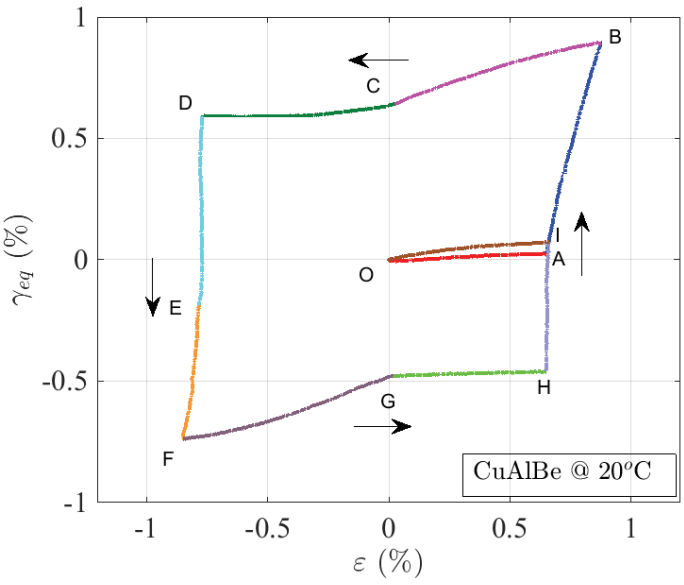


FIGURE 3.68 – Déformation dans le plan (ε, γ).

maintien d'un niveau de contrainte constant, une déformation axiale de l'éprouvette est produite. Cela se voit clairement sur la courbe de déformation (Figure 3.74). Avec l'augmentation de la déformation en torsion, la déformation axiale augmente. Cela est dû au début de la transformation de phase qui démarre lors de la fin de la traction.

Les figures 3.75 et 3.76 illustrent respectivement les réponses de cet essai dans les plans (ε, σ) et (γ_{eq}, τ_{eq}).

L'évolution de la tension mesurée et la tension corrigée est présentée sur la figure 3.77.

Nous montrons dans cet essai (Figure 3.78), dont la déformation de transformation

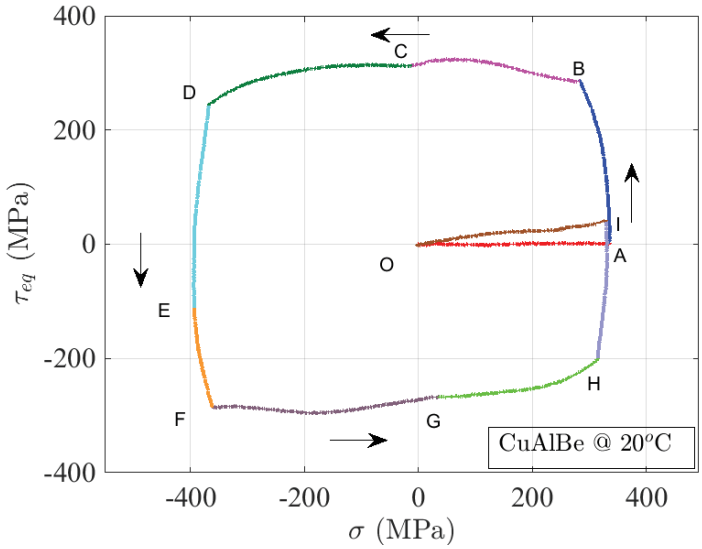


FIGURE 3.69 – Réponse dans le plan (ε, σ) d'un essai non proportionnel.

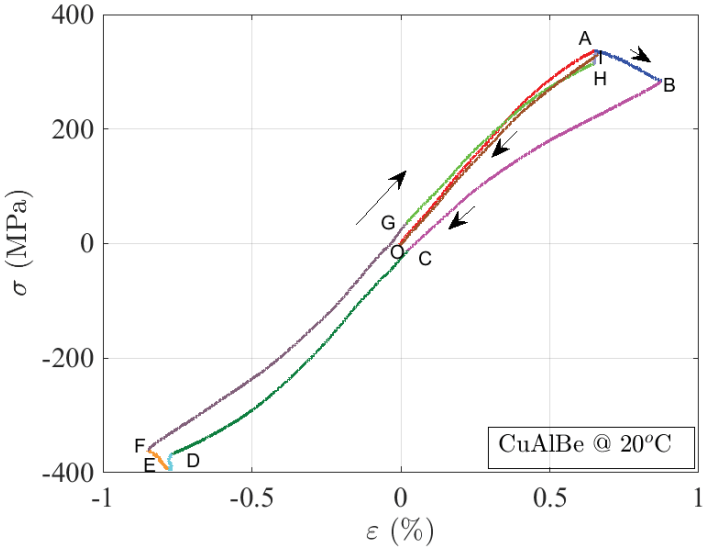


FIGURE 3.70 – Réponse dans le plan (ε, σ).

équivalente ainsi que la fraction volumique de martensite sont très importantes, que la relation de linéarité est respectée à un écart près. Celui-ci est dû au choix de coefficient de dissymétrie ainsi que des modules de Young et de cisaillement utilisés pour le calcul de la déformation de transformation équivalente.

3.3.5.6.6 Essai elliptique

Nous réalisons un trajet de chargement ayant la forme présentée sur la figure 3.79. Nous avons limité la contrainte en compression pour éviter un flambement de l'éprouvette durant la phase de compression-torsion de l'essai.

La courbe de la figure 3.80 présente la réponse obtenue en déformation.

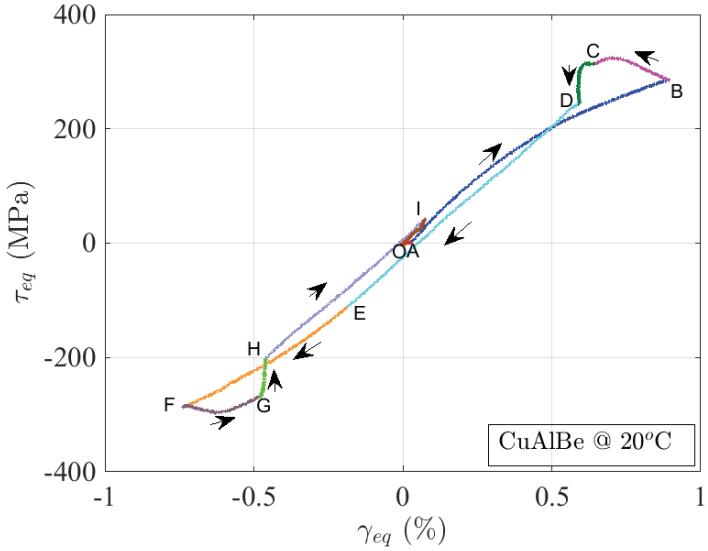


FIGURE 3.71 – Réponse dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}).

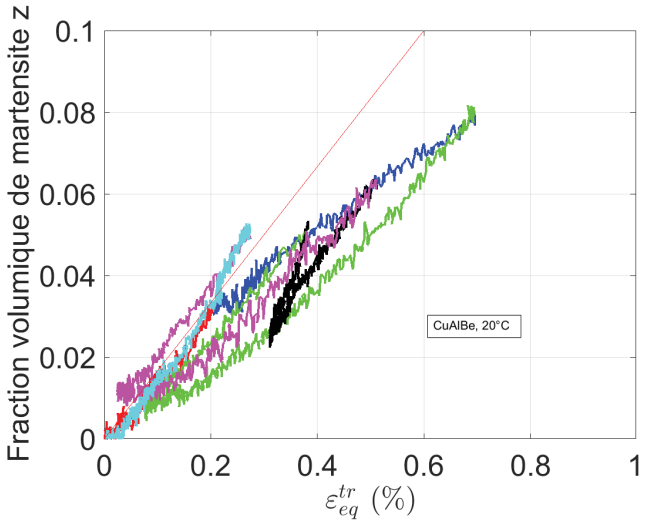


FIGURE 3.72 – Dosage de phase lors d'un chargement non proportionnel.

Nous présentons cet essai dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}) (Figure 3.82) et dans le plan (ε, σ) (Figure 3.81).

La correction de la tension mesurée en fonction de la déformation est présentée sur la figure 3.83.

Dans cet essai (Figure 3.84), l'évolution de la fraction volumique de martensite reste linéaire durant la phase de traction. Cette déformation est inversée pendant la décharge en traction et puis reprend lorsque la déformation en torsion devient plus importante. Lors de la compression, la transformation inverse continue et une transformation directe s'opère lorsque la contrainte équivalente dépasse la limite de transformation. Lors de la recharge en traction et en torsion, la transformation directe reprend. Lors de la décharge

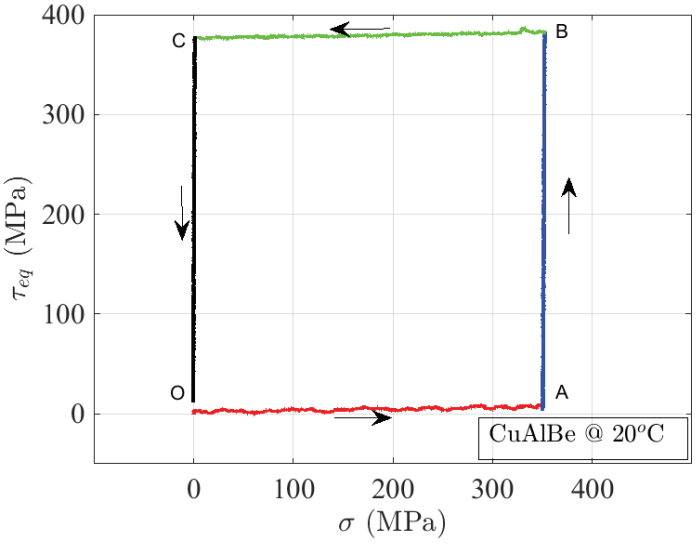


FIGURE 3.73 – Essai carré non proportionnel sur une éprouvette en CuAlBe à température ambiante.

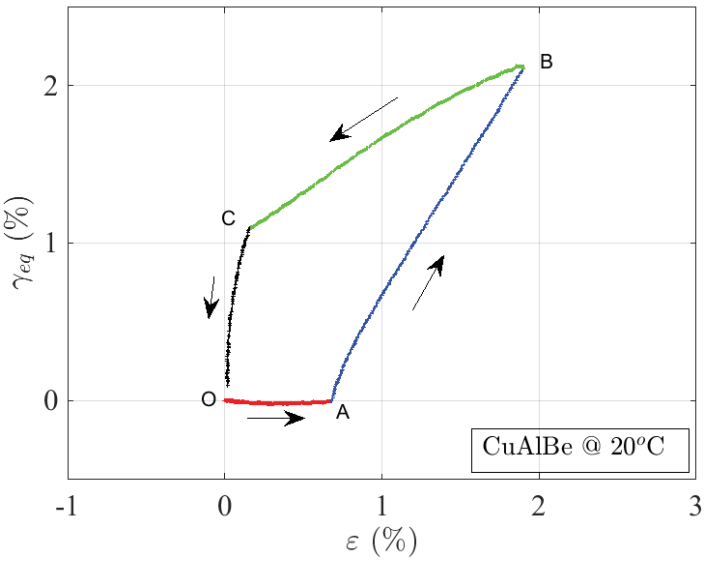


FIGURE 3.74 – Comportement du matériau dans le plan (ε, γ_{eq})

de la traction, la transformation inverse s'opère.

La complexité de ce type de chargement causant de la transformation de phase et de la réorientation de la martensite ne nous a pas permis de conclure concernant la linéarité de la fraction volumique z et la déformation de transformation équivalente ε_{eq}^{tr}.

En somme, les résultats obtenus lors des essais réalisés dans cette section restent en concordance avec les résultats obtenus pour des trajets de chargements proportionnels [94].

D'une part, nos résultats pour des trajets de chargements proportionnels concernant

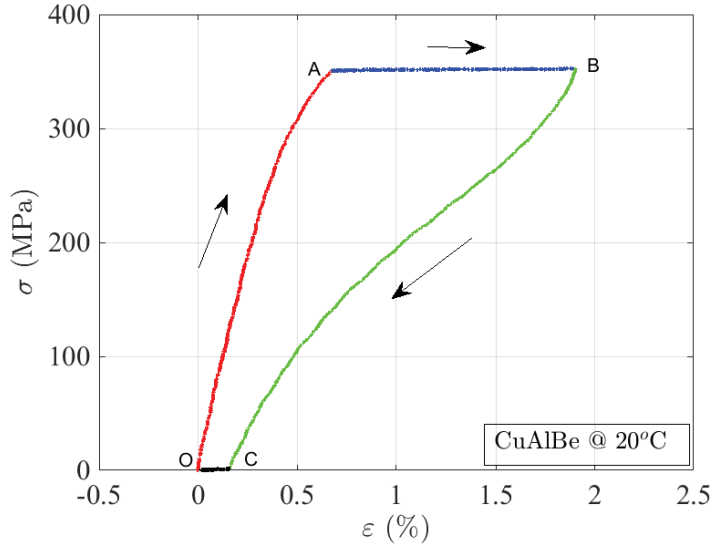


FIGURE 3.75 – Comportement du matériau dans le plan (ε, σ).

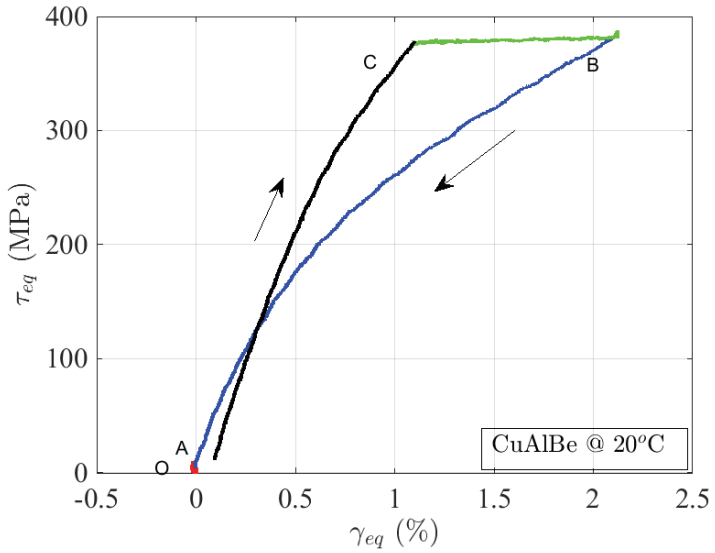


FIGURE 3.76 – Comportement du matériau dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq})

la variation de z répondent à la loi de linéarité citée ci-dessus. D'autre part, dans la totalité des essais non proportionnels, l'écart observé entre les résultats expérimentaux et la réponse linéaire théorique concernant la fraction volumique de martensite z et la déformation de transformation équivalente ε_{eq}^{tr} reste faible. Cet écart peut être dû à la méthode d'identification des paramètres matériaux nécessaires au calcul de la déformation de transformation équivalente tels que les modules de Young et de cisaillement. Il peut être aussi dû à l'estimation de la tension finale relative à la transformation martensitique totale. Néanmoins, cet écart nous n' empêche pas de conclure que la relation de linéarité entre la fraction volumique de martensite et la

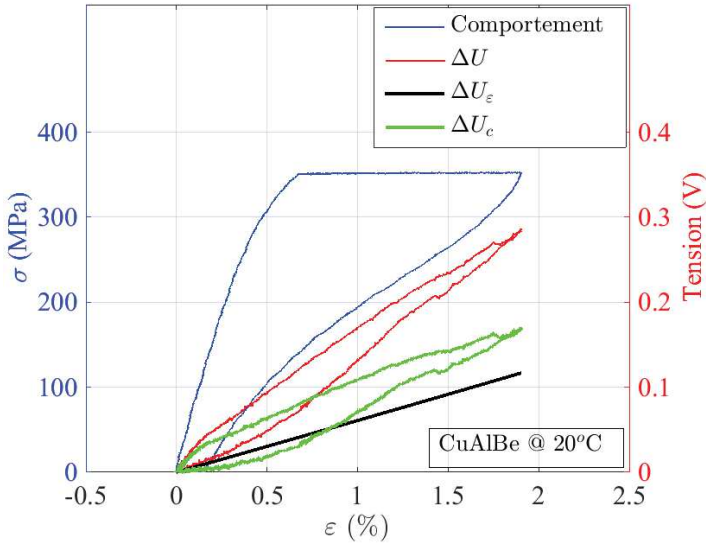


FIGURE 3.77 – Évolution de la tension électrique et de la contrainte en fonction de la déformation au cours d'un essai non proportionnel.

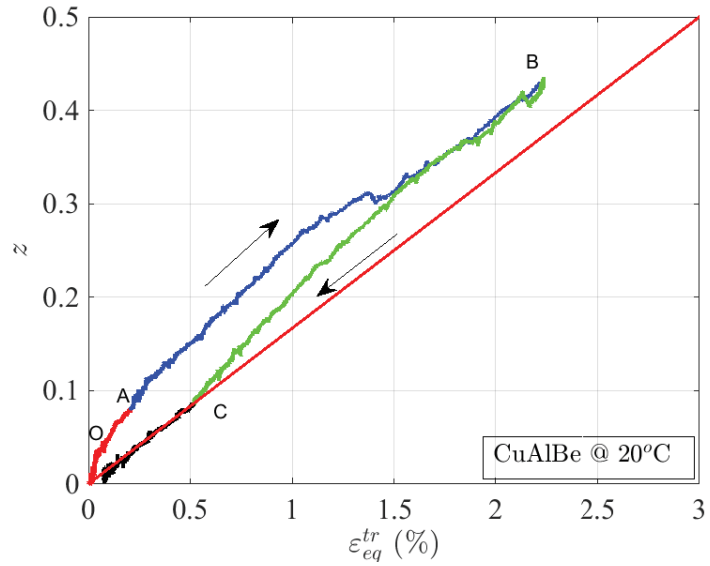


FIGURE 3.78 – Évolution de la fraction volumique de la martensite au cours d'un essai non proportionnel carrée.

déformation de transformation équivalente est validée dans le cas de chargements proportionnels et non proportionnels.

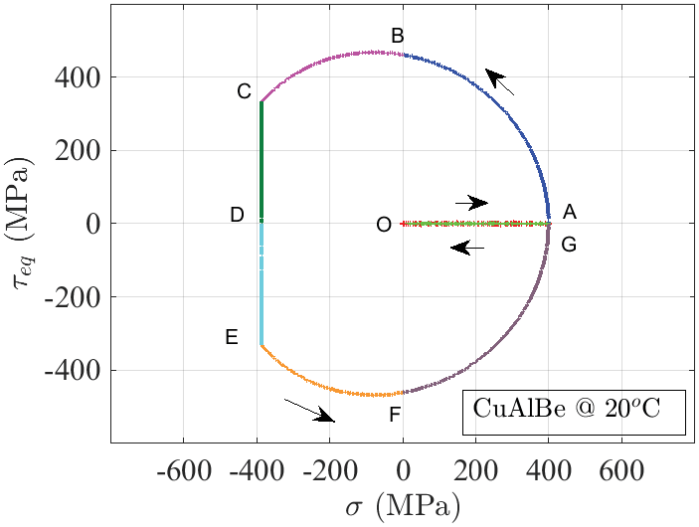


FIGURE 3.79 – Réponse en contrainte dans le plan (σ, τ_{eq}).

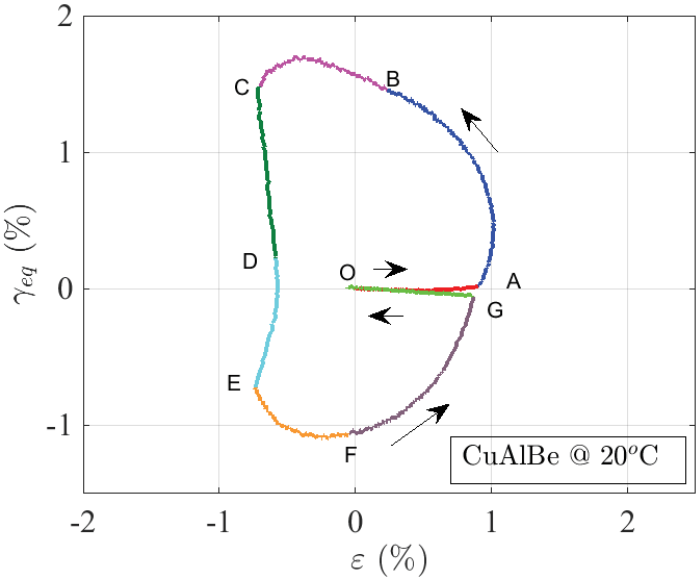


FIGURE 3.80 – Réponse en déformation dans le plan (ε, γ_{eq}).

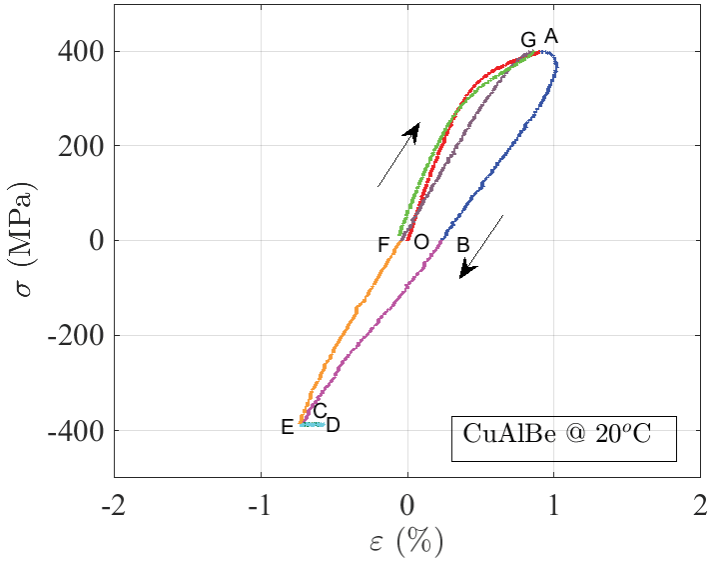


FIGURE 3.81 – Réponse du matériau dans le plan (ε, σ).

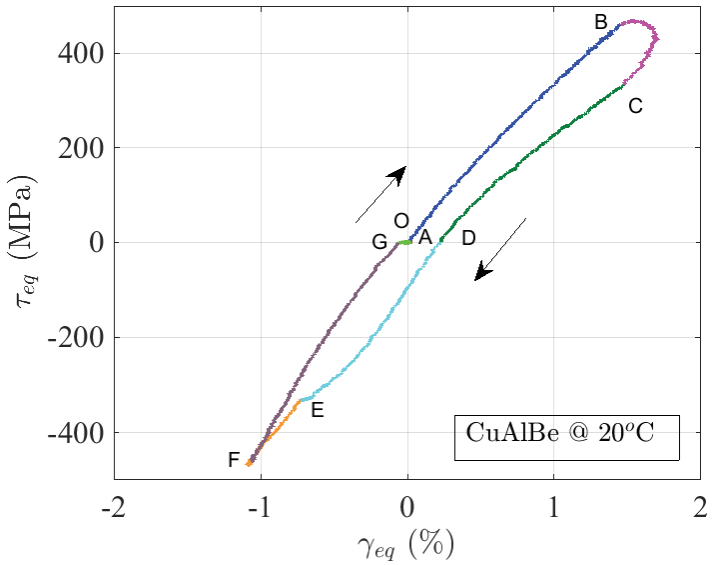


FIGURE 3.82 – Réponse du matériau dans le plan (γ_{eq}, τ_{eq}).

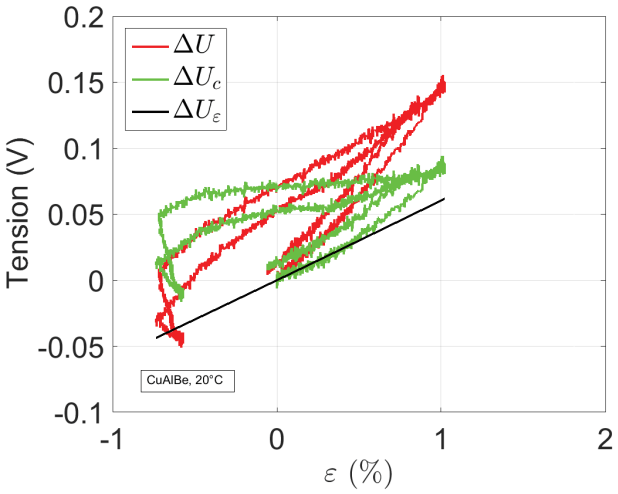


FIGURE 3.83 – Variation de la tension en fonction de la déformation.

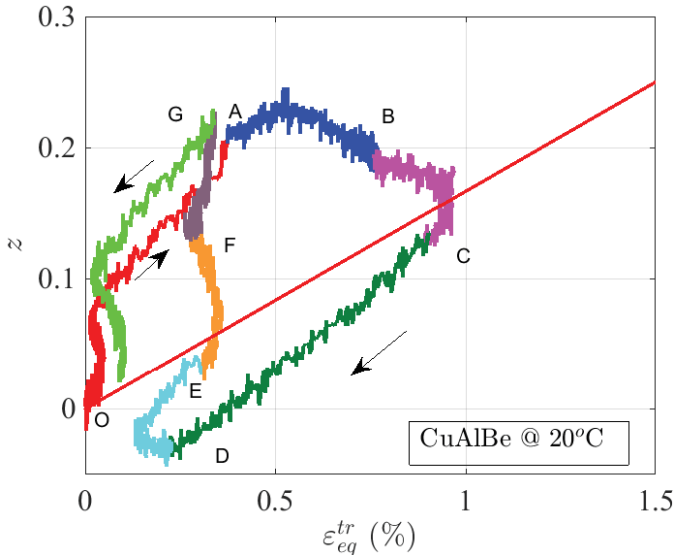


FIGURE 3.84 – Évolution de la fraction volumique de martensite pour un essai non proportionnel.

3.4 Conclusion.

Dans ce chapitre, nous avons présenté, dans un premier temps, des résultats originaux de dosage de phase réalisé dans le cas de chargements uniaxiaux anisothermes sur des éprouvettes filaires à base d'un AMF de CuAlBe. Plus particulièrement, un dosage de phase dans un état triphasé où de l'austénite, de la martensite thermique et de la martensite orientée peuvent être présentes dans le matériau est réalisé.

Aussi, nous avons présenté des résultats d'essais multiaxiaux proportionnels et non proportionnels suivant différents trajets de chargement dans un deuxième temps.

La variété des trajets de chargement que nous avons réalisés permet de comprendre le comportement des AMF pendant des chargements thermomécaniques complexes et de cette façon, identifier les paramètres indispensables aux modèles concernant ce type de matériaux.

Un dosage de phase de l'AMF étudié est réalisé à partir de l'évolution de la mesure de tension électrique.

Lors de ces essais, la tendance générale de l'évolution de la fraction volumique de martensite est linéaire en fonction de la déformation de transformation dans cet essai. Ainsi, nous confirmons les résultats obtenus précédemment. En conséquence, nous avons validé la relation de linéarité entre la fraction volumique de martensite z et la déformation de transformation ε_{eq}^{tr} pour des trajets de chargements multiaxiaux proportionnels et non proportionnels.

$$z = \frac{\varepsilon_{tr}}{\gamma} \tag{3.78}$$

Par conséquent, nous avons constitué une base expérimentale sur les chargements axiaux, cycliques et multiaxiaux avec suivi de la cinétique de transformation de phase sur un même matériau. Cette base est complétée par les données de dosage de phase vu qu'un suivi de la cinétique de transformation de phase a été réalisé.

Conclusion et perspectives

La transformation de phase dans les matériaux métastables influence leurs comportements thermomécaniques. Dans le cas des AMF, elle est à l'origine de comportements thermomécaniques particuliers, tels que l'effet mémoire de forme ou la pseudoélasticité [80]. Par ailleurs, cette même transformation de phase peut modifier la ductilité des aciers inoxydables austénitiques [64, 101].

Cette thèse apporte une base expérimentale qui permettra d'alimenter et de vérifier la validité de modèles numériques permettant la simulation du comportement axial et multiaxial de ce genre de matériau. Nous avons fourni dans cette étude des données expérimentales concernant la cinétique de transformation de phase et le comportement thermomécanique de deux types de matériaux différents concernés tous les deux par une transformation de phase martensitique.

Le premier chapitre comporte les notions de base concernant la transformation de phase dans les aciers iTRIP ainsi que dans les alliages à mémoire de forme. De plus, une présentation des méthodes de suivi de la transformation de phase est faite à la fin de ce chapitre.

Le deuxième chapitre est consacré aux essais thermomécaniques réalisés sur deux types d'acier iTRIP. La transformation de phase est caractérisée dans une première classe d'acier iTRIP sur un niveau uniaxial (301L). Encore, cette transformation est étudiée dans le cas des chargements multiaxiaux sur un deuxième type d'acier iTRIP (304L).

Le troisième chapitre traite les essais thermomécaniques réalisés sur l'alliage à mémoire de forme à base de CuAlBe sur le niveau uniaxial et multiaxial. Ces essais sont couplés avec un suivi de la cinétique de transformation de phase. Ainsi, nous avons validé la relation de linéarité entre la fraction volumique de martensite et la déformation de transformation équivalente dans des chargements proportionnels et non proportionnels concernant ce type de matériaux.

Ainsi, nous avons construit une base d'essais expérimentale avec une technique de dosage de phase dont les résultats ont été comparés avec d'autres techniques de la littérature.

En somme, nous avons étudié la transformation de phase dans deux classes de

matériaux différentes que sont les alliages à mémoire de forme (CuAlBe) et les aciers iTRIP (301 et 304L). Bien qu'elle porte le même nom, la transformation de phase dans ces deux types de matériaux est différente. Il est réversible et se produit sans variation du volume dans la première catégorie tandis qu'elle ne l'est pas dans la seconde catégorie de matériaux.

Les perspectives possibles de ce travail sont l'exploitation des résultats obtenus pour alimenter et valider les modèles numériques existants ou pour développer d'autres modèles numériques. Aussi, l'application de cette technique sur d'autres AMF, et en l'occurrence ceux à base de NiTi avec la prise en compte du phénomène de localisation ainsi que la présence de R phase peut faire l'objet de nouveaux travaux.

Bibliographie

[1] Sümer Şahin and Mustafa Übeyli. A Review on the Potential Use of Austenitic Stainless Steels in Nuclear Fusion Reactors. *Journal of Fusion Energy*, 27(4) :271–277, December 2008.

[2] M. S. Andrade, O. A. Gomes, J. M. C. Vilela, A. T. L. Serrano, and J. M. D. de Moraes. Formability evaluation of two austenitic stainless steels. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 26(1) :47–50, March 2004.

[3] Tryggve Angel. Formation of martensite in austenitic stainless steels-effects of deformation, temperature, and composition. *Journal of the iron and steel institute*, 177(1) :165, 1954.

[4] M. Arcan, Z. Hashin, , and A. Voloshin. A method to produce uniform plane-stress states with applications to fiber-reinforced materials. *Experimental mechanics*, 18(4) :141–146, 1978.

[5] Michael F. Ashby and David R. H. Jones. *Matériaux - T1 Propriétés, applications et conception*. Dunod, 4e édition edition, August 2013.

[6] Michael F. Ashby and David R. H. Jones. *Matériaux -T.2 Microstructures, mise en oeuvre et conception*. Dunod, Paris, 4e édition edition, January 2014.

[7] P. Atanda, A. Fatudimu, O. Oluwole, and others. Sensitisation study of normalized 316l stainless steel. *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 9(1) :13–23, 2010.

[8] C. Auguet, A. Isalgué, F. C. Lovey, F. Martorell, and V. Torra. Metastable effects on martensitic transformation in SMA. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 88(2) :537–548, 2007.

[9] M. Baeva, S. Neov, and R. Sonntag. Appearance of BCC martensite after cold deformation of austenitic FeCrMnN steels. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 32(7) :1031–1035, April 1995.

[10] Ş. N Balo, M Ceylan, and M Aksoy. Effects of deformation on the microstructure of a Cu–Al–Be shape memory alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 311(1–2) :151–156, July 2001.

[11] H. Bargui, H. Sidhom, and Z. Tourki. Martensite induite : Incidence sur le comportement en écrouissage et sur la limite de formage de l'acier inoxydable austénitique AISI 304. *Matériaux et techniques*, 88(11-12) :31–41, 2000.

[12] Arif Basuki and Etienne Aernoudt. Effect of deformation in the intercritical area on the grain refinement of retained austenite of 0.4c trip steel. *Scripta Materialia*, 40(9) :1003–1008, April 1999.

[13] M. Bayerlein, H. Mughrabi, M. Kesten, and B. Meier. Improvement of the strength of a metastable austenitic stainless steel by cyclic deformation-induced martensitic transformation at 103 K. *Materials Science and Engineering : A*, 159(1) :35–41, December 1992.

[14] J. F. Beltran, C. Cruz, R. Herrera, and O. Moroni. Shape memory alloy CuAlBe strands subjected to cyclic axial loads. *Engineering Structures*, 33(10) :2910–2918, October 2011.

[15] O. Ben Mekki and F. Auricchio. Performance evaluation of shape-memory-alloy superelastic behavior to control a stay cable in cable-stayed bridges. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 46(2) :470–477, March 2011.

[16] M. R Berrahmoune. *Transformation martensitique et rupture différée dans l'acier austénitique instable 301LN*. Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech, 2006.

[17] M. R Berrahmoune, S Berveiller, K Inal, A Moulin, and E Patoor. Analysis of the martensitic transformation at various scales in TRIP steel. *Materials Science and Engineering : A*, 378(1–2) :304–307, July 2004.

[18] Marcel Berveiller and Franz Dieter Fischer. *Mechanics of Solids with Phase Changes*. Springer, Wien, 1997.

[19] M. Bigdeli Karimi, H. Arabi, A. Khosravani, and J. Samei. Effect of rolling strain on transformation induced plasticity of austenite to martensite in a high-alloy austenitic steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 203(1-3) :349–354, July 2008.

[20] R. Blondé, E. Jimenez-Melero, L. Zhao, J. P. Wright, E. Brück, S. van der Zwaag, and N. H. van Dijk. Mechanical stability of individual austenite grains in TRIP steel studied by synchrotron X-ray diffraction during tensile loading. *Materials Science and Engineering : A*, 618 :280–287, November 2014.

[21] Christophe Bouvet. *De l'uniaxial au multiaxial : comportement pseudoelastique des alliages à mémoire de forme*. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 2001.

[22] Christophe Bouvet, Sylvain Calloch, and Christian Lexcellent. A phenomenological model for pseudoelasticity of shape memory alloys under multiaxial proportional and nonproportional loadings. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 23(1) :37–61, 2004.

[23] Fabien Bruneseaux, Elisabeth Aeby-Gautier, Guillaume Geandier, Julien Da Costa Teixeiraand Benoît Appolaire, Patrick Weisbecker, and Anthony Mauro. In situ characterizations of phase transformations kinetics in the Ti17 titanium alloy by electrical resistivity and high temperature synchrotron X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering A*, 476 :60–68, 2008.

[24] Vidyashankar Buravalla and Ashish Khandelwal. Evolution kinetics in Shape Memory Alloys under arbitrary loading : Experiments and modeling. *Mechanics of Materials*, 43(12) :807–823, December 2011.

[25] William D. Callister and David G. Rethwisch. *Materials science and engineering : an introduction*. John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, 8th ed edition, 2010.

[26] Sylvain Calloch, Karine Taillard, Shabnam Arbab Chirani, Christian Lexcellent, and Étienne Patoor. Relation between the martensite volume fraction and the equivalent transformation strain in shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, 438–440 :441–444, 2006.

[27] Hiroki Cho, Takaei Yamamoto, Yuji Takeda, Akihiko Suzuki, and Toshio Sakuma. Exploitation of shape memory alloy actuator using resistance feedback control and its development. *Progress in Natural Science : Materials International*, 20 :97–103, November 2010.

[28] Alain Col and Michel Colombié. *L'emboutissage des aciers*. Dunod, April 2010.

[29] M. Collado, R. Cabás, D. Fernández, L. Moreno, F. López, and M. Abderrahim. Shape memory alloy rotary actuator for operation in mars. 13th European Space Mechanisms and Tribology Symposium – ESMATS 2009.

[30] Michel Colombié. *Matériaux métalliques - 2ème édition - NP*. Dunod, Paris, 2e édition edition, May 2012.

[31] Michel Coret. *Étude expérimentale et simulation de la plasticité de transformation et du comportement multiphase de l'acier de cuve 16MND5 sous chargement multiaxial anisotherme*. Thèse de doctorat, École Normale Supérieure de Cachan, 2001.

[32] Rupa Dasgupta, Ashish Kumar Jain, Pravir Kumar, Shahadat Hussein, and Abhishek Pandey. Effect of alloying constituents on the martensitic phase formation in some Cu-based SMAs. *Journal of Materials Research and Technology*, 3(3) :264–273, July 2014.

[33] Amar K. De, David C. Murdock, Martin C. Mataya, John G. Speer, and David K. Matlock. Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction. *Scripta Materialia*, 50(12) :1445–1449, June 2004.

[34] Suzanne Degallaix, Bernhard Ilschner, Michel Boussuge, Jean-Marc Chaix, and Collectif. *Traité des Matériaux : Tome 2, Caractérisation expérimentale des matériaux : propriétés physiques, thermiques et mécaniques*. PPUR, February 2007.

[35] Jean-Charles Delomel. Résistivité des métaux et alliages. *Techniques de l'ingénieur. Constantes physico-chimiques*, 5(K710v2), 2009.

[36] K. P. Dharmasena and H. N. G. Wadley. Electrical Conductivity of Open-cell Metal Foams. *Journal of Materials Research*, 17(03) :625–631, 2002.

[37] S. Durmoo, C. Richard, G. Beranger, and Y. Moutia. Biocorrosion of stainless steel grade 304l (SS304l) in sugar cane juice. *Electrochimica Acta*, 54(1) :74–79, December 2008.

[38] Rachid Echchorfi. *Dialogue essais-simulation et identification de lois de comportement d'alliage à mémoire de forme en chargement multiaxial*. Thèse de doctorat, Paris, ENSAM, 2013.

[39] A. P. Day et al. Channel 5 User Manual, 2001. Hobro, Denmark.

[40] Serge Etienne, Laurent David, Emilie Gaudry, Philippe Lagrange, Julian Ledieu, and Jean Steinmetz. *Les matériaux de A à Z - 300 entrées et des exemples pour comprendre*. Dunod, Paris, June 2008.

[41] Mame Daro Fall, Olivier Hubert, K. Taillard, and Anne Maynadier. In-situ X-Rays Diffraction and Multiscale Modeling of Shape Memory Alloys. In *Fracture, Fatigue, Failure, and Damage Evolution, Volume 5*, pages 157–164. Springer, 2015.

[42] D. Fernandez, R. Cabas, and L. Moreno. Ultralight dust wiper mechanism for operation in Mars. pages 65270E–65270E–7, April 2007.

[43] S. Gallée, P. Y. Manach, and S. Thuillier. Mechanical behavior of a metastable austenitic stainless steel under simple and complex loading paths. *Materials Science and Engineering : A*, 466(1–2) :47–55, September 2007.

[44] Sébastien Gallée. *Caractérisation expérimentale et simulation numérique des procédés d'emboutissage profond : application aux aciers inoxydables austénitiques*. Thèse de doctorat, 2005. 2005LORIS056.

[45] Pierre-Antoine Gédouin. *Étude et commande d'actionneurs à base d'alliages à mémoire de forme*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale, 2010.

[46] Pierre Antoine Gedouin, Shabnam Arbab Chirani, and Sylvain Calloch. Phase proportioning in CuAlBe shape memory alloys during thermomechanical loadings using electric resistance variation. *International Journal of Plasticity*, 26(2) :258–272, 2010.

[47] T. P. S. Gill, V. Shankar, M. Vijayalakshmi, and P. Rodriguez. Influence of carbon on the transformation kinetics of delta-ferrite in type 316 stainless steel weld metals. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27(3) :313–318, August 1992.

[48] C. Grabe and O. T. Bruhns. Path dependence and multiaxial behavior of a polycrystalline NiTi alloy within the pseudoelastic and pseudoplastic temperature regimes. *International Journal of Plasticity*, 25(3) :513–545, March 2009.

[49] A. Grajcar, W. Zalecki, P. Skrzypczyk, A. Kilarski, A. Kowalski, and S. Kołodziej. Dilatometric study of phase transformations in advanced high-strength bainitic steel. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 118(2) :739–748, September 2014.

[50] J. R. C. Guimarães. The kinetics of deformation induced martensite. *Scripta Metallurgica*, 10(3) :223–227, March 1976.

[51] Shuxiang Guo, Xuesong Sun, K. Ishii, and Jian Guo. SMA Actuator-based novel type of peristaltic micropump. In *International Conference on Information and Automation, 2008. ICIA 2008*, pages 1620–1625, June 2008.

[52] Petr Haušild, Vadim Davydov, Jan Drahokoupil, Michal Landa, and Philippe Pilvin. Characterization of strain-induced martensitic transformation in a metastable austenitic stainless steel. *Materials and Design*, 31 :1821–1827, 2010.

[53] Jun-xia HUANG, Xiao-ning YE, and Zhou XU. Effect of Cold Rolling on Microstructure and Mechanical Properties of AISI 301ln Metastable Austenitic Stainless Steels. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 19(10) :59–63, October 2012.

[54] Eiichiro Ishimaru, Hiroshi Hamasaki, and Fusahito Yoshida. Deformation-induced Martensitic Transformation and Workhardening of Type 304 Stainless Steel Sheet During Draw-bending. *Procedia Engineering*, 81 :921–926, 2014.

[55] P. Šittner and V. Novák. Experiment feedbacks in micromechanics modeling of thermomechanical behaviors of SMA polycrystals. *Scripta Materialia*, 51(4) :321–326, August 2004.

[56] Jeong-Hyeon Kim, Woong-Sup Park, Min-Sung Chun, Jong-Joo Kim, Jun-Hong Bae, Myung-Hyun Kim, and Jae-Myung Lee. Effect of pre-straining on low-temperature mechanical behavior of AISI 304l. *Materials Science and Engineering : A*, 543 :50–57, May 2012.

[57] U. Krupp, H.-J. Christ, P. Lezuo, H. J. Maier, and R. G. Teteruk. Influence of carbon concentration on martensitic transformation in metastable austenitic steels under cyclic loading conditions. *Materials Science and Engineering : A*, 319 :527–530, 2001.

[58] U. Krupp, C. West, and H.-J. Christ. Deformation-induced martensite formation during cyclic deformation of metastable austenitic steel : Influence of temperature and carbon content. *Materials Science and Engineering : A*, 481-482 :713–717, May 2008.

[59] Anne Le Pécheur. *Fatigue thermique d'un acier inoxydable austénitique : influence de l'état de surface par une approche multi-échelles*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris, 2008.

[60] A. A. Lebedev and V. V. Kosarchuk. Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels. *International Journal of Plasticity*, 16(7) :749–767, 2000.

[61] Alexis C. Lewis and Stuart Wright. Advanced Electron Backscatter Diffraction Applications and Techniques. *JOM*, 65(9) :1221–1221, September 2013.

[62] C. Lexcellent, A. Vivet, C. Bouvet, S. Calloch, and P. Blanc. Experimental and numerical determinations of the initial surface of phase transformation under biaxial loading in some polycrystalline shape-memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(12) :2717–2735, December 2002.

[63] Christian Lexcellent. *Les alliages à mémoire de forme*. Hermes Science Publications, Paris, April 2013.

[64] M. Linderov, C. Segel, A. Weidner, H. Biermann, and A. Vinogradov. Deformation mechanisms in austenitic TRIP/TWIP steels at room and elevated temperature investigated by acoustic emission and scanning electron microscopy. *Materials Science and Engineering : A*, 597 :183–193, March 2014.

[65] Tim Maitland and Scott Sitzman. *Electron backscatter diffraction (EBSD) technique and materials characterization examples*, volume 14. Springer Berlin, 2007.

[66] Benoît Malard. *Caractérisation multiéchelle par diffraction de neutrons et rayonnement synchrotron de la transformation martensitique sous contrainte dans un alliage à mémoire de forme CuAlBe*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2008.

[67] Jean-Luc Martin and Amand George. *Caractérisation expérimentale des matériaux*. Number 3 in Traité des matériaux. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 1998.

[68] R. Mehrabi, M. T. Andani, M. Kadkhodaei, and M. Elahinia. Experimental Study of NiTi Thin-Walled Tubes Under Uniaxial Tension, Torsion, Proportional and Non-Proportional Loadings. *Experimental Mechanics*, April 2015.

[69] Graeme Walter Milton. *The theory of composites*. Cambridge Monographs on Applied and Computational Mathematics, 2002.

[70] Jaronie Mohd Jani, Martin Leary, Aleksandar Subic, and Mark A. Gibson. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials & Design*, 56 :1078–1113, April 2014.

[71] Dirk Mohr and Johan Jacquemin. Large deformation of anisotropic austenitic stainless steel sheets at room temperature : Multi-axial experiments and phenomenological modeling. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56(10) :2935–2956, October 2008.

[72] S. Montecinos and A. Cuniberti. Thermomechanical behavior of a CuAlBe shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 457(1–2) :332–336, June 2008.

[73] S. Montecinos, A. Cuniberti, and A. Sepúlveda. Grain size and pseudoelastic behaviour of a Cu–Al–Be alloy. *Materials Characterization*, 59(2) :117–123, February 2008.

[74] S. Montecinos, M. O. Moroni, and Aquiles S. Superelastic behavior and damping capacity of cualbe alloys. *Materials Science and Engineering : A*, 419(1) :91–97, 2006.

[75] O. Muránsky, P. Šittner, J. Zrnik, and E. C. Oliver. The Structure Dependence of Deformation Behavior of Transformation-Induced Plasticity–Assisted Steel Monitoring by In-Situ Neutron Diffraction. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39(13) :3097–3104, July 2008.

[76] R. Nafar Dehsorkhi, S. Sabooni, F. Karimzadeh, A. Rezaeian, and M. H. Enayati. The effect of grain size and martensitic transformation on the wear behavior of AISI 304l stainless steel. *Materials & Design*, 64 :56–62, December 2014.

[77] E. Nagy, V. Mertinger, F. Tranta, and J. Sólyom. Deformation induced martensitic transformation in stainless steels. *Materials Science and Engineering : A*, 378(1–2) :308–313, July 2004.

[78] G. B. Olson and M. Cohen. Kinetics of strain-induced martensitic nucleation. *Metallurgical Transactions A*, 6A(3) :791–795, 1975.

[79] K Otsuka, X Ren, and T Takeda. Experimental test for a possible isothermal martensitic transformation in a Ti–Ni alloy. *Scripta Materialia*, 45(2) :145–152, July 2001.

[80] Etienne Patoor and Marcel Berveiller. *Technologie des alliages à mémoire de forme : comportement mécanique et mise en œuvre*. Hermes, 1994.

[81] Lorenza Petrini, Francesco Migliavacca, Lorenza Petrini, and Francesco Migliavacca. Biomedical Applications of Shape Memory Alloys, Biomedical Applications of Shape Memory Alloys. *Journal of Metallurgy, Journal of Metallurgy*, 2011, 2011 :e501483, May 2011.

[82] J. Post, H. Nolles, K. Datta, and H.J.M. Geijselaers. Experimental determination of the constitutive behaviour of a metastable austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 498(1–2) :179 – 190, 2008.

[83] M. Radu, J. Valy, A. F. Gourgues, F. Le Strat, and A. Pineau. Continuous magnetic method for quantitative monitoring of martensitic transformation in steels containing metastable austenite. *Scripta Materialia*, 52(6) :525–530, March 2005.

[84] Luc Saint-Sulpice. *Étude et modélisation du comportement cyclique des Alliages à Mémoire de Forme*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne occidentale-Brest, 2009.

[85] Luc Saint Sulpice, Mohamed Lakrit, Shabnam Arbab Chirani, and Sylvain Calloch. Electric resistivity as phase volume fractions indicator in metastable alloys. *Materials Science Forum*, 738-739 :56–61, 2013.

[86] J. Scholz. *Experimental analysis and modelling of the mechanical behaviour of an unstable austenitic stainless steel*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie, Paris, France, 2002.

[87] Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, and Brent L. Adams, editors. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Springer US, Boston, MA, 2000.

[88] Jérôme Serri. *Caractérisation expérimentale et modélisation du comportement plastique d'aciers à transformation martensitique : applications à la mise en forme*. Thèse de doctorat, EMMA - Ecole Doctorale Energie - Mécanique - Matériaux, France, 2006.

[89] M. Shaira, N. Godin, P. Guy, L. Vanel, and J. Courbon. Evaluation of the strain-induced martensitic transformation by acoustic emission monitoring in 304l austenitic stainless steel : Identification of the AE signature of the martensitic transformation and power-law statistics. *Materials Science and Engineering : A*, 492(1–2) :392–399, September 2008.

[90] Alaa M. Sharabash and Bassem O. Andrawes. Application of shape memory alloy dampers in the seismic control of cable-stayed bridges. *Engineering Structures*, 31(2) :607–616, February 2009.

[91] A. Smits, D. Van Hemelrijck, T. P. Philippidis, and A. Cardon. Design of a cruciform specimen for biaxial testing of fibre reinforced composite laminates. *Composites Science and Technology*, 66(7–8) :964–975, June 2006.

[92] N. Solomon and I. Solomon. Deformation induced martensite in AISI 316 stainless steel. *Revista de Metalurgia*, 46(2) :121–128, April 2010.

[93] Di Song, Guozheng Kang, Qianhua Kan, Chao Yu, and Chuanzeng Zhang. Non-proportional multiaxial whole-life transformation ratchetting and fatigue failure of super-elastic NiTi shape memory alloy micro-tubes. *International Journal of Fatigue*, 80 :372–380, November 2015.

[94] Karine Taillard. *Étude du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme sous sollicitations multiaxiales complexes*. Thèse de doctorat, École Normale Supérieure de Cachan, 2006.

[95] Karine Taillard, Shabnam Arbab Chirani, Sylvain Calloch, and Christian Lexcellent. Equivalent transformation strain and its relation with martensite volume fraction for isotropic and anisotropic shape memory alloys. *Mechanics of Materials*, 40(4–5) :151–170, 2008.

[96] Kaixiang Tao, Donald W. Brown, Sven C. Vogel, and Hahn Choo. Texture evolution during strain-induced martensitic phase transformation in 304l stainless steel at a cryogenic temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(12) :3469–3475, December 2006.

[97] J. Łuksza, M. Rumiński, W. Ratuszek, and M. Blicharski. Texture evolution and variations of α-phase volume fraction in cold-rolled AISI 301 steel strip. *Journal of Materials Processing Technology*, 177(1–3) :555–560, July 2006.

[98] Pierre Vacher and Christian Lexcellent. Study of pseudoelastic behavior of polycrystalline SMA by resistivity measurements and acoustic emission. In *Proc. of ICM VI*, volume 6, pages 231–236, 1991.

[99] K. Verbeken, N. Van Caenegem, and D. Raabe. Identification of epsilon martensite in a Fe-based shape memory alloy by means of EBSD. *Micron*, 40(1) :151–156, January 2009.

[100] B. Vieille, J. F. Michel, M. L. Boubakar, and C. Lexcellent. Validation of a 3d numerical model of shape memory alloys pseudoelasticity through tensile and bulging tests on CuAlBe sheets. *International Journal of Mechanical Sciences*, 49(3) :280–297, March 2007.

[101] G. Vértesy, I. Mészáros, and I. Tomáš. Nondestructive magnetic characterization of TRIP steels. *NDT & E International*, 54 :107–114, March 2013.

[102] Yoshio Waseda, Eiichiro Matsubara, and Kozo Shinoda. *X-Ray Diffraction Crystallography*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011.

[103] A. Weidner, A. Glage, and H. Biermann. In-situ characterization of the microstructure evolution during cyclic deformation of novel cast TRIP steel. *Procedia Engineering*, 2(1) :1961–1971, April 2010.

[104] Wei Zhou, Yong Tang, Rong Song, Lelun Jiang, K. S. Hui, and K. N. Hui. Characterization of electrical conductivity of porous metal fiber sintered sheet using four-point probe method. *Materials & Design*, 37 :161–165, May 2012.

Summury

Phase transformation considerably influences the thermomechanical properties of metastable materials. This is reflected in the numerical model that simulates the behavior of these materials for the calculation codes and require experiments.

Thus, the present work concerns the characterization of the axial and multi-axial behavior of two iTRIP steels, 301L steel and 304L steel in addition to a shape memory alloy based on CuAlBe. This characterization is coupled with monitoring of phase transformation kinetics through the measurement of the electrical resistance.

The first chapter is a bibliographic study of the two classes of metastable materials mentioned above as well as the phase transformation phenomenon and its characterization techniques. The second chapter deals with uniaxial thermomechanical tests on a steel iTRIP to validate the phase assay. The multiaxial thermomechanical testing performed on specimens tubular steel 304L iTrip will be presented.

The third chapter is devoted to uniaxial tests performed on CuAlBe spicemens and realization phase doping in a three-phase case. Also, the validation of the assumption of linearity between the martensite volume fraction and the equivalent transformation strain in the case of proportional and non-proportional loading is done.

Résumé

La transformation de phase influence considérablement les propriétés thermomécaniques des matériaux métastables. Elle est prise en considération dans des modèles numériques qui simule le comportement de ces derniers dans des codes de calcul et qui nécessitent des résultats expérimentaux.

Ainsi, ces travaux concernent la caractérisation du comportement axial et multiaxial de deux aciers iTRIP à savoir l'acier 301L et l'acier 304L ainsi qu'un alliage à mémoire de forme à base de CuAlBe. Cette caractérisation est couplée avec un suivi de la cinétique des transformation de phase entreprise par la mesure de la résistance électrique.

Le premier chapitre est une étude bibliographique des deux classes de matériaux métastables citées précédemment ainsi que du phénomène de transformation de phase et les techniques permettant son caractérisation.

Le deuxième chapitre, s'intéresse aux essais uniaxiaux thermomécaniques réalisés sur un acier iTRIP afin de valider la méthode de dosage de phase. Aussi, les essais thermomécaniques multiaxiaux réalisés sur des éprouvettes tubulaires en acier iTRIP 304L y seront présentés.

Le troisième chapitre est consacré aux essais uniaxiaux réalisés sur des éprouvettes de CuAlBe ainsi qu'au dosage de phase des cas biphasé et triphasé. Aussi, la validation de l'hypothèse de linéarité entre la fraction volumique de martensite et la déformation de transformation équivalente dans le cas de chargements multiaxiaux proportionnels et non proportionnels est faite.