

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 possède 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 classement¹ 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.

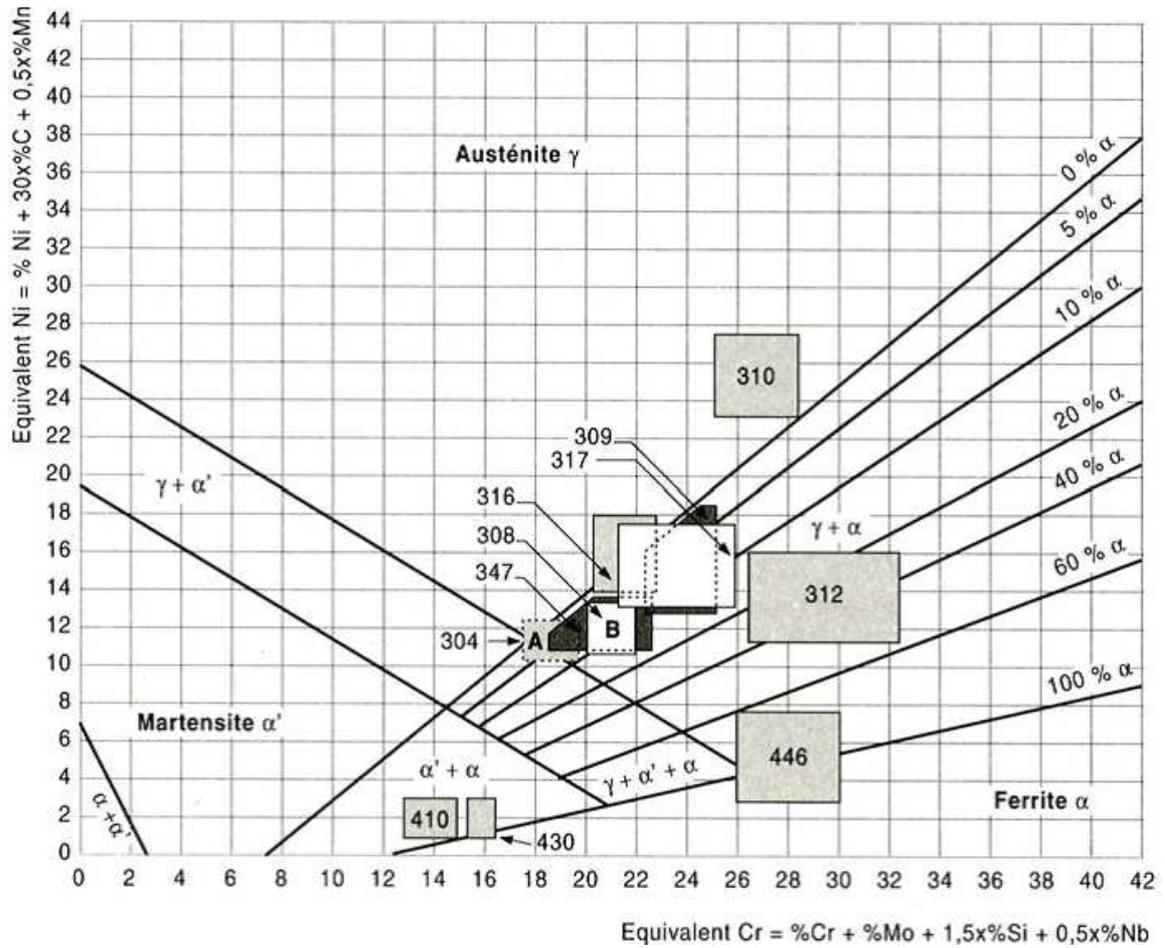


FIGURE 1.1 – Diagramme de Schaeffler.

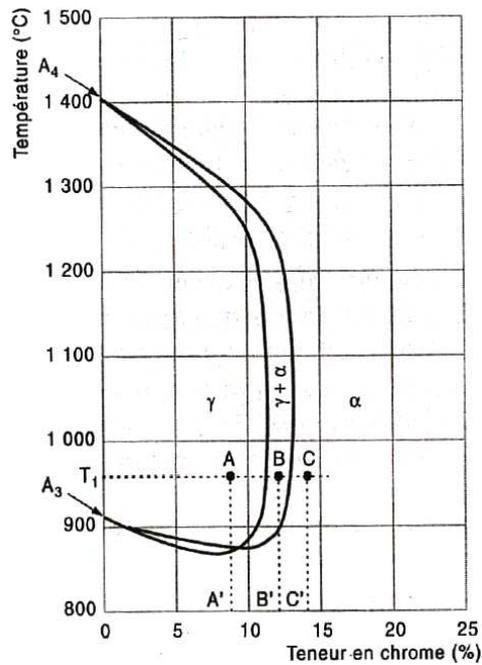


FIGURE 1.2 – Diagramme fer-chrome [30].

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 très 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.

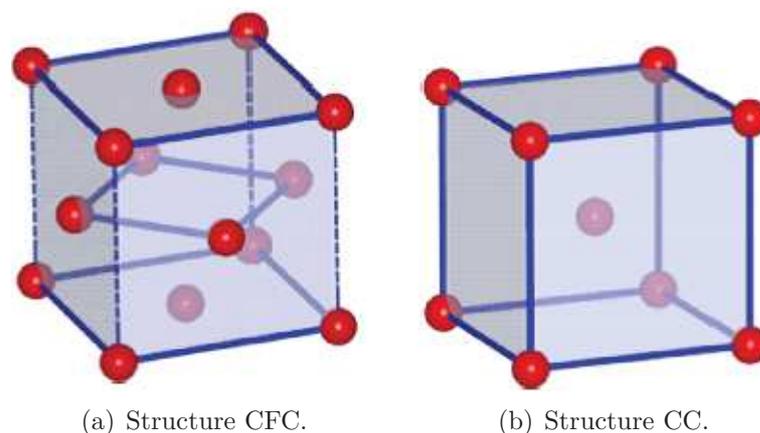


FIGURE 1.3 – Structure cristalline de l'austénite et de la martensite [44].

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].

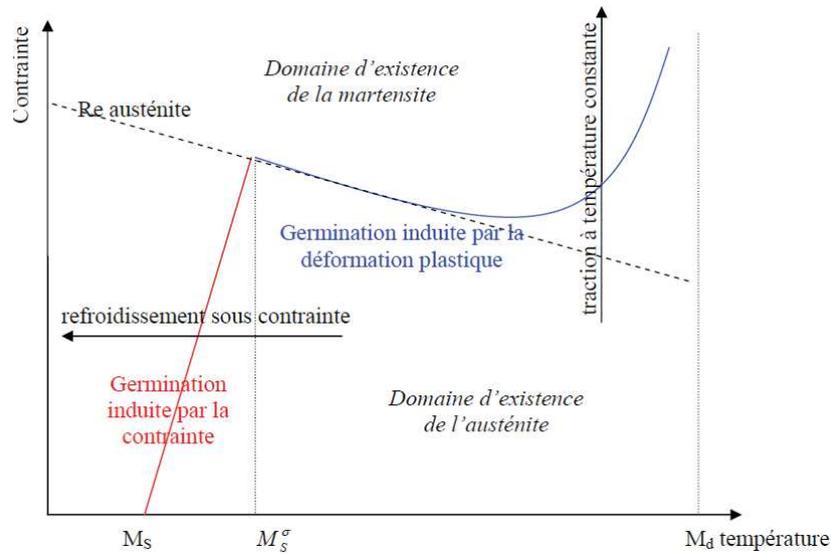


FIGURE 1.5 – La transformation de phase dans les aciers austénitiques [88].

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 :

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

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 contrôle à son tour les températures de transformation de phase. Ainsi, les éléments d'alliages alphas et gamma 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].

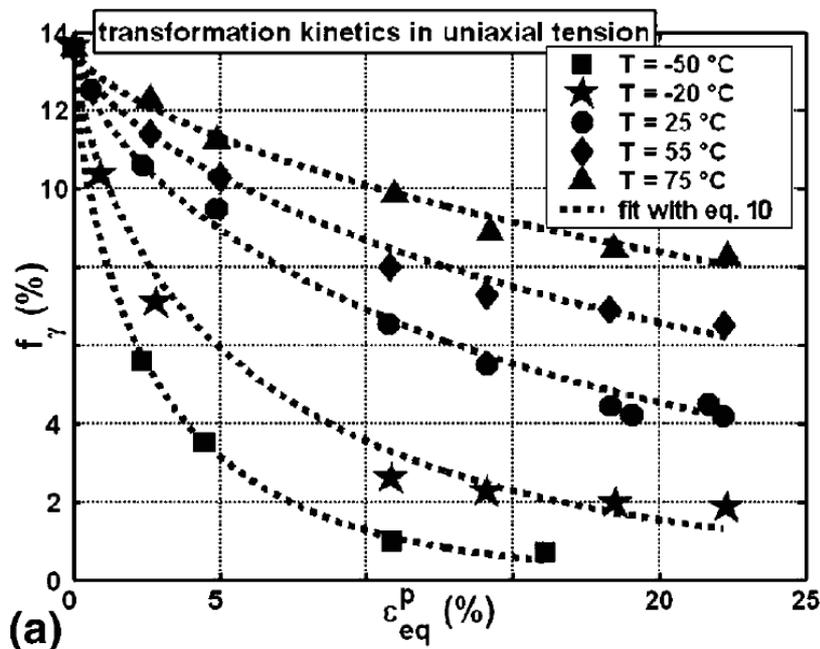


FIGURE 1.6 – Stabilité de l'austénite en fonction de la température [83].

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

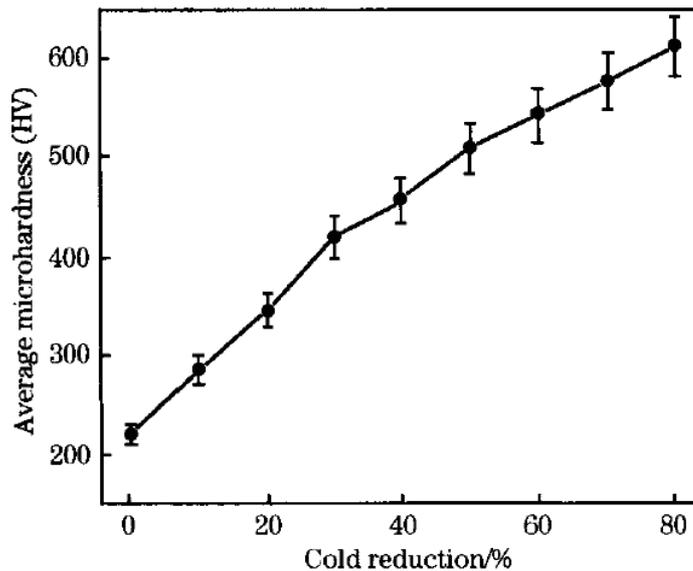


FIGURE 1.7 – Effet du laminage à froid sur l'augmentation de la dureté [53].

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

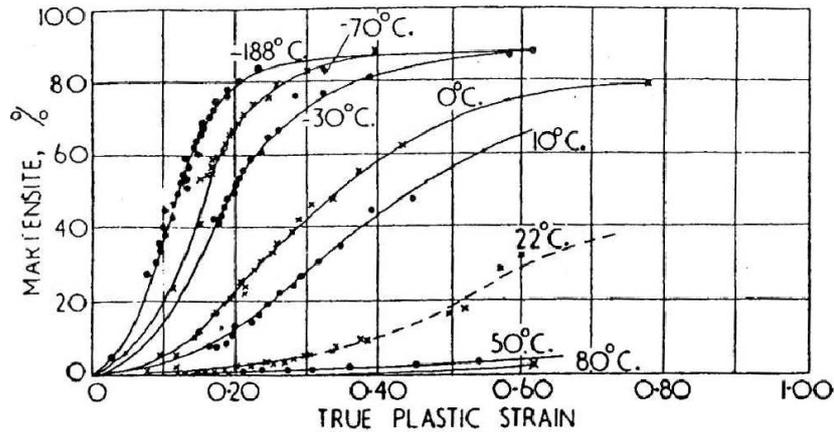


FIGURE 1.8 – Fraction volumique de martensite en fonction de la température et de la déformation plastique [3].

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).

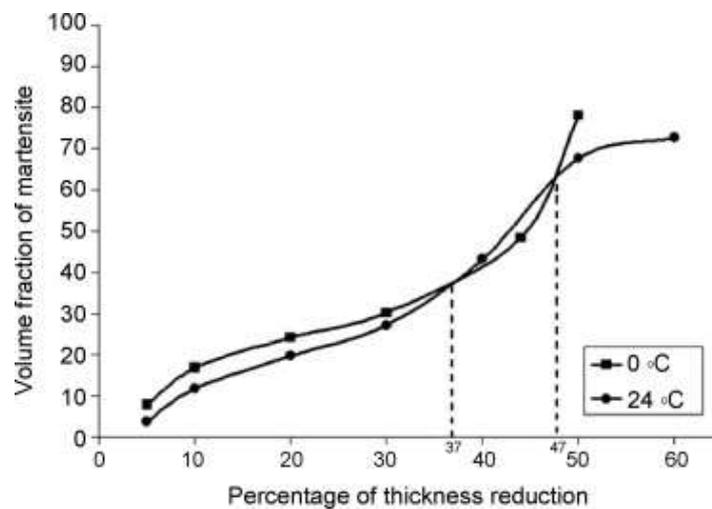


FIGURE 1.9 – Influence du laminage sur le taux de transformation de phase pour deux températures de 0 °C et de 24 °C [19].

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].

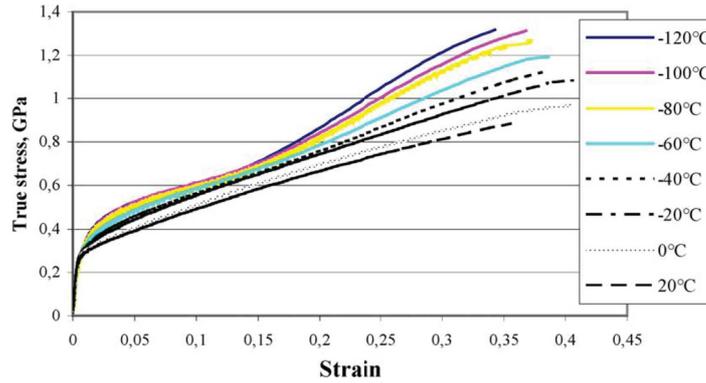


FIGURE 1.10 – Influence de la température sur le comportement d'un acier iTRIP [77].

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).

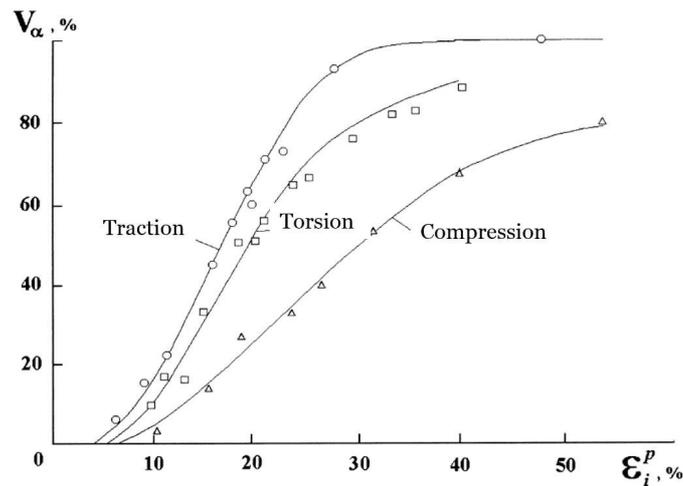


FIGURE 1.11 – Influence du type de chargement sur la transformation de phase dans un acier iTRIP 304 [60].

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.

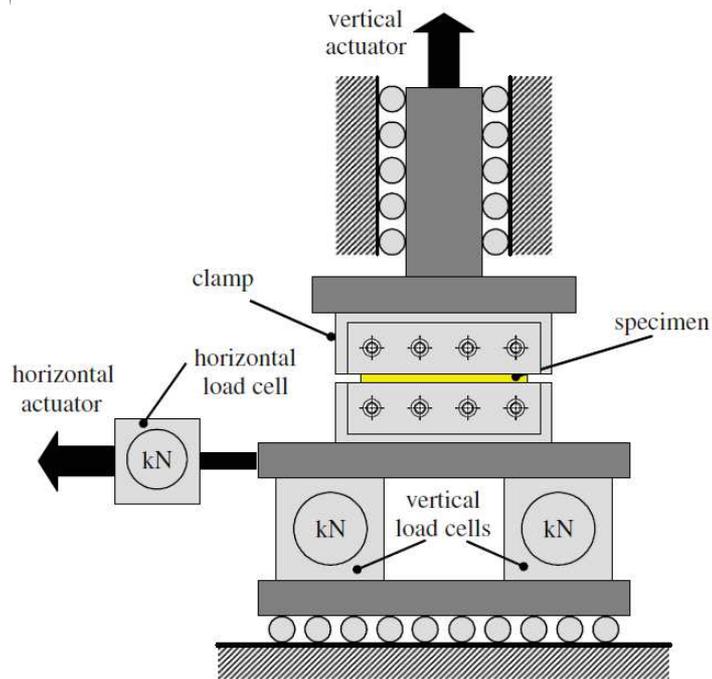


FIGURE 1.12 – Principe de chargement d'éprouvette en acier iTRIP 301LN [71].

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

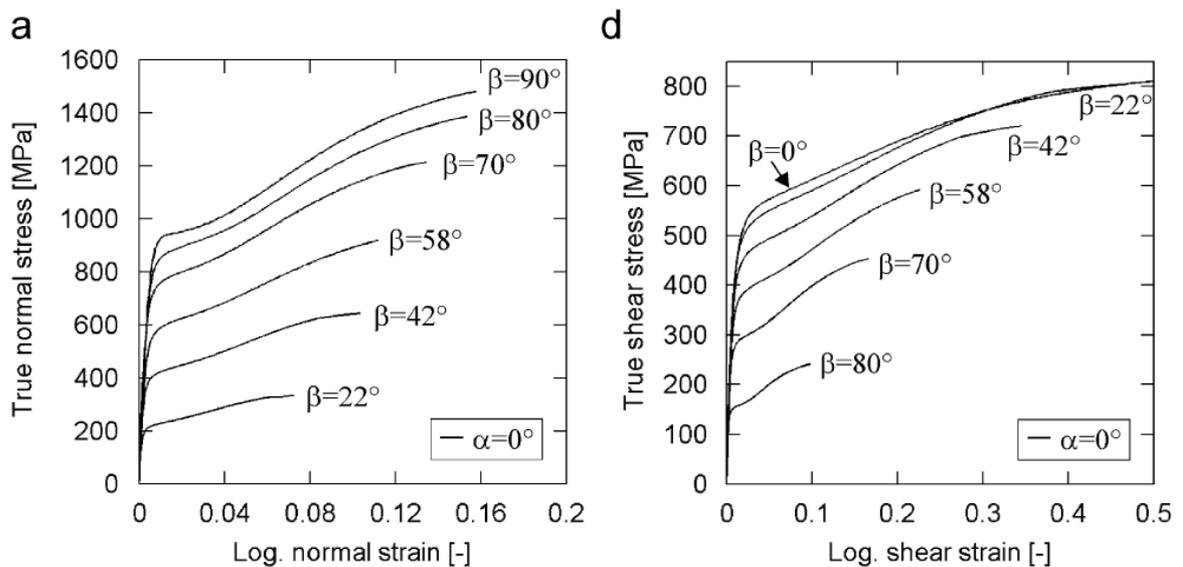


FIGURE 1.13 – Chargement en traction (a) et en cisaillement (d) sur un acier iTRIP 301LN [71].

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.

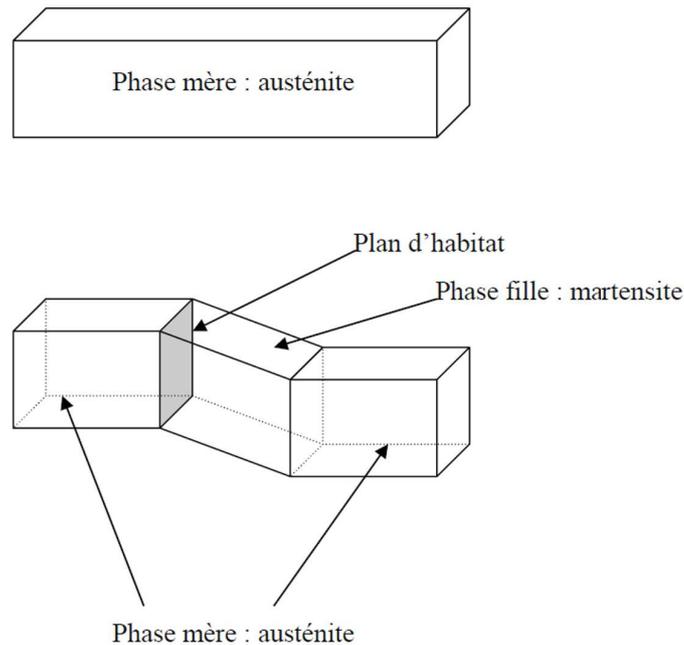


FIGURE 1.15 – Transformation de phase displacive [88].

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.

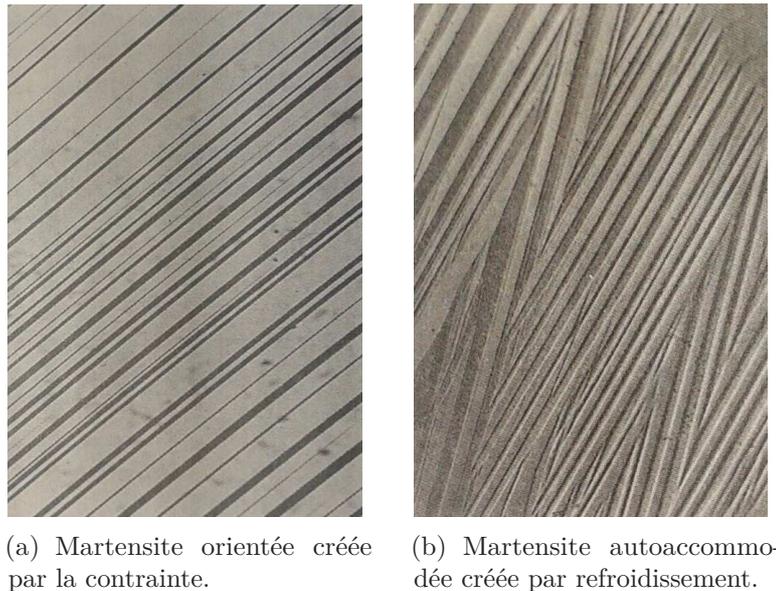


FIGURE 1.16 – Illustration de la microstructure de la martensite orientée et de la martensite autoaccommodée [80].

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 minimale 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.

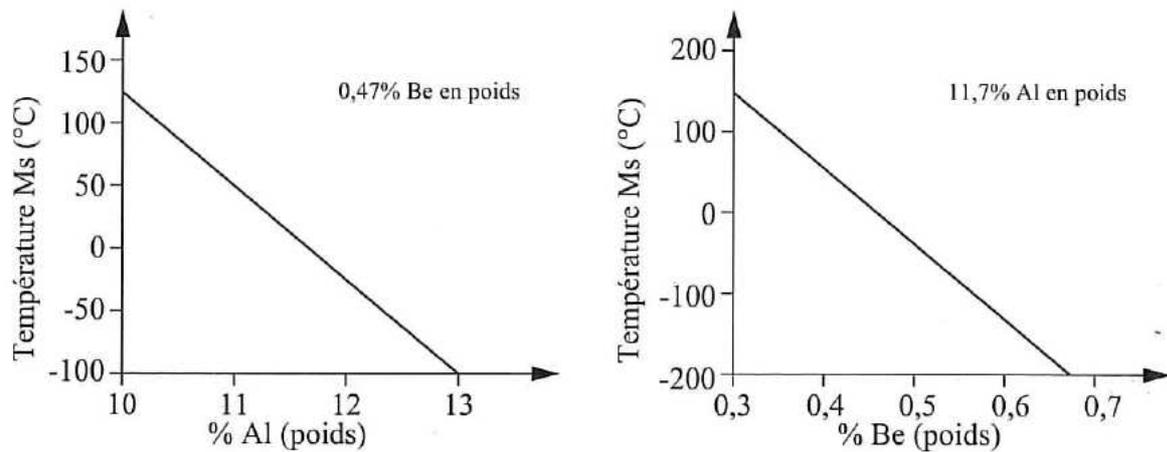


FIGURE 1.17 – Influence des additifs sur la température de début de transformation de phase du CuAlBe [63].

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 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 obtenu 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].

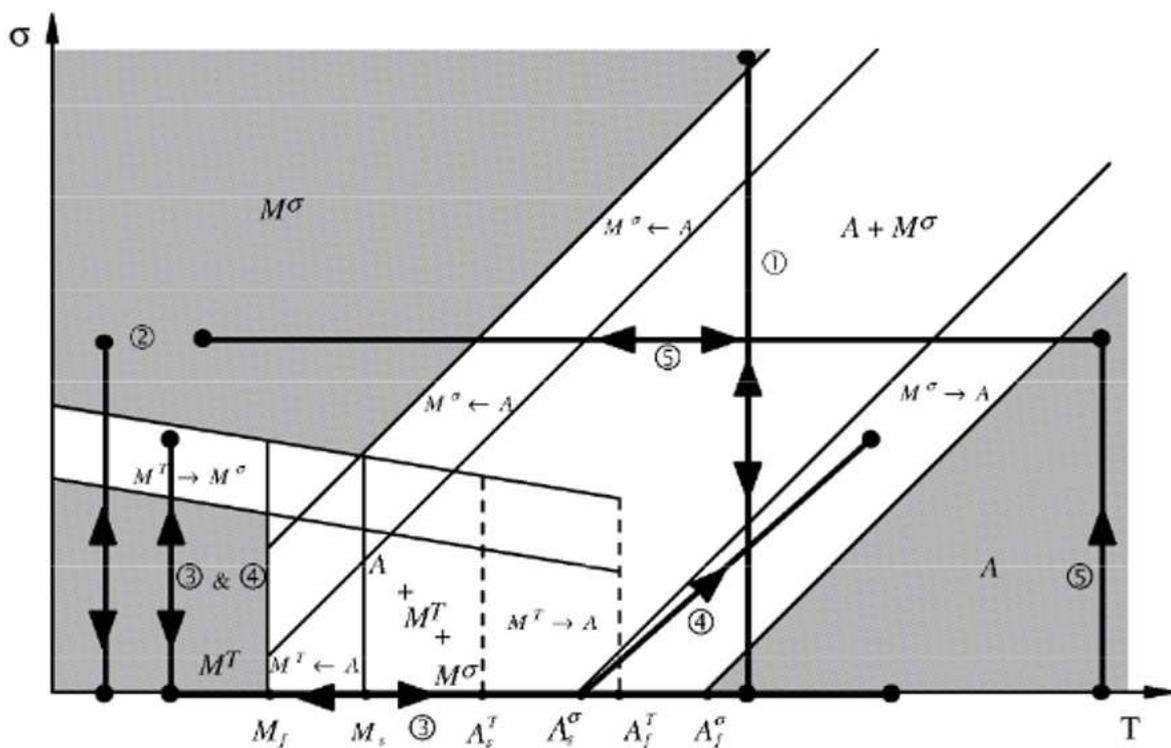


FIGURE 1.18 – Pseudo diagramme d'état d'un alliage à mémoire de forme [45].

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.

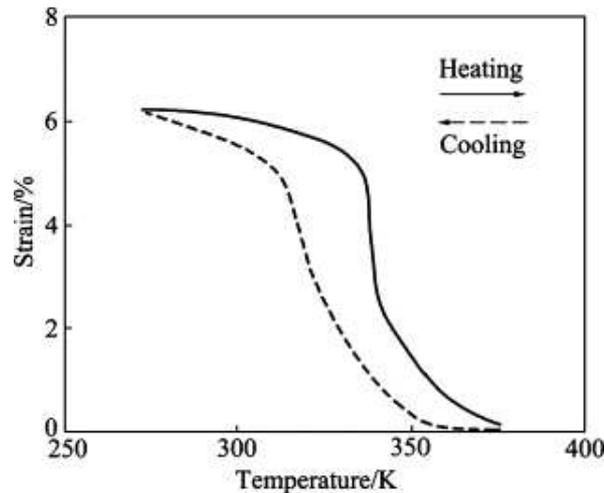


FIGURE 1.19 – Effet mémoire double sens [27]

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 $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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].

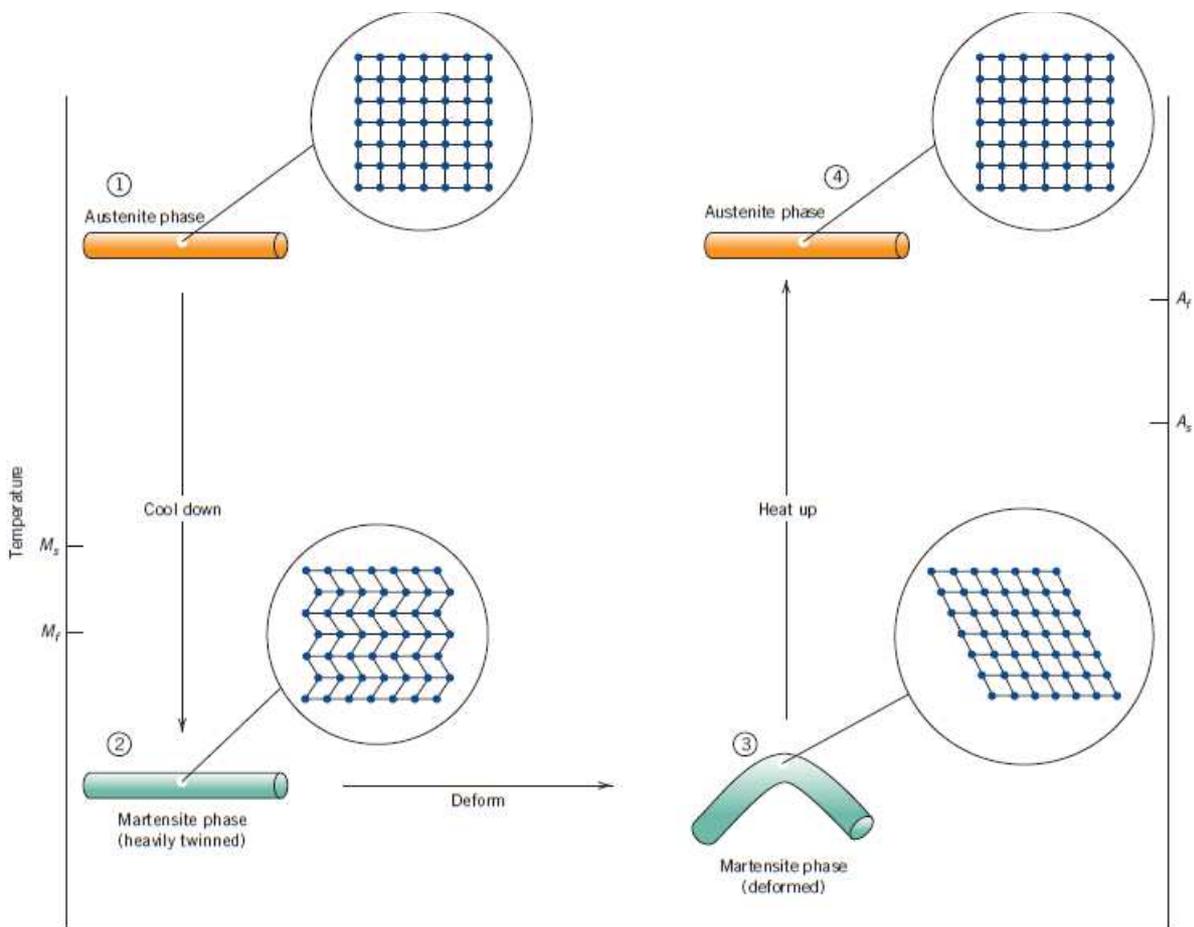


FIGURE 1.20 – Illustration de l'effet mémoire [25].

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].

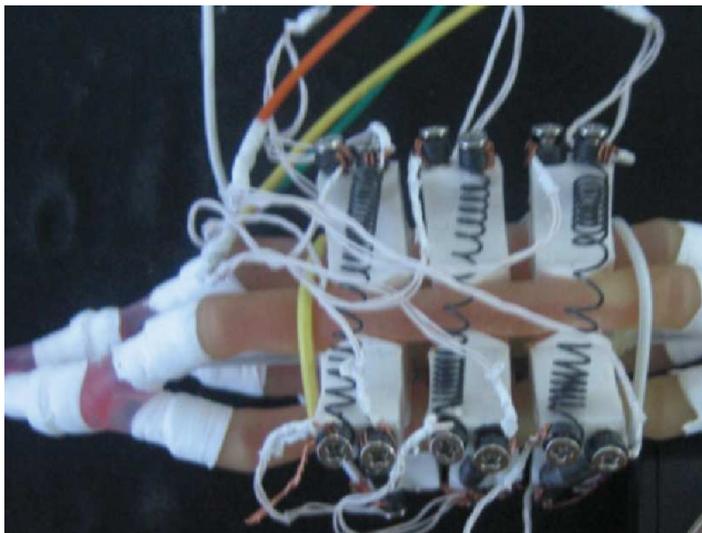


FIGURE 1.24 – Micro pompe à base de ressorts en NiTi [51].

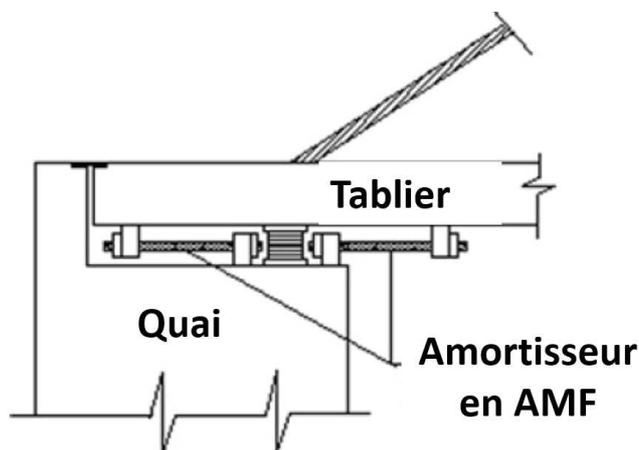


FIGURE 1.25 – Amortisseur de pont à base d'AMF de CuAlBe [90].

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 permis de caractériser le comportement d'un alliage de NiTi pour des trajets de chargement

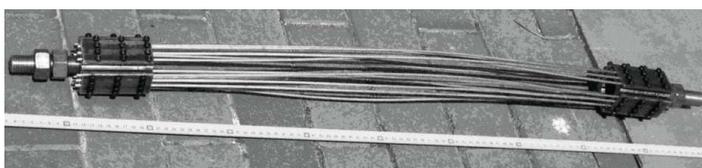


FIGURE 1.26 – Amortisseur d'effort de tremblement de terre [8].

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

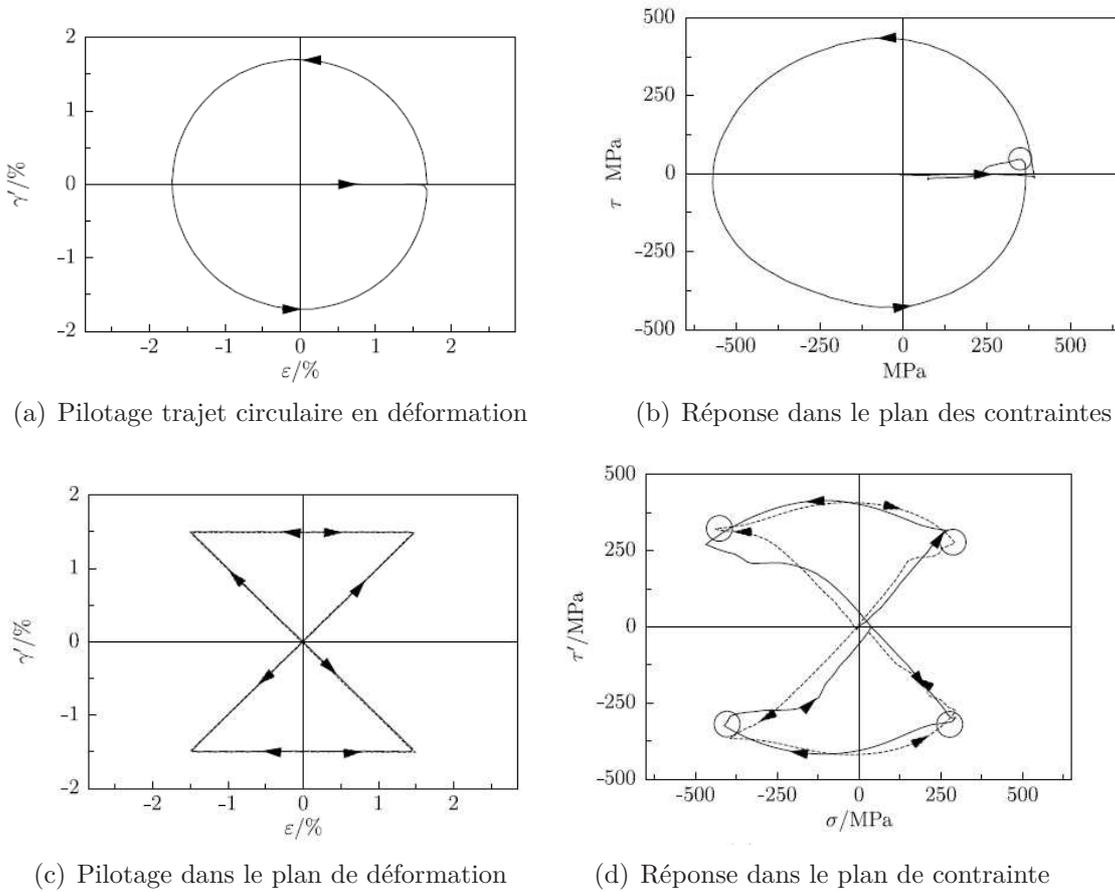


FIGURE 1.27 – Trajets de chargement multiaxial réalisés sur une éprouvette tubulaire de NiTi et réponse dans le plan de déformation [48].

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].

$$z = \frac{\varepsilon^{tr}}{\gamma} \quad (1.2)$$

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

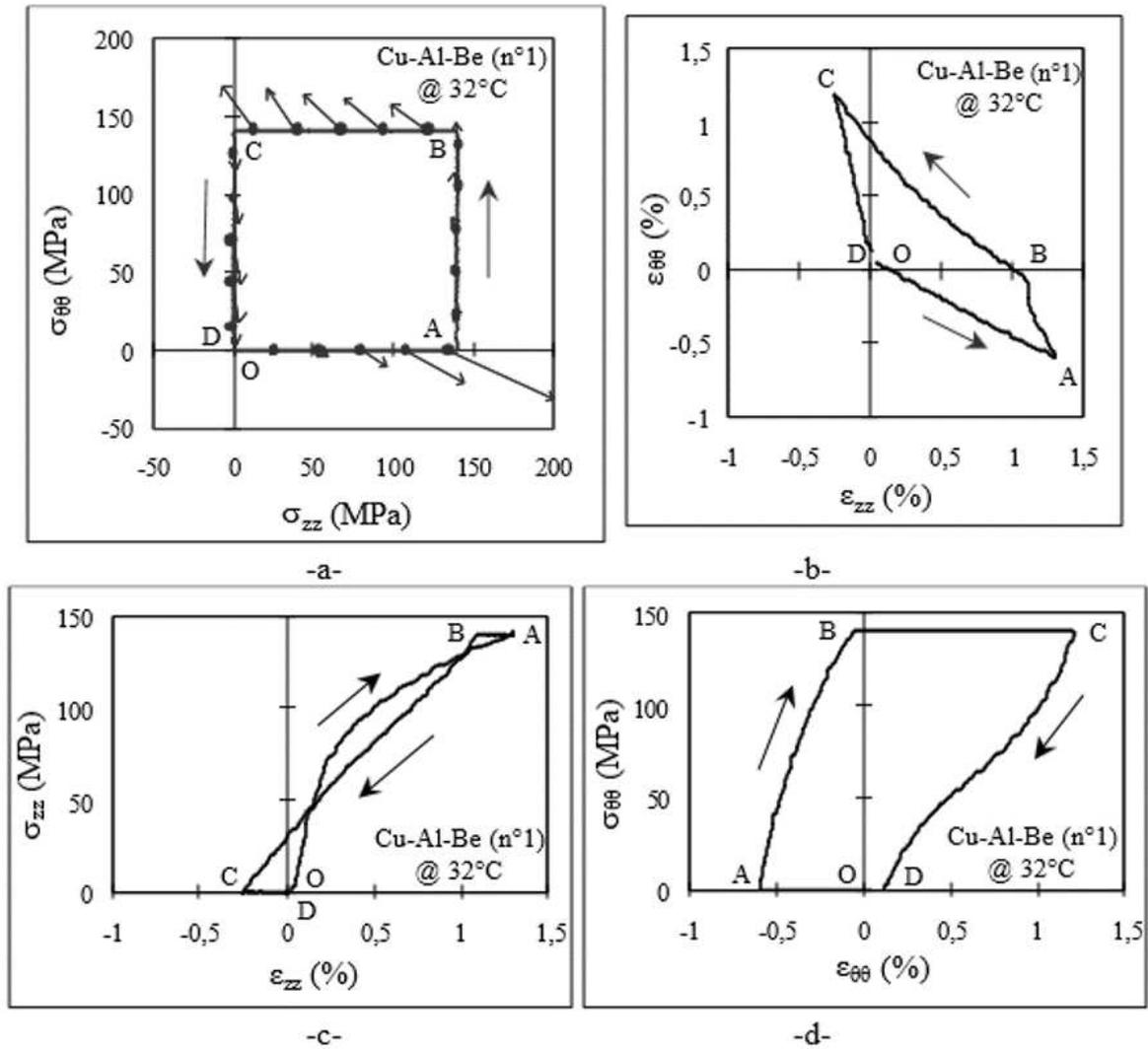


FIGURE 1.28 – Essai de traction-pression interne sous chargement non proportionnel carré. (a) chemin de chargement, (b) réponse en déformation, (c) et (d) courbes contrainte/déformation [21].

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

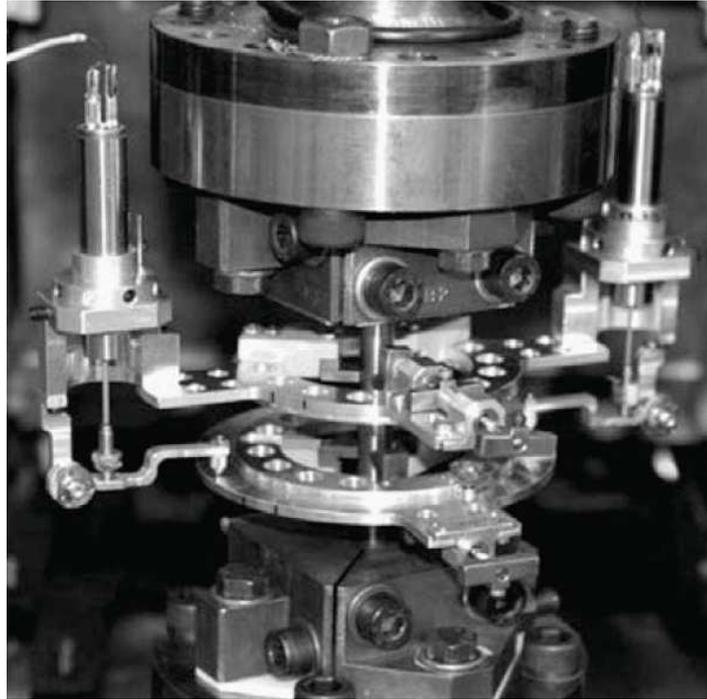
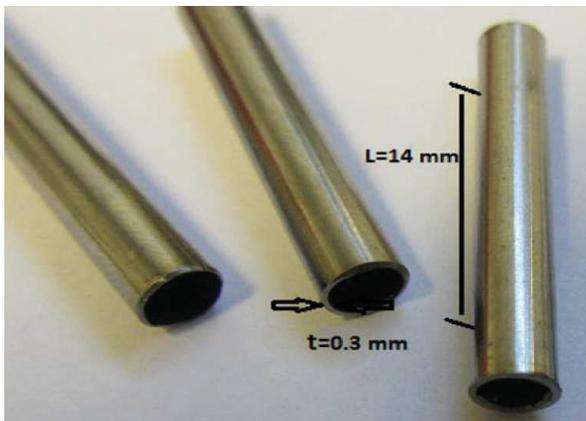


FIGURE 1.29 – Montage d’essai pour essais de traction-torsion [48].

DSC et sont $A_s = -25 \text{ } ^\circ \text{C}$, $A_f = 13 \text{ } ^\circ \text{C}$, $M_s = -70 \text{ } ^\circ \text{C}$, $M_f = -120 \text{ } ^\circ \text{C}$.



(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’amarage [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

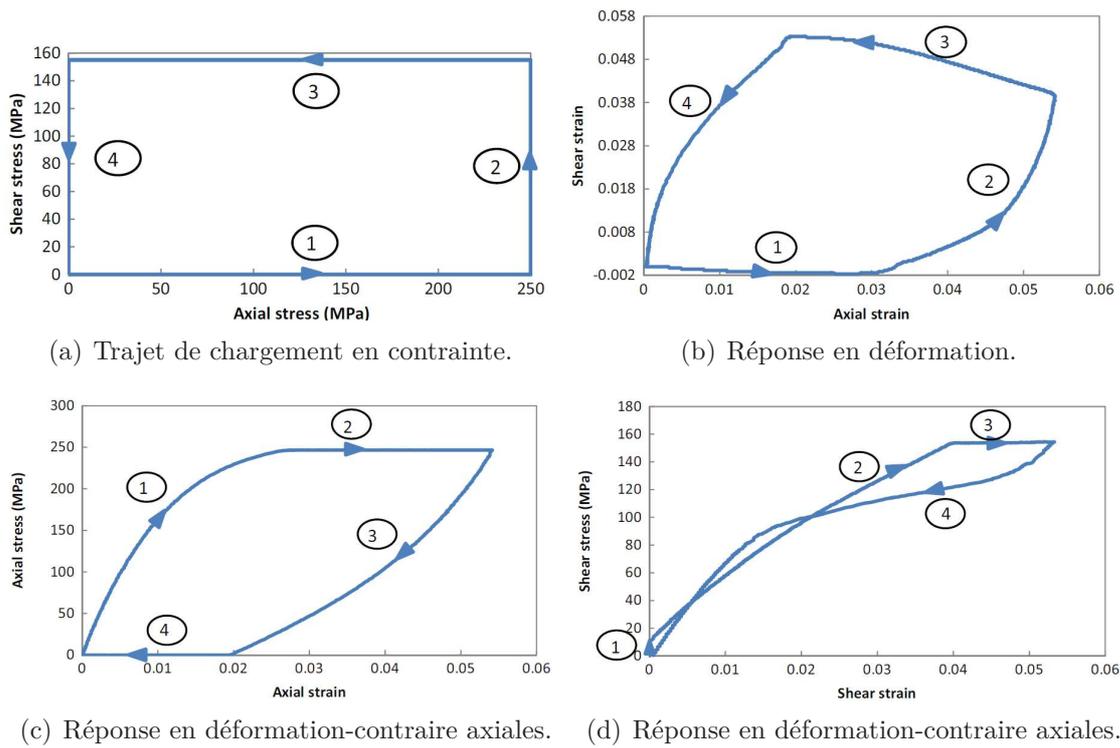


FIGURE 1.31 – Pilotage en contrainte et réponse en déformation d’un trajet non proportionnel sur tube en NiTi [68].

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 réalisée 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.

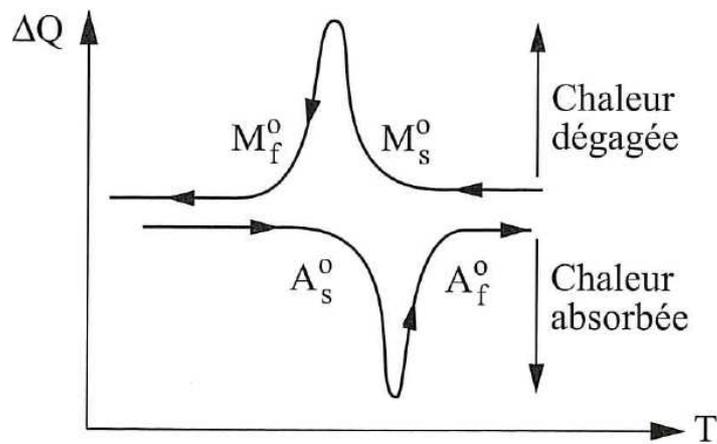


FIGURE 1.32 – Mesure des températures de transformation de phase par DSC [63]

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.

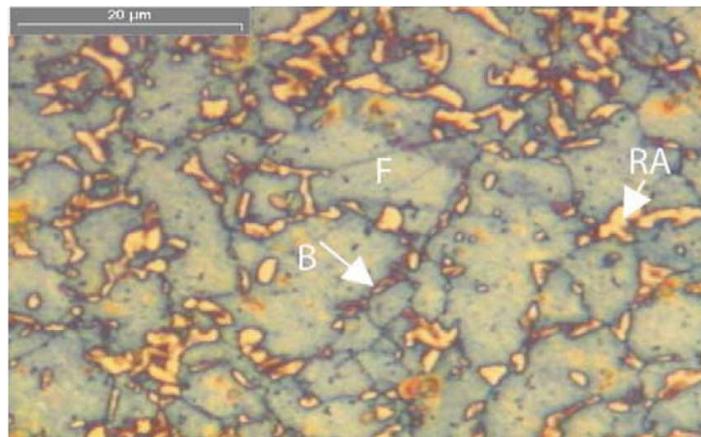


FIGURE 1.33 – Micrographie optique de l'acier iTRIP 600. F : ferrite ; B : bainite ; RA : austénite retenue [17].

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'EBS (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).

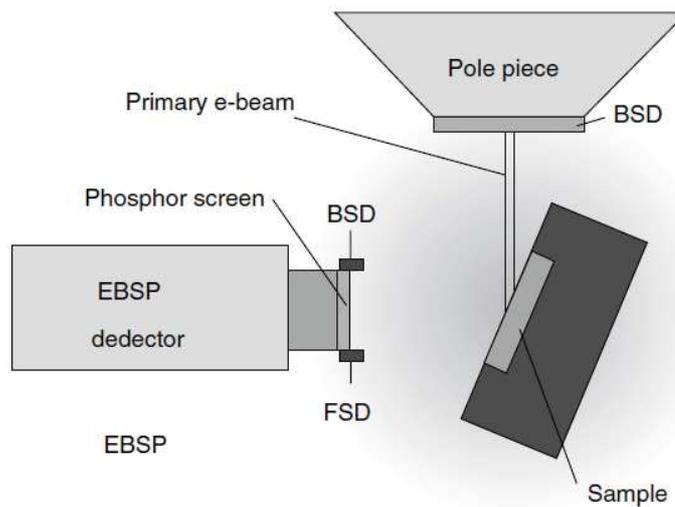


FIGURE 1.34 – Principe de mesure par EBSD [39].

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

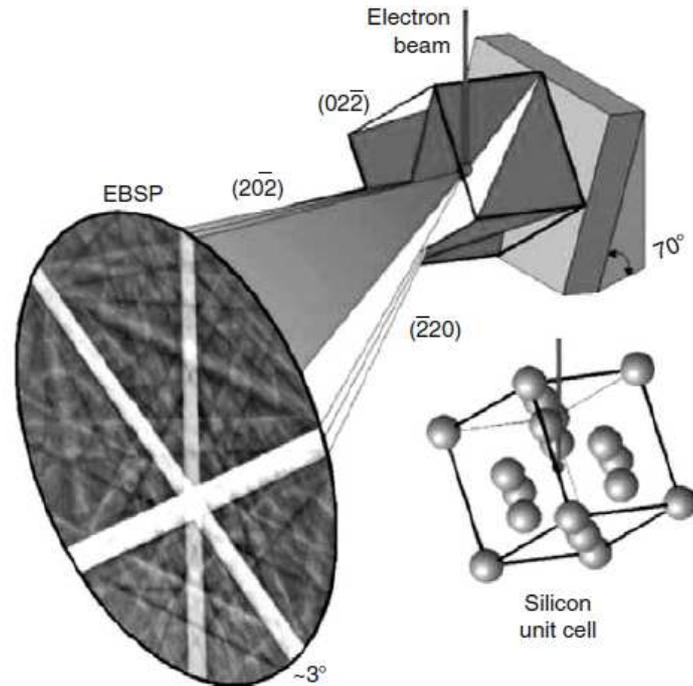


FIGURE 1.35 – Interaction des électrons du faisceau incident avec des matériaux cristallins [39].

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'EBSA.

Cette technique exige une maîtrise 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).

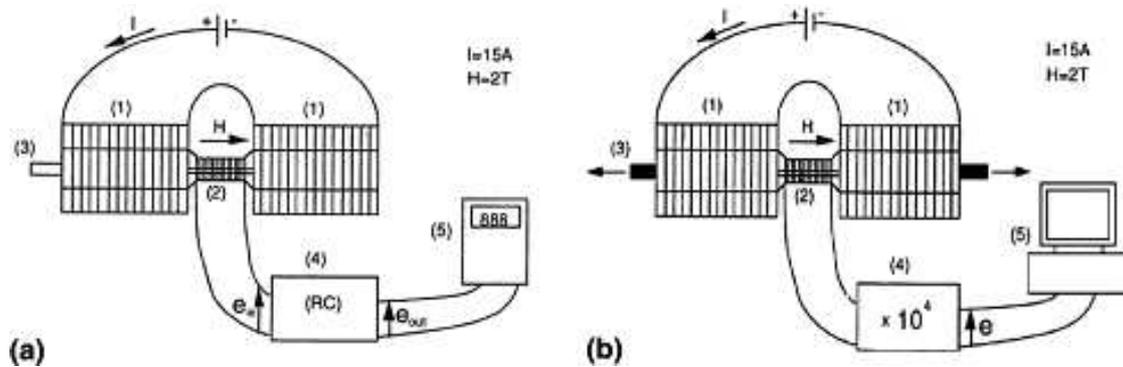


FIGURE 1.36 – Mesure magnétique [83].

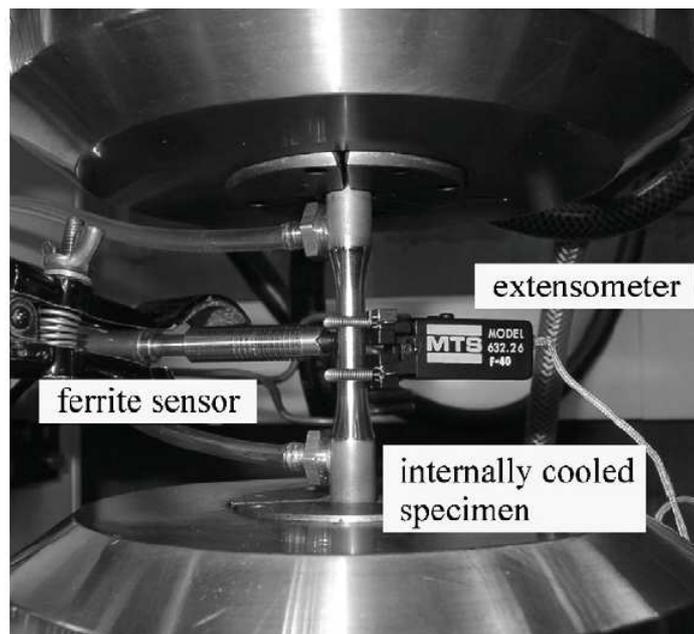


FIGURE 1.37 – Mesure magnétique par Feritscope [58].

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.

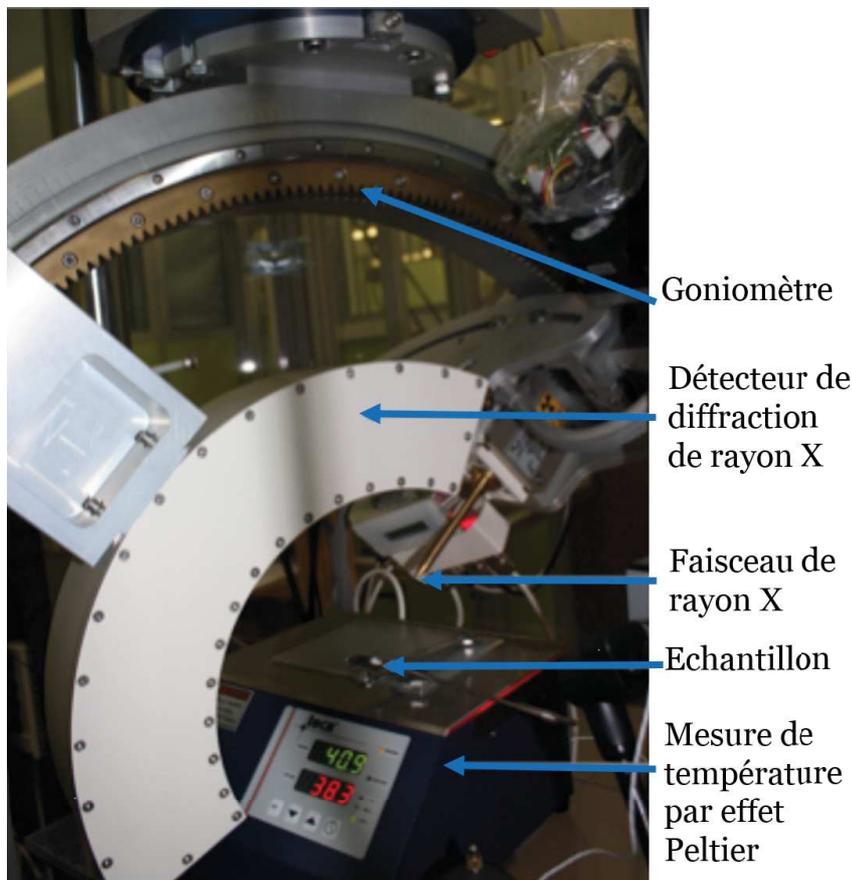


FIGURE 1.38 – Système de DRX montrant les phases présentes [41].

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.

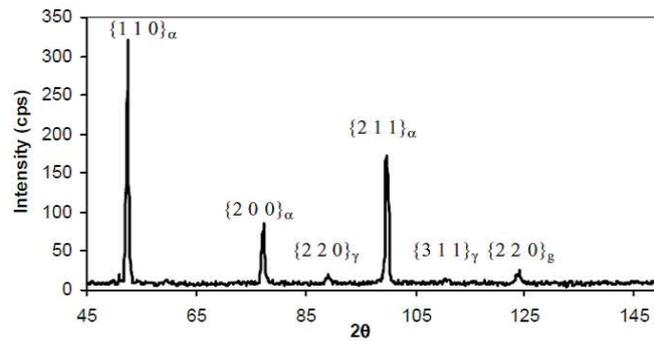


FIGURE 1.39 – Scan DRX [17].

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.

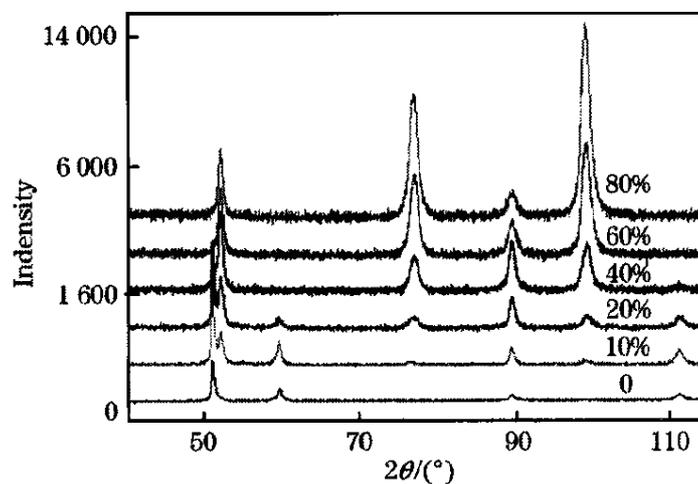


FIGURE 1.40 – Scan DRX réalisé sur une éprouvette en acier iTRIP 301LN après laminage [53].

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

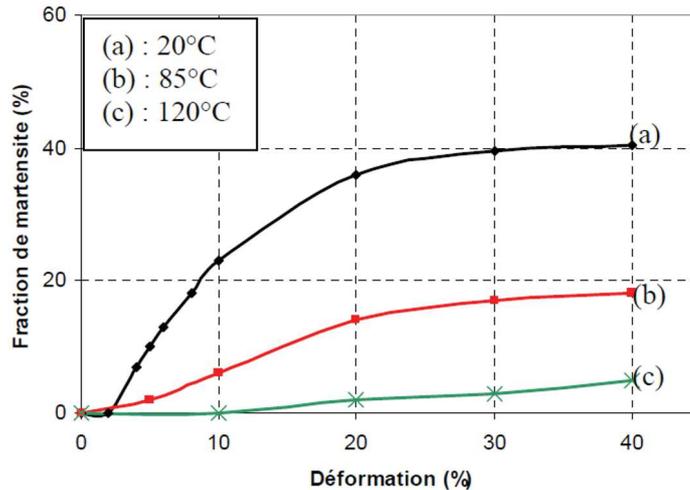


FIGURE 1.41 – Étude de l'influence de la variation de la température sur la transformation de phase dans un acier iTRIP 301LN [17].

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.

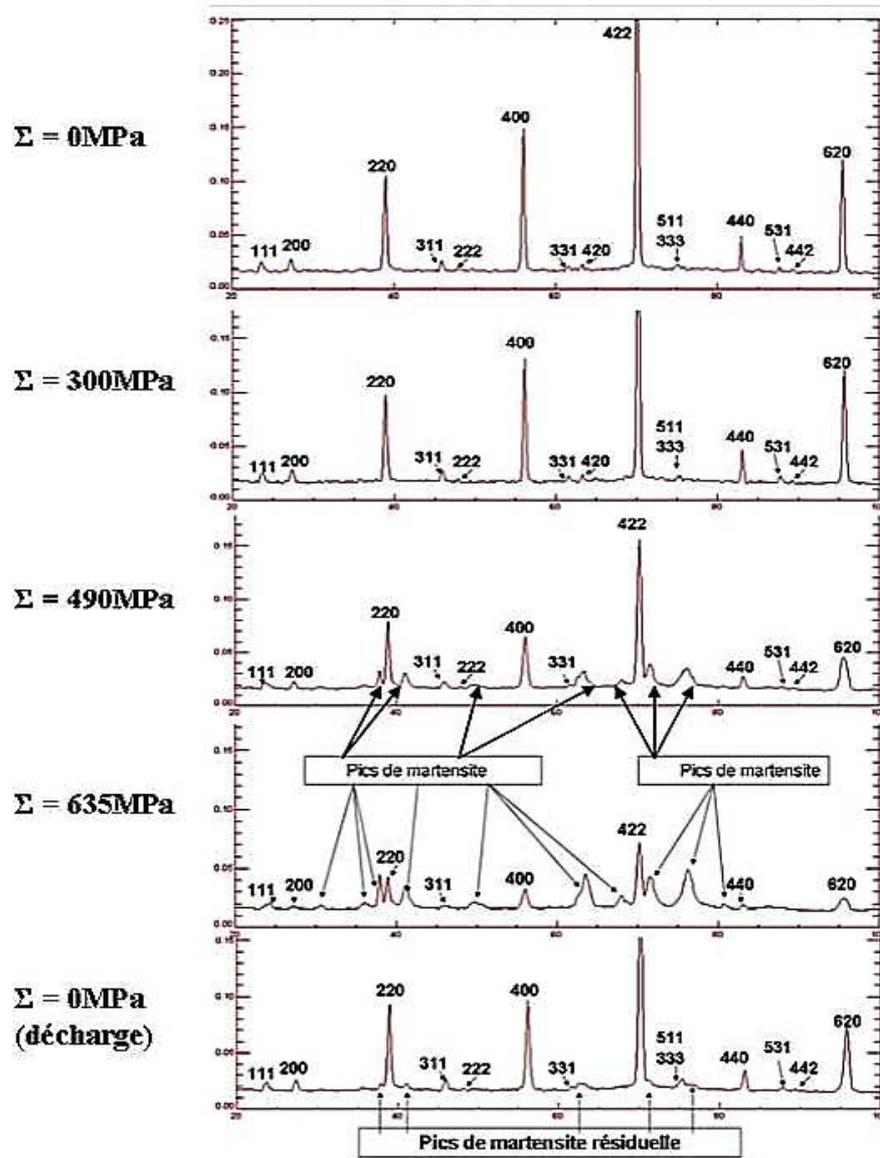


FIGURE 1.42 – Diffractomètre illustrant l'évolution de la transformation de phase en fonction du niveau de contrainte [66].

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 oeuvre 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.

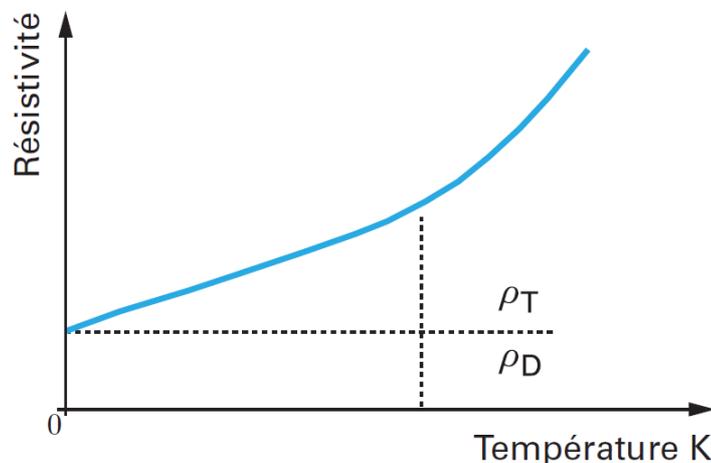


FIGURE 1.43 – La résistivité d'un matériau métallique en fonction de la température [35].

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 a 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.

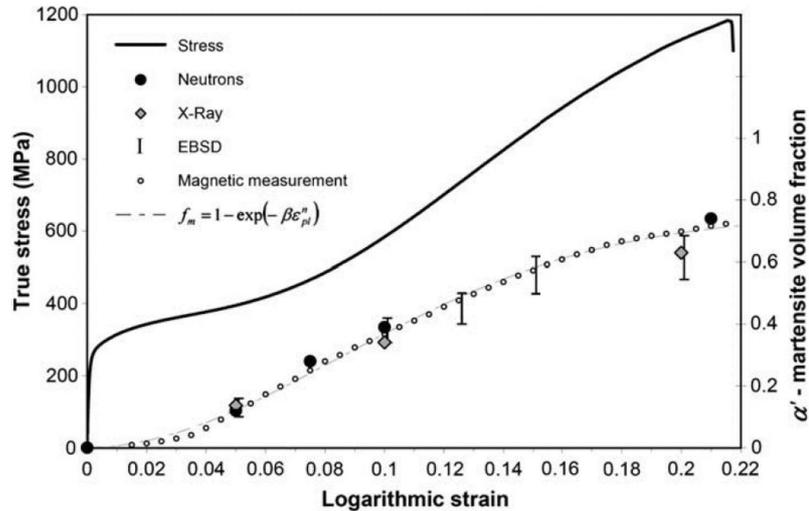


FIGURE 1.44 – Mesure de l'évolution de la fraction volumique de martensite après un essai de traction par différentes techniques [52].

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.