

Etude de la transition de phase d'un monocristal d'AMF en Cu-Al-Be par techniques de mesures de champs

D. DELPUEYO, X. BALANDRAUD, M. GREDIAC, C. BADULESCU

Clermont Université, Laboratoire de Mécanique et Ingénieries (LaMI), Université Blaise Pascal & Institut Français de Mécanique Avancée (IFMA), BP 10448, F-63000 CLERMONT-FERRAND

Résumé :

Le but de l'étude est d'étudier les phénomènes de transformation de phase se produisant dans un alliage à mémoire de forme (AMF). L'échantillon est un monocristal de Cu-Al-Be qui est austénitique à température ambiante. La transformation martensitique est réalisée par traction uniaxiale. La méthode de la grille est utilisée sur une face de l'échantillon afin de mesurer les déformations durant la transformation. Sur l'autre face, un calcul de source de chaleur est réalisé à partir de mesures thermiques par caméra thermique. Ces mesures complémentaires permettent de suivre le changement de phase dans l'échantillon. Notamment, des microstructures martensitiques sont bien mises en évidence.

Abstract :

The objective of this paper is to study the phase transformation which occurs in a shape-memory alloy (SMA). The specimen under study was a single-crystal of Cu-Al-Be which was austenitic at ambient temperature. The martensitic transformation was obtained by tensile loading. The grid method was used on one face of the specimen in order to measure the strain fields during the transformation. Heat sources were also derived from the temperature fields obtained with an infrared camera on the other face. These complementary measurements enable us to observe and analyze the phase change phenomena. In particular, martensitic microstructures are evidenced.

Mots clefs : Alliages à mémoire de forme, méthode de la grille, calcul de sources de chaleur, transformation de phase, microstructures martensitiques.

1 Introduction

De nombreuses études expérimentales traitent des microstructures martensitiques existant dans les alliages à mémoire de forme (AMF). Ces études utilisent souvent la microscopie optique ou électronique pour révéler les microstructures. Les récents développements des techniques de mesure de champ ont permis d'observer les phénomènes de changement de phases dans ces matériaux. La distribution des phases austénite et martensite en surface d'échantillons peut être révélée par les contrastes de déformation ou de source de chaleur. En effet, d'une part les niveaux de déformation varient d'une phase à l'autre ; d'autre part les transformations de phase du premier ordre sont des phénomènes s'accompagnant de chaleur latente. Dans les références [1-2] par exemple, la corrélation d'images numériques a été utilisée pour observer la transformation de phase dans des AMF en nickel-titane. La référence [3] analyse également les phénomènes en couplant des mesures thermiques et des mesures cinématiques.

L'objectif du présent travail est d'observer les microstructures martensitiques apparaissant dans un monocristal d'AMF qui se transforme sous chargement mécanique. Une originalité de l'étude est que l'utilisation d'un monocristal permet de révéler des microstructures à des échelles accessibles par des mesures thermiques et cinématique avec une bonne résolution spatiale.

L'échantillon considéré pour l'étude est un monocristal de cuivre-aluminium-béryllium (Cu-Al-Be). Il est austénitique à température ambiante. La transformation martensitique est obtenue par traction uniaxiale. La Section 2 présente l'échantillon et le chargement mécanique réalisé. Deux techniques de mesure de champs sont utilisées pour l'étude : la méthode de la grille et la thermographie infrarouge. Ces techniques sont complémentaires puisqu'elles fournissent respectivement des champs de déformation et de températures. Les

cartographies peuvent être déterminées à différentes étapes du chargement, ce qui permet de suivre l'évolution de ces quantités lorsque la contrainte augmente. Les deux techniques sont décrites dans la Section 3. La Section 4 est consacrée à la présentation et l'analyse des résultats durant la phase de charge de l'échantillon, puis durant la phase de décharge. Des cartes de déformation et de chaleur sont analysées et discutées.

2 Dispositif expérimental et mesures de champ mises en œuvre

2.1 Echantillon et chargement mécanique

L'échantillon est un monocristal de $\text{Cu-Al}_{11,40}\text{-Be}_{0,50}$ (% massique) de dimensions $0,94 \times 17,78 \times 72 \text{ mm}^3$. Des talons en aluminium sont collés aux deux extrémités, ce qui limite la longueur utile à 53 mm. La sollicitation consiste en un essai de traction à température ambiante constante. Pendant la charge, la vitesse de déformation est de 0.064 %/s et la durée de l'essai est de 141,2 secondes. La déformation maximale et la contrainte maximale sont respectivement de 9% et 73 MPa. L'échantillon est ensuite déchargé avec une vitesse de contrainte de -0,50 MPa/s. La courbe contrainte-déformation est présentée sur la Figure 1. L'échantillon répond d'abord élastiquement, puis l'austénite se transforme progressivement en martensite. L'échantillon est quasiment totalement martensitique pour le chargement maximal. Lors de la décharge, l'échantillon répond d'abord élastiquement puis il revient progressivement à l'état austénitique. La Figure 1 montre qu'il existe une hystérésis de transformation, due en partie aux couplages thermomécanique.

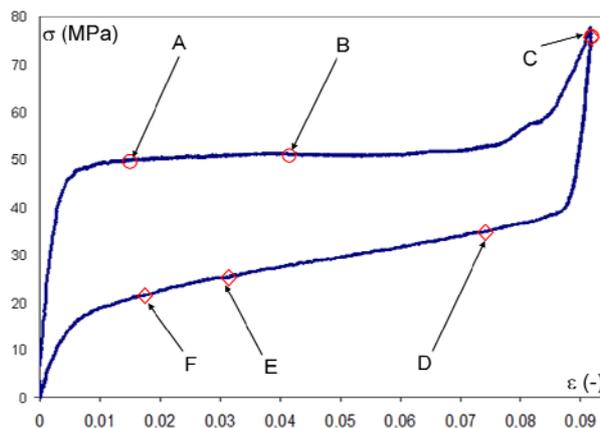


FIG. 1 – Courbe contrainte-déformation.

2.2 Méthode de la grille

La méthode de la grille consiste d'abord à déposer une grille croisée sur la surface de l'échantillon [4]. Le traitement des images optiques de la grille lors du chargement mécanique permet de déduire les champs de déformation dans le plan de l'échantillon. Le pas de la grille est de 0,2 mm dans les deux directions. Le traitement des images de la grille fournit la distribution de la phase du marquage périodique. Un dépliement de phase est ensuite réalisé et les déplacements sont obtenus [5]. Il a été montré récemment que les performances métrologiques pouvaient être améliorées sous soustrayant les défauts de grille [6-7]. En particulier, il est possible d'obtenir un bon compromis entre résolution spatiale et résolution de mesure. Par exemple pour la présente étude, la résolution sur la déformation est de l'ordre de 10^{-4} pour une résolution spatiale de 30 pixels (=1,2 mm). De plus, les calculs sont effectués à chaque pixel même si la résolution spatiale est de 30 pixels, ce qui permet de visualiser des phénomènes très localisés. Une caméra SENSICAM (12 bits, 1040×1376 pixels) est utilisée avec le logiciel CamWare. Les cartes de déformation sont ensuite déduites. Le lecteur trouvera des informations complémentaires sur le calcul des petites déformations pour une grille unidirectionnelle et une grille bidirectionnelle dans les références [5] et [6], respectivement.

Le changement de phase dans un AMF s'accompagne de grandes déformations. En supposant que les rotations restent petites, ce qui est bien le cas ici, les déformations de Hencky H sont déduites par sommation des incréments de petites déformations mesurés. Les déformations de Green-Lagrange E sont finalement obtenues par la relation suivante :

$$H = \frac{1}{2} \ln(I + 2E) \quad (1)$$

où I est le tenseur identité.

2.3 Calcul de source de chaleur

Une caméra Cedip Jade III-MWIR est utilisée pour mesurer les champs de température sur l'autre face de l'échantillon. Une fine couche de peinture noire est appliquée préalablement sur cette face afin d'obtenir une émissivité thermique proche de 1. La résolution thermique de la mesure de température est de l'ordre de 20 mK. Un nombre de pixel de 80×160 est utilisé avec une fréquence d'acquisition de 436 Hz. La résolution spatiale est de 0,36 mm. Pour l'analyse thermomécanique des matériaux, les variations de températures ne constituent cependant pas l'information pertinente puisqu'elles sont la conséquence de plusieurs phénomènes : conduction, échanges de chaleur avec l'extérieur, chaleurs produites par le matériau lui-même. Les sources de chaleur produites par le matériau peuvent être déterminées à partir des champs de températures mesurés par la caméra thermique.

L'évolution de la température est en partie gouvernée par l'équation de chaleur. Une version bi-dimensionnelle de cette équation peut être utilisée pour des échantillons de faible épaisseur [8] :

$$s = \rho C \left(\frac{d\theta}{dt} + \frac{\theta}{\tau} \right) - k \Delta_{2D} \theta \quad (2)$$

où :

- $\theta(x, y, t)$ est le champ de variation de température par rapport à un champ de température de référence (mesuré en pratique juste avant le début de l'essai),
- $s(x, y, t)$ est le champ de source de chaleur produite par le matériau,
- ρ est la masse volumique, C la chaleur spécifique et k la conductivité thermique (ici supposé isotrope),
- τ est une constante de temps caractérisant les échanges de chaleur avec l'air par convection. Cette grandeur peut être déterminée expérimentalement durant un retour à l'équilibre thermique.

Dans les AMF, la source de chaleur s est principalement due au changement de phase (production ou absorption de chaleur latente). L'objectif est ici d'obtenir la distribution des sources de chaleur à partir de la connaissance des variations de températures. Les images thermiques sont traitées selon une procédure décrite dans la référence [9]. Les sources de chaleur sont ensuite ramenées dans la configuration géométrique initiale, permettant de réaliser une intégration dans le temps pour chaque point matériel. Les champs de chaleur obtenus sont ensuite divisés par le produit ρC . Les valeurs ainsi obtenues sont en °C (ce qui représente la variation de température si l'évolution était adiabatique).

3 Résultats et discussion

Plusieurs niveaux de chargement sont maintenant analysés. Ils correspondent aux points A à F indiqués sur la courbe contrainte-déformation macroscopique présentée sur la Figure 1.

3.1 Phase de charge

La Figure 2 présente les champs de déformation longitudinale pour les points A, B et C. Au début de l'essai, l'échantillon est entièrement constitué d'austénite qui se déforme élastiquement. Des aiguilles de martensite apparaissent au point A, situé au début du plateau de transformation sur la courbe contrainte-déformation. Plusieurs aiguilles parallèles sont bien visibles. Ces augmentations de déformation locale sont dues à une transformation de phase austénite-martensite. En effet, le changement de phase s'accompagne d'une modification de maille cristalline, se traduisant par une augmentation soudaine de la déformation à l'échelle macroscopique. Notons que, sur ces cartographies, le niveau de déformation dans ces aiguilles très fines n'est probablement pas exact : la valeur est certainement sous-estimée du fait du traitement utilisé pour obtenir les cartes de déformation. Cette procédure implique en effet une analyse de Fourier fenêtrée [6-7].

Le point B est situé environ au milieu du plateau de transformation de la courbe contrainte-déformation. Environ la moitié de l'austénite s'est transformée en martensite. Sur la cartographie de la Figure 2-b, la

martensite est présente sous forme de bandes plus ou moins larges. Les frontières planes entre l'austénite et la martensite correspondent à ce que l'on appelle des « plans d'habitat ». La plupart des plans d'habitat observés ici sont quasiment tous parallèles, excepté pour la partie basse de l'échantillon. Un coin d'austénite est visible en bas de l'échantillon : il est bordé par deux plans d'habitat non parallèles (lignes pointillées blanches et noires). Une large bande de martensite est clairement visible en haut de l'échantillon (voir le repère 11 sur la figure). La largeur de cette bande est telle que le niveau de déformation mesuré peut être supposé correctement estimé. En comparant l'évolution de cette bande entre les Figures 1-a et 1-b, on constate que sa croissance s'est faite par la propagation vers le haut d'un front de transformation austénite/martensite. Dans la bande 17, le niveau de déformation n'est pas complètement homogène : la déformation est plus importante sur sa partie droite ; ceci illustre le fait que la martensite se développe de la droite vers la gauche de l'échantillon dans cette zone. Les aiguilles de martensite fusionnent progressivement à partir de la droite, faisant disparaître progressivement l'austénite dans la zone 17. Des niveaux intermédiaires de déformation tout en haut de l'échantillon correspondent probablement à de fines aiguilles de martensite se développant dans l'austénite.

Le point C correspond au niveau de contrainte maximum. L'austénite s'est pratiquement totalement transformée en martensite. Seule une région d'austénite pure existe encore en bas de l'échantillon (bande 28 sur la Figure 2-c). L'amplitude de la déformation longitudinale est globalement la même au dessus et au dessous de ce coin d'austénite. Cependant, en comparant les champs de déformation transverse dans ces deux régions, on constate des niveaux de déformation différents : -4% au dessus et -6% au dessous (La figure correspondante n'est pas présentée dans ce papier). Ceci est certainement dû au fait que les variantes de martensite ne sont pas les mêmes dans ces deux zones. De plus, les nuances de couleur dans la martensite sont probablement dues au fait que différentes variantes de martensite existent dans ces zones.

La transformation de l'austénite en martensite s'accompagne d'une production de chaleur latente. Ces sources de chaleur peuvent être détectées par le traitement des cartes de température (voir Section 2.3) La comparaison entre les champs de déformation et de chaleur montrent que fort logiquement, ces grandeurs sont corrélées (les figures de chaleur ne sont pas présentées dans ce papier).

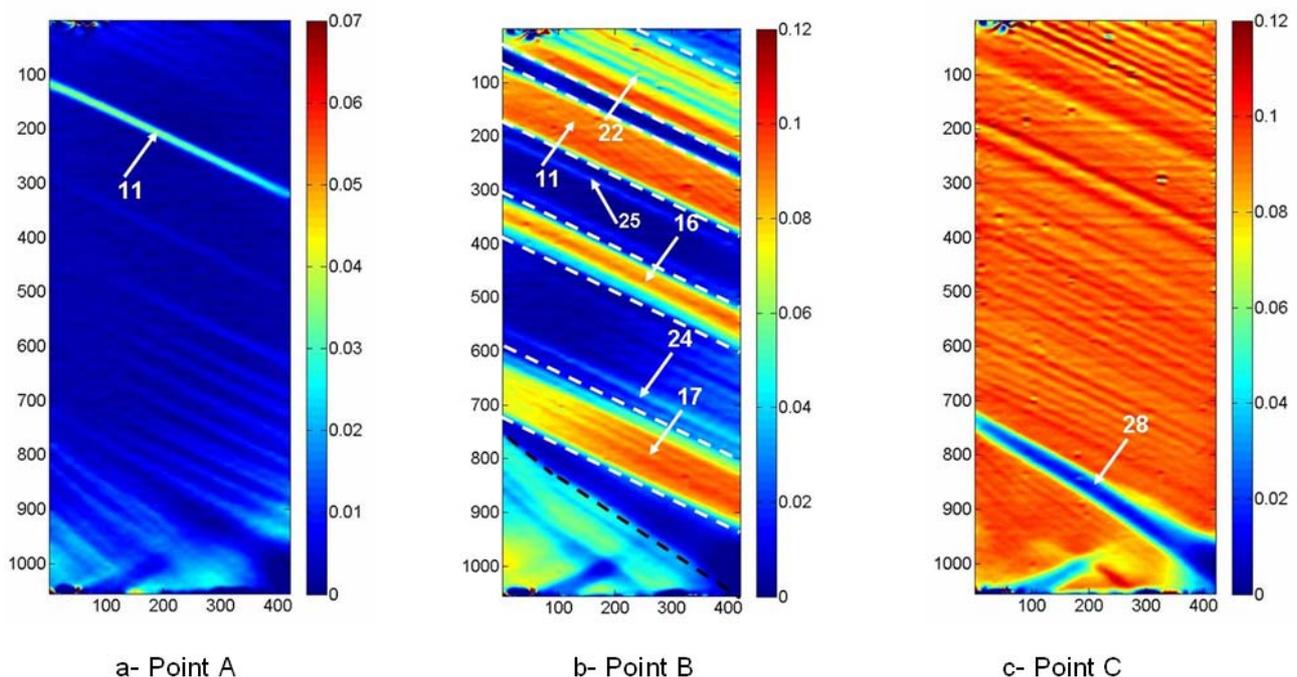


FIG. 2 – Déformation longitudinale pour trois niveaux de déformation macroscopique durant la charge.

3.2 Phase de décharge

La Figure 3 présente les champs de déformation longitudinale pour les points D, E et F. Le point D est situé juste après le changement de pente de la courbe contrainte-déformation durant la décharge. Il est intéressant de remarquer que la distribution de déformation y est très différente de celle observée lors de la charge. Notamment, des microstructures en forme de X sont clairement visibles : voir par exemple les zones 54 sur

la Figure 3-a. Le niveau de déformation est très faible au croisement des deux branches du X (couleur bleu foncé). Il est par ailleurs plus élevé dans les branches. Les mêmes observations peuvent être faites sur la microstructure en X indiquée par les repères 52-53. On peut supposer que :

- la zone centrale des microstructures X correspond à de l'austénite pure,
- les branches du X sont constituées d'un mélange d'austénite et de martensite.

Cette interprétation s'appuie sur l'analyse croisée des cartes de déformation et de la carte de chaleur (voir Figure 4). Les trois composantes des déformations planes sont présentées sur la Figure 4-a. La carte de chaleur est présentée sur la Figure 4-b. Une part importante de ce champ est perdue à cause des effets de bords (calcul du terme laplacien). Notons que le champ de chaleur a été initialisé à la charge maximale, au point C de la Figure 2. Une transformation martensite → austénite correspond donc à une chaleur négative car elle est endothermique. Les zones bleues sur la carte de chaleur correspondent à des régions dans lesquelles il s'est produit une transformation martensite → austénite, partielle ou complète. Les zones vertes correspondent à des régions dans lesquelles aucune transformation de phase ne s'est produite depuis le point C. La Figure 4-c propose une interprétation en termes de microstructures à partir de l'analyse croisée des déformations et de la chaleur. Les zones A, M et A+M correspondent à des régions constituées respectivement d'austénite pure, de martensite pure et d'un mélange d'austénite et de martensite.

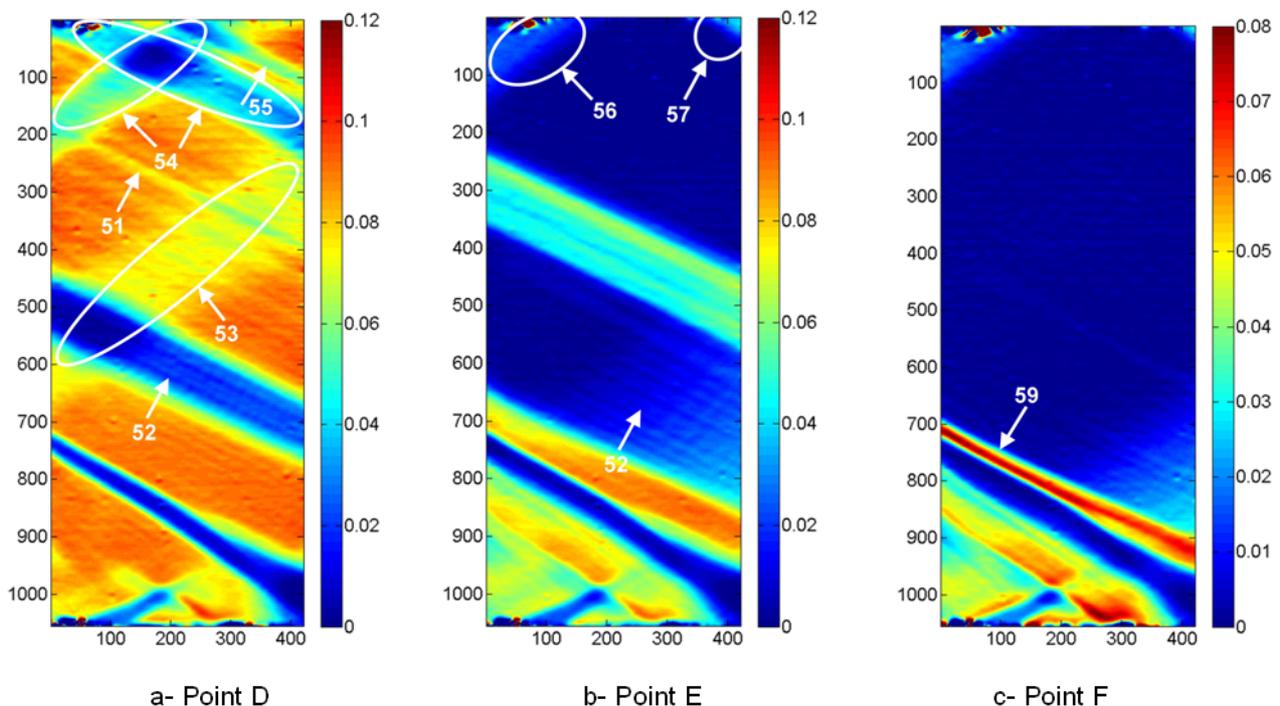


FIG. 3 – Déformation longitudinale pour trois niveaux de déformation macroscopique durant la décharge.

La carte de déformation longitudinale au point E montre qu'une grande part de l'échantillon s'est retransformée en austénite. Des zones contenant encore de la martensite existent dans différentes parties de l'échantillon, par exemple au niveau des repères 56 and 57. Les aiguilles de martensite visibles au niveau du repère 52 se retirent vers la droite au cours de la décharge. En effet, en comparant les Figures 3-a (point D) et 3-b (point E), on constate que la longueur de ces aiguilles de martensite diminue.

Le point F est situé plus tard dans la décharge. Une large région d'austénite est visible dans l'échantillon (couleur bleu foncé). Elle est limitée en bas par une bande de martensite (repère 59). Comme précédemment, le niveau de déformation juste au dessus à droite de cette zone 59 est légèrement plus élevé que dans les autres zones austénitiques. Cette zone est interprétée comme des aiguilles de martensite qui se retirent progressivement. La distribution de déformation est plus complexe dans la partie basse de l'échantillon. Ceci est certainement dû au fait qu'elle est située près d'un mors de la machine de traction, ce qui doit créer un état de contrainte complexe.

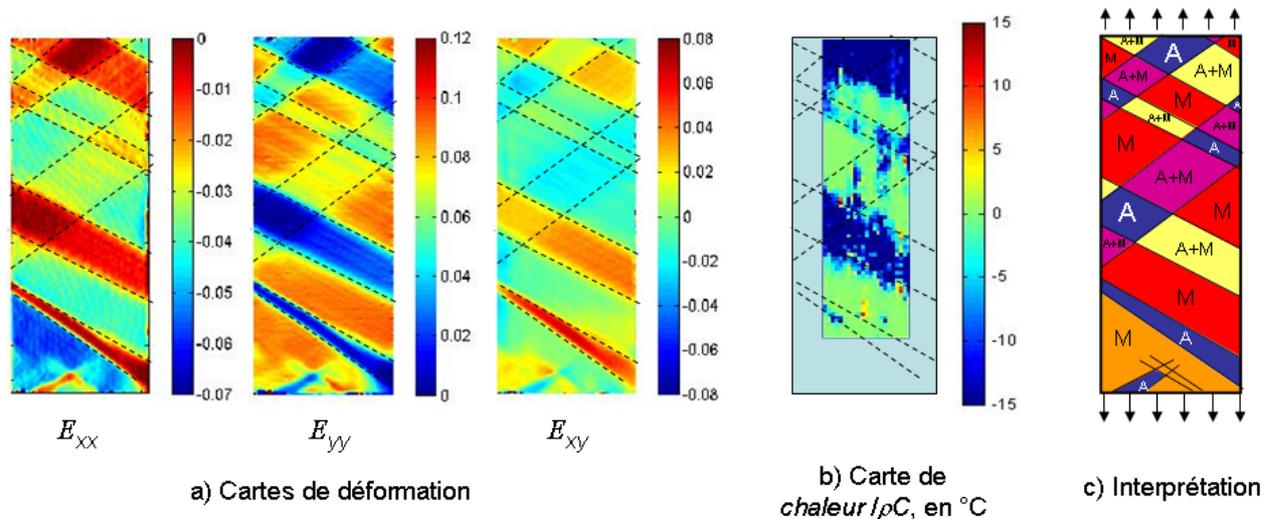


FIG. 4 – Cartes de déformation et de chaleur près du point D.

4 Conclusion

La méthode de la grille et la thermographie infrarouge ont été combinées pour étudier la réponse d'un monocristal d'AMF soumis à un essai de traction. Différentes microstructures martensitiques ont été clairement révélées par ces techniques, notamment la méthode de la grille qui a permis de distinguer de détails relativement fins (aiguilles de martensite). La thermographie infrarouge a permis d'élucider certaines interprétations en termes de microstructures. Les différences de réponse durant la charge et la décharge ont été illustrées par différentes microstructures. La prochaine étape du travail est l'identification des variantes de martensite apparaissant durant l'essai.

References

- [1] Efstathiou C., Sehitoglu H., Carroll J., Lambros J., Maier H.J., Full-field strain evolution during intermartensitic transformations in single-crystal Ni-Fe-Ga, *Acta Materialia*, 56, 3791-3799, 2008.
- [2] Daly S., Rittel D., Bhattacharya K., Ravichandran G., Large deformation of nitinol under shear dominant loading, *Experimental Mechanics*, 49, 225-233, 2009.
- [3] Favier D., Louche H., Schlosser P., Orgeas L., Vacher P., Debove L., Homogeneous and heterogeneous deformation mechanisms in an austenitic polycrystalline Ti-50.8 at.% Ni thin tube under tension. *Acta Materialia*, 55, 5310-5322, 2007.
- [4] Piro J.L., Grédiac M., Producing and transferring low-spatial-frequency grids for measuring displacement fields with moiré and grid methods, *Experimental Techniques*, 28(4), 23-26, 2004.
- [5] Surrel Y., Fringe Analysis, in *Photomechanics, Topics Appli. Phys.*, P.K. Rastogi (Ed.), 77, 55-102, 2000.
- [6] Badulescu C., Grédiac M., Mathias J.-D., Roux D., A procedure for accurate one-dimensional strain measurement using the grid method, *Experimental Mechanics*, 49(6), 841-854, 2009.
- [7] Badulescu C., Grédiac M., Mathias J.-D., Investigation of the grid method for accurate in-plane strain measurement, *Measurement Science and Technology*, 20(9), 2009.
- [8] Chrysochoos A., Louche H., An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation, *International Journal of Engineering Science*, 38, 1759-1788, 2000.
- [9] Badulescu C., Grédiac M., Haddadi H., Mathias J.D., Balandraud X., Tran H.S., Applying the grid method and infrared thermography to investigate plastic deformation in aluminium multicrystal, *Mechanics of Materials*, 43(11), 36-53, 2011.