Sollicitations complexes et suivi de la transformation de phase

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

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

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

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

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

2.3.1 Moyens d'essai

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

2.3.1.1 Matériau et éprouvette

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

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

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

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

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

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

2.3.1.2 Dispositif expérimental

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

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



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

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

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

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

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



FIGURE 2.18 – Plan des éprouvettes tubulaires.



FIGURE 2.19 – Schéma du montage d'essai.





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

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

FIGURE 2.20 – Machine Traction-Torsion-Compression.

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

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

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

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



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

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



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

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

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



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

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

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

2.3.1.3 Mesure de la déformation

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

La stéréo-corrélation d'image est un système de mesure de déformation des éprouvettes non planes (par exemple, les éprouvettes tubulaires ou cubiques). C'est une méthode sans contact qui mesure le champ de déformation dans des éprouvettes au cours des essais mécaniques à l'aide de deux caméras. Cette technique est de plus en plus utilisée dans la caractérisation du comportement mécanique de matériaux [38] grâce à la qualité des mesures réalisées et aux avantages qu'elle offre. Or, ce système permet d'observer et de calculer la déformation sur une grande zone [38]. Toutefois, cette technique n'est pas facilement utilisable pour réaliser des essais à basse température et dans une enceinte thermique. Aussi, le taux de déformation mesurable est de l'ordre de 6 % dans le cas de notre matériau.

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

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

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

2.3.1.3.1 Calibrage des mesures extensométriques et des mesures des capteurs vérin

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

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

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

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

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

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

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



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



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

Suite aux essais que nous avons faits sur des éprouvettes en acier, nous pouvons conclure qu'une relation linéaire se trouve entre les mesures de l'extensomètre et les mesures du capteur de déplacement et de rotation du vérin et dont les coefficients ont été déterminés de ces essais.

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

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

2.3.1.4 Mesure de la résistance électrique

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

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

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

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

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

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



FIGURE 2.26 – Instrumentation de l'éprouvette.

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



FIGURE 2.27 – Suiveur de fissure.

phase avec la méthode des quatre points.

2.3.2 Exploitation des mesures de résistance électrique

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

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

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

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

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

Avec

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

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

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

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

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

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

Alors, on peut écrire :

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

Alors

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

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

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

Alors on peut déterminer le facteur K par la relation :

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

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

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

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

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

2.3.3 Résultats expérimentaux

Les différents essais multiaxiaux proportionnels et non proportionnels réalisés sur notre matériau sont présentés dans cette section. Nous commençons par des essais uniaxiaux de traction et de torsion réalisés sur des éprouvettes tubulaires pour atteindre des essais avec des chargements mécaniques multiaxiaux. La température à laquelle ces derniers ont été réalisés est de -35 °C. Au cours de la descente en température, l'hygrométrie est contrôlée pour qu'elle reste à son plus bas niveau. Ceci limite la formation du givre au sein de l'enceinte thermique pouvant fausser la régulation thermique de celle-ci en couvrant son thermocouple.

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

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

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

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

avec S_0 est la section de nos éprouvettes calculée par :

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

Avec :

 D_{ext} : est le diamètre extérieur de l'éprouvette en mm (10 mm). D_{int} : est le diamètre intérieur de l'éprouvette en mm (7 mm).

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

Avec M_t est le moment de torsion

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

Aussi, la déformation équivalente est donnée par :

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

Nous calculons aussi, la déformation plastique cumulée avec :

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

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

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

Le tableau 2.3 résume les essais réalisés dans cette section.

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



2.3.3.1 Pilotage des essais

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

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

Ce pilotage en déformation a été fait avec des vitesses très faibles pour éviter l'auto-échauffement de l'éprouvette [17]. Une grande vitesse de déformation cause l'augmentation de la température de l'éprouvette. Cela réduit le taux de martensite qui peut être formé dans l'éprouvette. Pour vérifier que la température des éprouvettes reste constante, nous l'avons mesurée avec deux thermocouples placés sur la partie utile de cette dernière (Figure 2.28).



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

2.3.3.2 Choix de la température d'essai

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

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

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

2.3.3.3 Essais de traction

2.3.3.3.1 Vérification de la mesure de déformation par le système GOM

La vérification du lien entre les déformations et les mesures des capteurs du vérin permet l'exploitation de celles-ci pour les essais à réaliser. Nous avons utilisé le système Aramis GOM pour cette vérification jusqu'à un niveau de déformation axiale de 6%.

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



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

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

2.3.3.3.2 Essai de traction à -35 °C

Pour caractériser le comportement de notre acier sous l'effet de la transformation de phase, nous avons réalisé, par similitude aux essais réalisés dans la première section, un premier essai de traction avec des charges et des décharges à des niveaux de déformations croissantes. Le but des charges et décharges élastiques est également de valider l'absence d'effet de l'élasticité sur la transformation de phase de ce matériau. Nous avons appliqué sur l'éprouvette des chargements en déplacement tout en gardant un couple nul. Ces chargements ont été progressifs ; nous avons chargé l'éprouvette à des niveaux de déformations de 10 %, 20 % et 30 % (Figure 2.30). Durant les décharges, nous avons déchargé l'éprouvette tout en mettant comme consigne à atteindre un effort nul et non pas une consigne en déformation nulle afin de ne pas comprimer l'éprouvette. Étant déformée plastiquement, l'éprouvette, ne peut pas revenir à son état de déformation initiale; elle ne récupère que la partie élastique de sa déformation.



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

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

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

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

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

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



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

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

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



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

Arrivant à la première décharge élastique, la courbe de la figure 2.32 illustre bien que la tension corrigée reste constante. Cela confirme l'indépendance de la résistivité vis-à-vis de la déformation élastique. Cette tension est due directement à la transformation de phase comme nous l'avons mentionné dans [85].

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

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



FIGURE 2.33 – Essai de traction avec dosage de phase.

2.3.3.4 Essai d'écrouissage

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

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

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

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



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



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

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

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



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



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

2.3.3.5 Essai de torsion

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

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

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



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

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



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

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

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

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



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



FIGURE 2.41 – Évolution du taux de martensite.

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

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

2.3.3.6 Essais non proportionnels

L'étude de l'influence de la combinaison des chargements de traction et de torsion sur la transformation de phase est réalisée dans cette partie. Pour ce faire, des essais multiaxiaux de traction-torsion en suivant différentes configurations de chargement sont réalisés.

2.3.3.6.1 Essai de traction-torsion

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

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

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



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

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



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

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



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

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

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



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

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



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

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

2.3.3.6.2 Essai de traction-torsion



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

FIGURE 2.47 – Trajet de chargement en déformation.

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



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

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

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

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



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

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

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



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

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

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



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

2.3.3.6.3 Essai de torsion, traction

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



FIGURE 2.52 – Trajet de chargement en déformation.

Nous observons à la fin de chargement (Figure 2.53), juste avant le point B, une baisse de la contrainte de traction qui est due au début du palier de la plasticité en traction (Figure 2.54). En dépassant ce dernier, la contrainte axiale augmente à nouveau jusqu'à rupture de l'éprouvette.



FIGURE 2.53 – Réponse en contrainte.

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



FIGURE 2.54 - Réponse en contrainte déformation axiales.

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



FIGURE 2.55 – Réponse en contrainte déformation de cisaillement.

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



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

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

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



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

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

2.4 Conclusion

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

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

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

Grâce à ces essais, il a été possible de déterminer l'effet de la température, de l'élasticité, de la plasticité et de la transformation de phase sur la résistivité électrique du matériau étudié. Après identification de l'effet de chaque mécanisme de déformation, cette méthode de dosage de phase a été exploitée pour déterminer la cinétique de transformation de phase de notre matériau. Nous avons comparé nos résultats avec ceux obtenus par deux autres méthodes que sont la diffraction de neutrons et la méthode magnétique. Ainsi, la validité de notre démarche a été illustrée.

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

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

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

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