



**HAL**  
open science

## Caractérisation et modélisation d'un alliage binaire Niobium-Titane

Marie Caruel, Karine Taillard, Pascal Laheurte, Etienne Patoor, Olivier  
Hubert

► **To cite this version:**

Marie Caruel, Karine Taillard, Pascal Laheurte, Etienne Patoor, Olivier Hubert. Caractérisation et modélisation d'un alliage binaire Niobium-Titane. Congrès Français de Mécanique, Aug 2022, Nantes, France. hal-03772995

**HAL Id: hal-03772995**

**<https://hal.science/hal-03772995>**

Submitted on 8 Sep 2022

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Caractérisation et modélisation d'un alliage binaire Niobium-Titane

M. CARUEL<sup>a</sup>, K. LAVERNHE-TAILLARD<sup>b</sup>, P. LAHEURTE<sup>d</sup>,  
E. PATOOR<sup>e</sup>, O. HUBERT<sup>c</sup>,

a. LMPS, marie.caruel@ens-paris-saclay.fr, b. LMPS, karine.lavernhe@ens-paris-saclay.fr,  
c. LMPS, olivier.hubert@ens-paris-saclay.fr, d. LEM3, pascal.laheurte@univ-lorraine.fr,  
e. LEM3, etienne.patoor@georgiatech-metz.fr

## Résumé :

Dans cet article, nous présentons la caractérisation de fils de 26at%Nb-Ti. Présenté comme alliage à mémoire de forme, le matériau ne présente cependant pas d'émission de chaleur au cours d'une mesure de calorimétrie différentielle (DSC). L'absence de changement de phase est confirmé par une mesure de diffraction X (DRX) sous chargement thermique. Des essais mécaniques uniaxiaux sont ensuite réalisés. Un module d'Young faible et un retour élastique de presque 2% semblent cependant indiquer la présence d'un phénomène partiellement réversible. Des observations par microscopie (EBSD et BSE) ont permis de déceler la présence d'un système de maclage, concomitant avec la plasticité du milieu. Une modélisation est ensuite proposée, utilisant une approche multiéchelle pour la simulation du maclage et une approche macroscopique pour la plasticité. Quelques illustrations des résultats du modèle sont fournies.

## Abstract :

*The objective of this paper is to present the thermomechanical characterization of (26at%)NbTi wires. Presented as a shape-memory alloy, the material does not, however, show any heat emission during a differential scanning calorimetry (DSC). The absence of phase change is confirmed by an X-ray diffraction (XRD) measurement under thermal loading. Some uniaxial mechanical tests are then carried out. A low Young modulus and a springback of almost 2%, however, seem to indicate the presence of a partially reversible phenomenon. Observations by microscopy (EBSD and BSE) allowed the detection of a twinning system, concomitant with plasticity. A modeling is then proposed, using a multiscale approach for twinning simulation and a macroscopic approach for plasticity. Some illustrations of the model results are provided.*

**Mots clefs : Alliage binaire Niobium-Titane, caractérisation mécanique, DRX, EBSD, modèle de volume élémentaire représentatif (VER)**

# 1 Introduction

De par leurs caractéristiques mécaniques atypiques, les alliages à mémoire de forme suscitent la curiosité des chercheurs depuis plusieurs décennies [8]. Le plus étudié jusqu'à présent et utilisé dans de multiples domaines est l'alliage binaire NiTi en proportions stoechiométriques. Cependant, son utilisation dans le domaine du médical pose aujourd'hui question. En effet, de nombreuses études montrent que le nickel produit des ions nocifs sous l'effet de la corrosion à l'intérieur du corps humain et son fort potentiel allergène rend son utilisation impossible pour certains patients. Ainsi les études récentes se sont portées sur la recherche d'un candidat permettant de conserver ses propriétés atypiques. Le niobium, dosé entre 20 et 26 at% est apparu comme un bon candidat [12]. L'alliage ainsi formé avec le titane présente une forte bio-compatibilité. Il possède par ailleurs un module d'Young apparent proche de celui de l'os, évitant de ce fait le risque de nécrose quand il est utilisé sous forme d'implants ou de prothèses en liaison avec les os.

Avant la mise sur le marché de ces alliages, en particulier à destination de l'industrie de la santé, une bonne compréhension et une modélisation efficace de leur comportement thermomécanique sont nécessaires. L'étude proposée vise à atteindre ces deux objectifs. Des fils de 26at%Nb-Ti de  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  de section ont d'abord été élaborés et traités thermiquement. Leur comportement thermique puis mécanique ont ensuite été étudiés, appuyés par des observations microscopique de leur structure cristalline. Ce travail expérimental est complété par la proposition d'un modèle de volume élémentaire représentatif (VER).

## 2 Démarche expérimentale

Les fils ont été élaborés au laboratoire LEM3 de Metz [4]. Avant d'être tréfilés, les lingots sont fondus au creuset froid à partir de métaux purs. Cette méthode a été adoptée afin de s'adapter aux températures de fusion élevées des deux métaux et à la faible conductivité thermique du titane. De plus, pendant tout le processus de fonte des matériaux, le creuset est placé sous atmosphère d'argon contrôlée afin de limiter l'absorption d'oxygène par le titane. Une fois le mélange fondu élaboré, celui-ci est coulé dans les lingotières. Une fois refroidi, un traitement d'homogénéisation est réalisé à une température supérieure à  $1000^\circ\text{C}$  pendant 15h assurant un état monophasé  $\beta$  cubique à faces centrées. La trempe qui suit ce traitement permet de conserver l'arrangement cristallin. Les lingots sont ensuite tréfilés à froid, subissant ainsi une réduction de section de 99% avant de subir un nouveau traitement de mise en solution suivi d'une trempe. Ce dernier traitement est réalisé à  $850^\circ\text{C}$  pendant 10 min, il permet de supprimer la martensite éventuellement créée pendant la mise en forme.

Le comportement des alliages à mémoire de forme dépend fortement de leurs conditions de fabrication. Dans le cas des alliages de NbTi, on observe une forte dépendance au taux d'oxygène capté par le titane pendant la fonte et les divers traitements thermiques [15], [13], [9]. Une caractérisation thermique et mécanique est donc nécessaire afin de s'assurer de la présence de mécanismes réversibles indispensables pour assurer un faible module d'Young.

### 2.1 Comportement thermique

Un modèle multiéchelle de comportement thermomécanique des AMFs a été développé ces dernières années au LMPS. Une part de l'identification des paramètres de ce modèle repose sur la connaissance des transitions de phases et des densités d'enthalpies associées à ces transitions [1],[6], [7], [11].

Une première étude par calorimétrie différentielle (DSC) a donc été menée. La DSC utilisée est une DSCQ20 avec refroidissement à l'azote permettant un balayage de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $+600^{\circ}\text{C}$ . Afin d'obtenir des résultats probants, et connaissant les difficultés mises en lumière dans la littérature à observer des pics d'émissions de chaleur, plusieurs essais ont été réalisés en faisant varier les masses, les vitesses de balayage et les gammes de température. Une légère inflexion du plateau de capacité calorifique a été observé sur quelques mesures. Les variations n'ont pas été jugées suffisamment significatives pour répondre à la question de la précipitation ou non d'une phase martensitique et encore moins pour en évaluer une densité d'enthalpie associée. .

Une campagne de diffraction rayons X (DRX) sous chargement thermique a alors été engagée pour confirmer ce résultat. Il est en effet possible d'imaginer que la transformation ne s'accompagne pas d'une variation d'enthalpie mesurable mais qu'elle soit néanmoins bien présente. Les expériences ont été réalisées sur le site du CNRS à Thiais. Une mesure DRX a été réalisée de  $20^{\circ}\text{C}$  à  $-60^{\circ}\text{C}$  tous les  $10^{\circ}\text{C}$  puis de  $-30^{\circ}\text{C}$  à  $50^{\circ}\text{C}$  par pas de  $10^{\circ}\text{C}$  avant de faire deux dernières mesures à  $70^{\circ}\text{C}$  puis à  $20^{\circ}\text{C}$ , l'hypothèse étant, qu'au retour à  $20^{\circ}\text{C}$ , on peut observer une potentielle trace de l'histoire thermique. La figure 1 montre les résultats obtenus à  $20^{\circ}\text{C}$  (première DRX), à  $-60^{\circ}\text{C}$  et à  $70^{\circ}\text{C}$ . Les trois diffractogrammes obtenus sont identiques. Le pic à  $2\theta=36^{\circ}$  suggère une possible présence de martensite dans le matériau à température ambiante, mais celui-ci n'évolue pas avec la température. Les autres pics sur les plages  $2\theta \in [30^{\circ}; 35^{\circ}]$  et  $2\theta \in [40^{\circ}; 45^{\circ}]$  correspondent à des pics de diffraction du porte échantillon et de la colle thermique utilisée.

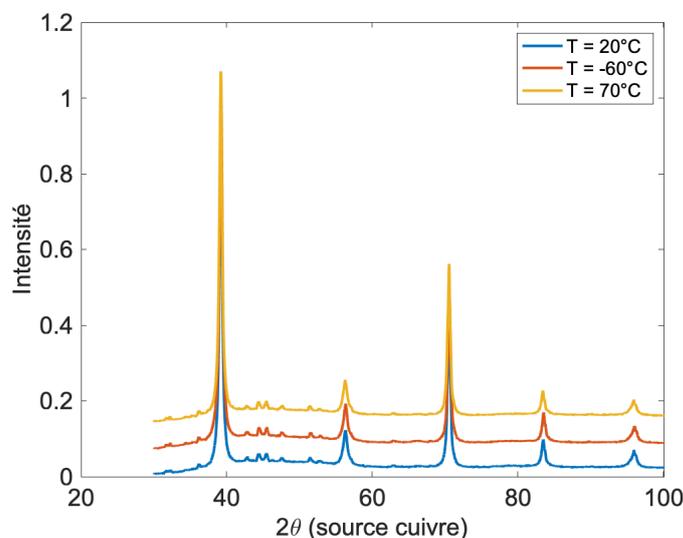


FIGURE 1 – Spectres de diffraction X de fils de 26at%Nb-Ti (surface de  $1\text{ cm}^2$ ) à différentes températures.

La conclusion de cette analyse thermique est que le chargement thermique ne produit manifestement pas de martensite (pas dans des proportions mesurables). Ce résultat est finalement en accord avec les quelques observations reportées dans la littérature [5].

## 2.2 Comportement mécanique

Deux essais de traction ont été réalisés à l'aide d'une machine hydraulique MTS-10T équipée de mors auto-serrants pour prévenir tout glissement (glissement fréquemment rencontré avec les AMF). Le premier essai est un chargement monotone jusqu'à rupture. Un second échantillon est soumis à un chargement cyclique incrémental. L'objectif est de détecter un potentiel retour super-élastique du matériau

et d'observer son évolution en fonction du niveau de déformation. Les résultats des essais sont présentés figure 2 en notation rationnelle. Les déformations sont calculées à partir du déplacement machine pour l'essai monotone et d'un extensomètre pour l'essai cyclique.

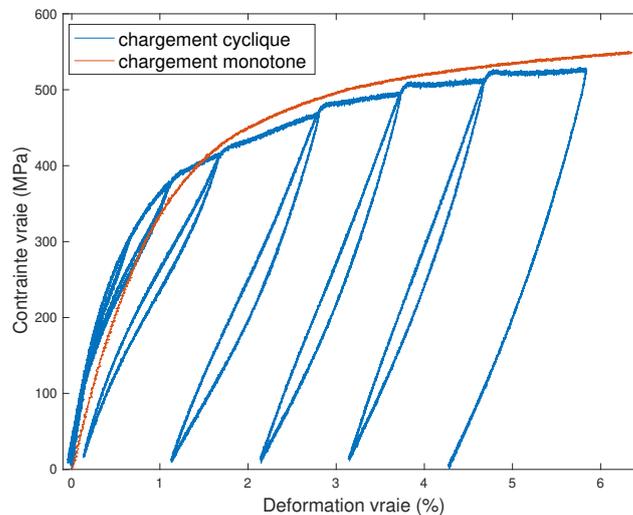


FIGURE 2 – Réponse des fils soumis à un chargement en traction

L'enveloppe générale des deux courbes est assez proche (malgré la forte incertitude sur la déformation pour l'estimation à partir du déplacement machine). Le matériau étudié ne présente pas de double plateau contrairement à ce qui est reporté dans la littérature [10], [5]. Le module d'Young est de l'ordre de 60 GPa ce qui est légèrement plus élevé que les valeurs de la littérature [5] (W. Elmay rapporte un module d'Young de 45 GPa pour cette composition). Un faible module apparent est souvent le signe de l'existence d'une transformation de phase précoce et diffuse, préalable au plateau de transformation [3]. Le module élevé et l'absence de double plateau que nous constatons semblent indiquer qu'aucune transformation n'a lieu. Lors des décharges, un retour élastique non linéaire est pourtant clairement observé (on observe un quasi retour à déformation nulle pour les premiers pourcents de déformation). celui-ci peut cependant avoir d'autres origines. Il peut s'agir d'un mécanisme de plasticité avec fort écrouissage cinématique ou d'un maclage partiellement réversible. L'existence d'une transformation de phase très partielle n'est cependant pas à exclure, activée par un mécanisme de type TRIP (transformation induced plasticity).

La communauté scientifique a mis à de nombreuses reprises en lumière l'apparition concomitante de martensite et de macles lors du chargement mécanique de ce type de matériau [5], [13], [14]. Une analyse DRX a donc été réalisée sur les échantillons déformés après essai. La martensite n'a jamais été détectée de manière significative. Plusieurs analyses EBSD ont ensuite été réalisées sur les mêmes échantillons. Celles-ci mettent clairement en évidence l'existence d'un système de macles comme illustré figure 3.

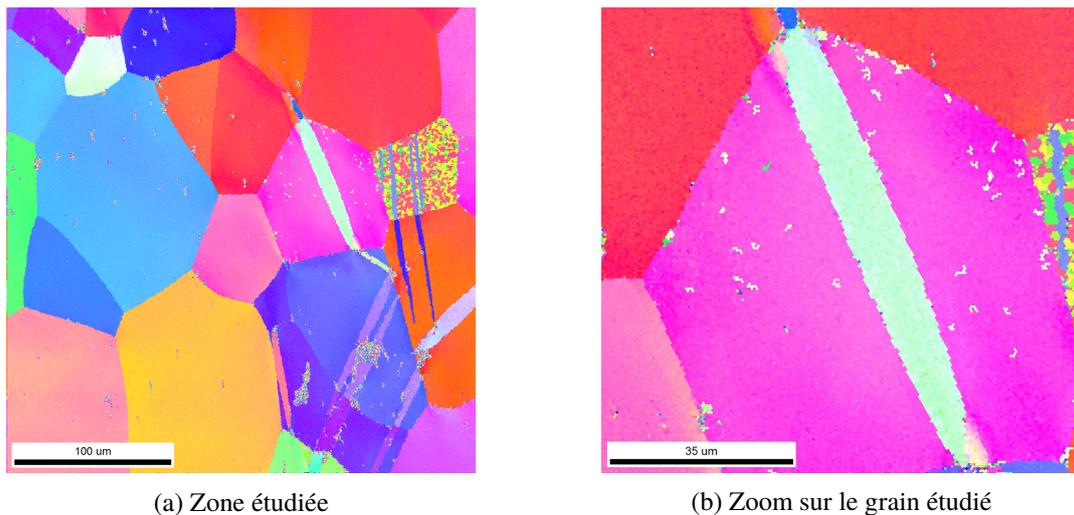


FIGURE 3 – Identification des orientations des grains par EBSD sur un échantillon déformé à 6%

Les macles ont été indexées (figure 4). Elles définissent toutes un système  $\{332\} \langle 113 \rangle$ , ce qui est en accord avec les résultats reportés dans [5] et [14]. Un système unique de macle par grain est généralement activé à 6% de déformation. Nous avons pu vérifier que ce système présente bien le facteur de Schmidt le plus élevé.

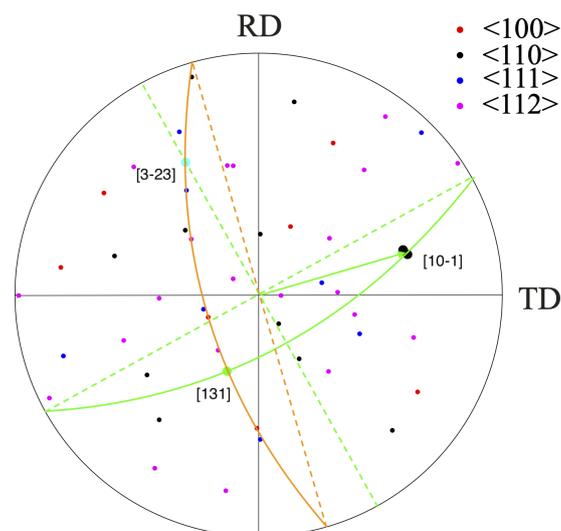


FIGURE 4 – Identification du système de maillage

Même si un mécanisme de maillage a été détecté, il est peu étendu et ne peut suffire à assurer seul la déformation du milieu. De nombreuses lignes de glissement, indicatrices d'une plasticité cristalline standard ont également été observées. Même si aucune transformation de phase n'a été détectée, elle n'est cependant pas à exclure et devra être prévue dans la modélisation. Pour expliquer la grande variabilité de résultats pour ce matériau, certains auteurs avancent l'hypothèse d'une influence particulièrement importante du taux d'oxygène [15], [13], [9]. Un taux élevé peut modifier les seuils relatifs de transformation, de maillage et de plasticité. La quantité d'oxygène dans notre matériau n'a cependant pas pu être estimée ce qui empêche d'aller plus avant dans le raisonnement.

### 3 Modèle de comportement

Nous présentons dans cette section un modèle de volume élémentaire représentatif (VER) permettant de reproduire le comportement thermo-mécanique multiaxial. Ceci inclut la cinétique de changement de phase/maclage sous chargement mécanique et thermique, mais également la plasticité qui assure l'essentiel de la déformation permanente observée. Un modèle multi-échelle permet de traiter le premier aspect. Il s'inspire de modèles déjà développés pour les matériaux ferromagnétiques [7], puis pour les alliages à mémoire de forme classiques après transformation de phase complète [1]. Son extension au phénomène de maclage semble indispensable pour pouvoir représenter de manière réaliste le comportement du 26at%Nb-Ti. Un modèle macroscopique très simple est utilisé pour la plasticité classique. Nous développons ci-après les principes généraux et les principales hypothèses de cette modélisation, et proposons quelques illustrations.

#### 3.1 Énergie libre de Gibbs

Dans la suite,  $g$  désigne un grain. Il est supposé composé de plusieurs phases  $\varphi$  (typiquement l'austénite et la martensite pour l'alliage qui nous intéresse).  $\phi$  désigne une variante signifiant qu'une phase  $\varphi$  peut développer différentes variantes selon sa symétrie ;  $\phi$  peut également désigner une macle au sein d'une phase  $\varphi$  de haute symétrie (macle de la phase  $\beta$  par exemple). Afin de distinguer macle et variante, on notera  $\phi_m$  une macle et  $\phi_v$  une variante (de martensite). Il est également nécessaire d'introduire  $\phi_0$  la variante de phase constituant le matériau de référence. L'organisation des échelles est illustrée sur la figure 5, du VER à l'échelle des variantes/macles, et correspond à des échelles où certains champs physiques peuvent être considérés comme homogènes conduisant à des simplifications dans la description de l'énergie. En effet la sélection d'une variante ou d'une macle à l'intérieur d'une phase est basée sur le principe de l'énergie minimale. Une première étape consiste à construire une fonction d'énergie à l'échelle pertinente.

Le premier principe donné à l'échelle locale ( $J/m^3$ ) exprime que la densité d'énergie totale composée de la densité d'énergie cinétique et de la densité d'énergie interne ne peut changer que par l'action du travail extérieur et de la puissance calorifique. La densité d'énergie interne à l'échelle d'une variante/macle est notée  $u_\phi$ . À vitesse constante, l'énergie cinétique est constante. Il existe une relation directe entre la variation de la densité d'énergie interne et les sources d'énergie :

$$du_\phi = dh_\phi + T_\phi ds_\phi + \sigma_\phi : d\epsilon_\phi \quad (1)$$

Cette expression est composée de :

- $dh_\phi$  : variation d'énergie chimique = variation d'énergie de liaison d'une variante/macle à l'autre ;
- $\sigma_\phi : d\epsilon_\phi$  : variation d'énergie mécanique (puissance mécanique), fonction de la variation de déformation  $d\epsilon_\phi$  et de la contrainte locale  $\sigma_\phi$ .
- $T_\phi ds_\phi = dq_\phi$  : variation de la quantité de chaleur (puissance thermique), fonction de la variation d'entropie  $ds_\phi$  (second principe) et de la température locale  $T_\phi$  ; cette expression s'applique dans un cadre réversible.

L'introduction de l'énergie libre (Helmholtz)  $\psi_\phi = u_\phi - T_\phi s_\phi$  (Transformation de Legendre de la quantité de chaleur) permet de définir la variation d'énergie en fonction de la variation de température

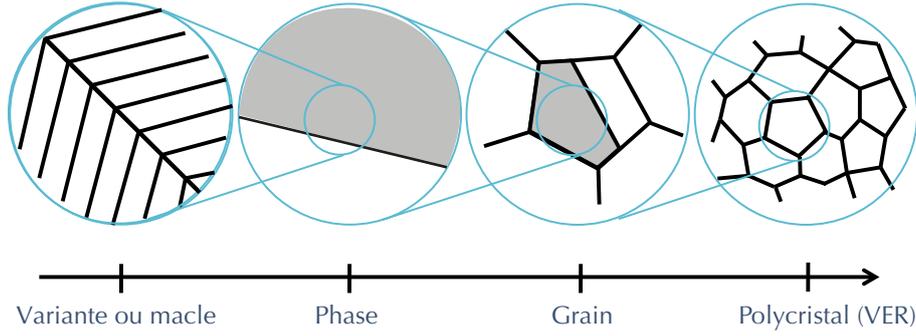


FIGURE 5 – Echelles de la modélisation

au lieu de la variation d'entropie. L'énergie libre de Gibbs (ou enthalpie libre)  $\mathfrak{g}_\phi = \psi_\phi - \boldsymbol{\sigma}_\phi : \boldsymbol{\epsilon}_\phi$  (Transformation de Legendre de grandeur mécanique) permet de définir la variation d'énergie en fonction de la variation de contrainte au lieu de la variation de déformation. La variation de l'énergie libre de Gibbs est donnée par :

$$d\mathfrak{g}_\phi = dh_\phi - s_\phi dT_\phi - \boldsymbol{\epsilon}_\phi : d\boldsymbol{\sigma}_\phi \quad (2)$$

Puisqu'une variante  $\phi$  fait partie d'une macle à l'intérieur d'une phase, la variation d'énergie chimique est nulle conduisant à :

$$d\mathfrak{g}_\phi = -s_\phi dT_\phi - \boldsymbol{\epsilon}_\phi : d\boldsymbol{\sigma}_\phi \quad (3)$$

La densité d'entropie et la déformation dérivent finalement de la fonction d'énergie libre de Gibbs suivante :

$$s_\phi = - \left. \frac{\partial \mathfrak{g}_\phi}{\partial T_\phi} \right|_{\boldsymbol{\sigma}_\phi} \quad \text{et} \quad \boldsymbol{\epsilon}_\phi = - \left. \frac{\partial \mathfrak{g}_\phi}{\partial \boldsymbol{\sigma}_\phi} \right|_{T_\phi} \quad (4)$$

Un développement de Taylor de l'entropie au second ordre conduit à retrouver l'expression classique :

$$s_\phi = s_\phi^0 + \rho_\phi c_\phi^p \ln \left( \frac{T_\phi}{T_\phi^0} \right) \quad (5)$$

où  $s_\phi^0$  est l'entropie de référence à la température de référence  $T_\phi^0$ ,  $\rho_\phi$  est la masse volumique et  $c_\phi^p$  la capacité calorifique spécifique. La partie chimique de l'énergie libre de Gibbs est définie comme :

$$\mathfrak{g}_\phi^c = h_\phi - T_\phi s_\phi(T) = h_\phi - T_\phi s_\phi^0 + \rho_\phi c_\phi^p \left[ T_\phi - T_\phi^0 - T_\phi \ln \left( \frac{T_\phi}{T_\phi^0} \right) \right] \quad (6)$$

L'hypothèse de petites perturbations permet de considérer la déformation totale  $\boldsymbol{\epsilon}_\phi$  comme une somme de différentes contributions, permettant de définir certains couplages spécifiques entre la mécanique et une autre physique. Dans le cas des matériaux cibles et des comportements visés, les déformations classiques élastique  $\boldsymbol{\epsilon}_\phi^e$ , thermique  $\boldsymbol{\epsilon}_\phi^T$  et la déformation libre  $\boldsymbol{\epsilon}_\phi^L$  associée au maillage ( $\boldsymbol{\epsilon}_{\phi_m}^L$ ) ou à la transformation de phase ( $\boldsymbol{\epsilon}_{\phi_v}^L$ ) sont considérées, conduisant à :

$$\boldsymbol{\epsilon}_\phi = \mathbb{C}_\phi^{-1} : \boldsymbol{\sigma}_\phi + \frac{\alpha_\phi}{3} (T_\phi - T_\phi^0) \mathbf{I} + \boldsymbol{\epsilon}_\phi^L \quad (7)$$

$\mathbb{C}_\phi$  est le tenseur d'élasticité d'ordre 4,  $\alpha_\phi$  est le coefficient de dilatation volumétrique et  $\mathbf{I}$  le tenseur

identité du second ordre. À ce stade, il est intéressant d'observer que si la déformation libre est considérée comme indépendante des contraintes (ce qui est usuellement admis à cette échelle), une dérivation simple de la partie mécanique de l'énergie libre de Gibbs est possible, aboutissant à :

$$\mathfrak{g}_\phi^\sigma = -\frac{1}{2} \sigma_\phi : \mathbb{C}_\phi : \sigma_\phi - \sigma_\phi : (\epsilon_\phi^T + \epsilon_\phi^L) \quad (8)$$

Les simplifications peuvent concerner le chargement lui-même et certaines hypothèses d'homogénéité applicables :

- contrainte homogène à l'échelle du grain :  $\sigma_\phi = \sigma_g$  ;
- élasticité homogène  $\mathbb{C}_\phi = \mathbb{C}_g$  ;
- la combinaison des deux hypothèses précédentes permet de ne pas considérer le terme  $-\frac{1}{2} \sigma_\phi : \mathbb{C}_\phi : \sigma_\phi$  dans le bilan d'énergie puisqu'il est le même pour toutes les variantes et macles ;
- température homogène sur le volume :  $T_\phi = T_g = T$  ;
- coefficient de dilatation homogène :  $\alpha_\phi = \alpha_g$  ;
- la combinaison des deux hypothèses précédentes permet de ne pas considérer la contribution de la déformation thermique dans le bilan d'énergie.

Par ailleurs, afin de pouvoir stabiliser la phase de référence par rapport aux macles, et bien qu'il s'agisse d'un même composé chimique, la densité d'enthalpie de cette phase est considérée comme différente de celle des macles. Sa densité d'entropie est en revanche la même car la formation de macle est considérée comme indépendante de la température.

L'énergie libre de Gibbs s'écrit ainsi pour les variantes, les macles et le matériau de référence selon :

$$\begin{cases} \mathfrak{g}_{\phi_m} = h_{\phi_m} - T s_{\phi_m}(T) - \sigma_g : \epsilon_{\phi_m}^L \\ \mathfrak{g}_{\phi_v} = h_{\phi_v} - T s_{\phi_v}(T) - \sigma_g : \epsilon_{\phi_v}^L \\ \mathfrak{g}_{\phi_0} = h_{\phi_0} - T s_{\phi_0}(T) \end{cases} \quad (9)$$

## 3.2 Loi de comportement, localisation et homogénéisation

L'énergie de Gibbs est définie à l'échelle d'une variante ou d'une macle, à l'intérieur d'un grain, à l'intérieur d'un volume élémentaire représentatif (VER). Une approche stochastique est pertinente pour une description « à l'équilibre ». Les variables internes du problème sont la fraction volumique des variantes notées  $f_\phi$ . Le nombre total de variables internes dépend fortement du nombre de macles (m) et de variantes (v). Suivant [1], nous utilisons une fonction probabiliste de Boltzmann pour calculer la fraction volumique d'une variante/macle  $\phi$ . L'équation suivante donne l'expression la plus simple de la fraction volumique  $f_\phi$ , où  $A$  est un paramètre d'ajustement.

$$f_\phi = \frac{\exp(-A \mathfrak{g}_\phi)}{\sum_\phi \exp(-A \mathfrak{g}_\phi)} \quad (10)$$

Cette équation ne permet pas de distinguer des cinétiques différentes entre création de variantes ou de macle. Il est possible de lui substituer la forme suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} f_{\phi_0} = \frac{\sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0})}{\exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0}) + \sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})} \frac{\exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})}{\sum_{\phi_m} \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})} \\ f_{\phi_m} = \frac{\sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0})}{\exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0}) + \sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})} \frac{\exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m})}{\sum_{\phi_m} \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_m}) + \exp(-B \mathbf{g}_{\phi_0})} \\ f_{\phi_v} = \frac{\sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})}{\exp(-A \mathbf{g}_{\phi_0}) + \sum_{\phi_m} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_m}) + \sum_{\phi_v} \exp(-A \mathbf{g}_{\phi_v})} \frac{\exp(-C \mathbf{g}_{\phi_v})}{\sum_{\phi_v} \exp(-C \mathbf{g}_{\phi_v})} \end{array} \right. \quad (11)$$

assurant :  $f_{\phi_0} + \sum_{\phi_v} f_{\phi_v} + \sum_{\phi_m} f_{\phi_m} = 1$ .

On peut remarquer que pour  $A = B = C$ , on retrouve l'équation (10).

On obtient par ailleurs la fraction de martensite, la fraction totale maclée et la fraction d'austénite par grain par de simples sommes, respectivement :  $f_M = \sum_{\phi_v} f_{\phi_v}$ ,  $f_m = \sum_{\phi_m} f_{\phi_m}$  et  $f_A = f_{\phi_0} + \sum_{\phi_m} f_{\phi_m}$ . Les contraintes étant homogènes par grain, le calcul des déformations s'effectue par moyenne pondérée :

$$\epsilon_g = \epsilon_g^e + \epsilon_g^L = \mathbb{C}_g^{-1} : \sigma_g + \sum_{\phi_m} f_{\phi_m} \epsilon_{\phi_m}^L + \sum_{\phi_v} f_{\phi_v} \epsilon_{\phi_v}^L \quad (12)$$

Certaines règles de localisation sont nécessaires pour définir les contraintes à l'échelle du grain [2]. Une approche de Hill peut être appliquée : la contrainte à l'échelle du grain  $\sigma_g$  est fonction de la contrainte macroscopique  $\sigma$ , d'un tenseur de concentration de contrainte  $\mathbb{B}_g$ , d'un tenseur d'accommodation  $\mathbb{C}_g^{acc}$  et du contraste entre le tenseur de déformation libre macroscopique  $\epsilon^L$  et microscopique  $\epsilon_g^L$  (somme des déformations de transformation et de maclage à l'échelle du grain) :

$$\sigma_g = \mathbb{B}_g : \sigma + \mathbb{C}_g^{acc} : (\epsilon^L - \epsilon_g^L) \quad (13)$$

Cette relation est complétée par des opérations classiques de moyennage :

$$\sigma = \langle \sigma_g \rangle \quad \text{et} \quad \epsilon^L = \langle {}^t \mathbb{B}_g : \epsilon_g^L \rangle \quad (14)$$

Une part des déformations observées provient de mécanismes classiques de plasticité par glissement de dislocations (les deux phases peuvent être concernées). Ce mécanisme local conduit à une déformation plastique macroscopique notée  $\epsilon_\gamma^p$  dont nous ne cherchons pas dans un premier temps à adopter une description multiéchelle. Une approche macroscopique est suffisante à ce stade. L'hypothèse d'additivité des déformations étant conservée, la démarche de modélisation de la plasticité est classique. Il est ainsi possible d'utiliser une loi d'écoulement isotrope de Voce dans le cadre de la plasticité non-associée (une forme cinématique peut être employée mais nous n'avons pas les arguments expérimentaux pour la justifier). En considérant la limite d'élasticité  $\sigma^y$ , la contrainte équivalente de von Mises  $\sigma_{eq}$ , une fonction de charge  $f$ , un écrouissage isotrope  $R$  et une déformation plastique cumulée  $p$ . Les lois d'évolution suivantes sont obtenues :

$$\left\{ \begin{array}{l} f(\sigma, R) = \sigma_{eq}(\sigma) - \sigma^y - R \\ \text{si } f < 0, \text{ alors } \dot{\epsilon}^p = \mathbf{0} \text{ et } \dot{R} = 0 \\ \text{si } f = 0, \text{ alors } \dot{\epsilon}^p = \dot{p} \frac{df}{d\sigma} \text{ et } \dot{R} = b\dot{p}(R_0 - R) \end{array} \right. \quad (15)$$

avec,  $\mathbf{s} = \boldsymbol{\sigma} - 1/3\text{tr}(\boldsymbol{\sigma})\mathbf{I}$  désignant le déviateur des contraintes,

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}\mathbf{s} : \mathbf{s}} \quad ; \quad \dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3}\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^p : \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^p}$$

Le modèle plastique requiert l'identification de trois paramètres supplémentaires : la limite d'élasticité  $\sigma^y$  et les paramètres d'écrouissage  $b$  et  $R_0$ .

La déformation totale est obtenue, à contrainte donnée, par sommation des déformations élastique, plastique, de maillage et de transformation de phase :

$$\boldsymbol{\epsilon} = \boldsymbol{\epsilon}^e + \boldsymbol{\epsilon}^p + \boldsymbol{\epsilon}^L \quad (16)$$

### 3.3 Quelques résultats de modélisation

L'identification des paramètres du modèle reste un point important inachevé du travail. Nous pouvons cependant nous baser sur les observations microscopiques et l'essai uniaxial avec décharges présenté dans la partie précédente illustrant une non-linéarité à la décharge et une hystérésis lors du rechargement. Par raison de simplification et compte tenu des observations, seul le maillage et la plasticité macroscopique sont considérés. Nous utilisons un VER constitué de 750 orientations. Le tableau suivant reporte les 12 tenseurs de déformation libre associés aux 12 systèmes de maillage. La simulation de l'hystérésis de maillage requiert l'utilisation d'une densité d'enthalpie de germination  $\Delta h_{\phi_m} > 0$  qui vient modifier la densité d'enthalpie des macles en fonction du sens de la transformation ( $h_{\phi_m} = h_{\phi_m} + \Delta h_{\phi_m}/2$  quand la fraction de macle est supérieure à 0,1 et  $\dot{f}_m > 0$  et  $h_{\phi_m} = h_{\phi_m} - \Delta h_{\phi_m}/2$  quand la fraction de macle est inférieure à 0,9 et  $\dot{f}_m < 0$ ). La simulation a été réalisée en utilisant une hypothèse de contrainte homogène. Le tableau 2 regroupe les paramètres du modèle qui ont été retenus. A noter que  $s_{\phi_m}(T)$  n'a pas besoin d'être identifié puisque le matériau ne change pas de phase.

$$\begin{array}{ccc} \begin{bmatrix} -\alpha & -\alpha & \beta \\ -\alpha & -\alpha & \beta \\ \beta & \beta & \gamma \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha & \beta & -\alpha \\ \beta & \gamma & \beta \\ -\alpha & \beta & -\alpha \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \gamma & \beta & \beta \\ \beta & -\alpha & -\alpha \\ \beta & -\alpha & -\alpha \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} -\alpha & \alpha & -\beta \\ \alpha & -\alpha & \beta \\ -\beta & \beta & \gamma \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha & -\beta & \alpha \\ -\beta & \gamma & \beta \\ \alpha & \beta & -\alpha \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \gamma & -\beta & \beta \\ -\beta & -\alpha & \alpha \\ \beta & \alpha & -\alpha \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} -\alpha & \alpha & \beta \\ \alpha & -\alpha & -\beta \\ \beta & -\beta & \gamma \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha & \beta & \alpha \\ \beta & \gamma & -\beta \\ \alpha & -\beta & -\alpha \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \gamma & \beta & -\beta \\ \beta & -\alpha & \alpha \\ -\beta & \alpha & -\alpha \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} -\alpha & -\alpha & -\beta \\ -\alpha & -\alpha & -\beta \\ -\beta & -\beta & \gamma \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} -\alpha & -\beta & -\alpha \\ -\beta & \gamma & -\beta \\ -\alpha & -\beta & -\alpha \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \gamma & -\beta & -\beta \\ -\beta & -\alpha & -\alpha \\ -\beta & -\alpha & -\alpha \end{bmatrix} \end{array}$$

TABLE 1 – Tenseurs de déformation associés aux 12 systèmes de maillage

Avec  $\alpha = 0.0682$ ,  $\beta = 0.0795$  et  $\gamma = 0.1364$

$B$ ( $m^3/J$ )	$h_{\phi_0}$ ( $J/m^3$ )	$h_{\phi_m}$ ( $J/m^3$ )	$\Delta h_{\phi_m}$ ( $J/m^3$ )	$f_{max}$ (SU)	$\sigma_y$ (MPa)	$b$ (SU)	$R_0$ (MPa)
$1,4 \cdot 10^{-7}$	$-11 \cdot 10^6$	$14 \cdot 10^6$	$-37,5 \cdot 10^6$	0,13	367	11,7	133

TABLE 2 – Paramètres du modèle

Tout le matériau ne macle cependant pas, compte tenu probablement des fortes incompatibilités qui accompagnent ce processus. L'hypothèse de contrainte homogène retenue et la non prise en compte du durcissement du matériau lié au développement de dislocations conduisent à un maillage complet en quelques dizaines de MPa. Ce défaut du modèle nous a conduit à introduire un paramètre supplémentaire provisoire : la fraction de macles maximale créée par grain  $f_{max}$ . Celle-ci limite l'amplitude de la quantité maillée et des déformations associées.

La figure 6 montre une première illustration du fonctionnement du modèle : il s'agit d'un chargement cyclique de traction avec décharge, semblable à celui réalisé expérimentalement (voir figure 2).

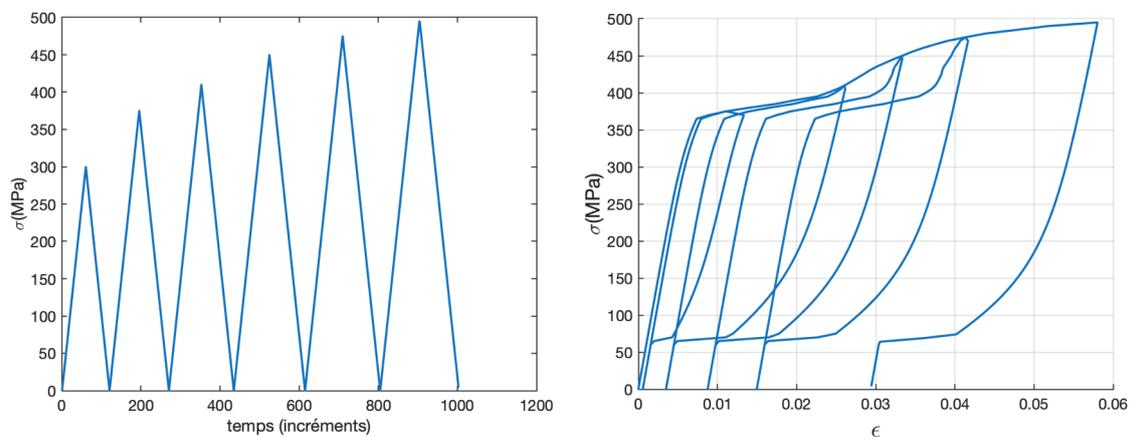


FIGURE 6 – Réponse mécanique obtenue numériquement pour un chargement cyclique en contrainte

Les figures 7 et 8 montrent respectivement l'évolution des déformations plastiques, élastiques et de maillage au cours de ce cycle et la fraction de macle associée.

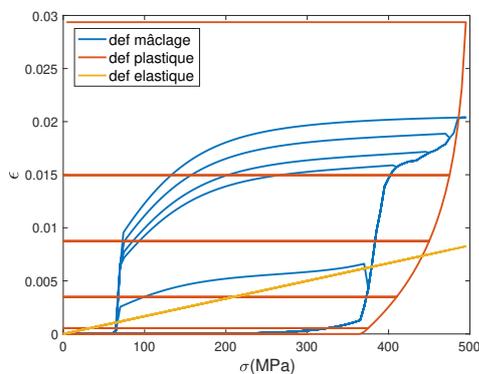


FIGURE 7 – Déformations associées aux différents mécanismes en jeu

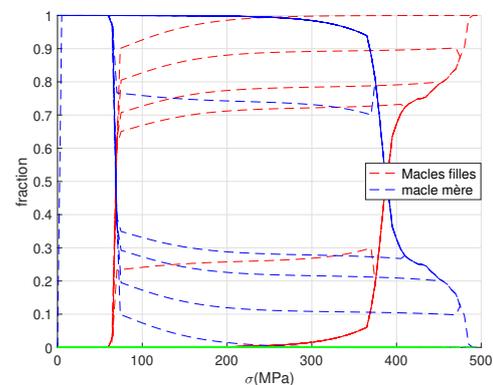


FIGURE 8 – Fractions de macles au cours du cycle

On constate figure 8 que la fraction de macles filles atteint 100%. Il s'agit d'une fraction potentielle. Comme indiqué précédemment, la fraction de macles créée atteint au maximum 13%.

Du fait des hypothèses simplificatrices, le modèle donne des résultats assez éloignés des résultats expérimentaux. Cependant, les principaux mécanismes attendus sont restitués. L'introduction d'une enthalpie fonction de la fraction de macle cumulée et l'utilisation d'une approche auto-cohérente devraient permettre d'améliorer ces résultats.

## 4 Conclusion

Nous avons élaboré un alliage de 26at%Nb-Ti sous forme filaire avec pour objectif de comprendre les mécanismes de déformation en jeu dans ce type d'alliages et d'en proposer une modélisation adéquate. Alors qu'il était présenté comme un alliage à mémoire de forme, nous n'avons pas observé de transformation de phase, ni sous chargement thermique, ni sous chargement mécanique. Des mécanismes de déformation par maclage ont en revanche pu être identifiés, possiblement à la source du faible module apparent de ce matériau. Une première tentative de modélisation a consisté à implémenter les mécanismes de maclage via une approche multi-échelle stochastique et un modèle de plasticité macroscopique. Les résultats sont encourageants en dépit d'hypothèses très fortes utilisées. Les perspectives d'amélioration sont nombreuses : elles concernent la définition du changement d'enthalpie, la fraction de macle transformable ou encore l'utilisation d'une démarche auto-cohérente. Le mécanisme de transformation de phases doit également être ajouté au modèle.

## Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier Laurent Peltier pour l'élaboration des fils, Olivier Rouleau pour la réalisation des DRX sous chargement thermique et Marc Bonnet pour l'aide apportée lors des observations microscopiques.

## Références

- [1] X. Chang, K. Lavernhe-Taillard, O. Hubert, Stochastic multiscale modeling of the thermomechanical behavior of polycrystalline shape memory alloys, *Mechanics of Materials*, 144 (2020) 103361.
- [2] L. Daniel, O. Hubert, N. Buiron, R. Billardon Reversible magneto-elastic behavior : A multiscale approach, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56 (2008), 1018-1042.
- [3] D. Delpueyo, M. Grédiac, X. Balandraud, C. Badulesco, Investigation of martensitic microstructures in a monocrystalline CuAlBe shape memory alloy with the grid method and infrared thermography, *Mechanics of Materials*, 45 (2014) 34-51.
- [4] W. Elmay, E. Patoor, T. Gloriant, F. Prima, P. Laheurte, Improvement of Superelastic Performance of Ti-Nb Binary Alloys for Biomedical Applications, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Volume 23 (2014) 2471-2476
- [5] W. Elmay, Développement de nouveaux alliages de titane biocompatibles instables mécaniquement à bas module d'Young, Thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2013.
- [6] Mame-Daro Fall, Mesure et modélisation multi-échelle du comportement thermo-magnéto-mécanique des AMF, Thèse de doctorat, Université Paris Saclay, 2017.
- [7] O. Hubert, Multiscale magneto-elastic modeling of magnetic materials including isotropic second order stress effect, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 491 (2019), 1-16, 165564.

- [8] J.M. Jani, M. Leary, A. Subic, M.A. Gibson A review of shape memory alloy research applications and opportunities, *Materials & Design*, 56 (2014) 1078–1113.
- [9] J.I. Kim, H.Y. Kim, H. Hosoda, S. Miyazaki, Shape Memory Behavior of Ti–22Nb–(0.5–2.0)O(at%) Biomedical Alloys, *Materials Transactions*, Vol. 46, No. 4 (2012) 852-857.
- [10] H.Y. Kim, Y. Ikehara, J.I. Kim, H. Hosoda, S. Miyazaki, Martensitic transformation, shape memory effect and superelasticity of Ti–Nb binary alloys, *Acta Materialia*, 54 (2006) 2419–2429.
- [11] A. Maynadier, D. Depriester, K. Lavernhe-Taillard, O. Hubert, Thermo-mechanical description of phase transformation in Ni-Ti Shape Memory Alloy, *Procedia Engineering* 10 (2011) 2208–2213.
- [12] S. Miyazaki, H.Y. Kim, H. Hosoda, Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys, *Materials Science and Engineering A*, 438–440 (2006) 18–24.
- [13] A. Ramarolahy, P. Castany, F. Prima, P. Laheurte, I. Péron, T. Gloriant, Microstructure and mechanical behavior of superelastic Ti–24Nb–0.5O and Ti–24Nb–0.5N biomedical alloys, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 9 (2012) 83-90.
- [14] S. Shin, C. Zhu, K.S. Vecchio, Observations on  $332 < 113 >$  twinning-induced softening in Ti-Nb Gum metal, *Materials Science and Engineering A*, 724 (2018) 189-198.
- [15] M. Tahara, T. Kanaya, H.Y. Kim, T. Inamura, H. Hosoda, S. Miyazaki, Heating-induced martensitic transformation and time-dependent shape memory behavior of Ti–Nb–O alloy, *Acta Materialia*, 80 (2014) 317–326.