



Contributions à l'étude thermomécanique des alliages à mémoire de forme NiTi et à la réalisation par soudage de matériaux architecturés NiTi

Vincent Delobelle

► To cite this version:

Vincent Delobelle. Contributions à l'étude thermomécanique des alliages à mémoire de forme NiTi et à la réalisation par soudage de matériaux architecturés NiTi. Matériaux. Université de Grenoble, 2012. Français. NNT : 2012GRENI099 . tel-00982218

HAL Id: tel-00982218

<https://theses.hal.science/tel-00982218>

Submitted on 23 Apr 2014

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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Vincent DELOBELLE

Thèse dirigée par **Denis FAVIER** et **Hervé LOUCHE**

préparée au sein **Laboratoire Sols-Solides-Structures et Risques**
et de l'école doctorale **IMEP2**

Contributions à l'étude thermomécanique des alliages à mémoire de forme NiTi et à la réalisation par soudage de matériaux architecturés NiTi

Thèse soutenue publiquement le **13 Décembre 2012**,
devant le jury composé de :

M. André CHRYSOCHOOS

Professeur, Université de Montpellier 2, Président

Mme Véronique MICHAUD

Professeur, Ecole Polytechnique de Lausanne, Rapporteur

M. Xavier BALANDRAUD

Professeur, Université de Clermont Ferrand, Rapporteur

M. Martin PONCELET

Maître de conférences, Laboratoire de Mécanique et Technologie Cachan, Examineur

M. Ludek HELLER

Maître de conférences, Institut de Physique de République Tchèque, Examineur

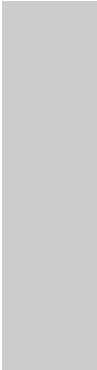
M. Denis FAVIER

Professeur, Université de Grenoble, Directeur de thèse

M. Hervé LOUCHE

Professeur, Université de Montpellier 2, Co-Directeur de thèse

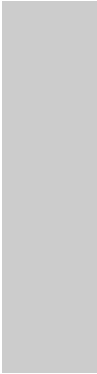




Résumé

Les alliages à mémoire de forme Nickel Titane sont des matériaux aux propriétés remarquables dues à une transformation martensitique réversible et sont largement utilisés par l'industrie biomédicale et dans des dispositifs de type actionneurs. La première partie de cette étude porte sur une analyse de leur comportement thermomécanique basée sur la réalisation de mesures de champs cinématiques (par corrélation d'images visibles) et thermiques (par caméra infrarouge). Une part importante du travail présenté concerne l'amélioration des calculs de sources de chaleur à partir des champs de température. Pour ce faire, les capacités et conductivités thermiques des phases austénitique et martensitique ont été estimées par différentes méthodes expérimentales. Ensuite, la méthode de calcul de source a été validée sur des données virtuelles obtenues numériquement et sur des données expérimentales obtenues lors d'une transformation martensitique induite par un refroidissement naturel. Cette première partie se conclut par l'application des développements à des mesures réalisées lors d'un essai de cisaillement. La seconde partie est une contribution à la réalisation de matériaux architecturés constitués d'empilement de tubes de NiTi liés entre eux ; notre étude concerne la réalisation et la caractérisation de liaisons de tubes de NiTi par soudage résistif.

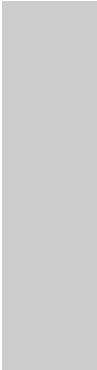
Mots clés : alliage à mémoire de forme, NiTi, sources de chaleur, capacité thermique, conductivité thermique, comportement thermomécanique, essai de cisaillement, soudage résistif, matériaux architecturés.



Abstract

NiTi shape memory alloys have amazing properties due to a reversible martensitic transformation and are widely used by biomedical industries and as actuators. The first part of this study deals is a thermomechanical analysis of the material, based on kinematical (with digital image correlation) and thermal (with infrared camera) field measurements. An important part of this work deals with the improvement of the heat sources estimation from thermal fields. For this, thermal heat capacities and conductivities of austenite and martensite were estimated with several experimental methods. Then, the heat source estimation method was validated from virtual data obtained numerically and from experimental data obtained during a martensitic transformation induced by natural cooling. This first part is concluded with the use of this technique to study shear tests. The second part of this study is a contribution to the realization of architected materials composed of linked stacked tubes. Our study deals with the realization and the characterization of the NiTi link, realized by resistance welding.

Key words : shape memory alloys, NiTi, heat sources, thermal heat capacity, thermal conductivity, thermomechanical behavior, shear test, resistance welding, architected materials.



Remerciements

Ce rapport représente la fin de trois années de recherche au sein de différents laboratoires de recherche : 3SR de l'Université de Grenoble, où j'ai passé la majeure partie de mon temps, et "the School of Mechanical and Chemical Engineering" de l'University of Western Australia, à Perth (Australie), où j'ai passé six mois grâce à la bourse Explora'doc de la région Rhône Alpes. Je voudrais donc remercier de façon générale l'ensemble des membres de ces laboratoires dans lesquels j'ai passé d'excellents moments.

Je souhaite remercier le Pr. André Chrysochoos qui a accepté d'être le président de mon jury de thèse. Merci pour cette question inoubliable sur les capacités thermiques, question que j'essaye encore de déchiffrer. Je voudrais remercier mes deux rapporteurs, les Prs. Véronique Michaud et Xavier Balandraud qui ont accepté cette tâche difficile, pour leurs remarques constructives et leurs rapports détaillés.

Je voudrais également remercier mes deux examinateurs Martin Poncelet et Ludek Heller pour les questions, les remarques et les discussions pertinentes sur mes résultats.

Un grand merci à mes deux directeurs de thèse, Denis Favier et Hervé Louche, pour leur aide et leur support au quotidien. Merci pour vos encouragements dans les moments de doutes. Merci de m'avoir permis de réaliser cette thèse, et de m'avoir fait découvrir tant de choses. La réussite d'une thèse passe notamment par la qualité de l'encadrement. Merci pour votre bonne humeur.

Hervé, merci pour ta disponibilité, ton aide technique sur les mesures de champs thermiques, les calculs de sources, l'utilisation de Matlab... Merci d'avoir corrigé de façon très rigoureuse mon manuscrit et surtout de ne pas avoir craqué sur les fautes d'orthographe. Je suis content qu'il te reste des cheveux. Merci également pour ton aide et ton soutien dans la préparation de la présentation orale. Merci de m'avoir accueilli à Annecy puis à Montpellier.

Denis, merci de m'avoir initié aux AMF. Merci de m'avoir guidé et montré les bonnes

pistes tout au long de cette thèse. Merci de m'avoir aidé et corrigé dans la rédaction de thèse ainsi que dans la préparation de la soutenance. Merci d'être venu travailler avec moi en Australie. Je me souviendrai longtemps de notre petit périple, de Karijini NP, d'un certain emboutissage de voiture, de la chasse au serpent géant, du Mt Bruce et de bien d'autres choses...

Je voudrais ensuite remercier le Pr. Yinong Liu pour m'avoir accueilli très agréablement au sein de l'UWA. Merci de m'avoir ouvert les portes et d'avoir discuté de mes résultats. Merci également pour les corrections d'articles. J'ai beaucoup appris grâce à vous. Je voudrais également remercier les personnes qui m'ont aidé et accueilli toujours gentiment au sein de leurs laboratoires respectifs : à Lorient, au sein du laboratoire LIMATB : Gérard Rio, Pierre-Yves Manach, Christophe Cellard,... Christophe Pradère au sein du laboratoire Trèfle à Bordeaux... et Sebastian Gauthier au sein du laboratoire IES à Montpellier.

Merci aux doctorants et aux membres du laboratoire 3SR que j'ai côtoyés au quotidien. Merci à Camille pour sa bonne humeur, sa gentillesse, son humour et toutes ses qualités. En tant que co-bureau, ça n'a pas dû être tous les jours faciles... Merci à Thierry et Marie avec qui j'ai passé d'excellents moments. Merci d'avoir toujours été bon public! Merci à Sylvie pour son sourire et sa bonne humeur. Merci à Stéphane pour sa sympathie, les sorties de skis de rando au petit matin... Merci à Bart pour les bons moments passés ensemble au labo et en voyage en Nouvelle Zélande. Merci à François, Gabriel, Thierry, Grégory, Guilherme, Nathanaël, Olivier, Pierre, Mamadou, Dung ... pour les repas, les pauses café, les cours parfois passés ensemble.

Merci à tous ceux que j'ai oublié de citer.

Enfin, je tiens à remercier ma famille. A mon père, qui m'a fait découvrir le monde de la recherche dès mon plus jeune âge, et qui a réalisé quelques essais de nanoindentation pour moi. Je tiens à remercier mon frère, pour être venu me rendre visite en Australie, ma soeur et tous les membres de ma famille.

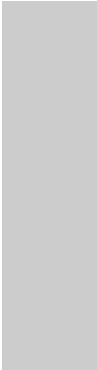
Merci à tous ceux qui, de près ou de loin, ont participé et étaient à mes côtés durant cette thèse...

Table des matières

Table des matières	i
Introduction	1
1 Bibliographie	5
1.1 Introduction	5
1.2 Généralités sur le NiTi	7
1.2.1 Introduction	7
1.2.2 Transformation martensitique	9
1.2.3 Comportement thermomécanique	9
1.2.4 Comportement local du NiTi et phénomènes de localisation	12
1.2.5 Bilan	14
1.3 Mesures de champs cinématiques et thermiques	15
1.3.1 Introduction	15
1.3.2 Mesures de champs cinématiques	15
1.3.3 Mesures de champs thermiques	17
1.3.4 Mesures simultanées de champs cinématiques et thermiques	20
1.3.5 Bilan	22
1.4 Détermination des puissances et énergies lors d'un changement de phase	22
1.4.1 Calorimétrie différentielle à balayage	22
1.4.2 Du modèle global aux modèles simplifiés	25
1.4.3 De l'image thermique aux sources de chaleur	28
1.5 Bilan et enjeux	30
2 Étude des propriétés thermophysiques du NiTi	33
2.1 Introduction	33
2.2 Analyse des résultats de la littérature sur les propriétés thermophysiques C et k du NiTi	33
2.3 Techniques d'estimation des propriétés thermophysiques	36
2.3.1 Estimation de la capacité thermique C	36

2.3.2	Estimation de la conductivité thermique k	38
2.4	Estimations des propriétés thermophysiques par mesures de champs thermiques : méthode TFM.	40
2.4.1	Présentation de la méthode TFM	41
2.4.2	Validation théorique de la méthode TFM	46
2.4.3	Validation expérimentale de la méthode TFM	57
2.4.4	Application de la méthode TFM aux données thermophysiques du NiTi	60
2.5	Estimation des propriétés thermophysiques du NiTi par des méthodes de référence	65
2.5.1	Estimation de la capacité thermique C par DSC	65
2.5.2	Estimation de la diffusivité thermique	70
2.5.3	Estimation de la conductivité thermique par la méthode 3ω	79
2.6	Bilan	80
3	Validation de la méthode d'estimation des sources de chaleur	83
3.1	Introduction	83
3.2	Validation numérique : prise en compte de la peinture	84
3.2.1	Description des modèles éléments finis	85
3.2.2	Estimation des sources de chaleur : application aux données simulées	85
3.2.3	Estimation des sources de chaleur dans un cas homogène	86
3.2.4	Estimation des sources de chaleur dans un cas hétérogène	89
3.2.5	Bilan	92
3.3	Validation expérimentale : cas 0D et 1D	93
3.3.1	Matériaux et méthodes	93
3.3.2	Résultats expérimentaux	96
3.3.3	Discussion	99
3.3.4	Bilan	106
3.4	Bilan général	106
4	Essai de cisaillement	107
4.1	Matériau et méthode	108
4.2	Résultats	111
4.2.1	Résultats pour l'ensemble des cycles	111
4.2.2	Étude de la charge du 3 ^{ème} cycle	111
4.2.3	Étude de la charge-décharge 4 ^{ème} cycle	112
4.3	Analyse des résultats	117
4.3.1	Comportement thermomécanique des 4 cycles	117
4.3.2	Analyse des charges et décharges	117
4.3.3	Analyse des plateaux à déformation constante en fin de charge et décharge	119
4.4	Énergie calorifique - Enthalpie de transformation	120
4.4.1	Analyse des énergies calorifiques échangées au cours de l'essai	120
4.4.2	Estimation des chaleurs latentes de transformation	122

4.5	Bilan des observations thermomécaniques réalisées lors d'un essai de cisaillement	125
5	Conception de matériaux architecturés en AMF NiTi	127
5.1	Introduction	128
5.2	Experimental details	129
5.3	Results and discussion	130
5.3.1	Joint microstructure	130
5.3.2	Transformation behaviour	130
5.3.3	Joint micromechanical properties	132
5.3.4	Mechanical tests on welded tubes	135
5.4	Conclusions	137
	Conclusions générales et perspectives	139
A	Modèles simplifiés pour un matériau hétérogène	143
B	Dispositif expérimental utilisé pour les chapitres 2 et 3.	147
C	Heat estimation from infrared measurement compared to DSC for Austenite to R phase transformation in a NiTi alloy	151
C.1	Abstract	151
C.2	Introduction	151
C.3	Material and method	152
C.3.1	Used thermal model	152
C.3.2	Material	153
C.3.3	Experimental validation method	154
C.4	Results and discussion	156
C.5	Conclusion	159
D	Article Scripta	161
E	Vérification de l'homogénéité de l'essai de cisaillement	167
	Bibliographie	173



Introduction Générale

Les alliages à mémoire de forme (AMF), en particulier les alliages NiTi équiatomiques, sont le siège d'une transformation martensitique réversible qui leur confère des propriétés thermomécaniques remarquables. De nombreuses applications industrielles de ces matériaux ont été proposées dans différents domaines (aéronautique, médical,...). Dans le domaine médical, les applications concernent par exemple les implants, les instruments chirurgicaux [Duerig *et al.*, 1999; Khalil-Allafi *et al.*, 2010; Elahinia *et al.*, 2012], ou d'autres systèmes de plus en plus sophistiqués.

Leurs propriétés sont également combinées entre elles ou à celles d'autres matériaux pour créer une nouvelle gamme de matériaux dits architecturés [Grummon *et al.*, 2006; Pilch *et al.*, 2009a; Meng *et al.*, 2012; Favier *et al.*, 2012]. Le dimensionnement de structures conçues avec de tels matériaux nécessite de connaître le comportement des éléments constitutifs (plaques, tubes, fils, mousses, etc.).

Les modèles de comportement mécanique ou thermomécanique des AMF sont nombreux. La plupart sont identifiés à partir d'expériences de type traction simple et plus rarement à partir d'autres sollicitations (compression, cisaillement). Dans le cas des AMF NiTi, il est connu depuis plusieurs décennies que ce matériau présente de fortes localisations, sous forme de bandes dites de Lüders, lors de ces essais de traction [Miyazaki *et al.*, 1981; Leo *et al.*, 1992; Shaw and Kyriakides, 1995, 1997; Orgéas and Favier, 1998; Liu *et al.*, 1998; Li and Sun, 2002; Iadicola and Shaw, 2002; Brinson *et al.*, 2004; Ng and Sun, 2006; Schlosser, 2008]. Les modèles de comportement, construits sur la base d'observation globales relevées lors de ces essais de traction, ne prenant en général pas en compte ces phénomènes de localisation, sont alors peu prédictifs du comportement des structures simulées.

L'utilisation des techniques de mesures de champs (cinématiques et thermiques) a permis, dès la fin des années 90, de mesurer des quantités locales et donc de mieux caractériser ces phénomènes de localisation. Le couplage récent de ces techniques [Wattrisse *et al.*, 2001; Schlosser *et al.*, 2008; Pottier *et al.*, 2009; Bodelot *et al.*, 2011] a également permis d'obtenir, sur un même point matériel, des champs cinématiques et thermiques aux mêmes instants. Les champs de température, à cause des phénomènes de conduction, sont

en général très diffus dans l'espace et dans le temps. L'estimation de champs de sources de chaleur, par exemple par l'approche directe proposée dans Louche [1999] et Chrysochoos and Louche [2000], permet de s'affranchir de ces phénomènes de conduction et d'inertie thermique. Appliquées à l'étude des AMF NiTi [Schlosser *et al.*, 2008; Louche *et al.*, 2012], ces estimations de champs de sources de chaleur ont permis d'étudier quantitativement les énergies mises en jeu lors d'un changement de phase induit mécaniquement, au cours d'un chargement de traction (localisé) ou de cisaillement (homogène).

Le présent travail de thèse se situe dans ce contexte de continuité des précédentes études réalisées au laboratoire 3SR [Manach, 1993; Orgéas, 1997; Schlosser, 2008]. L'objectif principal de ce travail de thèse est de contribuer à la caractérisation du comportement thermomécanique des AMF NiTi à travers une meilleure quantification des puissances (ou énergies) thermiques accompagnant les changements de phase induits mécaniquement. Pour cela, nous avons choisi ici de renforcer la précision des estimations de sources de chaleur obtenues par traitement des champs thermiques expérimentaux. Deux voies d'améliorations ont été retenues dans cette thèse :

- mesure des propriétés thermophysiques des phases Austénite (A) et Martensite (M) de l'AMF NiTi étudié,
- construction d'un exemple de validation expérimentale de la méthode d'estimation des sources de chaleur.

Une fois validée, la méthode d'estimation des sources de chaleurs sera utilisée pour estimer, dans le cas d'un chargement de cisaillement, les puissances et chaleurs accompagnant les transformations de phase sur les AMF NiTi. Enfin, nous présentons, dans la dernière partie du mémoire une étude sur la mise au point de liaisons soudées de tubes NiTi pour la réalisation de matériaux architecturés.

Le **premier chapitre** présente des généralités sur les AMF de type NiTi et plus particulièrement sur la transformation martensitique et ses conséquences sur le comportement thermomécanique du matériau. Il présente ensuite les méthodes de mesures de champs cinématiques et thermiques utilisées pour étudier le comportement thermomécanique du matériau. Enfin, les méthodes d'estimation de sources de chaleur, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et plus particulièrement celle basée sur un traitement des champs thermiques mesurés, sont présentées.

Pour estimer des sources de chaleur, la connaissance des propriétés thermophysiques (capacité et conductivité thermiques) est indispensable. Or, l'analyse de la littérature montre que ces données thermophysiques sur les AMF NiTi sont rares et fortement dispersées. La dépendance éventuelle de ces propriétés avec le type de phase est une des questions posées dans la thèse de P. Schlosser *et al.* [2008]. L'étude de [Faulkner *et al.*, 2000] conduisent en effet à des valeurs de capacités et de conductivités thermiques très différentes pour les phase A ($C_A = 917 J kg^{-1} K^{-1}$, $k_A = 28 W m^{-1} K^{-1}$) et M ($C_M = 698 J kg^{-1} K^{-1}$, $k_M = 14 W m^{-1} K^{-1}$). Face à de tels écarts et aux très rares études consacrées à ce sujet, nous avons, dans ce travail de thèse, mis en place une démarche d'expérimentation capable de mesurer sur différents AMF NiTi les propriétés thermophysiques. Ce travail est

présenté dans le **chapitre 2**. La méthode proposée est éprouvée de façon numérique et expérimentale. Une fois validée, elle est utilisée pour estimer les propriétés thermophysiques du NiTi à température ambiante, en phase austénitique et martensitique. Les résultats obtenus sont ensuite comparés à ceux obtenus par des méthodes de référence : mesures par DSC de la capacité thermique ; mesures par méthodes " laser flash " et " 3ω " pour la conductivité thermique.

La validation des estimations des sources de chaleur représente un enjeu important pour pouvoir utiliser quantitativement les champs de sources estimés. Plusieurs méthodes ont été proposées dans la littérature. La plupart reposent sur des benchmarks numériques [Chrysochoos and Louche, 2000; Schlosser *et al.*, 2007]. De rares exemples de validations expérimentales ont été envisagés [Louche, 2009] dans des cas de distribution spatio-temporelles homogènes ou localisées des sources de chaleur imposées. Dans ce travail de thèse nous proposons de construire un exemple de validation expérimentale des sources de chaleur basé sur l'observation d'un changement de phase, induit thermiquement, sur un AMF NiTi. Les sources de chaleur estimées seront alors comparées à la référence expérimentale que constitue la réponse en DSC de ce même matériau. Ce travail de validation est présenté dans le **chapitre 3** de ce mémoire. On présente tout d'abord une étude numérique de l'effet de la couche de peinture à haute émissivité sur le calcul de sources de chaleur réalisé sur des plaques minces ($0.3 \leq e \leq 0.5mm$). Ensuite, une validation expérimentale, basée sur l'observation d'une transformation martensitique lors du refroidissement d'un échantillon de NiTi, est également réalisée. Les résultats obtenus sont enfin comparés à la réponse de référence obtenue par DSC.

Une fois la méthode validée, nous proposons dans le **chapitre 4** de l'utiliser pour quantifier les énergies mises en jeu lors d'un changement de phase d'un AMF NiTi. Les résultats obtenus seront confrontés à ceux donnés dans Schlosser *et al.* [2008], lors de sollicitations de traction et de cisaillement, et à ceux donnés dans la littérature. Lors de cet essai, les champs cinématiques et thermiques sont mesurés simultanément. L'homogénéité de l'essai dans la direction de chargement est tout d'abord validée à partir des champs de déformation, montrant qu'il est possible de réaliser une étude 1D dans la direction transverse. A partir des champs thermiques, les sources de chaleur sont estimées. Moyennant certaines hypothèses, la quantité de chaleur libérée lors de la transformation induite mécaniquement est estimée et est comparée à celle obtenue par DSC, lorsque la transformation est induite thermiquement.

Mon travail de thèse s'est déroulé dans un contexte de lancement d'un projet ANR ANiM* (Architected Nitinol Materials), sur le thème des " Matériaux Architecturés " à base d'AMF NiTi. Bien que ce projet ne soit pas directement lié avec ce travail de thèse, j'ai participé à l'une des tâches, celle visant à lier, par soudure, des tubes en NiTi. Ce travail de réalisation et de caractérisation a été mené en collaboration avec le Pr. Y . Liu de l'UWA (Australie), au cours de deux séjours de trois mois que j'ai effectués. Les premiers travaux visant à obtenir des matériaux architecturés à base d'AMF NiTi sont ceux de Grummon *et al.* [2006] et Shaw *et al.* [2007]. En utilisant une technique de liaison pas un brasage au Niobium, ils ont conçu et réalisé des structures de type nid d'abeilles à partir de plaques de NiTi. Sollicitées en compression, ces structures architecturées ont supporté des déformations réversibles moyennes de l'ordre de 60 %. Dans le projet de

l'ANR ANiM, le matériau de base est constitué de tubes en NiTi, utilisés industriellement pour la fabrication de stents. Le moyen de liaison permanente envisagé est d'utiliser un procédé de soudage résistif, sans métal d'apport. La mise en oeuvre de cette technique ainsi que la caractérisation des structures obtenues sont présentées dans le **5^{ème}** et dernier **chapitre** de ce mémoire.

*Projet réunissant cinq partenaires : 3SR (D. Favier - Porteur du projet, G. Chagnon, L. Orgéas, S. Rolland Du Roscoat), SIMAP (D. Bouvard, D. Rodney) LMGC (H. Louche et G. Machado), LIMATB (G. Rio et J.M. Cadou), LARMAUR (J.B. Le Cam) et l'UWA (Y. Liu, Perth, Australie).

1.1 Introduction

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont aujourd'hui de plus en plus utilisés pour leurs propriétés remarquables de superélasticité et/ou d'effet mémoire. Ces propriétés sont dues dans ces matériaux à des mécanismes de déformation particuliers du fait de l'existence d'une transformation de phase à l'état solide. Un grand nombre d'AMF ont été découverts depuis les années 1960 jusqu'à aujourd'hui, tous n'ayant pas abouti à des applications commerciales. Les principaux AMF connus, utilisés et étudiés sont rappelés dans le tableau ci dessous (table 1.1). Ils sont répertoriés en fonction du type principal de transformation, i.e. induite thermiquement ou magnétiquement, et de l'élément de base. Le plus utilisé est l'alliage à base Ni-Ti, qui est l'objet de cette thèse. Ses propriétés seront décrites plus en détails par la suite.

Type de transformation	Élément de base	Alliages
Thermo/mécanique	Éléments rares	Ag-Cd, Au-Cd,...
Thermo/mécanique	Cu	Cu-Zn, Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni, Cu-Sn,...
Thermo/mécanique	Ni, Ti	Ni-Ti, Ni-Al, Ni-Ti-Cu, Ti-Pd-Ni,...
Thermo/mécanique	Fe	Fe-Pt, Fe-Pd, Fe-Ni-Co-Ti,...
Magnéto/thermo/mécanique		Ni-Mn-Ga, Mn-As, Co-Ni-Al, Fe-Pd,...

TABLE 1.1: Principaux AMF disponibles et présentant un comportement superélastique grâce à une transformation martensitique.

Notons que certains de ces AMF, notamment le Ni-Mn-Ga [Marioni *et al.*, 2005] et bien d'autres [Pons *et al.*, 2008], répondent à des sollicitations de type magnétique. On parle alors d'alliage ferromagnétique. L'utilisation de ces matériaux en tant qu'actionneurs [Techarapiesancharoenkij *et al.*, 2011], contrôlés par des champs magnétiques, en font des sujets de recherche intéressants. Ils ne seront cependant pas étudiés dans la suite de cette thèse.

Les AMF sont utilisés de façons très différentes dans des domaines variés. L'une des premières applications a porté sur la réalisation de manchons de jointure entre deux tubes (Fig. 1.1.a). Leurs applications ont ensuite évolué vers des systèmes plus complexes pour donner notamment des micro actionneurs, comme la micro pince présentée sur la Fig. 1.1.b

qui permet de manipuler précisément des fibres optiques de faible diamètre. Ils ont aussi été utilisés dans l'aviation pour régler l'ouverture des chevrons afin de réduire le bruit lors de l'atterrissage (Fig. 1.1.c).

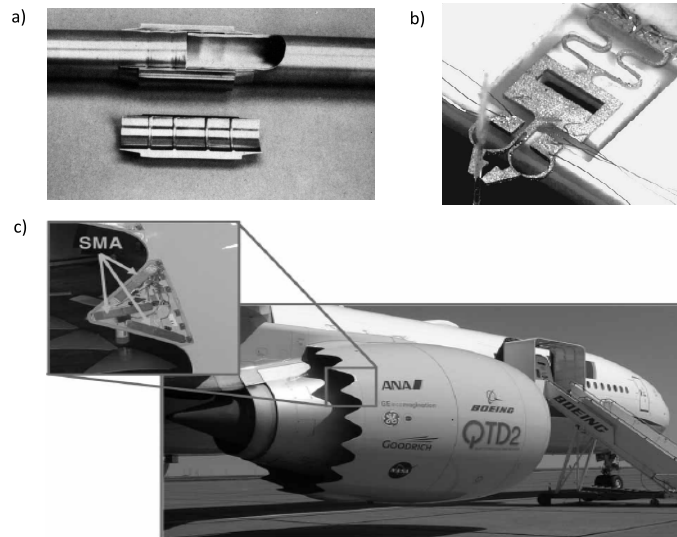


FIGURE 1.1: Quelques exemples d'utilisation des AMF NiTi : a) manchon de jointure de tubes [Ohkata and Tamura, 1997], b) micro pince [Cho *et al.*, 2005], c) réducteur de bruit sur un réacteur d'avion [Hartl and Lagoudas, 2007].

Les principales propriétés des AMF sont liées à l'existence d'une transformation martensitique réversible pouvant être induite thermiquement ou mécaniquement, entre une phase austénitique (A), stable à "haute" température et une phase martensitique (M), stable à "basse" température. Ces propriétés sont présentées sur la Fig. 1.2 et sont de deux types. Le premier, appelé effet mémoire, est présenté sur la Fig. 1.2.a.b. Le matériau pré-déformé (Fig. 1.2.a) à froid a la possibilité de retrouver sa forme initiale en le chauffant (Fig. 1.2.b). Ce phénomène a été observé pour la première fois sur des alliages Or-Cadmium (AuCd) en 1932. Il a ensuite été observé sur de nombreux alliages, comme sur le NiTi. Le second type de comportement est qualifié de pseudo-élasticité ou de super-élasticité. Il est présenté sur la Fig. 1.2.a.c. A "haute" température, les AMF ont en effet la possibilité de supporter des déformations réversibles beaucoup plus importantes que les métaux standards.

Suivant le sens de la transformation martensitique (A-M ou M-A), de l'énergie est libérée ou absorbée sous forme de chaleur. Dans le cas d'une transformation induite thermiquement, l'intensité de cette chaleur latente de transformation peut être estimée avec une mesure par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). En revanche, les études pour estimer ces énergies lors de transformations induites mécaniquement sont rares. Or, la connaissance de ces grandeurs énergétiques est importante dès lors que l'on cherche à prédire le comportement thermomécanique de structures fabriquées avec ces matériaux.

Ainsi, afin d'innover et de créer des dispositifs performants, la connaissance et l'étude du comportement thermomécanique de ces alliages est indispensable. Aujourd'hui, les techniques de mesures de champs ont été développées en laboratoire et permettent une étude locale du comportement du matériau. Les mesures de champs cinématiques per-

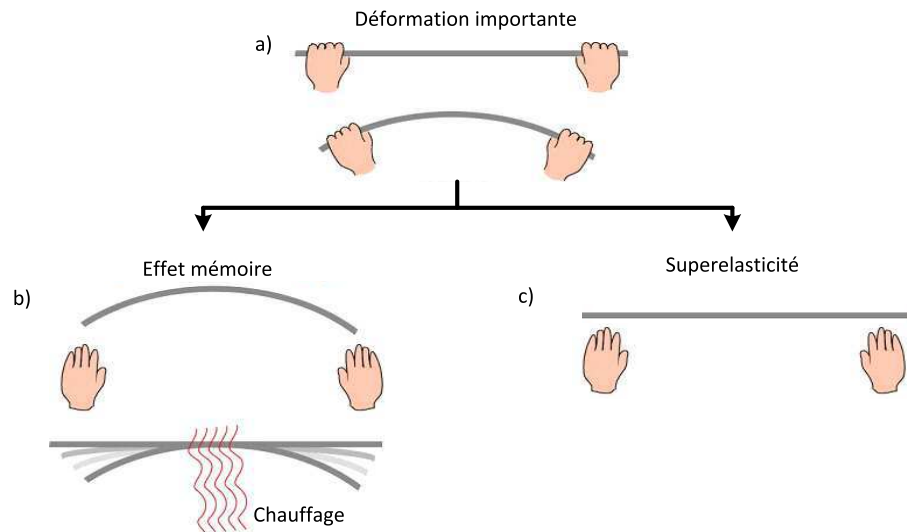


FIGURE 1.2: Principes de base du fonctionnement d'un AMF. a) Déformation de l'AMF. b) Le matériau est "à mémoire" : une fois déformé il garde sa forme après déformation. Un chauffage lui permet ensuite de reprendre sa forme initiale. c) Dans le cas d'un matériau superélastique, la structure déformée retrouve sa géométrie initiale lorsque l'effort est relâché.

mettent d'étudier les propriétés mécaniques du matériau. Les mesures de champs thermiques permettent elles d'obtenir des informations sur le comportement thermomécanique du matériau. L'association de ces deux types de champ permet ainsi de réaliser une étude thermomécanique locale du matériau.

Le chapitre bibliographie de ce manuscrit va dans un premier temps présenter des généralités sur les alliages NiTi. La transformation martensitique, le comportement thermomécanique et les phénomènes de localisation présents dans ces alliages seront décrits. Dans un second temps, nous présenterons les principales méthodes expérimentales utilisées, les difficultés rencontrées et les solutions proposées pour les surmonter. La réalisation de mesures simultanées de champs cinématiques et thermiques sera ensuite abordée. Enfin, nous terminerons par une présentation de la méthode de calcul de sources de chaleur à partir de champs de températures.

Les sujets traités étant extrêmement vastes, cette bibliographie a pour objectif de présenter leurs principes généraux, ce qui permettra au lecteur de comprendre la suite du travail présenté. Les références citées sont proposées au lecteur désireux d'approfondir le sujet. Le présent travail et les méthodes utilisés s'inscrivent dans la continuité des travaux de la thèse de P. Schlosser [2008]. Ainsi, le lecteur souhaitant avoir une bibliographie plus détaillée pourra également se reporter au manuscrit pré-cité.

1.2 Généralités sur le NiTi

1.2.1 Introduction

Les alliages NiTi possèdent, parmi les différentes classes d'AMF, des propriétés intéressantes. L'une d'elle, la biocompatibilité, leur a permis d'être largement utilisés et reconnus

par l'industrie médicale [Duerig *et al.*, 1999; Khalil-Allafi *et al.*, 2010; Elahinia *et al.*, 2012]. Dans ce domaine, les applications communément répertoriées sont :

- les stents, présentés sur la Fig. 1.3.a, qui permettent l'augmentation de section d'un vaisseau sanguin obstrué par une plaque d'athérome pour restaurer le flux sanguin. Pour être positionné dans le corps humain, le stent est comprimé diamétralement pour être ensuite inséré à l'intérieur d'un cathéter. Ce dernier, de diamètre inférieur à celui du vaisseau, l'achemine vers la zone où il sera libéré. Une fois dans le corps, il va se déployer diamétralement pour finalement avoir le diamètre du vaisseau sanguin à restaurer,
- les fils superélastiques pour l'orthodontie (Fig. 1.3.b),
- les limes endodontiques (Fig. 1.3.c) qui servent à dévitaliser une dent. Grâce à leur grande flexibilité, elles peuvent atteindre le fond des canaux des racines dentaires, aux formes variables, pour en vider la pulpe.

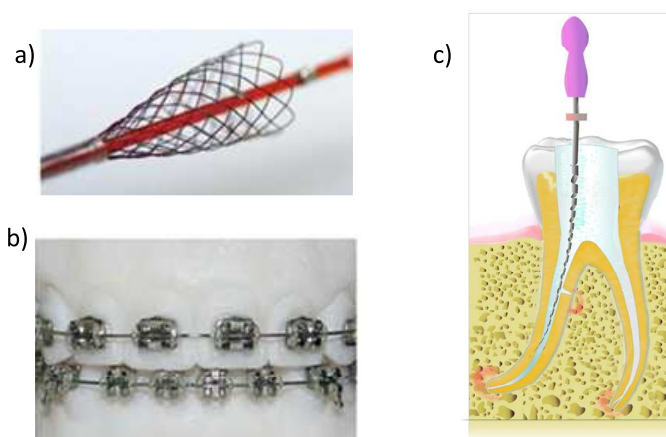


FIGURE 1.3: Applications dans le domaine biomédical : a) stents vasculaires, b) appareil orthodontique, c) limes endodontiques.

Bien d'autres applications pourraient être répertoriées dans ce domaine [Lekston *et al.*, 2004; Huan *et al.*, 2012] et dans beaucoup d'autres domaines : réalisation d'actionneurs [Rohde and Schüssler, 1997; Kim *et al.*, 2008], applications en ingénierie [Predki *et al.*, 2008], fils de NiTi tissés pour être utilisés comme textile [Pilch *et al.*, 2009a]. D'autres utilisations à partir de plaques, tubes et fils sont actuellement en développement pour concevoir des matériaux composites et/ou architecturés [Michaud, 2004; Grummon *et al.*, 2006; Meng *et al.*, 2012; Favier *et al.*, 2012]...

Dans cette partie, nous allons tout d'abord rappeler les principales caractéristiques de la transformation martensitique et décrirons les différentes phases mises en jeu. Ensuite, les différents comportements thermomécaniques possibles de l'alliage seront décrits. Enfin, nous terminerons cette partie par une présentation des phénomènes de localisation accompagnant souvent ces transformations lorsqu'elles sont activées mécaniquement.

1.2.2 Transformation martensitique

1.2.2.1 Cristallographie :

Les AMF doivent leur comportement thermomécanique à une transformation de phase solide-solide entre l'austénite (A) qui est la phase parente stable à "haute" température et la martensite (M), produit de la transformation martensitique, stable à "basse" température. La notion de "haute" et "basse" température sera décrite dans la partie suivante. Les phases A et M ont différentes structures atomiques. Pour le NiTi quasi équiatomic, l'austénite se trouve sous forme cubique B2 (Fig. 1.4.a) alors que la martensite se trouve sous forme monoclinique B19' (Fig. 1.4.b). Notons qu'une troisième phase, la phase R (R), ayant une structure cristallographique trigonale (Fig. 1.4.c) peut être présente entre les deux phases. Ainsi, il existe principalement trois transformations possibles : B2-B19', B2-R et R-B19', qui se produisent afin de minimiser l'énergie élastique interne [Ortin and Planes, 1988]. Mentionnons qu'il est également possible d'observer des transformations à plusieurs étapes, comme présenté dans [Favier *et al.*, 1993; Allafi *et al.*, 2002; Chiang *et al.*, 2008]. Elles ne seront pas détaillées ici.

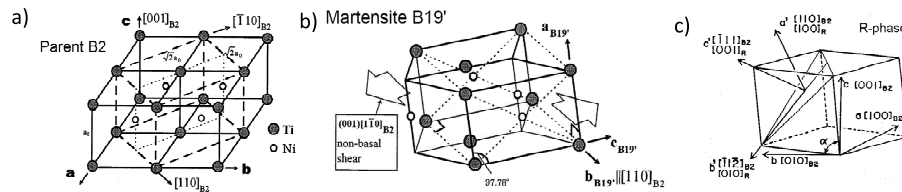


FIGURE 1.4: Les trois phases cristallographiques du NiTi : a) austénite (A) : B2, b) martensite (M) : B19' et c) phase R (R).

1.2.2.2 Propriétés de la transformation martensitique

La transformation martensitique est une transformation de phase displacive, ne modifiant pas la composition chimique locale, constituée d'une déformation homogène de réseau au niveau local. Aucun phénomène de diffusion n'est nécessaire, ce qui rend cette transformation indépendante du temps. Cette transformation est du 1^{er} ordre, thermoélastique, i.e. cristallographiquement réversible.

1.2.3 Comportement thermomécanique

Le comportement thermomécanique des AMF de type NiTi a été étudié dans de nombreux articles. Comme il serait trop difficile de proposer une bibliographie exhaustive sur le sujet, il semble intéressant de se reporter à l'article de Otsuka and Ren [2005]. Le but de cette présentation n'est donc pas de présenter en détail les différents comportements, mais d'en rappeler les principes fondamentaux.

La transformation martensitique peut être à la fois produite et affectée par des chargements thermiques [Shaw *et al.*, 2008] et/ou mécaniques [Shaw *et al.*, 2009, 2010]. Cependant, d'autres facteurs liés à la microstructure du matériau : transformation cristallographique, texture, taille de grain, précipités, dislocations affectent la transformation

martensitique. La composition est également un facteur très important sur le comportement du matériau. On distingue généralement les NiTi équiatomiques avec $\text{Ni} < 50.5 \text{ at. \%}$ et les alliages riches en nickel avec une composition en $\text{Ni} > 50.5 \text{ at. \%}$. Notons également qu'il est possible de modifier les propriétés de l'alliage avec des traitements thermiques. L'effet de ces traitements a été étudié et bien mis en avant dans Zheng *et al.* [2008]; Jiang *et al.* [2009] pour des alliages riches en Nickel (50.8 at. %) et dans Liu and McCormick [1990] pour des alliages équiatomiques. L'effet de ces traitements thermique est influencé par les sollicitations mécaniques lors du traitement [Favier *et al.*, 2007].

Pour mieux comprendre le comportement des AMF, les différents comportements thermomécaniques, associés aux changements de phases sont présentés sur la Fig. 1.5, avec un diagramme déformation (ϵ) - contrainte (σ) - température (T).

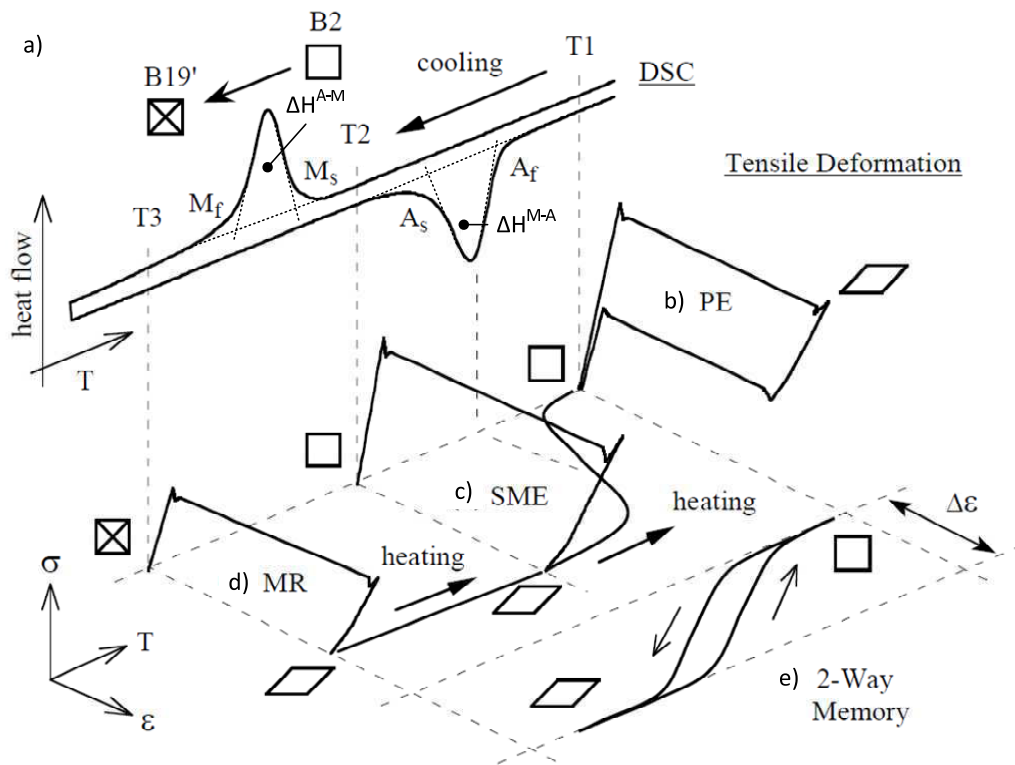


FIGURE 1.5: Diagramme caractéristique déformation-contrainte-température pour les AMF. a) Transformation induite thermiquement et étudiée par DSC. b) Superélasticité (ou Pseudoélasticité PE). c) Effet mémoire (SME : Shape Memory Effect). d) Réorientation martensitique (MR : Martensite Reorientation). e) Effet mémoire à double sens. [Mahmud, 2009]

1.2.3.1 Changement de phase induit thermiquement

A contrainte nulle ($\sigma = 0$) (Fig. 1.5.a), la transformation austénite (A - B2), martensite auto-accommodée (M - B19'), est obtenue en faisant varier la température dans un appareil de type DSC. Les températures de début (s : start) et de fin (f : finish) de transformation A_s , A_f durant le refroidissement et M_s et M_f pendant le chauffage sont mesurées. La DSC permet également de mesurer les chaleurs latentes de transformation associées à la transformation au refroidissement ΔH^{A-M} et au chauffage ΔH^{M-A} .

1.2.3.2 Superélasticité

Si l'échantillon se trouve à une température notée T_1 sur la Fig. 1.5.a au-dessus de A_f , i.e. en état austénitique, le matériau sollicité mécaniquement a un comportement dit superélastique. Cristallographiquement, il s'agit d'une transformation d'austénite en martensite orientée dont le comportement mécanique est présenté sur la courbe tracée sur la Fig. 1.5.b. Mécaniquement, ce comportement est souvent décrit par les étapes suivantes correspondant aux quatre pentes de la réponse mécanique : déformation élastique de la phase A, transformation directe A-M pendant le "plateau" supérieur, déformation élastique de la phase M, transformation inverse (M-A) pendant le "plateau" inférieur et enfin déformation élastique de la phase A. Le décalage vertical des deux plateaux entraîne l'apparition d'une boucle d'hystérésis de taille variable selon la composition et l'état de l'alliage, le type de traitement thermique, la température, etc...

1.2.3.3 Réorientation martensitique

A une température inférieure à M_f , notée T_3 sur la Fig. 1.5.a, l'échantillon est sous forme de martensite auto accommodée. Lors du chargement, on observe de la réorientation de martensite auto accommodée en martensite orientée. Dans ce cas là, un plateau lié à la réorientation est observé. Quand la charge est retirée, seules les déformations élastiques de la martensite orientée et celles liées au démaclage se recouvrent. Il reste donc une déformation résiduelle (Fig. 1.5.d). A la fin de la décharge, les aiguilles de martensite ont une direction préférentielle, orientée dans le sens du chargement.

Si l'échantillon se trouve à une température comprise entre A_s et M_s , notée T_2 sur la Fig. 1.5.a, les deux phases austénite et martensite coexistent à l'état initial. Pendant le chargement, on observe à la fois une transformation martensitique et de la réorientation martensitique, créant ainsi le plateau. A la fin du chargement, l'échantillon se trouve totalement ou partiellement dans un état de martensite orientée. Lors de la décharge, comme la phase martensitique est stable à la température considérée, seule la déformation élastique de la martensite est récupérée (Fig. 1.5.c).

1.2.3.4 Effet mémoire simple et double

Lorsque le matériau est dans un état de martensite orientée, à la fin des chargements présentés sur les Figs. 1.5.c.d, il est possible de retrouver, en chauffant le matériau à une température supérieure à A_f , un état similaire à l'état initial. On se déplace alors sur la courbe intitulée " heating " sur les Figs. 1.5.b, 1.5.c et 1.5.d.

Il est également possible d'éduquer le matériau de sorte à donner au matériau deux formes stables, une à haute température ($>A_f$) et une à basse température ($<M_f$). Les formes sont obtenues en faisant varier la température de l'échantillon, comme sur la Fig. 1.5.e. Cet effet n'est pas utilisé dans les applications, car se dégradant sous l'effet des cyclages et contraintes [Manach and Favier, 1993; Wada and Liu, 2008].

1.2.3.5 Bilan

Les différents comportements présentés dans cette partie sont classiquement étudiés à partir d'essais de traction. Ce sont donc des résultats globaux ne prenant pas en compte le comportement local du matériau. Or de nombreuses études, comme par exemple [Shaw and Kyriakides, 1995], ont mis en évidence le caractère localisé de la transformation A-M pendant le plateau observé lors d'un essai de traction. La présence et le type de localisation dépendent de nombreux paramètres comme les caractéristiques du matériau, la géométrie de l'échantillon et les conditions de chargement [Liu *et al.*, 1999]. Nous allons dans la partie suivante revenir sur ce phénomène.

1.2.4 Comportement local du NiTi et phénomènes de localisation

1.2.4.1 Méthodes d'observation des phénomènes de localisation

La localisation lors d'essais de traction réalisés sur ces matériaux fut initialement mis en évidence en plaçant plusieurs extensomètres sur l'échantillon étudié [Leo *et al.*, 1992; Shaw and Kyriakides, 1995; Orgéas and Favier, 1998; Liu *et al.*, 1998; Li and Sun, 2002]. Leo *et al.* [1992] ont utilisé quatre extensomètres placés sur l'échantillon étudié (Fig. 1.6.a). Dans le cas d'une déformation homogène, la mesure de chaque extensomètre serait identique ; sur la Fig. 1.6.b, les extensomètres réagissent les uns après les autres avec des sauts importants dans la mesure de la déformation de 1 à 6.5 %, mettant en avant les phénomènes de localisation. Il est également possible de les voir en peignant l'échantillon d'une fine couche de vernis qui va se craqueler à l'endroit de la localisation [Miyazaki *et al.*, 1981; Shaw and Kyriakides, 1997; Iadicola and Shaw, 2002; Brinson *et al.*, 2004; Ng and Sun, 2006].

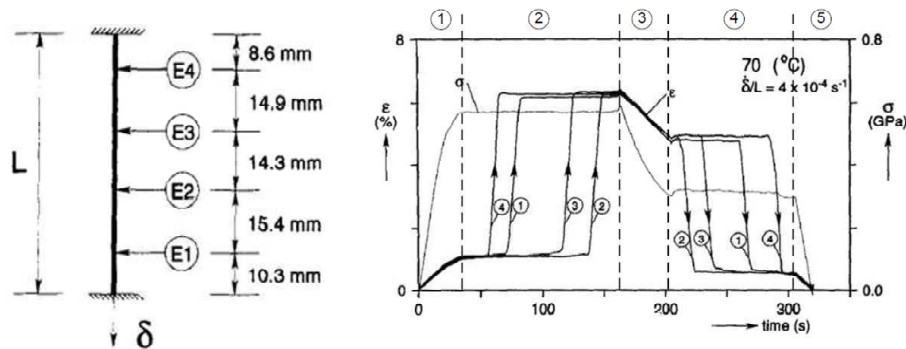


FIGURE 1.6: a) Dispositif expérimental pour observer la localisation dans les AMF NiTi à partir de mesures par extensomètres. b) Évolution temporelle de la contrainte et de la déformation estimées à partir de ces mesures locales [Leo *et al.*, 1992].

Aujourd'hui, à partir des techniques de mesures de champs, il est possible d'étudier localement et quantitativement le comportement mécanique de ces alliages. Les champs peuvent être cinématiques (avec des techniques de corrélation d'images visibles) ou thermiques (à partir d'images mesurées par thermographie infrarouge). Les champs thermiques permettent en particulier de situer dans le temps et dans l'espace les phénomènes ther-

miques localisées générés par les transformations A-M (exothermiques) ou M-A (endothermiques) [Schlosser *et al.*, 2007; Louche *et al.*, 2012].

1.2.4.2 De l'intérêt des mesures de champs

Avec l'arrivée de nouvelles techniques expérimentales et de moyens d'analyse perfectionnés, l'étude de la localisation a été considérablement améliorée. Grâce aux techniques de mesures de champs cinématiques et thermiques, permettant une étude locale du comportement du matériau, les phénomènes de localisation dans les AMF sont mieux étudiés [Shaw and Kyriakides, 1997; Gadaj *et al.*, 2002; Iadicola and Shaw, 2002; Pieczyska *et al.*, 2004].

Dans certaines conditions, à partir des champs thermiques mesurés, il est possible d'estimer les champs de sources de chaleur accompagnant le comportement du matériau [Chrysochoos and Louche, 2000]. Dans le cas des AMF, les sources de chaleur sont essentiellement liées aux dégagements ou absorption de chaleur lors des changements de phase [Iadicola and Shaw, 2002; Schlosser *et al.*, 2008; Schlosser, 2008; Louche *et al.*, 2012]. La méthodologie utilisée pour estimer les sources de chaleur sera détaillée dans le paragraphe suivant. Un exemple de résultat exploitant des mesures simultanées de champs thermiques et cinématiques est donné sur la Fig. 1.7 [Schlosser, 2008; Louche *et al.*, 2012]. La réponse mécanique nominale contrainte-déformation mesurée lors d'un essai de traction sur un tube en NiTi est tracée sur la Fig. 1.7.a. La partie de la surface observée à la fois avec une caméra infrarouge et avec une caméra visible est indiquée en rouge sur la Fig. 1.7.b.

Les champs de déformation E_{xx} , de variation de température θ et les sources de chaleur s_M , estimés à partir des champs de température mesurés, sont tracés sur les Fig. 1.7.c à 1.7.f pour quatre instants particuliers du chargement. Les phénomènes de localisation, apparaissant dès le début du plateau (instant a), sont clairement mis en évidence sur les champs de déformation et de sources de chaleur. Ils permettent de situer précisément, dans le temps et dans l'espace, les lieux où se situent les changements de phase localisés induits par le chargement mécanique. Les champs de variation de température mesurés sont en revanche beaucoup plus diffus. Les champs de sources de chaleur donnent eux, une indication sur la positionnement de la localisation en cours, et surtout, sur l'intensité et donc la quantité d'énergie libérée. Ces deux mesures sont donc complémentaires.

Si l'essai de traction est le plus utilisé pour caractériser des matériaux comme le NiTi [Miyazaki *et al.*, 1981; Shaw and Kyriakides, 1995; Liu and Cormick, 1996; Shaw and Kyriakides, 1997; Orgéas and Favier, 1998; Sun and Li, 2002; Brinson *et al.*, 2004; Ng and Sun, 2006; Schlosser *et al.*, 2008], notamment pour sa simplicité de mise en oeuvre, bien d'autres types de chargement ont été étudiés.

1.2.4.3 Autres essais mécaniques réalisés

Les études mettant en oeuvre des **essais de compression** sont plus rares [Jacobus *et al.*, 1996; Orgéas and Favier, 1998; Grabe and Bruhns, 2009]. Elles ont montré que cet essai était homogène, que les contraintes de transformation sont plus élevées et les déformation de transformation sont plus faibles en compression qu'en traction. Cependant, cet essai reste plus délicat à mettre en oeuvre en raison des risques de flambement.

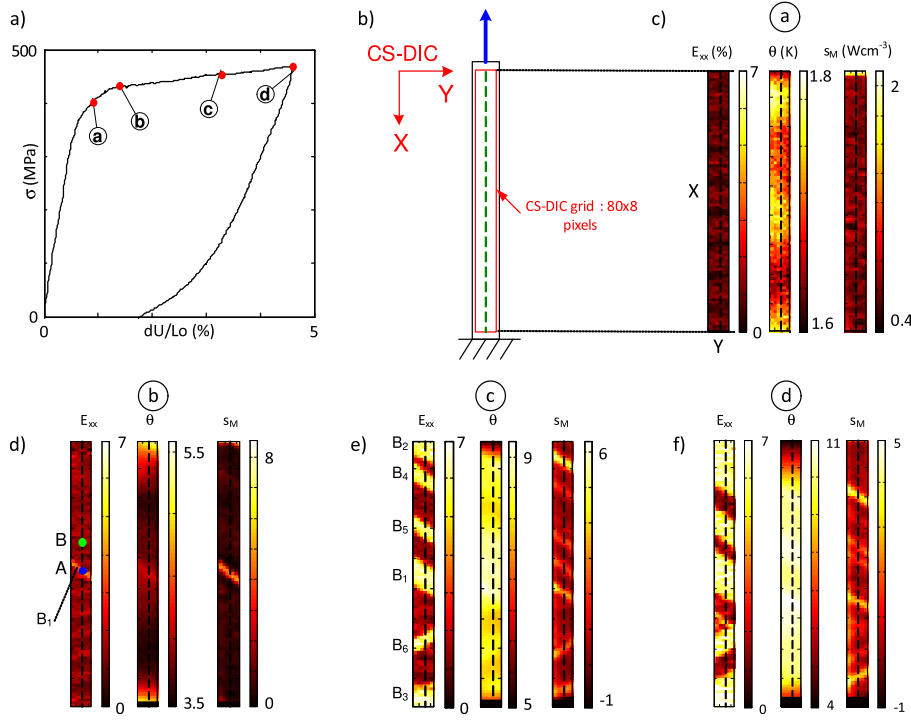


FIGURE 1.7: Comportement en traction d'un tube en NiTi avec mesures simultanées de champs cinématiques et thermiques [Schlosser, 2008; Louche *et al.*, 2012]. a) Courbe contrainte-déformation nominale. Définition des instants a, b, c et d. b) Définition de la zone d'étude. c), d), e) et f) Champs de déformation axiale E_{xx} , de variation de température θ et de sources de chaleur estimées aux instants a, b, c et d.

Des tests de **traction-torsion** ont montré des résultats intéressants [Sun and Li, 2002]. Tout d'abord, sous traction simple, la localisation est observée sur le tube. Au fur et à mesure de l'augmentation de la torsion, la localisation est plus diffuse. Elle disparaît même à partir d'un certain taux de torsion. Cependant, de tels essais nécessitent un équipement plus complexe et plus onéreux, et sont donc plus délicats à mettre en oeuvre.

Enfin, des essais de **cisaillement** ont également été réalisés. A l'exception de Pieczyska *et al.* [2009], les travaux Manach and Favier [1997]; Orgéas and Favier [1998]; Schlosser [2008] ont montré que cet essai est homogène. Les valeurs de déformation, lorsque la transformation austénite-martensite est complète, sont de l'ordre de 12 % en cisaillement, alors qu'elle est de l'ordre de 8 % en traction [Orgéas and Favier, 1998].

1.2.5 Bilan

L'alliage NiTi est le siège d'une transformation martensitique lui procurant des propriétés mécaniques particulières, comme la superélasticité ou l'effet mémoire. D'importants phénomènes de localisation peuvent avoir lieu sous l'effet de chargements mécaniques. Des couplages thermomécaniques importants sont observés et se traduisent par des variations de températures induites par la transformation et par une augmentation de la contrainte avec la température. Pour étudier un tel comportement, les techniques de mesures de champs que nous allons maintenant présenter seront utilisées.

1.3 Mesures de champs cinématiques et thermiques

1.3.1 Introduction

Les techniques de mesures de champs cinématiques et thermiques sont aujourd'hui très utilisées dans les laboratoires. S'il est relativement aisé de faire des mesures qualitatives, il est beaucoup plus délicat de réaliser des mesures quantitatives fiables. Les sections suivantes vont présenter d'un point de vue général la mesure de champs cinématiques, de champs de température ainsi que la mesure simultanée de champs cinématiques et thermiques. Les problèmes expérimentaux rencontrés dans la thèse, souvent communs à tous les expérimentateurs, seront mis en avant. Les solutions proposées pour y remédier seront également expliquées.

1.3.2 Mesures de champs cinématiques

1.3.2.1 Principe

La mesure de champs cinématiques, par corrélation d'images visibles, est une technique utilisée depuis de nombreuses années pour étudier localement les déformations [Peters and Ranson, 1981; Sutton *et al.*, 1983; Chu *et al.*, 1985; Hild and Roux, 2006] ainsi que les localisations [Wattrisse *et al.*, 2001; Schlosser *et al.*, 2008] dans les matériaux.

Le principe de base repose sur l'observation, à l'aide d'une caméra visible, d'un motif (mouchetis) déposé sur l'échantillon étudié (Fig. 1.8.a), qui va se déformer avec ce dernier. Les images sont ensuite traitées à l'aide d'un logiciel de corrélation d'images. Dans cette étude, le logiciel 7D a été utilisé [Vacher *et al.*, 1999; Vacher, 2000; Coudert, 2005]. Avec ce logiciel, la précision de la mesure du déplacement a été évaluée à 0.01 pixel pour une déformation inférieure à 5%, avec une taille d'imagette de 12x12 pixels [Coudert, 2005; Louche *et al.*, 2007].

Le principe d'utilisation est identique à tous les logiciels de corrélation d'images (7D, VIC3D, Aramis...). Une fois l'essai réalisé, la zone d'étude est définie. Une grille virtuelle est placée sur la zone étudiée (Fig. 1.8.b). Elle est choisie en fonction du nombre de pixels utilisables et de la taille du mouchetis. Cette zone étudiée peut varier du micromètre [Forquin *et al.*, 2004] au mètre [Chambon *et al.*, 2005]. Chaque croisement de ligne correspond à la position d'un extensomètre virtuel. On définit ensuite la "taille" du motif de corrélation, appelé aussi imagette. Cette dernière peut être soit plus petite que le pas du maillage, comme sur la Fig. 1.8.c, soit égale, soit plus grande, comme sur la Fig. 1.8.d. Le choix de la taille du maillage et des imagettes est à effectuer en fonction de la taille du mouchetis, du nombre de pixels disponibles et de l'échelle recherchée. Il influence grandement la qualité de la mesure et le bruit observé.

Une fois la grille définie, comme sur la Fig. 1.9.a, l'algorithme de calcul proposé par Vacher *et al.* [1999] permet d'obtenir le champ de déplacement $\vec{u}$ en chacun des points de la grille, comme présenté sur la Fig. 1.9.b lors d'un essai de cisaillement. Le tenseur des déformations de Green Lagrange E est ensuite calculé à partir du champ de déplacement $\vec{u}$.

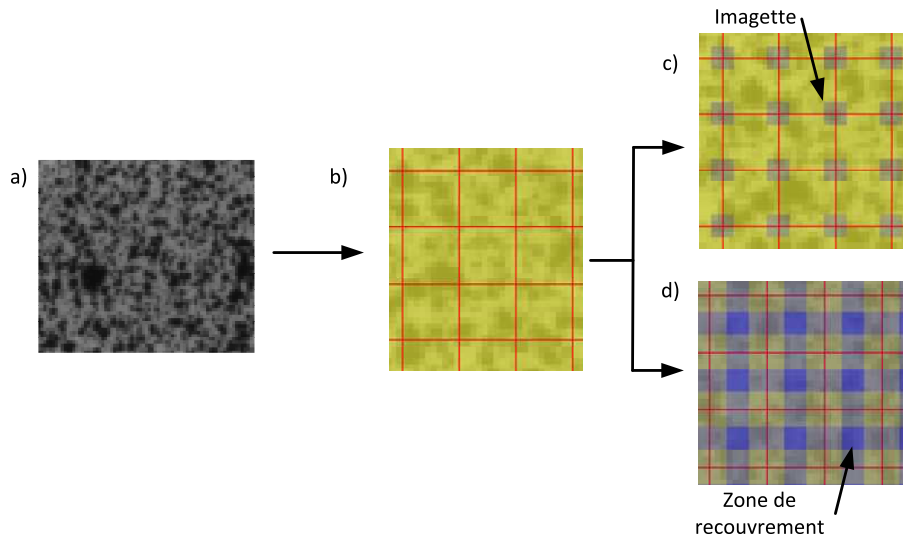


FIGURE 1.8: a) Sélection de la zone d'intérêt. b) Choix de la taille de grille et position des extensomètres virtuels. Choix de la taille de l'imagette c) plus petite ou d) plus grande que la taille de grille.

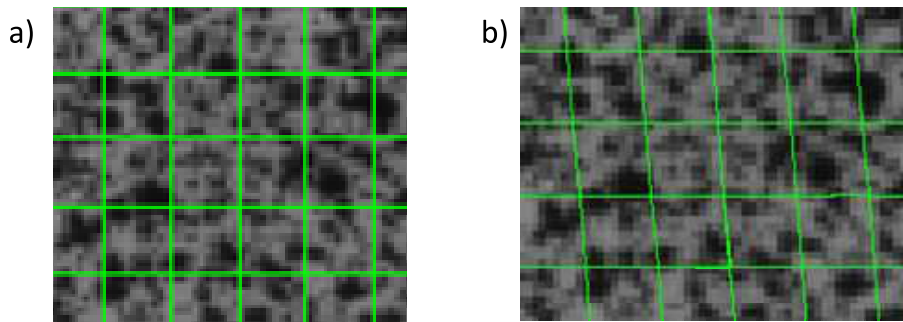


FIGURE 1.9: Grille a) initiale et b) déformée.

1.3.2.2 Problèmes expérimentaux

Expérimentalement, la réalisation d'un motif permettant une bonne corrélation d'image est l'un des points clés pour réaliser une mesure quantitative de la déformation, et est une étape délicate de la mesure. Le motif irrégulier aléatoire peut être naturel (rayure de la surface, morphologie de la surface, grains, etc...) ou artificiel (projection de peinture).

Dans cette étude, le motif a été réalisé artificiellement en projetant du blanc sur un fond noir (Fig. 1.10.a), ou du noir sur un fond blanc (Fig. 1.10.b). Dans le cas de mesures simultanées de champs cinématiques et thermiques sur une même face de l'échantillon, le choix du revêtement blanc sur un fond noir est généralement préférable (voir Annexe A de Schlosser [2008]).

Afin de réaliser une mesure convenable de la déformation, la caméra est placée perpendiculairement à l'échantillon. L'éclairage de la scène est adapté à la configuration du dispositif expérimental, de sorte qu'il n'y ait pas de zone d'ombre, de réflexion changeante au cours de l'essai et que le contraste de l'image soit assez important. L'utilisation d'une source de lumière froide permet de régler aisément la luminosité de la scène et présente

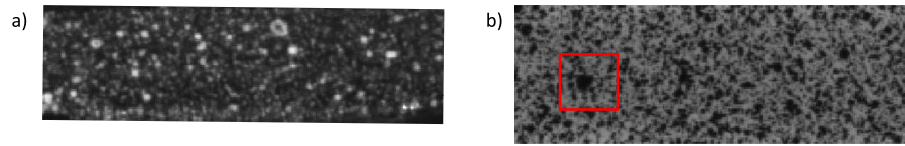


FIGURE 1.10: Mouchetis utilisés : a) blanc sur noir et b) noir sur blanc.

l'avantage de ne pas apporter de chaleur à l'éprouvette.

1.3.3 Mesures de champs thermiques

C'est dans les années 1800 que William Herschell découvrit le rayonnement infrarouge du spectre électromagnétique. Il fallut attendre 1840 pour voir la réalisation de la première image thermique. Les caméras infrarouges ont ensuite été largement utilisées dans un but militaire et, depuis plusieurs décennies, ce moyen d'observation est devenu un moyen de mesure de plus en plus utilisé dans le monde de la recherche en mécanique des matériaux. Changements de phases [Shaw and Kyriakides, 1997; Iadicola and Shaw, 2002; Pieczyska *et al.*, 2004; Schlosser, 2008], plasticité [Badulescu *et al.*, 2011], fatigue [Luong, 1995; Boulanger *et al.*, 2004], localisation [Louche *et al.*, 2005; Louche, 2009; Saai *et al.*, 2010; Dumoulin *et al.*, 2010]...Aucun domaine d'étude en mécanique expérimentale n'échappe aux détecteurs de caméras infrarouges de plus en plus performants.

1.3.3.1 Principe

La longueur d'onde des rayonnements IR est comprise entre 0.75 et $100\ \mu m$. On distingue les infrarouges proches (0.75 - $3\ \mu m$), moyens (3 - $6\ \mu m$), lointains (6 - $15\ \mu m$) et extrêmes (15 - $100\ \mu m$). Des détecteurs spécialisés, utilisés dans les caméras infrarouges, permettent de capter le rayonnement IR compris entre 2 et $14\ \mu m$, comme présenté sur la Fig. 1.11. Comme pour la lumière visible, un objet peut transmettre, absorber et réfléchir le rayonnement IR (Fig. 1.12.a). A partir du rayonnement IR détecté à une certaine longueur d'onde, grâce à la loi de Planck et à des lois de calibration, il est possible de mesurer la température de ce corps.

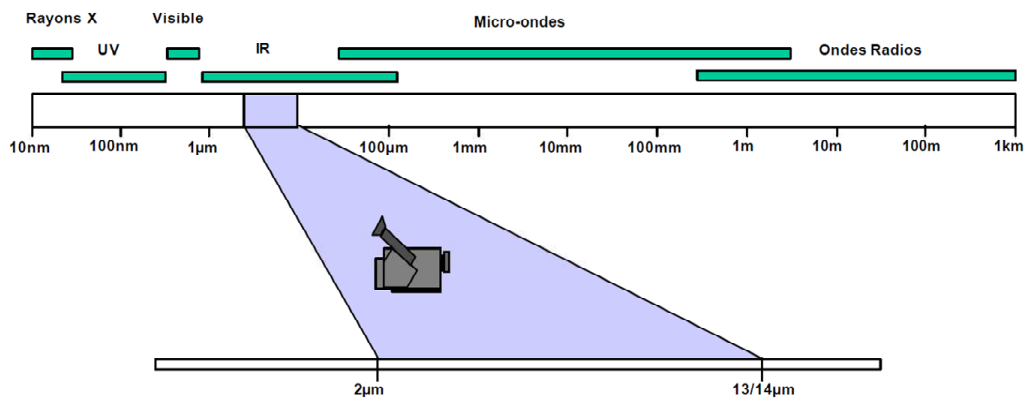


FIGURE 1.11: Spectre du rayonnement électromagnétique. Intervalle plus réduit (2 à $14\ \mu m$) de sensibilité des caméras thermiques.

Si l'objet observé émet dans l'IR, l'environnement aussi peut jouer sur la quantité du rayonnement IR arrivant sur les détecteurs de la caméra. L'atmosphère (Fig. 1.12.b) absorbe une partie du rayonnement provenant du corps observé. Elle émet également un rayonnement IR directement ou indirectement, via la réflexion sur l'échantillon.

Ainsi, la radiation totale W_{tot} reçue par les détecteurs vaut :

$$W_{tot} = \epsilon\tau W_{obj} + (1 - \epsilon)\tau W_{env} + (1 - \tau)W_{atm}. \quad (1.1)$$

où ϵ est l'émissivité de la surface de l'échantillon observé, τ la transmission de l'atmosphère, W_{obj} , W_{env} et W_{atm} le rayonnement renvoyé respectivement par l'objet, l'environnement via l'objet et par l'atmosphère. La radiation recherchée étant celle émise par le corps, il vient :

$$W_{obj} = \frac{1}{\epsilon\tau}W_{tot} - \frac{(1 - \epsilon)}{\epsilon}W_{env} - \frac{(1 - \tau)}{\epsilon\tau}W_{atm}. \quad (1.2)$$

Les capteurs d'une caméra infrarouge captent le rayonnement pendant un certain temps, appelé temps d'intégration. La quantité de rayonnement arrivant au détecteur est mesurée en Niveaux Informatiques (NI), appelés aussi Digital Level (DL) (Fig. 1.12.c). Ces DL dépendent de la température du corps qui émet les IR, de la température de l'environnement et du temps d'intégration. Ils sont transformés en température grâce à une loi de calibration établie à partir de corps noirs de référence.

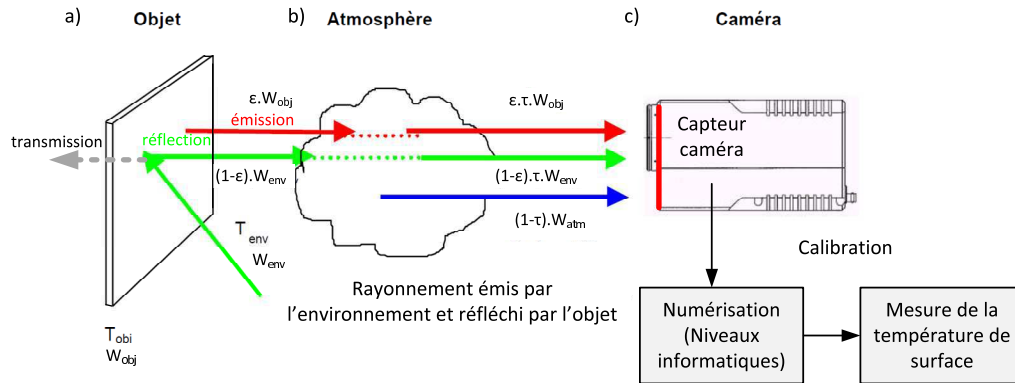


FIGURE 1.12: Principe de base de la mesure par caméra IR. a) L'objet émet, transmet, absorbe, réfléchit les IR. b) Pour arriver aux détecteurs de la caméra IR, le rayonnement traverse l'atmosphère qui ne transmet qu'une partie du rayonnement émis par le corps observé, et qui émet lui aussi des IR. c) La caméra IR capte les IR et transforme l'information en température via une loi d'étalonnage.

Pour finir, mentionnons que la caméra infrarouge utilisée dans cette étude est une FLIR SC 7000, ayant une résolution (NETD) de ± 20 mK et une précision de ± 2 K dans la gamme de température utilisée.

1.3.3.2 Problèmes expérimentaux

La connaissance de l'émissivité ϵ de l'échantillon est le premier point délicat, pour mesurer la température avec une caméra IR. L'émissivité est la capacité d'un corps à absorber le rayonnement incident émis par l'atmosphère et l'environnement. Elle prend une valeur comprise entre 0 et 1. Dans le cas où $\epsilon = 1$, le corps absorbe l'ensemble du

rayonnement électromagnétique quelle que soit sa direction, sans en réfléchir ni en transmettre. Il émet un rayonnement électromagnétique qui ne dépend que de sa température. Il s'agit d'un corps parfait appelé corps noir. A l'opposé, si $\epsilon = 0$, le corps n'émet pas de rayonnement infrarouge. Il peut transmettre et/ou réfléchir ce rayonnement.

L'émissivité d'un objet dépend de plusieurs paramètres, matériau, angle d'observation, longueur d'onde, température, rugosité, etc. Dans la suite de l'étude, ce paramètre sera contrôlé en déposant une peinture à haute émissivité ($\epsilon = 0.95$, [Schlosser, 2008]) sur les échantillons avant chaque essai. Des images réalisées au microscope électronique à balayage de cette peinture sont présentées sur la Fig. 1.13. La surface de la couche de peinture est assez irrégulière (Fig. 1.13.a) et a une épaisseur mesurée de $25 \pm 5 \mu\text{m}$ (Fig. 1.13.b).

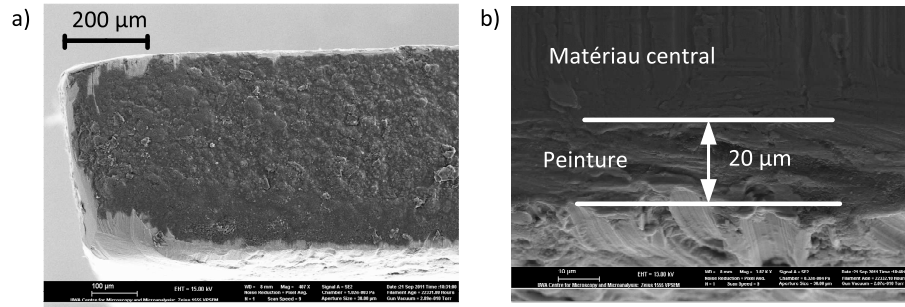


FIGURE 1.13: Couche de peinture observée au microscope électronique à balayage. a) Surface de la peinture. b) Coupe d'un échantillon recouvert de peinture.

Ensuite, la **maîtrise de l'environnement** est un des facteurs clés pour réaliser une bonne mesure de température et pour réaliser par la suite un calcul de sources de chaleur convenable [Poncelet, 2007]. La couche d'air présente entre l'objet observé et la caméra va absorber une partie du rayonnement émis (Fig. 1.12). La caméra étant placée à moins d'un mètre de l'objet observé, cette absorption n'est pas prise en compte. En revanche, l'absorption du hublot transparent au rayonnement IR qui sera utilisé, sera prise en compte. Ensuite, les transferts thermiques par conduction, convection et rayonnement, entre l'environnement et l'échantillon étudié (voir Fig. 1.14) peuvent dégrader la qualité de la mesure et rendre l'interprétation des données plus difficile. Lors d'un essai mécanique par exemple, l'éprouvette à la température $T_{épr}$ est maintenue entre des mors à la température T_{mors} . Il est important d'attendre un certain temps afin d'être assuré que, par conduction, $T_{épr} = T_{mors}$. Ensuite, les échanges thermiques par convection sont des conditions aux limites très délicates à maîtriser. Les mouvements de l'air ambiant jouent un rôle important sur la cinétique de chauffage ou de refroidissement de l'éprouvette. Si ces mouvements d'air ne sont pas constants au cours du temps et dans l'espace, il est difficile d'identifier les pertes de chaleur liées aux échanges par convection. Pour finir, si c'est grâce au rayonnement infrarouge qu'émet l'éprouvette qu'il est possible de faire de la thermographie, l'environnement aussi émet un rayonnement qu'il faut contrôler. Par exemple, les mors en acier polis auront tendance à réfléchir la température de l'éprouvette et de l'environnement sur l'éprouvette elle-même et vers la caméra, perturbant ainsi la mesure. C'est pourquoi les mors et tous les éléments à proximité de la scène à observer sont peints avec la même peinture à haute émissivité que celle utilisée, pour recouvrir les

échantillons.

L'expérimentateur, représentant une source de chaleur extérieure à la scène observée, peut lui aussi perturber les observations thermographiques. Pour éviter cela, l'ensemble caméra et scène à observer a toujours été isolé (carton, tissus opaques aux IR) de façon à ce qu'aucune réflexion du rayonnement émis par l'utilisateur et qu'aucun mouvement d'air parasite ne viennent perturber la mesure (voir Fig. 1.14).

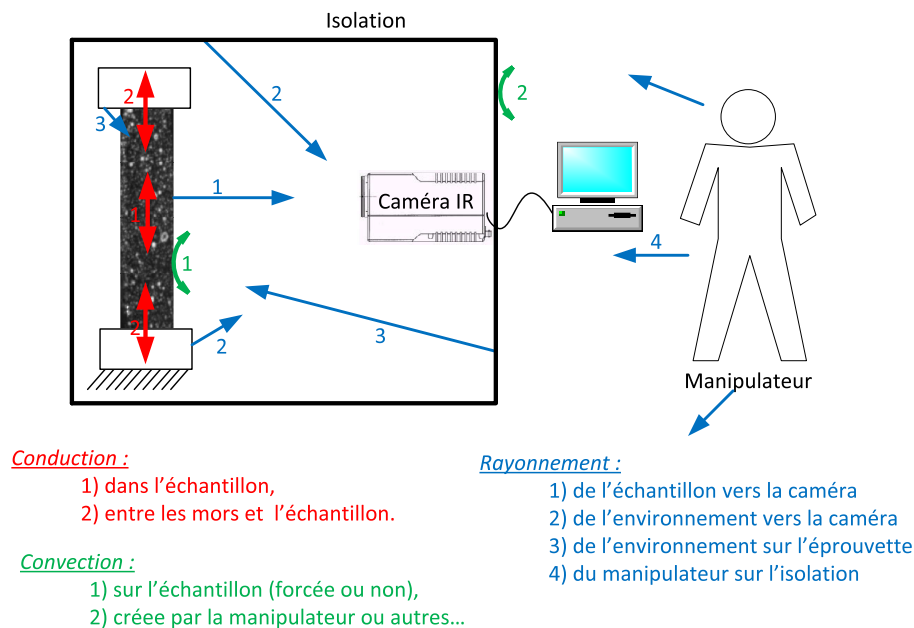


FIGURE 1.14: Échanges thermiques possibles par convection, conduction et rayonnement et précautions d'usages.

1.3.4 Mesures simultanées de champs cinématiques et thermiques

Il est de plus en plus fréquent de coupler les mesures de champs cinématiques et thermiques [Schlosser, 2008; Chrysochoos *et al.*, 2009; Bodelot *et al.*, 2009; Pottier *et al.*, 2009; Louche *et al.*, 2012]. Pour cela, une caméra IR et une caméra visible observent simultanément un essai mécanique (Fig. 1.15).

Si la machine d'essai et l'éprouvette sont souvent fixes et toujours au centre du dispositif expérimental, plusieurs **montages expérimentaux** sont envisageables : i) les caméras observent la même face de l'échantillon en étant positionnées du même côté de l'échantillon [Schlosser, 2008; Bodelot *et al.*, 2009; Pottier *et al.*, 2009; Louche *et al.*, 2012], ii) les caméras sont placées de part et d'autre de l'échantillon, et dans ce cas, une des caméras observe la face avant de l'échantillon alors que l'autre observe la face arrière [Chrysochoos *et al.*, 2009].

La première technique présente l'avantage d'observer une même zone et donc de ne pas avoir à faire d'hypothèse d'homogénéité dans l'épaisseur. Dans ce cas, déformation et température sont mesurées au même endroit. L'inconvénient est qu'expérimentalement, il est nécessaire d'avoir sur la même face de l'éprouvette un revêtement à haute émissivité pour les mesures de température et un mouchetis pour la corrélation d'image. Ce dernier

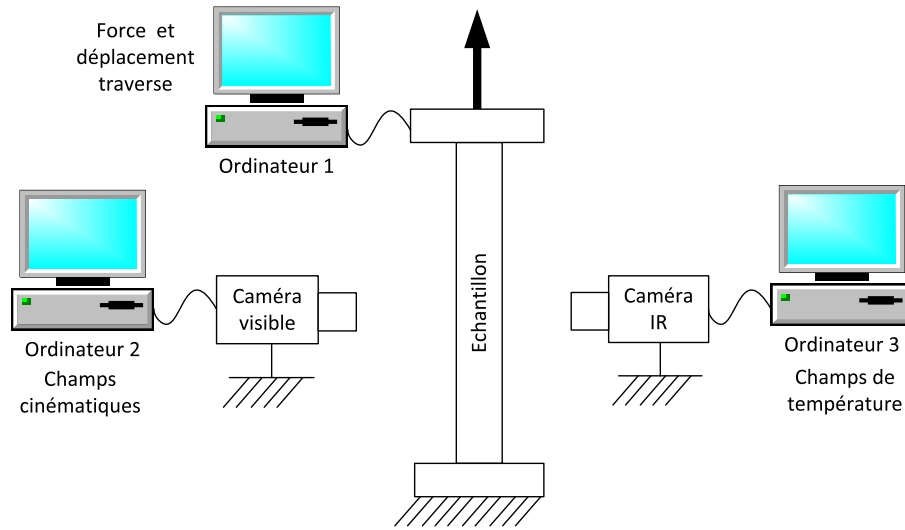


FIGURE 1.15: Dispositif expérimental permettant une mesure simultanée de champs cinématiques et thermiques.

peut créer un faible bruit sur les images thermiques [Schlosser, 2008]. La peinture blanche utilisée ayant une émissivité un peu plus faible que la peinture noire, il est donc plus intéressant de peindre l'échantillon en noir pour des mesures quantitatives de température, et de réaliser par dessus un mouchetis blanc pour la mesure de champs cinématiques. Le choix est souvent lié à l'encombrement des caméras, à la configuration de l'essai et de l'expérience, et de la place disponible.

Le recalage temporel des différents dispositifs de mesures est indispensable lors de ces mesures. Idéalement, pour faire de telles acquisitions, les différents équipements (machine d'essai, caméra visible et caméra IR) sont mis en route de façon synchronisée et ont la même fréquence d'acquisition. Évidemment, cela est très rarement le cas et la Fig. 1.16 représente dans le temps, la prise d'image et/ou de points des différents dispositifs, dans le cas où chaque équipement est indépendant.

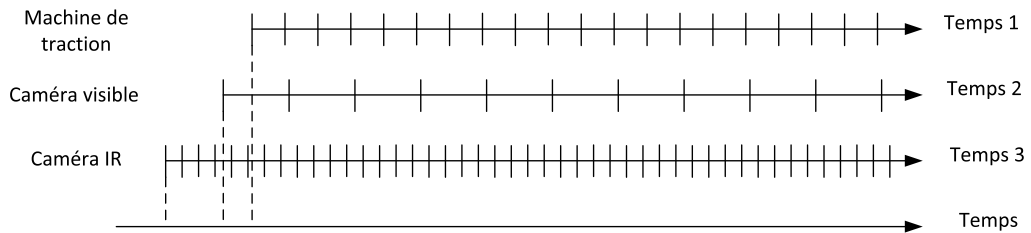


FIGURE 1.16: Mise en évidence du problème de recalage temporel (figure extraite de [Louche *et al.*, 2012]).

Durant cette étude, la caméra thermique est lancée la première car elle a la plus haute fréquence d'acquisition puis la caméra visible est mise en route, avec une fréquence d'acquisition plus faible. L'essai mécanique (machine de traction) est finalement mis en route. L'arrêt des équipements est réalisé dans le sens inverse.

Enfin, selon le type d'étude, il est impératif de réaliser un **recalage spatial** entre :
(i) les champs de déformation et (ii) les champs de température (et éventuellement les

sources de chaleur associées). En effet, ces champs sont obtenus dans des repères spatiaux différents qu'il convient de rapprocher en choisissant d'exprimer (par interpolation) les champs thermiques sur la grille des champs cinématiques (ou l'inverse), dans la configuration déformée ou dans celle de référence [Schlosser, 2008; Louche *et al.*, 2012].

Afin de faciliter ce type de mesures couplées, Maynadier *et al.* [2011] ont proposé récemment une technique originale de mesure simultanée de champs thermiques et cinématiques avec une seule caméra infrarouge. Avec cette approche, les problèmes de synchronisation temporelle sont supprimés, la synchronisation spatiale est simplifiée, et une seule caméra est nécessaire. La préparation de l'échantillon est cependant plus délicate que ce qui est fait classiquement.

1.3.5 Bilan

Aujourd'hui, les mesures de champs sont de plus en plus répandues. Les problèmes et contraintes liés à la préparation de l'échantillon pour réaliser des mesures de champs cinématiques et thermiques quantitatifs sont importants. Une fois maîtrisées, ces techniques sont très performantes, précises, et sont bien adaptées à l'étude du comportement thermomécanique des AMF.

Cependant, la diffusion de la chaleur dans le matériau rend l'étude des champs thermiques très délicate (voir les champs de température représentés sur la Fig. 1.7 [Schlosser, 2008; Louche *et al.*, 2012]). Un moyen pour éviter les perturbations de la conduction consiste à estimer les sources de chaleur générant les effets thermiques observés en surface. La section suivante va présenter la méthode d'estimation de sources de chaleur utilisée au cours de cette étude.

1.4 Détermination des puissances et énergies lors d'un changement de phase

Nous commencerons cette partie par une présentation rapide de la mesure par DSC qui est la technique de référence pour mesurer des énergies thermiques mises en jeu lors de changements de phases induits thermiquement. Dans le cas de changements de phases se produisant sous contraintes il n'est plus possible d'utiliser cette technique. Nous présenterons alors les étapes principales de la méthode d'estimation des sources de chaleur, basée sur un traitement des variations de température, mesurées avec une caméra IR, lors d'un chargement mécanique.

1.4.1 Calorimétrie différentielle à balayage

La calorimétrie différentielle à balayage, Differential Scanning Calorimetry (DSC) en anglais, est un instrument classiquement utilisé dans l'étude des AMF, car elle permet de déterminer facilement les températures de début et de fin de transformation martensitique ainsi que les chaleurs latentes associées [Shaw *et al.*, 2008]. Cette technique est également très utilisée pour réaliser des mesures de capacités thermiques. Après une présentation de cette technique, nous présenterons les principales sources d'erreurs associées à ce dispositif.

1.4.1.1 Principe

La DSC est une technique d'analyse thermique. Pendant cette thèse, un dispositif DSC TA Q200 représenté sur la Fig. 1.17.a a été utilisé. Cet instrument mesure la différence de chaleur à apporter à un échantillon de référence (appelé référence par la suite) et l'échantillon à analyser (appelé échantillon par la suite) [Legendre and Grenet, 2012b]. Les échantillons sont placés dans la même enceinte, comme présenté sur la Fig. 1.17.b.

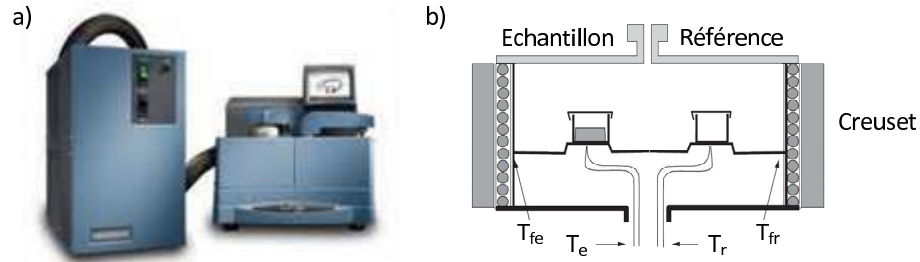


FIGURE 1.17: a) Dispositif DSC TA Q200 utilisé. b) Représentation de la chambre de la DSC.

L'intérieur de l'enceinte est présenté sur la Fig. 1.18.a. La référence est généralement un creuset vide. L'échantillon est composé d'un creuset identique à celui de la référence et du matériau à étudier. Référence et échantillon sont placés sur des plots (voir Fig. 1.18.a) par lesquels la chaleur est transférée. L'enceinte thermostatée est balayée par un gaz vecteur neutre, le plus souvent de l'Argon. A partir de la mesure des températures des échantillons T_e et T_r , et des températures de l'enceinte/four proche des échantillons T_{fe} et T_{fr} , il est possible de déterminer les flux de chaleurs :

$$\phi_e = \frac{T_{fe} - T_e}{R_e} \quad (1.3)$$

et

$$\phi_r = \frac{T_{fr} - T_r}{R_r}, \quad (1.4)$$

où R_e et R_r sont les résistances thermiques échantillons/four. Cette modélisation des flux dans la DSC est le modèle le plus simple. Dans le cas de la DSC utilisée, un thermocouple supplémentaire est placé entre les deux échantillons, comme il est possible de le voir sur la Fig. 1.18.a. Grâce à ce thermocouple, les échanges thermiques dans la chambre du four sont mieux estimés. Une représentation schématique de ces échanges est proposée sur la Fig. 1.18.b.

Dans ce cas, les flux de chaleurs sont déterminés de la façon suivante :

$$\phi_e = \frac{T_0 - T_e}{R_e} - C_e \frac{dT_e}{dt}, \quad (1.5)$$

et

$$\phi_r = \frac{T_0 - T_r}{R_r} - C_r \frac{dT_r}{dt}, \quad (1.6)$$

où C_r et C_e représentent la capacité thermique de la référence et de l'échantillon étudié. La différence de flux mesurée par l'instrument est donc égale à :

$$\Delta\phi = \phi_e - \phi_r = \frac{\Delta T}{R_r} + \Delta T_0 \left(\frac{1}{R_e} - \frac{1}{R_r} \right) + (C_r - C_e) \frac{dT_e}{dt} - C_r \frac{d(\Delta T)}{dt}, \quad (1.7)$$

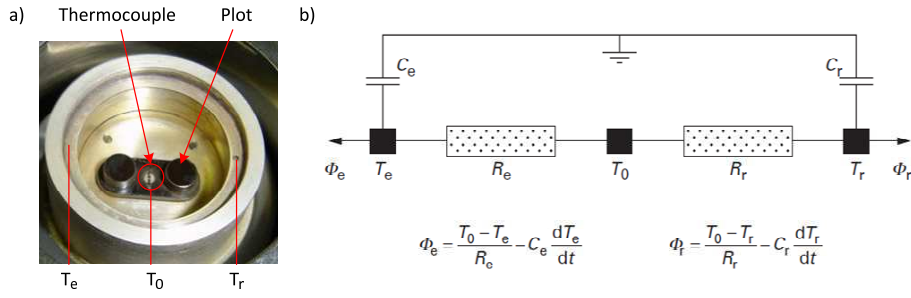


FIGURE 1.18: a) Four de la DSC. b) Représentation des échanges thermiques dans le four [Legendre and Grenet, 2012b].

avec $\Delta T = T_e - T_r$ et $\Delta T_0 = T_0 - T_e$.

1.4.1.2 Sources d'erreurs

Si la réalisation de mesures par DSC semble simple, de nombreuses précautions et facteurs d'erreurs sont à prendre en compte.

La ligne de base, correspondant à la différence de flux mesurée à vide (sans creuset), puis avec des creusets vides, est la première d'entre elles. Il est important de s'assurer de la symétrie du signal obtenue à vide car de cette symétrie découlera la bonne qualité de la ligne de base lors de l'étude d'un échantillon. Cette mesure est extrêmement délicate et très importante dans le cas de mesures de capacités thermiques par DSC.

Ensuite, **la calibration en température** est importante. Elle est réalisée à partir de la température de transition de phase de matériaux standards. La **calibration en énergie** est également importante et est réalisée avec ce même matériau. Le mercure, l'étain, le plomb ou le zinc font partie des matériaux utilisés pour calibrer une DSC. Dans notre cas, la fusion de l'indium (PTB) est utilisée pour calibrer l'instrument. En effet, l'indium est le matériau ayant les paramètres de fusion les plus adaptés à la gamme de température et d'énergie à mesurer sur les AMF. La température de fusion et la chaleur latente de la transformation du PTB sont respectivement $T_{fus}^{PTB} = 156.6^\circ C$ et $\Delta H_{fus}^{PTB} = 28.62 Jg^{-1}$. Dans le cas de mesures de capacités thermiques, il est recommandé d'utiliser l'alumine α (saphir) comme matériau étalon dont la capacité thermique est connue avec une grande précision.

Certains facteurs peuvent également influencer les mesures par DSC. La masse de l'échantillon peut avoir un effet sur la qualité du signal obtenu lors d'une transformation comme présenté sur la Fig. 1.19.a. Plus la masse est faible, plus la transformation est rapide. Le choix de la vitesse de chauffage ou de refroidissement a également une importance sur l'analyse de la transformation. La réponse de l'indium à différentes vitesses de chauffage est présentée sur la Fig. 1.19.b. Si la température de début de transformation est inchangée avec la vitesse, ce paramètre influence la mesure de la température de fin de transformation [Legendre and Grenet, 2012b]. Plus la vitesse est élevée, plus la température mesurée de fin de transformation est éloignée de la température de début de transformation.

Les effets de la vitesse de chauffage/refroidissement et de la masse utilisée ont également été étudiés pour le cas de la transformation martensitique dans les AMF [Meng

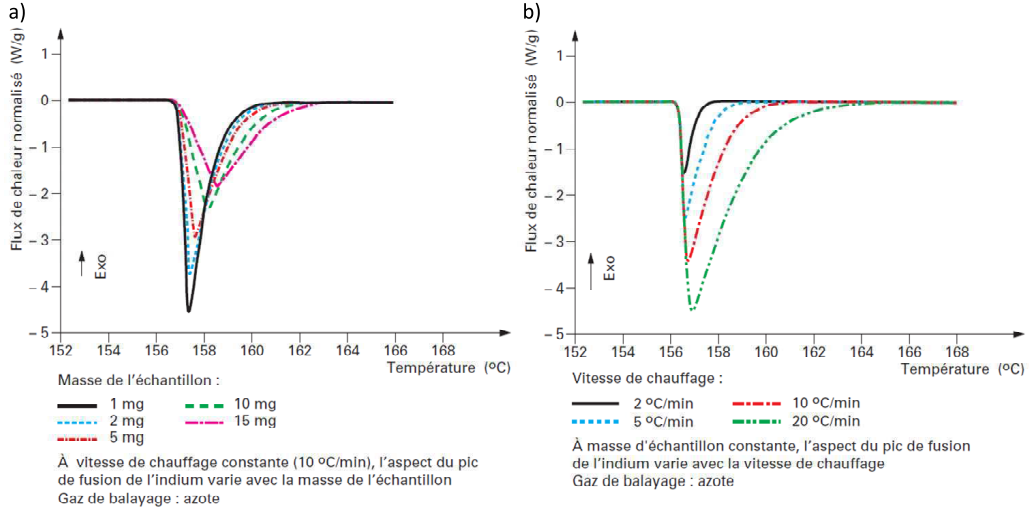


FIGURE 1.19: a) Influence de la masse de l'échantillon sur le pic de fusion de l'indium et b) Influence de la vitesse de chauffage sur le pic de fusion de l'indium [Legendre and Grenet, 2012b].

et al., 2011; Kato and Sasaki, 2012]. Ces études ont mené à des conclusions similaires à ce qui vient d'être présenté.

1.4.2 Du modèle global aux modèles simplifiés

Dans cette partie, les différents modèles simplifiés de thermique permettant d'estimer des sources de chaleur seront décrits. L'ensemble des développements permettant d'écrire l'équation de la chaleur générale est exposé dans Louche [1999]; Chrysochoos and Louche [2000]; Schlosser *et al.* [2007]; Schlosser [2008]; Louche [2009].

1.4.2.1 Modèle général

L'équation 3D de la chaleur, liant la température $T(x, y, z, t)$ et les sources de chaleur $s(x, y, z, t)$ d'un point situé à la position $M(x, y, z)$ à l'instant t s'écrit :

$$\rho C \frac{dT}{dt} - k \text{lap}(T) = s = s_i + s_e, \quad (1.8)$$

où ρ est la masse volumique, C la capacité thermique, $\frac{dT}{dt}$ est la dérivée particulière et k la conductivité thermique du matériau supposé homogène et isotrope. Dans le membre de droite de cette équation, s_i et s_e sont les sources de chaleur internes et externes qui s'expriment en $W m^{-3}$. Notons enfin que la partie convective de la dérivée temporelle est négligée, i.e. $\frac{dT}{dt} = \frac{\partial T}{\partial t}$ [Louche, 1999; Chrysochoos and Louche, 2000].

Dans la suite, les autres hypothèses permettant le développement de la méthode sont :

- i) l'échantillon de longueur L , de largeur l et d'épaisseur e est tel que L et $l \gg e$ où L , l et e sont orientés dans le repère $\vec{x}$, $\vec{y}$, $\vec{z}$, comme présenté sur la Fig. 1.20. Cette hypothèse sera toujours respectée dans la suite de l'étude.
- ii) la température est uniforme dans l'épaisseur de l'échantillon, même si, en réalité, il existe une répartition du type représenté sur la Fig. 1.20. Dans les chapitres suivants,

cette hypothèse sera validée à partir de simulations numériques pour les expériences réalisées.

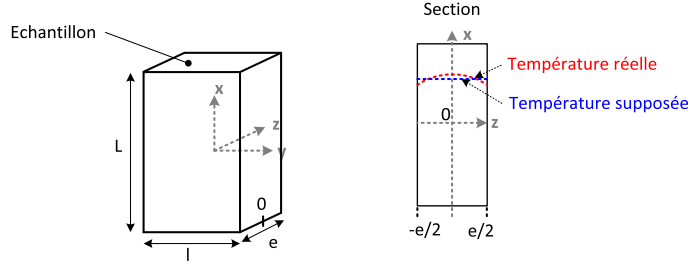


FIGURE 1.20: Représentation de la géométrie d'un échantillon.

Dans la suite du développement, la valeur moyenne de la fonction ξ dans la direction x_i de longueur L_i sera notée :

$$\langle \xi \rangle_{x_i} = \frac{1}{L_i} \int_{-L_i/2}^{L_i/2} \xi \, dx_i. \quad (1.9)$$

On définit successivement la température moyenne dans l'épaisseur, en un point de la surface de l'échantillon :

$$\tilde{\xi} = \tilde{\xi}(x, y, t) = \langle \xi(x, y, z, t) \rangle_z = \frac{1}{e} \int_{-e/2}^{e/2} \xi(x, y, z) dz, \quad (1.10)$$

puis la température moyenne dans l'épaisseur et la longueur de l'échantillon en une abscisse x donnée :

$$\tilde{\tilde{\xi}} = \tilde{\tilde{\xi}}(x, t) = \frac{1}{l} \int_{-l/2}^{l/2} \tilde{\xi}(x, y, z) dy, \quad (1.11)$$

et enfin la température moyenne de l'échantillon :

$$\tilde{\tilde{\tilde{\xi}}} = \tilde{\tilde{\tilde{\xi}}}(t) = \langle \tilde{\tilde{\xi}} \rangle_x = \frac{1}{L} \int_{-L/2}^{L/2} \tilde{\tilde{\xi}}(x, y, z) dx, \quad (1.12)$$

Ensuite, à partir de l'équation générale de la chaleur (équation (1.8)), il est possible d'établir les modèles simplifiés pour un matériau homogène dans l'épaisseur.

1.4.2.2 Modèles simplifiés pour un matériau homogène dans l'épaisseur

L'intégration de l'équation (1.8) dans la direction $\vec{z}$ permet d'obtenir l'expression 2D de l'équation de la chaleur. A partir des hypothèses précédentes et en faisant les développements mathématiques appropriés [Chrysochoos and Louche, 2000; Schlosser *et al.*, 2007], l'équation de la chaleur sous sa forme 2D peut être écrite :

$$\rho C \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t} + \frac{2h}{e} (\tilde{T} - T_0) + \frac{2\epsilon\sigma}{e} (\tilde{T}^4 - T_0^4) - k \, lap_{2D}(\tilde{T}) = \tilde{s} = \rho \tilde{q}, \quad (1.13)$$

où T_0 est la température de l'environnement, σ est la constante de Stephan-Boltzmann et ϵ l'émissivité du matériau. h est le coefficient de convection sur les faces avant et arrière de l'échantillon et $lap_{2D}(\tilde{T}) = \frac{\partial^2 \tilde{T}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \tilde{T}}{\partial y^2}$. Dans le membre de droite de l'équation (1.13), $\tilde{q}$ est la source de chaleur moyenne dans l'épaisseur, exprimée en $W \, kg^{-1}$.

Ensuite, l'intégration de l'équation (1.13) dans la direction transverse de l'échantillon (suivant $\vec{y}$) permet d'écrire le modèle 1D de l'équation de la chaleur :

$$\rho C \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t} + \frac{2h}{e}(\tilde{T} - T_0) + 2\epsilon\sigma\left(\frac{1}{e} + \frac{1}{l}\right)(\tilde{T}^4 - T_0^4) - k \text{lap}_{1D}(\tilde{T}) = \tilde{s} = \rho \tilde{q}, \quad (1.14)$$

dans laquelle $\text{lap}_{1D}(\tilde{T}) = \frac{\partial^2 \tilde{T}}{\partial x^2}$. Cette équation sera utilisée dans le cas d'échantillons minces et élancés.

Il est ensuite possible d'intégrer l'équation (1.13) suivant la direction transversale (suivant $\vec{y}$) et suivant l'axe principal de l'échantillon ($\vec{x}$) pour obtenir l'équation de la chaleur 0D :

$$\rho C \frac{\partial \tilde{\tilde{T}}}{\partial t} + \frac{2h}{e}(\tilde{\tilde{T}} - T_0) + 2\epsilon\sigma\left(\frac{1}{e} + \frac{1}{l} + \frac{1}{L}\right)(\tilde{\tilde{T}}^4 - T_0^4) = \tilde{\tilde{s}} = \rho \tilde{\tilde{q}}, \quad (1.15)$$

Cette équation sera utilisée lorsque les champs de température seront homogènes. Dans les équations (1.14) et (1.15), la géométrie de l'éprouvette permet de simplifier l'écriture de $\frac{1}{e} + \frac{1}{l} \approx \frac{1}{e}$ et $\frac{1}{e} + \frac{1}{l} + \frac{1}{L} \approx \frac{1}{e}$.

1.4.2.3 Modèles simplifiés pour un matériau de type sandwich dans l'épaisseur

Expérimentalement, afin de mesurer précisément la température avec une caméra infrarouge, les échantillons sont recouverts d'une peinture à haute émissivité. Ainsi, le matériau réellement étudié est celui présenté sur la Fig. 1.21. Il s'agit d'un matériau sandwich composé d'un matériau central (2) et de deux couches identiques (1 et 3) de chaque côté de l'échantillon.

Par la suite, l'épaisseur, la masse volumique, la conductivité thermique, la capacité thermique, les sources volumiques de chaleur, les sources massiques de chaleur et la température de l'échantillon seront notés respectivement e_i , ρ_i , k_i , C_i , s_i , q_i et T_i , où $i = 1, 2, 3$ désigne le numéro de la couche.

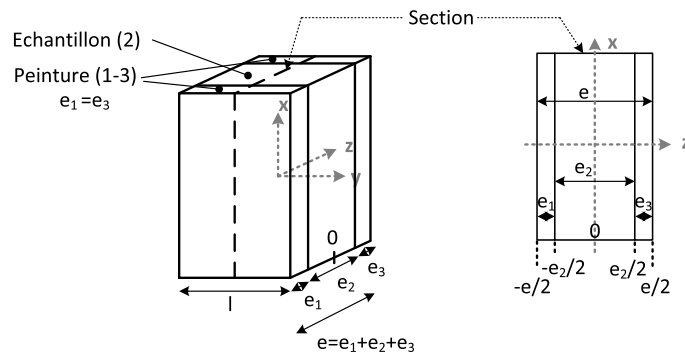


FIGURE 1.21: Matériau sandwich avec deux couches de peinture d'épaisseurs e_1 et e_3 .

Pour écrire les équations qui vont suivre, nous avons réalisé les hypothèses suivantes : $k_1 = k_3$, $\tilde{T}_1 = \tilde{T}_2 = \tilde{T}_3 = \tilde{T}$, $\frac{\partial \tilde{T}_1}{\partial t} = \frac{\partial \tilde{T}_2}{\partial t} = \frac{\partial \tilde{T}_3}{\partial t} = \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t}$, $\text{lap}(\tilde{T}_1) = \text{lap}(\tilde{T}_2) = \text{lap}(\tilde{T}_3) = \text{lap}(\tilde{T})$ et $e_1 = e_3$. L'ensemble du développement mathématique est présenté dans l'annexe A de cette thèse. Les sources s_1 et s_3 sont supposées nulles

Ainsi, le modèle 2D complet (cf. annexe A) s'écrit :

$$\frac{2e_1\rho_1C_1 + e_2\rho_2C_2}{e_2}\frac{\partial\tilde{T}}{\partial t} - \frac{2e_1k_1 + e_2k_2}{e_2}lap_{2D}(\tilde{T}) + \frac{2\epsilon\sigma}{e_2}(\tilde{T}^4 - T_0^4) + \frac{2h}{e_2}(\tilde{T} - T_0) = \tilde{s}_2 = \rho_2\tilde{q}_2. \quad (1.16)$$

Ensuite, l'intégration de cette équation dans la direction transverse à l'échantillon, de longueur l , permet d'écrire le modèle 1D :

$$\frac{2e_1\rho_1C_1 + e_2\rho_2C_2}{e_2}\frac{\partial\tilde{\tilde{T}}}{\partial t} - \frac{2e_1k_1 + e_2k_2}{e_2}lap_{1D}(\tilde{\tilde{T}}) + \frac{2\epsilon\sigma}{e_2}(\tilde{\tilde{T}}^4 - T_0^4) + 2h(\frac{1}{e_2} + \frac{1}{l})(\tilde{\tilde{T}} - T_0) = \tilde{\tilde{s}}_2 = \rho_2\tilde{\tilde{q}}_2. \quad (1.17)$$

L'intégration dans la direction axiale fournit enfin le modèle 0D :

$$\frac{2e_1\rho_1C_1 + e_2\rho_2C_2}{e_2}\frac{\partial\tilde{\tilde{\tilde{T}}}}{\partial t} + \frac{2\epsilon\sigma}{e_2}(\tilde{\tilde{\tilde{T}}}^4 - T_0^4) + 2h(\frac{1}{e_2} + \frac{1}{l} + \frac{1}{L})(\tilde{\tilde{\tilde{T}}} - T_0) = \tilde{\tilde{\tilde{s}}}_2 = \rho_2\tilde{\tilde{\tilde{q}}}_2. \quad (1.18)$$

Compte tenue de la géométrie des éprouvettes (L et $l \gg e_2$), les approximations suivantes sont réalisées : $\frac{1}{e_2} + \frac{1}{l} \approx \frac{1}{e_2}$ et $\frac{1}{e_2} + \frac{1}{l} + \frac{1}{L} \approx \frac{1}{e_2}$.

Notons enfin qu'en négligeant la peinture ($e_1 = 0$), les équations présentées pour un matériau homogène (équation (1.13), (1.14) et (1.15)) sont bien retrouvées.

Dans les deuxième et troisième chapitres, les modèles homogène et sandwich seront comparés et validés.

Le paragraphe suivant va présenter la méthode d'estimation des sources de chaleur à partir des images thermiques fournis par la caméra IR.

1.4.3 De l'image thermique aux sources de chaleur

Différentes techniques pour estimer des sources de chaleur à partir d'images thermiques ont été proposées dans la littérature [Renault, 2007]. La technique utilisée dans cette thèse a été proposée dans les années 80 par A. Chrysochoos et a été détaillée dans le cas 2D dans [Chrysochoos and Louche, 2000].

Les sources de chaleur, présentes dans le membre de droite des modèles de thermique sont estimées en approchant les différents termes du membre de gauche. Ces approximations sont en général délicates car il faut estimer des opérateurs différentiels (dérivée temporelle et laplacien) sur des images thermiques expérimentales toujours bruitées.

Différentes opérations de filtrage ont été proposées dans [Louche, 1999; Chrysochoos and Louche, 2000]. Nous en rappelons ci-après les principales étapes et renvoyons le lecteur vers ces références pour plus de détails.

1.4.3.1 Notions de filtrages

Différents types de filtrage des données dans le temps et dans l'espace sont disponibles. Chrysochoos and Louche [2000] ont développé un filtrage passe bas utilisant la transformée de Fourier discrète (ou FFT : Fast Fourier Transform) qui a été utilisée par [Schlosser, 2008]. Avec un tel filtrage, les hautes fréquences caractérisant principalement le bruit sont retirées. Le filtrage par FFT est très bien adapté au traitement de données discrètes et est très peu consommateur de temps de calcul. Deux inconvénients sont à signaler. Le

premier est que le bruit à basse fréquence n'est pas retiré. Le second est lié à la périodicité inhérente à la transformée de Fourier discrète. Des effets de bords peuvent alors affecter considérablement les estimations des opérateurs. Pour remédier à cela, une prolongation des images thermiques dans l'espace, de façon à les rendre périodiques, a été proposée dans Louche [1999].

Une autre technique de filtrage, basée sur une approximation polynomiale au sens des moindres carrés est également possible. Cette solution est bien adaptée à des cas de champs thermiques avec de faibles localisations. Ces deux techniques de filtrage ont été utilisées et confrontées au cours de ce travail de thèse.

1.4.3.2 Principe de calcul et filtrage

Le principe du calcul de sources est présenté sur la Fig. 1.23. Les champs de température T sont tout d'abord évalués à partir des images thermiques acquises. Pour appliquer les traitements 1D ou 0D, des profils thermiques moyens ou des moyennes dans une zone spatiale sont ensuite construits. Ces grandeurs sont ensuite filtrées dans le temps pour obtenir T_{ft} . A partir de ces images filtrées, la dérivée temporelle $\dot{T}$ est calculée puis filtrée dans l'espace donnant ainsi $\dot{T}_{fxy}$. Pour estimer le terme laplacien, dans le cas d'un filtrage par FFT, le signal T_{ft} est prolongé de façon périodique (comme décrit dans Louche [1999]) afin d'obtenir T_{ft}^e . L'ensemble du signal prolongé est ensuite filtré dans l'espace pour donner T_{ftxy} . A partir de ce signal, le laplacien 2D ou 1D est calculé. Les sources de chaleur sont finalement estimées en ajoutant les différents termes du membre de droite de l'équation donnée sur cette figure.

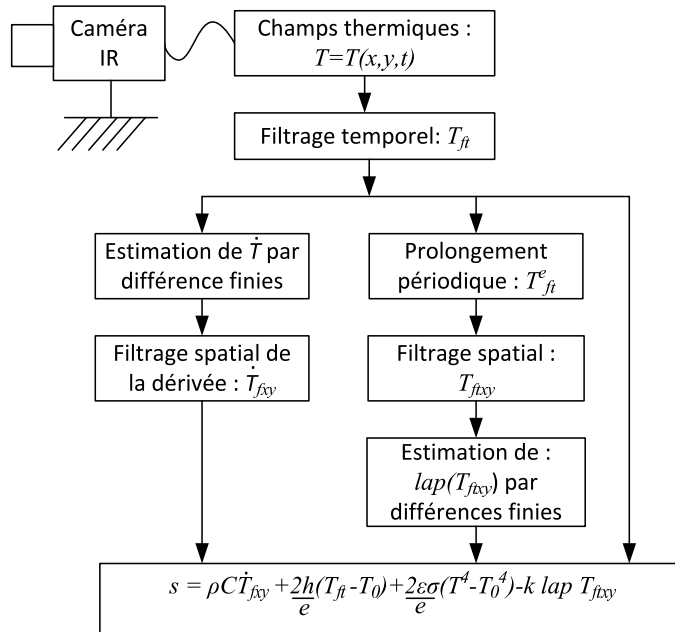


FIGURE 1.22: Principe du calcul de source (extrait de Louche [2009]).

1.4.3.3 Difficultés liées au calcul de sources de chaleur

Dans la partie " 1.3. Mesures de champs thermiques " les problèmes liés à la mesure de champs de température ont été abordés. Pour éviter les perturbations liées à l'environnement, la scène à observer a été isolée et un revêtement (peinture noire) a été projeté afin d'obtenir une émissivité élevée ($\epsilon = 0.95$) et uniforme.

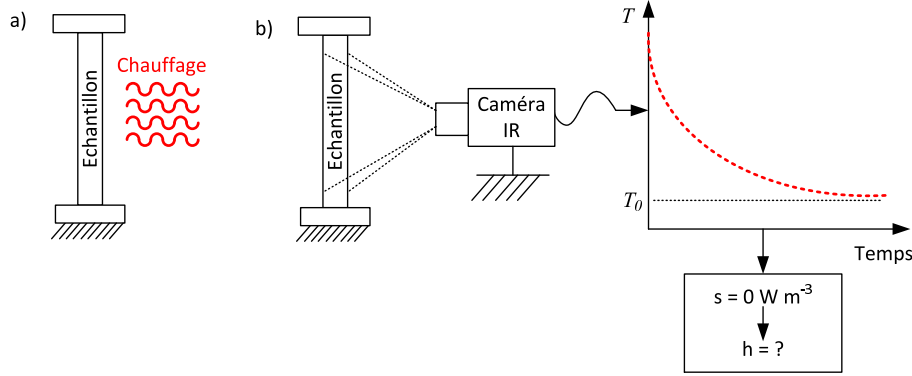


FIGURE 1.23: Estimation d'un coefficient de convection : a) Chauffage de l'éprouvette, b) Observation du refroidissement de l'éprouvette avec une caméra IR et détermination du coefficient d'échanges convectifs h .

Une autre difficulté concerne la connaissance du coefficient h des échanges convectifs à la surface de l'échantillon (Fig. 1.23). Ce coefficient est dépendant de l'état de surface de l'échantillon et du fluide en contact (air). Dans ce cas, pour une convection naturelle, le coefficient est généralement compris entre 5 et $20 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. Dans le cas d'une convection forcée, le coefficient de convection est beaucoup plus élevé, compris en général entre 20 et $1000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. Afin de le déterminer dans nos expériences, l'éprouvette est chauffée et le retour à l'équilibre thermique est observé. L'expérience est choisie de sorte à ce qu'aucune source, par exemple lié à un changement de phase ne se produise pendant le refroidissement. L'absence de sources de chaleur durant ce refroidissement et la connaissance des propriétés thermophysiques (ρ , C et k) permettent alors d'estimer la valeur de h [Louche, 1999].

1.5 Bilan et enjeux

Nous avons souligné, dans ce chapitre bibliographique, les nombreuses applications des AMF NiTi, en particulier dans le domaine biomédical. Ceci est notamment dû à leurs deux propriétés remarquables que sont la superélasticité ou l'effet mémoire, résultats d'une transformation martensitique. Cependant, afin de concevoir et d'optimiser les propriétés d'un dispositif en NiTi, il semble nécessaire de connaître convenablement leur comportement thermomécanique. Aujourd'hui, ces propriétés sont le plus souvent étudiées à partir d'essais de traction globaux qui ont la particularité de présenter des localisations. Ces comportements localisés peuvent être étudiés plus finement [Schlosser, 2008] à partir des mesures de champs cinématique et/ou thermique dont dispose l'expérimentateur.

P. Schlosser [2008] a développé des estimations de sources de chaleur à partir de champs thermiques mesurés au cours d'un essai mécanique. Ses résultats suggèrent que la quantité de chaleur libérée lors d'un changement de phase induit mécaniquement (pendant un

essai de traction) est plus importante que lorsque la transformation de phase est induite thermiquement (pendant une DSC). De tels résultats sont très dépendants des estimations de sources de chaleur. Différentes méthodes, le plus souvent basées sur des benchmarks numérique [Louche, 1999; Schlosser, 2008], ont permis d'étudier la validité des ces mesures.

Nous allons, dans ce travail de thèse, poursuivre ces investigations sur la validité des mesures de sources en les focalisant sur :

- la quantification des propriétés thermophysiques (C et k) utilisées dans les modèles,
- la construction d'un benchmark expérimental basé sur l'observation de transformations de phase induites thermiquement dans un AMF NiTi.

Une fois validée, nous appliquerons alors la méthode d'estimation des sources de chaleur pour estimer les puissances calorifiques mises en jeu lors d'un essai de cisaillement sur un AMF NiTi.

Étude des propriétés thermophysiques du NiTi

2.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons souligné l'importance de la connaissance des propriétés thermophysiques du matériau étudié, à savoir chaleur spécifique C et conductivité thermique k , pour estimer correctement des sources de chaleur. Dans ce chapitre, nous allons tout d'abord faire une analyse de la littérature sur ce sujet pour les AMF NiTi. Les principales méthodes utilisées pour mesurer ces propriétés seront ensuite décrites. Puis, nous proposerons une approche expérimentale originale pour mesurer, sur les différents matériaux de l'étude, les propriétés C et k . Ces propriétés seront ensuite estimées par des méthodes de référence. Ces valeurs seront finalement comparées entre elles.

2.2 Analyse des résultats de la littérature sur les propriétés thermophysiques C et k du NiTi

Plusieurs techniques ont été proposées pour mesurer la capacité thermique C et la conductivité thermique k pour une large gamme de matériaux. La DSC ou la DSC modulée [Wunderlich *et al.*, 1997; Tian and Wu, 2000; Wang *et al.*, 2008] sont les deux techniques les plus utilisées pour mesurer C . D'autres techniques ont également été utilisées (calorimétrie, laser flash, méthode 3 ω ,...), comme indiqué dans la Fig. 2.1. En ce qui concerne k , un gradient thermique a besoin d'être imposé à l'échantillon. Il peut être obtenu par des méthodes laser flash, par effet Joule ou par refroidissement naturel [Bison *et al.*, 2002]. La connaissance du flux thermique à travers l'échantillon a par exemple permis, dans un état stationnaire, une estimation de k sur les films minces en AMF [Jain and Goodson, 2008].

Une autre façon d'obtenir des valeurs de k réside dans la détermination de la diffusivité thermique ($\lambda = \frac{k}{\rho C}$) du matériau étudié. Connaissant ρ et C , la conductivité thermique k peut alors être calculée. La diffusivité thermique a notamment été mesurée de façon globale à partir de mesures de champs thermiques avec des caméras IR comme dans [Le-Niliot and Callet, 1998; Relyea *et al.*, 1998; Bison *et al.*, 2002; Panas *et al.*, 2007; Laskar *et al.*, 2008; Lin *et al.*, 2010; Perkowski, 2011] ou de façon locale dans [Brady and Kulkarni,

1996].

Pour les alliages NiTi, un manque d'information concernant la connaissance des propriétés thermiques a été noté. Une synthèse bibliographique non exhaustive sur le sujet est proposée dans la Fig. 2.1. Ce recensement met tout d'abord en évidence un faible nombre d'études concernant l'étude des propriétés thermophysiques des phases A et M des alliages NiTi. Une importante dispersion sur les valeurs de C et k est par ailleurs observée. Pour finir, on peut remarquer l'absence d'études concernant la phase R à ce sujet.

A partir de toutes ces données, les mesures de la capacité thermique de l'austénite (notée C_A) varient entre 450 et 900 $J kg^{-1} K^{-1}$. Concernant la martensite, les mesures de sa capacité thermique (notée C_M) varient entre 390 et 700 $J kg^{-1} K^{-1}$ [Berman, 1967; Smith *et al.*, 1993; Terada *et al.*, 1995; Faulkner *et al.*, 2000; Wang *et al.*, 2008; Jain and Goodson, 2008; Zanotti *et al.*, 2010]. Dans ces études, il est indiqué que C_M varie linéairement avec la température alors qu'une dépendance plus faible de C_A avec la température semble observée. Les travaux de [Berman, 1967] ont ainsi mesuré une pente de $\frac{dC_M}{dT}$ et $\frac{dC_A}{dT}$ respectivement de 1.422 et 0.369 $J kg^{-1} K^{-2}$. Les valeurs obtenues par [Jain and Goodson, 2008], sur les films minces en NiTi, sont éloignées des valeurs communément obtenues sur des matériaux massifs. Dans le tableau, le rapport $\frac{C_M}{C_A}$ a également été estimé. Lorsque la variation de C avec la température est indiquée, ce rapport est estimé pour des températures proches des températures de transformation. Les valeurs du rapport $\frac{C_M}{C_A}$ apparaissent dispersées, variant de 0.75 à 1.

Concernant les mesures de conductivité thermique, la dispersion semble plus importante encore. Les mesures de la conductivité thermique de l'austénite k_A s'étalent entre 5.5 et 28 $W m^{-1} K^{-1}$ et celle de la martensite k_M entre 5 et 18 $W m^{-1} K^{-1}$ [Kovalev *et al.*, 1974; Faulkner *et al.*, 2000; Chirtoc *et al.*, 2008; Zanotti *et al.*, 2010]. La variation de k avec la température a aussi été mesurée pour les deux phases. Une fois encore, les valeurs obtenues à partir des mesures sur films minces [Jain and Goodson, 2008] sont éloignées de celles obtenues sur des matériaux massifs. Le rapport $\frac{k_M}{k_A}$ a été calculé pour des températures proches des températures de transformation. Il indique une forte hétérogénéité des résultats de la littérature avec les valeurs de $\frac{k_M}{k_A}$ variant de 0.5 à 1.16.

Reference	Sample Geometry	Method	Composition	T	C Martensite (J kg ⁻¹ K ⁻¹)	Comment	T	C Austenite (J kg ⁻¹ K ⁻¹)	Comment	CM/CA
Berman, 1967	-	Adiabatic calorimeter	50 at.% Ni	24°C to 61°C	904 ± 1,422 T	linear variation	113°C to 145°C	889 ± 0,369 T	linear variation	
Smith, 1993	-	DSC (Perkin Elmer)	48 at.% Ni	262 K (before transf.)	454	462 ± 0,04625 T ² - 0,08e-6 T ⁻² (valide far from transf.)	415 K (Afer transf.)	469	-	0,97
Duerig, 1994 (From Jackson et al. Nasa Report, 1972)	-	-	49,8 at.% Ni	0 (before transf.)	390	increase when T increase	130-540°C	486	approx. constant	0,80
Terada, 1994	-	laser flash	53 at.% Ni	-	-	-	-	480	-	-
Terada, 1994	-	laser flash	51 at.% Ni	-	-	-	-	550	-	-
Rohde, 1997	foil 500µm	DSC	49 at.% Ni	-20-40°C	≈ 420	-	90/140°C	≈ 500	-	0,84
Faulkner, 2000	wire	DSC	-	-	698	-	-	917	-	0,76
Tian, 2000	wires Ø 0.5 mm	mDSC	50.6 at.% Ni	-50/40°C	480/500	436 ± 0,274 T	70/280°C	500/430	500-0,19 T	1
Wang, 2007	-	DSC	-	25°C (avant transf) / -75°C	700 / 530	increase when T increase	100-175°C	700	approx. constant	1
Ankar, 2008	thin films (1.7 µm) Fully dense rod	3w response	-	-30-20°C	2750-3200	linear variation	10/40°C	3612,3 ± 581,3	quasi constant	0,76-0,88
Zanotti, 2009	Ø 8mm/l=8-24	-	49 at.% Ni	25°C	≈ 500	-	120°C/1120°C	≈ 520 / 580	linear variation	0,96
Reference	Sample Geometry	Method	Composition	T	k Martensite (W m ⁻¹ K ⁻¹)	Comment	T	k Austenite (W m ⁻¹ K ⁻¹)	Comment	kM/kA
Goff, 1964	Rod Ø4 mm, L 30 mm	Steady heat current		0°C	18	increase when T increase				
Kovalev, 1977	Rod Ø8 mm, L 80 mm	Steady heat current	51.5 at.% Ni	-73/-123/-183°C	18.5/16.5/10.5	increase when T increase	-	-		-
Terada, 1994	buttons Ø10 mm, th.2mm	laser flash	50 at.% Ni	-	-	-	Room temperature	15	-	-
Rohde, 1997	foil 500µm	photoacoustic, laser flash	49 at.% Ni	25°C	17	-	120°C	21	-	0,81
Faulkner, 2000	wire	-	-	-	14 ± 4%	-	-	28 ± 4%	-	0,5
Ankar, 2008	thin films (1.7 µm)	3w response	-	-30-20°C	4,85-5,1	linear variation	10/40°C	5,4/5,6 ± 0,8	-	0,94-0,86
Chirrok, 2008	-	3w response	-	25°C	12,6 ± 4,8%	-	100°C	15,6 ± 4,10%	-	-
Zanotti, 2009	Fully dense rod diam.8mm/l=8-24 mm	-	49 at.% Ni	25-70°C (before transf)	11.6-12.5	linear variation	130-230°C (après transf)	10.8-12.2	-	1,16

FIGURE 2.1: Revue non exhaustive de la littérature sur les mesures des propriétés thermo-physiques sur les AMF NiTi.

2.3 Techniques d'estimation des propriétés thermophysiques

2.3.1 Estimation de la capacité thermique C

2.3.1.1 Définition

La *capacité thermique* correspond à la quantité d'énergie à apporter à l'unité de masse d'une substance pour élever sa température d'un kelvin. Il s'agit donc d'une grandeur intensive qui s'exprime en $J\ kg^{-1}\ K^{-1}$. D'un point de vue thermodynamique, si on note m la masse du corps étudié, U l'énergie interne et T la température du corps, la capacité thermique est déterminée par la relation :

$$C_v = \frac{1}{m} \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V. \quad (2.1)$$

On parle alors de capacité thermique à volume constant, par différence avec la capacité thermique à pression constante :

$$C_p = \frac{1}{m} \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_P, \quad (2.2)$$

où H est l'enthalpie du système. Dans le cas d'un solide quasi incompressible, ces deux grandeurs sont équivalentes et on note $C = C_v = C_p$.

La Fig. 2.2 donne l'ordre de grandeur de la capacité thermique de quelques éléments :

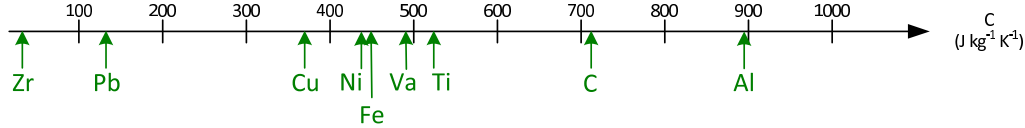


FIGURE 2.2: Capacité thermique de quelques éléments (en $J\ kg^{-1}\ K^{-1}$).

2.3.1.2 Mesure de la capacité thermique

Plusieurs techniques existent pour mesurer la capacité thermique d'un matériau. Tout d'abord, l'utilisation d'un **calorimètre adiabatique** classique (présenté sur la Fig. 2.3) est envisageable. Si deux corps A et B de températures différentes sont placés dans l'enceinte d'un tel calorimètre, ils évoluent vers un équilibre thermique et la quantité de chaleur reçue par l'un est égale à la quantité de chaleur cédée par l'autre. La quantité de chaleur reçue ou émise est égale à $\Delta Q = mC\Delta T$, où ΔT est le changement de température entre l'instant initial et final. Si un échantillon à étudier, à la température T_{ech} , est placé dans de l'eau à une température $T_{eau} \neq T_{ech}$, il est possible de déterminer la capacité thermique de l'échantillon. En première approximation : $C_{ech} = \frac{m_{eau}\Delta T_{eau}}{m_{ech}\Delta T_{ech}} C_{eau}$. Pour une mesure plus précise de la capacité thermique de l'échantillon, les pertes par échanges thermiques avec le calorimètre sont à prendre en compte.

Cependant, des techniques plus précises ont été mises au point. La technique de mesure la plus utilisée est la **DSC** [Legendre and Grenet, 2012b]. Cette technique permet de mesurer la différence de chaleur à apporter à un échantillon de référence et à l'échantillon à étudier. En différenciant la relation $\Delta Q = mC\Delta T$, il vient : $\frac{dQ}{dt} = mC\frac{dT}{dt}$. En imposant à l'échantillon une rampe de température : $T = T_0 + \dot{T}t$ où $\dot{T}$ est la pente de la rampe,

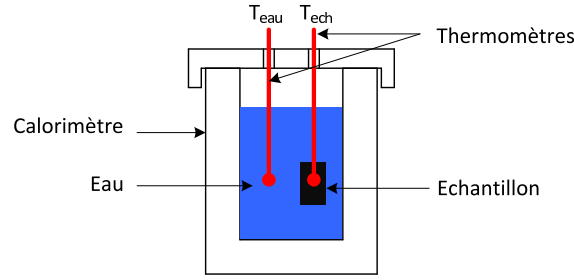


FIGURE 2.3: Schéma de principe d'un calorimètre adiabatique.

ou vitesse de chauffage (ou de refroidissement), comme présenté sur la courbe bleue de la Fig. 2.4, il est possible d'écrire $C = \frac{1}{mT} \frac{dQ}{dt}$. Cette technique semble donc relativement simple pour estimer des capacités thermiques.

La DSC peut également être utilisée en mode **DSC modulée** ou m-DSC [Legendre and Grenet, 2012a]. Dans ce cas, une variation de température modulée est imposée à l'échantillon. Comme présenté sur la Fig. 2.4, il est possible de réaliser deux types de chargement. Le premier consiste à réaliser une oscillation de température autour d'une température moyenne : $T = T_0 + A_0 \cos(\omega t)$. Le second impose cette oscillation tout en réalisant une rampe en température : $T = T_0 + \dot{T}t + A_0 \cos(\omega t)$. A partir de la température imposée et du flux de chaleur mesuré, des algorithmes de calculs permettent de déterminer la capacité thermique des matériaux. Le principal inconvénient est la difficulté pour gérer le déphasage entre le signal modulé imposé et la réponse thermique de l'échantillon. Il faut également trouver le compromis à réaliser entre fréquence de modulation, amplitude de modulation et vitesse de chauffage.

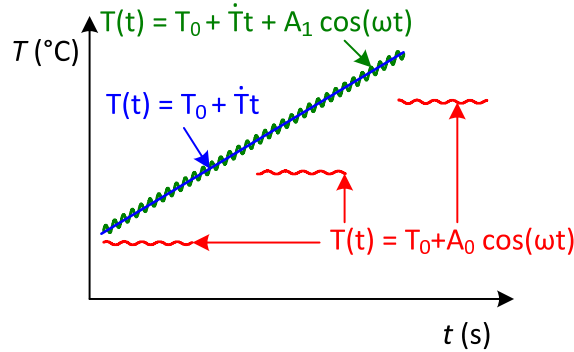


FIGURE 2.4: Différents types de DSC.

Les résultats obtenus avec cette technique sont similaires à ceux obtenus avec une DSC classique. Cependant, la DSC modulée semble plus appropriée pour déterminer des capacités thermiques pendant des transformations.

D'autres techniques, moins répandues, comme la **DSC dynamique** ou la **calorimétrie à chute**, etc, sont également utilisées pour mesurer les capacités thermiques dans certaines conditions, mais ne seront pas détaillées par la suite.

Dans cette étude, la DSC classique a été utilisée comme technique de référence afin de déterminer la capacité thermique de plusieurs matériaux. Nous reviendrons plus en détails sur cette technique lors de la présentation des résultats.

2.3.2 Estimation de la conductivité thermique k

2.3.2.1 Définition

La conductivité thermique est une grandeur physique caractérisant le comportement des matériaux lors du transfert thermique par conduction. Cette constante apparaît dans la loi de Fourier et représente la quantité de chaleur transférée par unité de surface et par unité de temps sous un gradient de température de 1 degré par mètre. Cette grandeur s'exprime donc en $Wm^{-1}K^{-1}$.

D'un point de vue atomique, la conductivité thermique est liée au mouvement des électrons et à l'oscillation des atomes autour de leur position d'équilibre. De ce fait les bons conducteurs thermiques sont généralement de bons conducteurs électriques. Le cuivre est l'exemple parfait, puisqu'il est à la fois utilisé pour faire des casseroles, qui ont besoin de transférer rapidement la chaleur au contenu, et des fils électriques. Il y a cependant des exceptions à la règle comme le diamant. Un matériau ayant une mauvaise conductivité thermique est dit isolant, comme la laine de verre qui tapisse murs et plafonds d'une maison, la brique, etc. Les gaz sont les meilleurs isolants qui existent.

Les métaux purs solides ont les conductivités thermiques les plus fortes, typiquement de l'ordre de $100 Wm^{-1}K^{-1}$. Les solides non métalliques ont des conductivités thermiques allant de quelques 0.01 à $10 Wm^{-1}K^{-1}$. Les liquides ont des conductivités thermiques de quelques 0.01 à quelques $Wm^{-1}K^{-1}$. La conductivité thermique d'un gaz est de l'ordre de $0.01 Wm^{-1}K^{-1}$. La Fig. 2.5 donne des valeurs de conductivité thermique de quelques éléments standards.

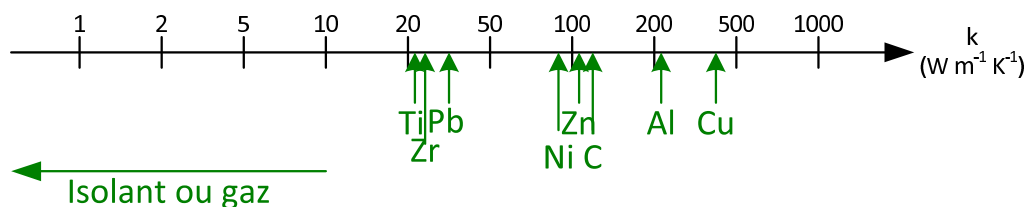


FIGURE 2.5: Conductivité thermique de quelques éléments.

2.3.2.2 Mesure de la conductivité thermique

a) Méthode de la plaque chaude (plan chaud)

Comme pour la mesure de la capacité thermique, plusieurs moyens existent pour mesurer une conductivité thermique [Degiovanni, 1994; Klarsfeldeld and DePonte, 2002]. La méthode la plus utilisée est la **méthode de la plaque chaude** présentée sur la Fig. 2.6 [Degiovanni, 1994; Klarsfeldeld and DePonte, 2002]. Il s'agit d'une mesure réalisée en régime stationnaire. L'une des extrémités de l'échantillon de section S est fixée à une source froide (bain thermique, masse thermique) à température T_{inf} , dont le rôle est d'évacuer le flux thermique traversant l'échantillon. L'extrémité opposée est fixée à une source chaude (chaufferette, masse thermique) à la température T_{sup} , généralement maintenue à cette température par effet Joule. La résistance dissipe une puissance électrique Q et un gradient thermique est obtenu suivant la longueur de l'échantillon.

Les thermocouples T_1 et T_2 , séparés par une distance L , mesurent la différence de température $\Delta T = T_1 - T_2$. La conductivité thermique est alors égale à : $k = \frac{QL}{S\Delta T}$.

Le principe de la mesure repose sur l'hypothèse que la totalité du flux de chaleur passe par l'échantillon. Les pertes thermiques par conduction thermique par les fils, par convection, par radiation par les surfaces de l'échantillon ou pertes dans la chaufferette sont supposées nulles, et imposent donc un dispositif expérimental spécialisé. Pour assurer la meilleure précision possible, l'échantillon étudié est donc placé dans une chambre de mesure sous vide (pour minimiser la convection). Cette chambre est elle-même enveloppée dans plusieurs boucliers thermiques dont la température est homogène (afin de minimiser les effets radiatifs). Enfin, les fils des thermocouples sont choisis de manière à conduire le moins possible la chaleur.

Étant donné qu'il est d'autant plus difficile de minimiser les pertes thermiques que la température augmente, cette technique ne permet la mesure de la conductivité thermique qu'à des températures proches ou inférieures à la température ambiante.

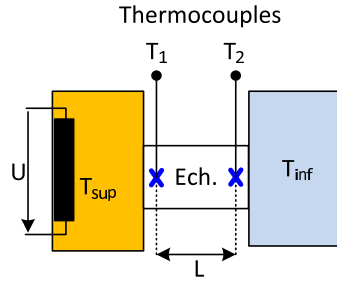


FIGURE 2.6: Méthode de la plaque chaude.

b) Méthode du fil chaud

Un fil résistif est inséré entre 2 échantillons identiques (Fig. 2.7) [Degiovanni, 1994; Klarsfeldeld and DePonte, 2002]. Lorsque ce fil est traversé par un courant, une source de chaleur est délivrée à l'échantillon sous forme d'effet Joule. L'énergie est ensuite dissipée dans le matériau induisant un changement de température dépendant de la quantité de chaleur dissipée et du matériau étudié. Il s'agit donc d'une méthode fonctionnant en régime transitoire. Afin de modéliser idéalement le phénomène, le fil est supposé infiniment fin et long. Il est supposé produire une impulsion thermique d'une durée finie. Il délivre une puissance de chauffe constante et génère des isothermes cylindriques coaxiales, comme présenté sur la coupe de la Fig. 2.7.b. Le matériau étudié est supposé homogène et initialement à l'équilibre thermique. La conductivité thermique peut alors être déterminée par le modèle suivant : $k = \frac{Q}{4\pi[T(t_2) - T(t_1)]\ln(\frac{t_2}{t_1})}$, où t_1 et t_2 sont deux instants distincts.

c) Méthode laser flash

Pour finir, la **technique laser flash** est l'une des méthodes les plus utilisées en laboratoire [Klarsfeldeld and DePonte, 2002; B. Hay, 2004]. Elle est présentée sur la Fig. 2.8. Pour réaliser cette technique, des échantillons assez minces sont utilisés. La face avant de l'échantillon est illuminée par un laser et va donc chauffer. Un détecteur infrarouge est placé de l'autre côté afin de mesurer la réponse transitoire en température de la face

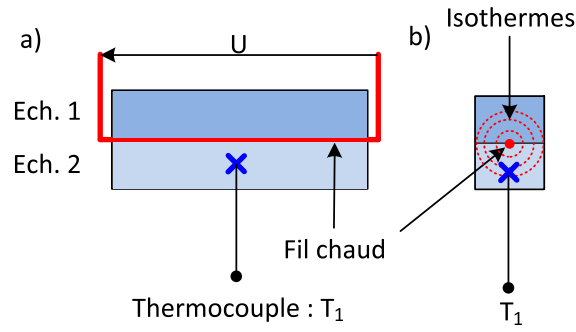


FIGURE 2.7: Méthode du fil chaud. a) Vue de face et b) Coupe.

arrière. Le modèle physique de la méthode flash suppose d'avoir une pulsation unique du laser, i.e. une source de chaleur unique pendant une pulsation du laser sur la face avant. L'étude de la réponse transitoire en température de la face arrière permet d'obtenir l'information thermique désirée. En supposant que le faisceau laser chauffe de façon uniforme la face avant de l'échantillon, la source thermique génère ainsi un gradient thermique 1D dans l'échantillon, qui peut être décrit avec une équation différentielle du 1^{er} ordre.

Cette technique permet d'obtenir la diffusivité thermique du matériau $\lambda = \frac{k}{\rho C}$ (en m^2s^{-1}). Pour remonter à la conductivité thermique, il est indispensable de connaître la capacité thermique C du matériau et sa masse volumique ρ .

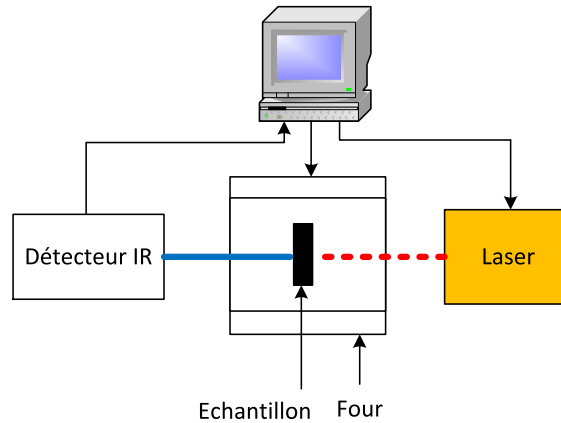


FIGURE 2.8: Méthode laser flash.

Précisons que d'autres méthodes, non répertoriées ici, peuvent être utilisées.

2.4 Estimations des propriétés thermophysiques par mesures de champs thermiques : méthode TFM.

Dans cette partie, nous allons tout d'abord présenter une nouvelle méthode d'estimation des propriétés thermophysiques à partir de mesure de champs thermiques. Cette méthode, mise au point dans le cadre de ce travail de thèse sera appelée par la suite méthode TFM (pour Thermal Field Measurement). Cette méthode sera ensuite validée de

façon théorique puis expérimentale. Elle sera enfin utilisée pour déterminer les propriétés thermophysiques du NiTi. Les problèmes rencontrés pour réaliser ces mesures seront indiqués au fur et à mesure de la présentation des résultats.

2.4.1 Présentation de la méthode TFM

2.4.1.1 Principe de l'expérience

Le principe de base de l'expérience repose sur l'observation simultanée de deux échantillons avec une caméra IR lors d'expériences de refroidissement naturel, les conditions étant telles que les évolutions des champs de températures soient uniformes ou pas. Le premier échantillon est celui étudié (indiqué avec l'indice ech) avec une capacité thermique C_{ech} et une conductivité thermique k_{ech} inconnues. Le second échantillon (indiqué avec l'indice ref), considéré comme échantillon de référence, a des constantes thermophysiques C_{ref} et k_{ref} connues. Il est utilisé pour évaluer les pertes de chaleur par radiation et par convection.

a) Dispositif expérimental

L'objectif du dispositif expérimental présenté sur la Fig. 2.9 est d'observer le refroidissement naturel de deux échantillons d'une température constante T_{ini} vers une température $T_0 < T_{ini}$. Cela est réalisé en suivant successivement les étapes suivantes :

- les deux échantillons sont recouverts, de façon similaire, d'une peinture à haute émissivité ($\epsilon = \epsilon_1 = \epsilon_2 \approx 0.95$).
- les deux échantillons sont chauffés à une température proche de T_{ini} dans l'enceinte $n^\circ 1$,
- ils sont ensuite transportés vers une seconde enceinte $n^\circ 2$ à la température T_0 grâce à un dispositif spécial qui maintient les échantillons à la température T_{ini} . Ce dispositif a été conçu pour minimiser les pertes de chaleurs pendant le transport. Il permet également d'insérer rapidement les échantillons dans l'enceinte $n^\circ 2$.
- le refroidissement naturel des échantillons dans l'enceinte $n^\circ 2$ est observé avec une caméra infrarouge située à l'extérieur de l'enceinte. La caméra mesure la température de l'échantillon à travers un hublot (SOREM - Hublot en CaF2), ayant un coefficient de transmission donné et mesuré à $\tau = 0.92$.

Si le protocole présenté reste identique pour chaque expérience, les échantillons sont maintenus de deux façons différentes (voir Fig. 2.9). Dans la première configuration (Fig. 2.9.a), les deux échantillons sont suspendus avec des fils isolants très fins. Un refroidissement naturel homogène 0D est alors obtenu. Dans la seconde configuration (Fig. 2.9.b), une extrémité de chaque échantillon est fixée par une masse thermique. Un refroidissement hétérogène (1D) est ainsi obtenu. Le dispositif expérimental utilisé est entièrement présenté dans l'annexe B.

L'expérience présentée sera tout d'abord utilisée pour estimer les propriétés thermophysiques de différents alliages NiTi suivant leur état austénitique ou martensitique. Dans le chapitre suivant, cette même expérience sera adaptée pour valider expérimentalement le calcul de sources.

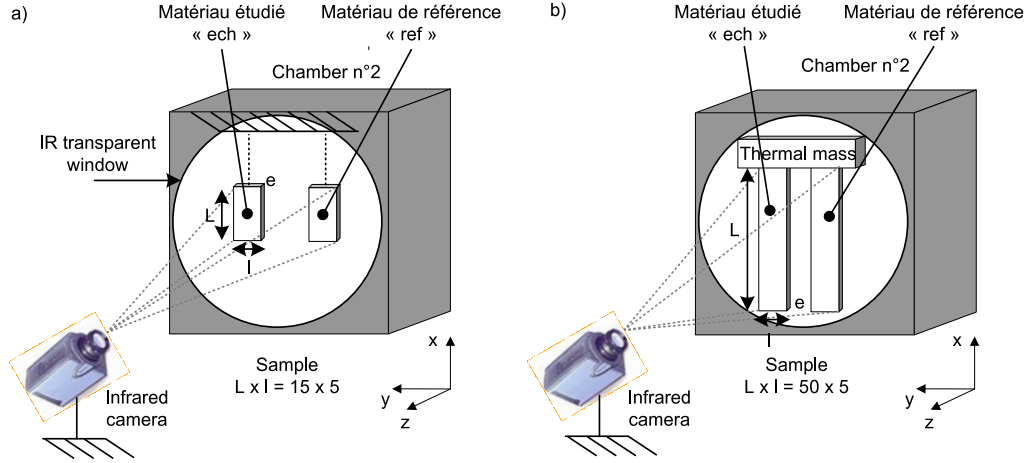


FIGURE 2.9: Dispositif expérimental permettant d'obtenir un refroidissement, a) homogène 0D et b) hétérogène 1D.

b) Matériaux

Deux matériaux aux propriétés thermiques connues ont été sélectionnés : le Titane et le Vanadium à haut degré de pureté. Ils ont été achetés chez Goodfellows sous forme de plaques d'épaisseur 0.51 mm. Leurs propriétés thermophysiques sont données dans le tableau 2.1 :

Propriétés	Titane	Vanadium	Ratio $\frac{\text{Vanadium}}{\text{Titane}}$
$\rho \text{ (kg m}^{-3}\text{)}$	4500	6000	
$C \text{ (J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}\text{)}$	537 ± 17	492 ± 12	0.91 ± 0.04
$k \text{ (W m}^{-1} \text{ K}^{-1}\text{)}$	19.5 ± 2.5	32 ± 4	1.54 ± 0.26

TABLE 2.1: Données thermophysiques du Titane et du Vanadium [Hultgren *et al.*, 1964; Sukhanov and Tsikovin, 1967; Combres, 2012; Heubner, 1969; Granta, 2010; Matweb, 2012].

Deux échantillons de NiTi seront étudiés. Les transformations de ces deux matériaux sont présentées sur la Fig. 2.10 et ont été caractérisées avec une DSC TA Instrument Q200, avec une vitesse de chauffage et de refroidissement de $10^\circ\text{C}/\text{min}$.

Le matériau $n^\circ 1$ est une plaque de Ti-50.2 at.% Ni d'épaisseur 0.38 mm. Les températures de transformation sont $T_s^{A-R} = 72^\circ\text{C}$, $T_f^{R-M} = 10^\circ\text{C}$ au refroidissement et $T_s^{M-A} = 65^\circ\text{C}$, $T_f^{M-A} = 100^\circ\text{C}$ au chauffage (Fig. 2.10.a). Ainsi, lorsque le matériau est refroidi à une température inférieure à 0°C , puis chauffé à une température n'excédant pas 65°C , le matériau est sous forme martensitique.

Le matériau $n^\circ 2$ est une plaque de Ti-50.8 at.% Ni d'épaisseur 0.34 mm. Les températures de la transformation directe et inverse sont : $T_s^{A-M} = -18^\circ\text{C}$, $T_f^{A-M} = -58^\circ\text{C}$ et $T_s^{M-A} = -38^\circ\text{C}$, $T_f^{M-A} = 5^\circ\text{C}$ (Fig. 2.10.b).

Le matériau 2 a été utilisé pour mesurer le C et le k de la phase austénitique. Pour cela, son refroidissement a été étudié entre 60°C et 0°C .

Le matériau 1 a été utilisé pour mesurer C et k de la phase martensitique et pour valider expérimentalement la méthode d'estimation de sources. Pour mesurer C et k , l'échantillon

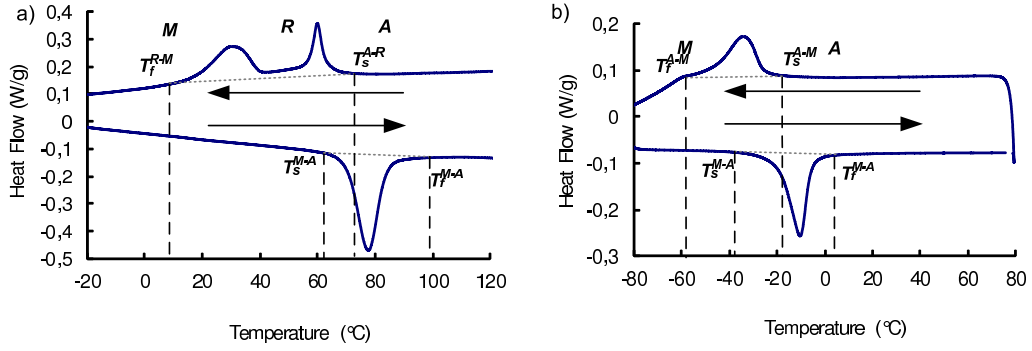


FIGURE 2.10: DSC des AMF NiTi $n^{\circ}1$ (NiTi M) (a) et $n^{\circ}2$ (NiTi A)(b).

a) a été refroidi à -20°C puis l'expérience de refroidissement a été effectuée entre 60°C et 0°C . Pour valider la méthode d'estimation de sources, le refroidissement a été observé entre 100°C et 0°C .

2.4.1.2 Équations et méthodes

Comme précédemment décrit, pendant l'expérience, les deux échantillons sont situés dans le même environnement thermique. Les pertes par convection sont supposées identiques pour les deux échantillons. Le coefficient de convection est donc identique pour les deux matériaux $h = h_1 = h_2$. Ensuite, comme les deux échantillons sont peints avec une peinture à haute émissivité ($\epsilon = \epsilon_1 = \epsilon_2 = 0.95$) les pertes par rayonnement sont également identiques.

Grâce à ces hypothèses, l'échantillon de référence permet d'estimer la quantité de chaleur perdue par rayonnement et convection pour les deux échantillons, comme expliqué dans le paragraphe suivant. L'estimation de C et k pour le NiTi est réalisé en dehors des phases de transformation, i.e. dans des gammes de température correspondant à des phases M ou A. Ainsi, pendant le refroidissement, les sources de chaleur sont nulles ($\langle \dot{\tilde{q}} \rangle = \langle \ddot{\tilde{q}} \rangle = 0$) pour tous les échantillons (référence et étudié).

a) Estimation de la capacité thermique C

Pendant l'expérience de refroidissement homogène (Fig. 2.9.a) les températures T_{ech} et T_{ref} de chaque échantillon sont mesurées avec la caméra IR. En considérant les hypothèses précédentes, le modèle 0D ne prenant pas en compte la couche de peinture peut être écrit de la façon suivante :

$$\rho_{ech} C_{ech} e_{ech} \left(\frac{\partial \widetilde{\widetilde{T_{ech}}}}{\partial t} \right) = f(\widetilde{\widetilde{T_{ech}}}), \quad (2.3)$$

$$\rho_{ref} C_{ref} e_{ref} \left(\frac{\partial \widetilde{\widetilde{T_{ref}}}}{\partial t} \right) = f(\widetilde{\widetilde{T_{ref}}}), \quad (2.4)$$

où $\widetilde{\widetilde{T_{ref}}} = \widetilde{\widetilde{T_{ref}}}(t)$, et dans laquelle la fonction f (qualifiée de fonction de perte) est égale à :

$$f(\tilde{\tilde{T}}) = -(2h(\tilde{\tilde{T}} - T_0) + 2\epsilon\sigma(\tilde{\tilde{T}}^4 - T_0^4)). \quad (2.5)$$

A une température donnée, $f(T)$ est égale pour les deux échantillons et modélise les pertes thermiques par convection et rayonnement. A partir des courbes de refroidissement, on estime tout d'abord les termes $\frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ech}}{\partial t}$ et $\frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ref}}{\partial t}$. Une fois ces termes estimés, il est possible de traiter ces informations de deux façons.

La première consiste à tracer le membre de gauche des équations (2.3) et (2.4) en fonction de la température des échantillons. Pour l'échantillon de référence, ρ_{ref} , e_{ref} et C_{ref} sont connus et permettent de tracer précisément la fonction de perte f . Pour l'échantillon étudié, ρ_{ech} et e_{ech} sont connus. La seule inconnue étant C_{ech} , ce paramètre est facilement ajustable et identifiable en supposant que la valeur est exacte lorsque les deux courbes estimées à partir du membre de gauche sont superposées. Cette méthode est très visuelle. Elle sera présentée dans la partie de validation de la méthode, mais ne sera pas utilisée pour la partie expérimentale.

La seconde consiste à déterminer chaque terme $\frac{\partial \tilde{\tilde{T}}}{\partial t}$ à une température identique ($T_{ech} = T_{ref}$). Dans ces conditions, $f(\tilde{\tilde{T}}_{ech}) = f(\tilde{\tilde{T}}_{ref}) = f(\tilde{\tilde{T}})$, et l'égalité suivante est valable :

$$\rho_{ech} C_{ech} e_{ech} \frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ech}}{\partial t} = \rho_{ref} C_{ref} e_{ref} \frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ref}}{\partial t} \text{ pour } T_{ech} = T_{ref}. \quad (2.6)$$

Il est alors possible de déterminer directement la capacité thermique recherchée :

$$C_{ech} = \frac{\rho_{ref} C_{ref} e_{ref} \frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ref}}{\partial t}}{\rho_{ech} e_{ech} \frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ech}}{\partial t}} \text{ pour } T_{ech} = T_{ref}. \quad (2.7)$$

De façon similaire, à partir de l'équation du modèle 0D prenant en compte la couche de peinture, il est possible d'estimer C_{ech} :

$$C_{ech} = \frac{(\rho_{ref} C_{ref} e_{ref} + 2\rho_P C_P e_P) \frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ref}}{\partial t} - 2\rho_P C_P e_P \frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ech}}{\partial t}}{\rho_{ech} e_{ech} \frac{\partial \tilde{\tilde{T}}_{ech}}{\partial t}} \text{ pour } T_{ech} = T_{ref}. \quad (2.8)$$

où ρ_P , C_P et e_P sont respectivement la masse volumique, la chaleur massique et l'épaisseur de chacune des deux couches de peinture. En supposant une couche de peinture $e_P = 0$, l'équation (2.8) est bien identique à l'équation (2.7) sans peinture. Cette dernière méthode permet de détecter une dépendance de C_{ech} avec la température, si C_{ref} est connue en fonction de T . Cette dernière technique sera validée et utilisée aussi bien dans la validation théorique de la méthode que dans la partie expérimentale. Avec les deux techniques, les modèles avec ou sans prise en compte de la peinture seront éprouvés.

b) Estimation de la conductivité thermique k

Pour déterminer la conductivité thermique k du matériau, le second dispositif expérimental (Fig. 2.9.b) est utilisé. Les profils de température sont alors hétérogènes dans la longueur de l'échantillon et sont notés $\tilde{T} = \tilde{T}(x, t)$. A partir des profils en température des deux échantillons, les termes $\frac{\partial \tilde{T}}{\partial t}$ et $\frac{\partial^2 \tilde{T}}{\partial x^2}$ sont calculés pour les deux échantillons. En supposant les hypothèses précédemment décrites, l'équation (1.14) devient :

$$\rho_i C_i e_i \frac{\partial \tilde{T}_i}{\partial t} - k_i e_i \frac{\partial^2 \tilde{T}_i}{\partial x^2} = f(x_i, \tilde{T}_i), \text{ avec } i = ech, ref, \quad (2.9)$$

dans laquelle la fonction de perte f est égale à :

$$f(x, \tilde{T}) = -(2h(\tilde{T} - T_0) + 2\epsilon\sigma(\tilde{T}^4 - T_0^4)). \quad (2.10)$$

Cette fonction dépend de la température $\tilde{T}$ de l'échantillon mais également de la position x dans l'espace. Cette position représente entre autre la distance qui sépare le point considéré de la masse thermique. La dépendance avec x est due à la présence du coefficient de convection qui n'est pas égale sur l'ensemble de l'éprouvette (voir le dispositif expérimental dans l'annexe B).

Deux méthodes de dépouillement des résultats, similaires à celles présentées pour estimer C , peuvent là aussi être utilisées. La première consiste à estimer puis tracer le terme de gauche de l'équation (2.9) en fonction de la température des deux échantillons, à une distance de la masse thermique x identique pour les deux échantillons. Les propriétés thermophysiques de l'échantillon de référence ρ_{ref} , e_{ref} , C_{ref} et k_{ref} étant connues, la fonction de perte de chaleur f peut être calculée. Pour l'échantillon étudié, ρ_{ech} et e_{ech} sont connus. C_{ech} a été déterminé avec la méthode présentée précédemment. La conductivité thermique k_{ech} est donc la seule inconnue qu'il reste à déterminer. La valeur de ce paramètre est identifiée en jouant sur la superposition des deux fonctions de pertes, déterminées à partir des équations (2.9).

La seconde méthode consiste à estimer les différents termes à des températures identiques, ce qui permet d'écrire :

$$k_{ech} = \frac{\rho_{ech} C_{ech} e_{ech} \frac{\partial \tilde{T}_{ech}}{\partial t} - \rho_{ref} C_{ref} e_{ref} \frac{\partial \tilde{T}_{ref}}{\partial t} + k_{ref} e_{ref} \frac{\partial^2 \tilde{T}_{ref}}{\partial x^2}}{e_{ech} \frac{\partial^2 \tilde{T}_{ech}}{\partial x^2}} \text{ pour } T_{ech} = T_{ref} \text{ et } x_{ech} = x_{ref}. \quad (2.11)$$

Dans le cas où la peinture est prise en compte, l'expression devient :

$$k_{ech} = [(\rho_{ech} C_{ech} e_{ech} + 2\rho_P C_P e_P) \frac{\partial \tilde{T}_{ech}}{\partial t} - 2k_P e_P \frac{\partial^2 \tilde{T}_{ech}}{\partial x^2} - (\rho_{ref} C_{ref} e_{ref} + 2\rho_P C_P e_P) \frac{\partial \tilde{T}_{ref}}{\partial t} + (k_{ref} e_{ref} + 2k_P e_P) \frac{\partial^2 \tilde{T}_{ref}}{\partial x^2}] \frac{1}{e_{ech} \frac{\partial^2 \tilde{T}_{ech}}{\partial x^2}} \text{ pour } T_{ech} = T_{ref} \text{ et } x_{ech} = x_{ref}. \quad (2.12)$$

Une fois encore, en considérant $e_P = 0$, l'équation (2.12) est bien identique à l'équation (2.11).

Les méthodes précédemment décrites vont tout d'abord être validées de façon théorique. Elles le seront ensuite de façon expérimentale. Finalement, les méthodes seront utilisées pour étudier C et k de l'austénite et de la martensite de l'AMF NiTi.

2.4.2 Validation théorique de la méthode TFM

Dans cette partie, une validation théorique de la méthode est proposée. Des champs de température sont tout d'abord obtenus par simulations numériques. L'homogénéité de la température dans l'épaisseur sera étudiée à partir de ces champs de température. En effet, il s'agit d'une des hypothèses permettant d'écrire les équations 2D, 1D et 0D, qu'il semble important de vérifier dans le cas d'étude de plaques minces. Ces champs de température seront ensuite post-traités avec la méthode présentée. Les résultats ainsi obtenus seront comparés aux valeurs utilisées dans les modèles éléments finis.

2.4.2.1 Modèles considérés

Les modèles présentés ici serviront à disposer de champs de température de référence. Ces champs sont obtenus par simulation numérique avec le logiciel Abaqus. Ces modèles seront également utilisés dans le Chap. 3.

a) Géométrie plane

Dans cette étude, quatre géométries sont utilisées et présentées sur la Fig. 2.11. Elles sont maillées avec des éléments linéaires de thermique 2D plans. La première (Fig. 2.11.a) est composée d'un échantillon central (1), de longueur L_1 suivant x , et d'épaisseur e_1 suivant z avec : $L_1 \times e_1 = 10 \times 0.5$ mm. Sur la seconde (Fig. 2.11.b), deux couches (2) d'épaisseur $e_2 = 0.03$ mm sont ajoutées sur chaque face latérale de la première géométrie. Elles représentent la peinture déposée sur l'échantillon. Chaque partie (1) et (2) est maillée avec 40 éléments linéaires rectangulaires dans la direction de la longueur et 10 dans l'épaisseur. Ces deux géométries vont permettre d'étudier l'importance de la peinture sur une réponse thermique 0D.

Les troisième et quatrième géométries (Fig. 2.11.c et d) sont similaires aux deux premières suivant l'épaisseur, respectivement sans et avec la couche de peinture. La longueur de l'échantillon est plus importante ($L_1 = 50$ mm) et 200 éléments sont utilisés dans cette direction. Ces dernières géométries seront utilisées pour simuler le cas 1D de l'essai précédemment décrit.

Dans tous les cas, suivant y le problème est supposé uniforme en température.

b) Conditions aux limites et état initial

L'échantillon, supposé être à une température initiale uniforme $T_{ini} = 60^\circ C$, est placé dans une atmosphère (environnement + air) ambiante à $T_0 = 0^\circ C$. La face extérieure de l'échantillon, représentée en pointillé sur la Fig. 2.11 échange avec l'environnement extérieur par rayonnement et par convection. Dans tous les cas, cette surface a une émissivité $\epsilon = 0.95$, un coefficient de convection $h = 10$ ou $50 \text{ W m}^{-2} K^{-1}$ est appliqué à cette surface.

Dans le cas des géométries 3 et 4 (Figs. 2.11.c et 2.11.d), la condition aux limites $T_{BC} = T_{ini} = 60^\circ C$ est imposée à l'extrémité supérieure de l'échantillon considéré. Elle a pour rôle de simuler la masse thermique présente dans l'expérience 1D (voir Fig. 2.9).

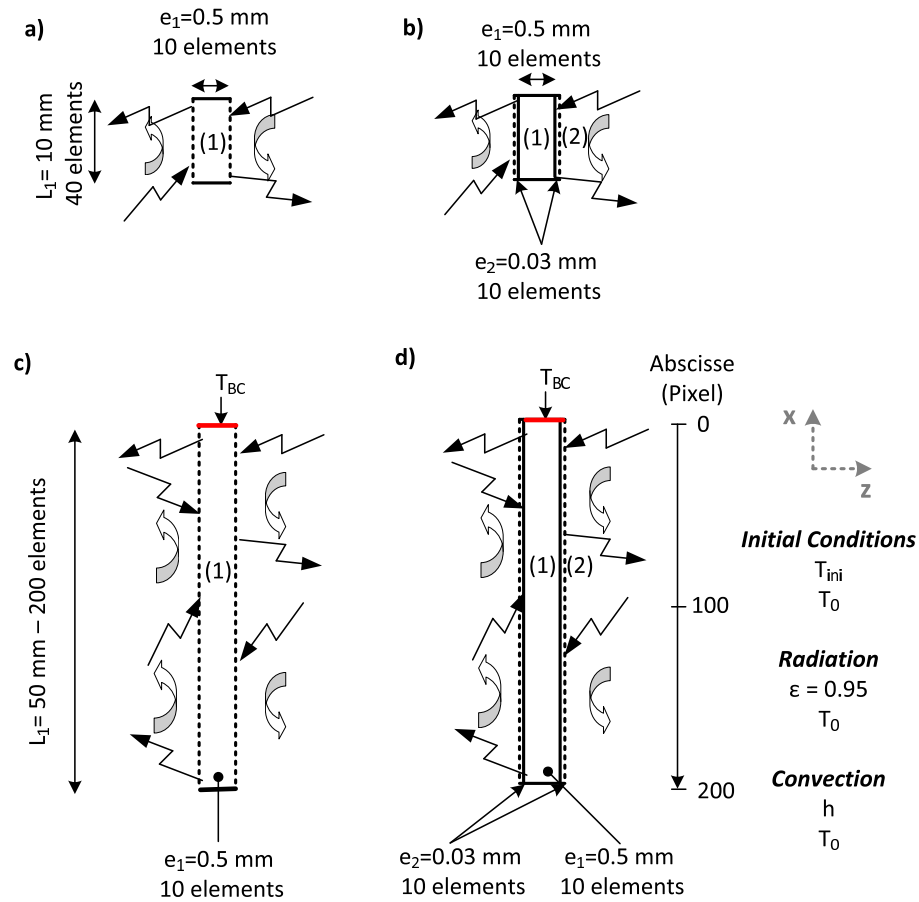


FIGURE 2.11: a) Modèle 0D sans couche de peinture. b) Modèle 0D avec couche de peinture. c) Modèle 1D sans couche de peinture. d) Modèle 1D avec couche de peinture.

Dans les cas où la couche de peinture est présente (Figs. 2.11.b et 2.11.d), la conductance entre l'échantillon central (1) et la couche de peinture (2) est supposée quasi infinie, le contact étant supposé parfait.

Les propriétés thermophysiques utilisées dans les simulations prendront les valeurs données dans le tableau suivant :

Matériau	Masse volumique ρ ($kg\ m^{-3}$)	Capacité thermique C ($J\ kg^{-1}\ K^{-1}$)	Conductivité thermique k ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)
Titane (1)	4510	540	21
Vanadium (1)	6000	495	32
Peinture (2)	1500	1500	0.2

TABLE 2.2: Propriétés thermophysiques utilisées pour les simulations [Hultgren *et al.*, 1964; Sukhanov and Tsikovin, 1967; Combres, 2012; Heubner, 1969; Granta, 2010; Matweb, 2012; Legaie *et al.*, 2008].

2.4.2.2 Vérification de l'hypothèse : température homogène dans l'échantillon

Lors de l'écriture des modèles 2D, 1D et 0D dans le chapitre 1, l'une des hypothèses clés est de considérer que la température est homogène dans l'épaisseur de l'échantillon. Il

a semblé important de vérifier cette hypothèse numériquement. Cette validation sera faite à partir des géométries 3 et 4 (Figs. 2.11.c et 2.11.d) Il s'agit du cas considéré comme le plus critique, puisque hétérogène 1D. L'homogénéité de la température dans l'échantillon sera étudiée en supposant que le matériau central (1) a les propriétés du Titane (voir table 2.2).

a) Cas sans peinture

Les résultats seront observés à trois distances différentes de la masse thermique, notés *Position1*, *Position2* et *Position3*, comme présenté sur la Fig. 2.12.a. La température au centre de l'épaisseur de l'échantillon (points sur la Fig. 2.12.a) est tracée sur la Fig. 2.12.b pour les trois positions considérées et pour les deux coefficients de convection utilisés ($h=10 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ en ligne pleine, $h = 50 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ en pointillé). Plus les points sont éloignés du bord libre, plus l'éprouvette refroidit lentement. L'augmentation du coefficient de convection augmente (i) la cinétique du refroidissement et (ii) diminue la température de l'état final de l'échantillon.

Les profils de température suivant l'épaisseur de l'échantillon, pour les trois positions considérées et pour différents instants, sont tracés sur la Fig. 2.12.c pour $h = 10 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ et sur la Fig. 2.12.d pour $h = 50 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$. La taille des images est fixée de sorte à avoir une amplitude de 0.02°C et 0.04°C respectivement sur les Figs. 2.12.c et d. Pour $t=0\text{s}$ (état initial), la température de l'échantillon est bien égale à 60°C quelle que soit la configuration étudiée. Un gradient de température apparaît ensuite suivant l'épaisseur. On remarque que après une seconde de refroidissement, la différence de température entre le milieu de l'échantillon et le bord est toujours inférieure à 0.02°C pour $h = 10 \text{ W m}^{-2}$ et à 0.04°C pour $h = 50 \text{ W m}^{-2}$. Cette différence décroît au cours de l'essai et avec la distance par rapport à la masse thermique.

b) Cas avec peinture

Le but de cette étude est d'analyser l'effet de la couche de peinture sur la mesure de la température de surface. L'un des principaux problèmes pour réaliser une telle validation est que les propriétés thermiques de la peinture sont assez mal connues, ce qui peut provoquer des erreurs entre la simulation et le cas réel. C'est pourquoi nous avons utilisé les valeurs de Legaie *et al.* [2008] qui ont déterminé des valeurs de diffusivité ($\lambda_P = \frac{k_P}{\rho_P C_P}$) thermique de peintures utilisées pour la thermographie. Étant donné la composition de la peinture, nous avons fait l'hypothèse que la conductivité de la peinture était proche de celle d'un polymère avec une conductivité de l'ordre de $k_P = 0.2 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ et une masse volumique $\rho_P \approx 1500 \text{ kgm}^{-3}$.

Comme pour l'étude précédente, les profils de température ont été tracés aux trois positions considérées, pour des instants différents et pour des coefficients de convection de $h = 10 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ (Fig. 2.13.a) et de $h = 50 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ (Fig. 2.13.b). Dans ce cas, la différence entre le centre de l'échantillon et le bord de l'échantillon est plus importante que précédemment. Après un refroidissement d'une seconde, la différence est inférieure à 0.4°C avec $h = 10 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ et à 0.7°C avec $h = 50 \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$. La différence de température est principalement due à la chute de température dans la couche de peinture. Dans le cas présenté, cette différence est au maximum égale à 0.3°C entre la face intérieure et extérieure de la peinture.

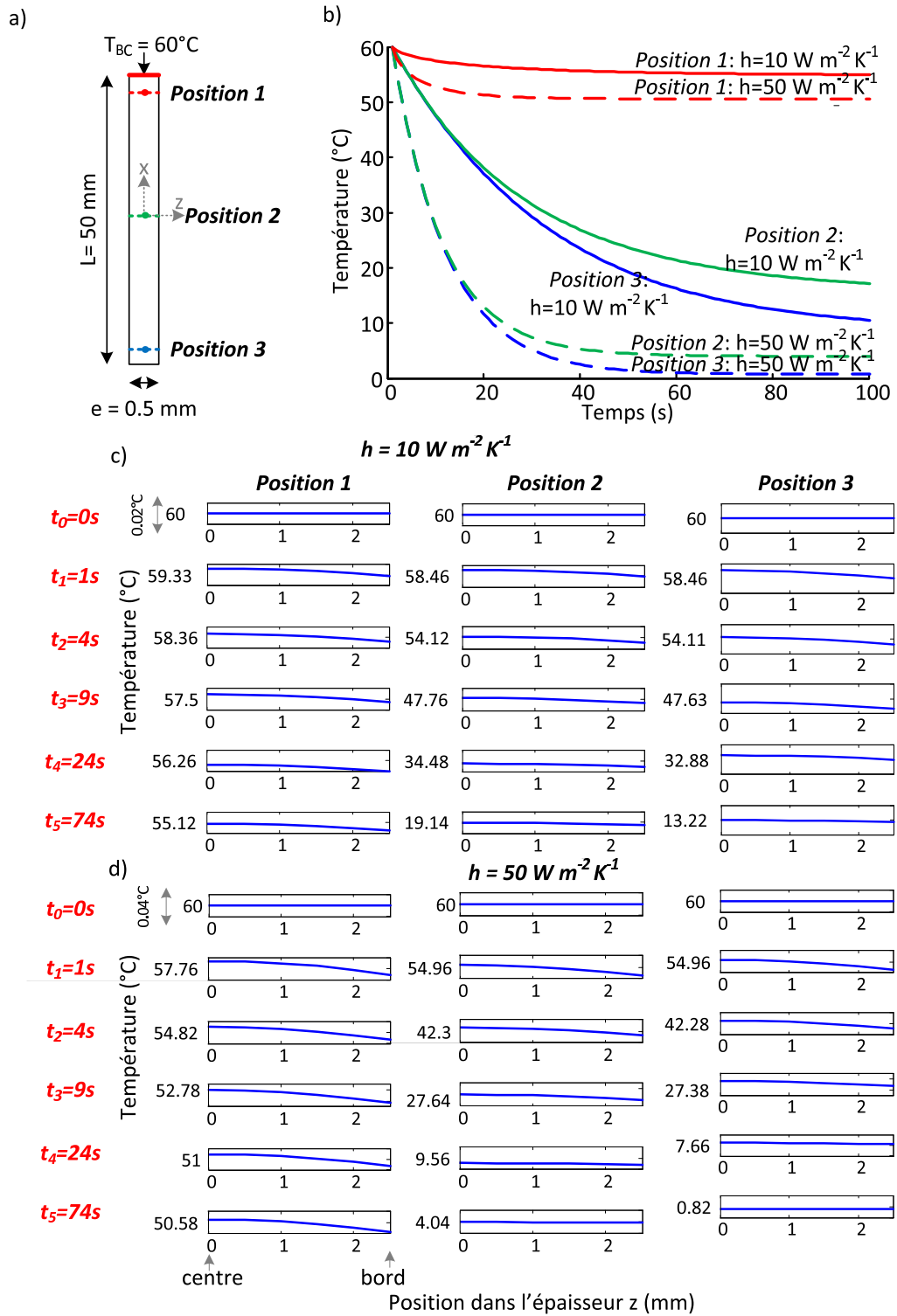


FIGURE 2.12: Échantillon sans peinture. a) Modèle considéré. b) Refroidissement du centre de l'échantillon ($z=0$) aux positions 1, 2 et 3 (définis sur la Fig. 2.12.a) pour les coefficients de convection $h = 10 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ (traits pleins) et $h = 50 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ (traits pointillés). Profils thermiques dans l'épaisseur aux instants t_0 à t_4 définis sur la Fig. 2.12.b et pour les trois positions 1, 2 et 3 et pour c) $h = 10 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ et d) $h = 50 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$.

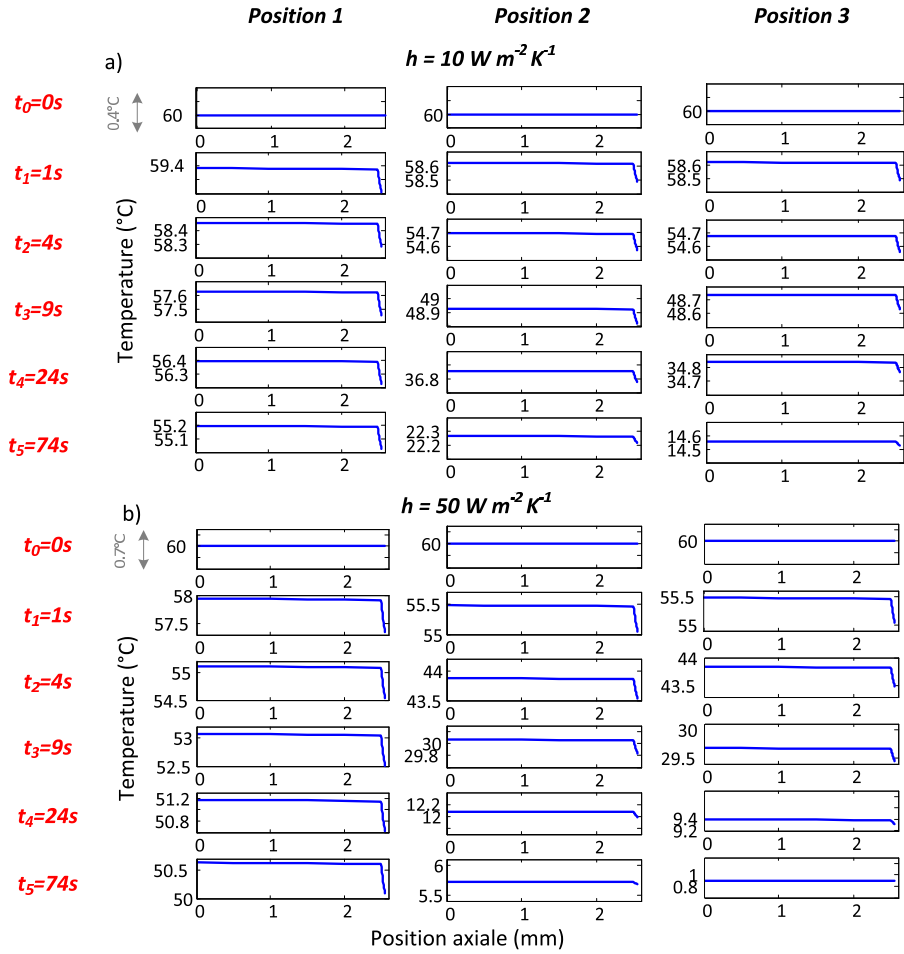


FIGURE 2.13: Échantillon peint. Profils thermiques aux instants t_0 à t_4 définis sur la Fig. 2.12.b, pour les trois espaces 1, 2 et 3 et pour a) $h = 10 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ et b) $h = 50 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$.

c) Comparaison des cas

La différence de température ΔT entre le centre de l'échantillon et la face extérieure (points sur les Fig. 2.14.a.c) est tracée pour les trois positions considérées précédemment (Position 1, Position 2, Position 3), pour les deux coefficients de convection ($h = 10$ ou $h = 50 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$), pour la géométrie sans peinture (Fig. 2.14.b) et avec peinture (Fig. 2.14.d).

Pour le cas sans peinture (Fig. 2.14.a.b), la différence de température maximale est de 0.025°C , et est obtenue proche de la masse, pour le plus haut coefficient de convection. Cette valeur étant de l'ordre de grandeur de la précision d'une caméra IR, le gradient de température dans l'épaisseur de l'échantillon étudié est négligeable en regard de la température de l'échantillon (Fig. 2.12.b).

En revanche, la couche de peinture a un effet non négligeable sur la cinétique de refroidissement de l'échantillon et sur la mesure de température réalisée (Fig. 2.14.c.d). En effet, la différence de température est de $\Delta T = 0.2^\circ \text{C}$ avec $h = 10 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ et $\Delta T = 0.6^\circ \text{C}$ avec $h = 50 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$.

Notons que la différence maximale de température entre le centre de l'échantillon et la

surface extérieure est toujours plus importante au début du refroidissement qu'à la fin.

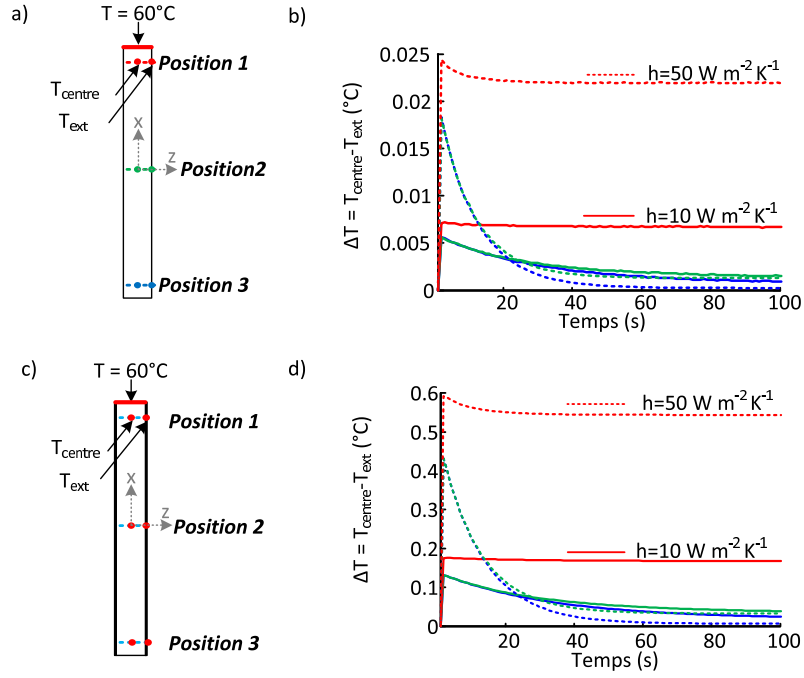


FIGURE 2.14: a, c) Modèles considérés. Différence de température entre le centre de l'échantillon et la surface extérieure pour les cas sans peinture (b) et avec peinture (d).

Finalement, en considérant le cas le plus défavorable (coefficient de convection $h = 50 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$), l'évolution de la température au centre de l'échantillon pour les trois positions, avec ou sans peinture, est tracé sur la Fig. 2.15.a. L'échantillon sans peinture refroidit plus rapidement que l'échantillon avec peinture. Les différences de température entre les deux modèles (avec ou sans peinture) pour les trois positions considérées sont tracées sur la Fig. 2.15.b. Dans le cas considéré, la différence de température maximale est de 2.4°C .

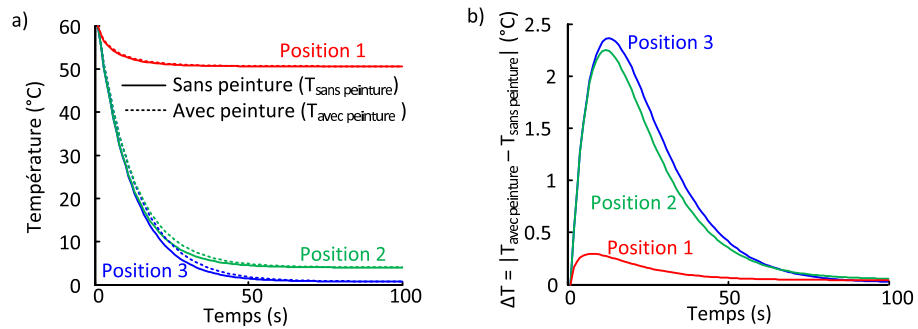


FIGURE 2.15: a) Température au centre de l'échantillon avec et sans peinture. b) Différence de température.

La couche de peinture ayant un rôle significatif sur la cinétique de refroidissement de l'échantillon, on étudiera au fur et à mesure des sujets traités, l'effet de cette couche sur les dépouillements réalisés.

2.4.2.3 Validation théorique de la méthode TFM d'estimation des données thermophysiques

Une validation théorique de la méthode d'estimation TFM des données thermophysiques est maintenant proposée. Les champs de températures, obtenus par simulation numérique avec le logiciel Abaqus, sont traités de façon à déterminer la valeur de la capacité thermique et de la conductivité thermique d'un échantillon. La valeur obtenue est comparée à la valeur utilisée dans Abaqus.

a) Estimation de la capacité thermique C

Les courbes de refroidissement présentées sur la Fig. 2.16.a sont obtenues à partir de la géométrie 0D avec peinture (Fig. 2.11.b), lorsque l'échantillon central a les propriétés thermophysiques (table 2.2) du Titane (courbe rouge) et du Vanadium (courbe bleue en pointillées).

A partir de ces courbes, la fonction $f(T)$ est estimée à partir des mesures sur l'échantillon de Titane, considéré comme l'échantillon de référence aux propriétés connues, en prenant en compte la couche de peinture, ou en la négligeant (eq. 2.3). Les deux fonctions obtenues sont tracées en trait plein rouge sur la Fig. 2.16.b. On détermine ensuite la valeur de C_{Va} du Vanadium qui conduit à la superposition de $f(T)$ avec la courbe $\rho_{Va}C_{Va}e_{Va}\frac{\partial T_{Va}}{\partial t}$. Lorsque la couche de peinture est négligée, $f(T)$ est encadrée pour $C_{Va} = 485 \pm 5 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ alors que lorsque la peinture est prise en compte, $C_{Va} = 495 \pm 5 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$. La valeur utilisée dans Abaqus pour obtenir la courbe du Vanadium étant $C_{Va} = 495 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$, la méthode est fiable lorsque la peinture est prise en compte. Dans le cas présenté, lorsque la peinture n'est pas prise en compte, l'erreur est de 2%.

La capacité thermique de l'échantillon de Vanadium a également été calculée à partir des eqs. 2.7 et 2.8. La valeur obtenue est tracée en fonction de la température de l'échantillon sur la Fig. 2.16.c. On retombe sur des résultats identiques à ce qui a été obtenu précédemment : $C_{Va} = 485 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ et $C_{Va} = 495 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ lorsque la couche de peinture est négligée ou prise en compte.

Ainsi, les deux types de dépouillements donnent des résultats similaires et exacts lorsque la peinture est prise en compte. Négliger l'effet de la peinture donne une erreur de quelques %.

Précisons que d'autres simulations ont été réalisées en faisant varier l'épaisseur de l'échantillon étudié e de 0.3 à 0.5 mm et la capacité thermique C de 400 à 600 $\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$. En utilisant le modèle prenant en compte la couche de peinture, les valeurs obtenues avec la méthode sont toujours exactes. Dans le cas où la couche de peinture est négligée, l'erreur maximale entre la valeur utilisée dans Abaqus et celle estimée est de 10%. Cette erreur est obtenue lorsque les écarts entre les épaisseurs et entre les capacités thermiques de l'échantillon de référence et de celui étudié sont maximales.

Cependant, dans le cas de cette validation théorique, l'ensemble des paramètres relatifs à l'échantillon et à la peinture (épaisseur, capacité thermique, masse volumique) sont parfaitement connus. Dans le cas réel, la dispersion sur ces données (particulière-

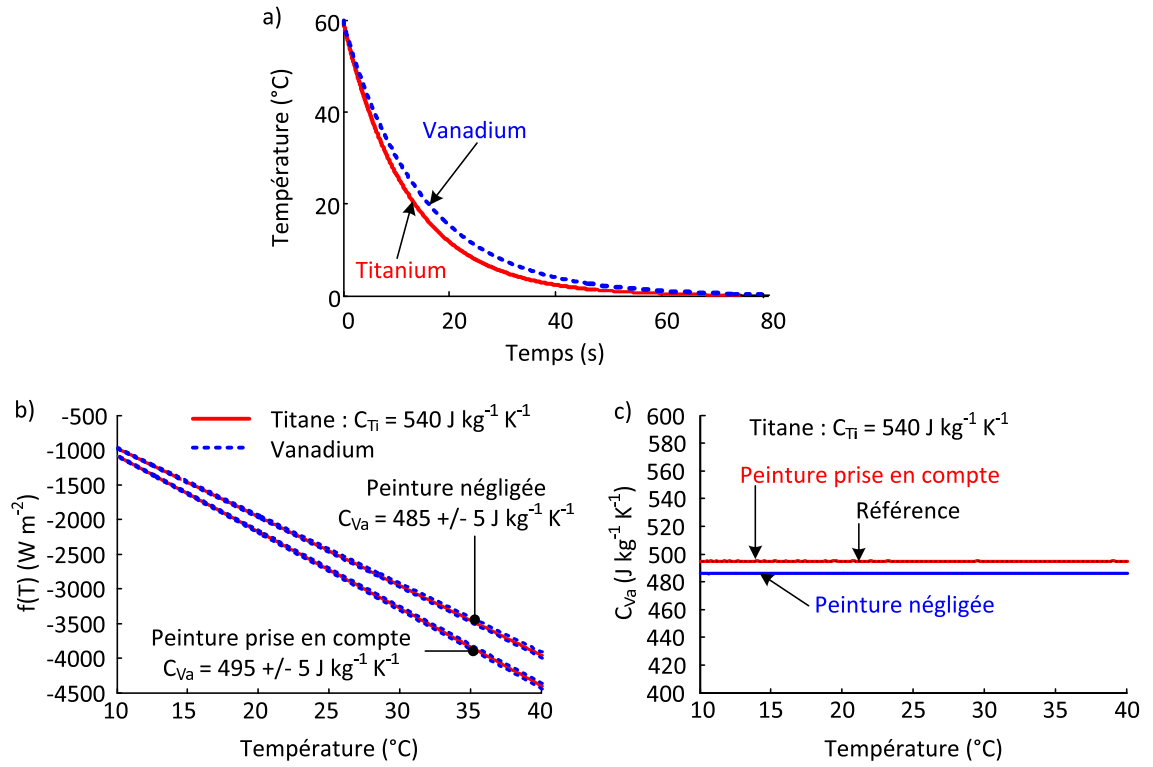


FIGURE 2.16: a) Température de la surface extérieure de l'échantillon avec peinture. b) Estimation de la capacité thermique à partir du tracé de la fonction de perte $f(T)$. c) Estimation directe de la capacité thermique à partir des eqs. 2.7 et 2.8.

rement sur C) engendre inévitablement une incertitude de mesure. Cette incertitude sera évaluée dans l'étude expérimentale.

b) Estimation de la conductivité thermique k

Les courbes de refroidissement en différents points de l'échantillon et les profils spatiaux de température à différents instants présentés respectivement sur les Figs. 2.17.a et 2.17.b sont obtenus à partir de la géométrie 1D avec peinture (Fig. 2.11.d), lorsque l'échantillon central a les propriétés thermophysiques (table 2.2) du Titane (traits pleins) et du Vanadium (traits en pointillés).

A partir de telles données l'**estimation du laplacien** (eq. 2.11 ou 2.12) est un point critique du calcul, c'est pourquoi, plusieurs techniques sont proposées.

La première consiste à approcher le profil spatial en température par un polynôme, comme présenté sur la Fig. 2.18.a pour un instant donné (temps final). Le profil thermique brut (courbe noire) a été approximé au sens des moindres carrés avec des polynômes de différents degrés : 3 (rouge), 4 (vert) et 5 (bleu). L'erreur faite sur la température estimée avec les polynômes est tracée sur la Fig. 2.18.b pour les différents degrés du polynôme. L'erreur maximale est obtenue pour un polynôme de degré 3. Cette erreur est inférieure à 2% et semble donc négligeable. A partir des coefficients du polynôme, le laplacien est calculé puis tracé sur la Fig. 2.18.c. Plus le degré augmente, plus les courbes sont similaires.

La seconde technique repose sur un filtrage passe-bas par transformée de Fourier à

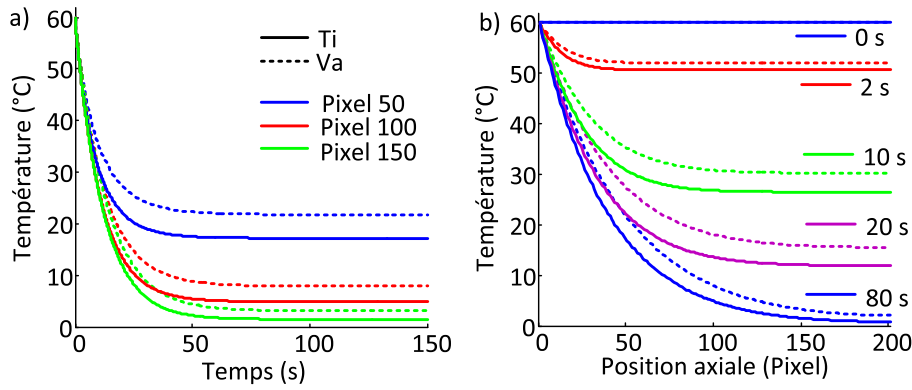


FIGURE 2.17: a) Évolution de la température extérieure des échantillons de Titane (traits en pointillés) et Vanadium (traits pleins) à trois pixels différents. b) Profils de la température extérieure des échantillons de Titane (traits en pointillés) et Vanadium (traits pleins) à cinq instants différents.

partir du signal prolongé périodiquement dans l'espace, comme présenté dans le premier chapitre. Le Laplacien est ensuite calculé numériquement à partir de ce signal filtré. Un profil axial est tracé en noir sur la Fig. 2.18.c. On remarque que le polynôme de plus haut degré est celui qui approche le mieux le laplacien estimé par transformée de Fourier.

Dans la suite de cette validation, on utilisera les estimations de laplacien obtenues à partir d'un filtrage passe-bas par FFT.

La première méthode permettant d'évaluer la conductivité thermique repose sur l'étude de la fonction $f(T)$ donnée par l'équation (2.9) et estimée à partir des profils de température représentés sur la Fig. 2.17 de l'échantillon de référence. La fonction de référence est estimée en utilisant les propriétés thermophysiques utilisées dans Abaqus, et en prenant en compte la couche de peinture, puis tracée en rouge pour l'échantillon de Titane sur la Fig. 2.19. La fonction est évaluée pour l'échantillon de Vanadium en ajustant la valeur de k pour s'approcher le plus possible de la courbe de référence. Sur la Fig. 2.19.a, on observe que la courbe de référence du Titane est comprise entre les deux faisceaux de courbes du Vanadium, tracés pour $k_{Va} = 30.5$ et $33.5 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ respectivement en bleu et vert. En utilisant les données thermophysiques utilisées dans Abaqus, les fonctions de perte sont parfaitement superposées pour les deux échantillons (Fig. 2.19.b). La méthode permet donc d'estimer les propriétés thermophysiques d'un échantillon inconnu, en supposant que l'on connaisse bien les propriétés thermophysiques du revêtement et de l'échantillon de référence. En comparant les deux figures, on observe que lorsque la valeur de k n'est pas la bonne, la dispersion du faisceau de courbe (1 courbe par pixel) est importante. Une autre technique peut consister à minimiser la dispersion du faisceau de courbe pour obtenir la bonne valeur de k . Cette technique ne sera cependant pas présentée.

Dans le cas où les propriétés de la couche de peinture (épaisseur, propriétés thermophysiques) ne sont pas bien connues, il est possible de la négliger. Sur la Fig. 2.20 la fonction de perte $f(T)$ a été tracée pour l'échantillon de Titane en prenant en compte (courbe rouge) et en négligeant (courbe verte) la couche de peinture, et en utilisant

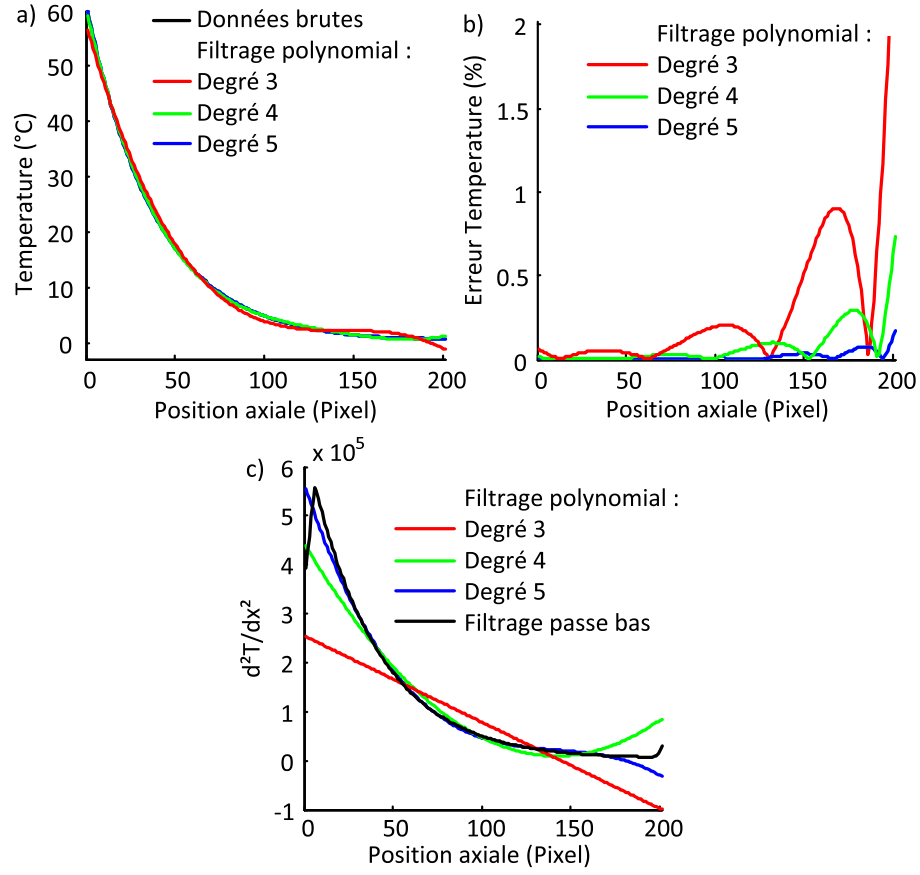


FIGURE 2.18: Filtrage d'un profil thermique axial (instant final) et estimation du laplacien. a) Profil de température brut, filtré avec un polynôme de degré 3, 4 ou 5. b) Erreur entre le profil brut et le profil filtré. c) Tracé du laplacien en fonction du filtrage (approximation polynomiale ou filtrage passe bas).

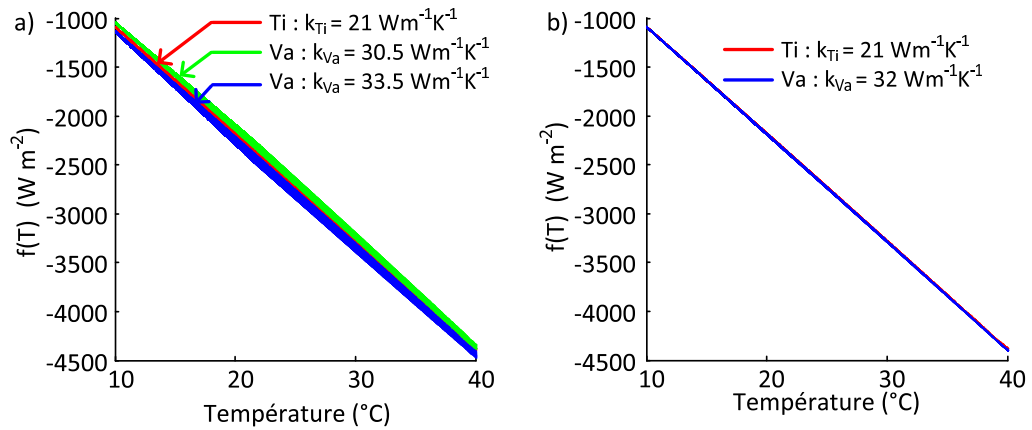


FIGURE 2.19: Estimation de la conductivité thermique à partir de l'estimation de la fonction de perte. a) Encadrement de la fonction perte de l'échantillon de référence (Titane) par les fonctions perte pour différentes valeurs de k_{Va} . b) Fonction perte des deux échantillons pour les paramètres matériaux utilisés dans Abaqus.

la même valeur de conductivité du matériau central. Dans ce cas, on observe que le profil de la fonction de perte est très affecté. Si l'ensemble des droites de la fonction de perte est bien resserré dans le cas où la peinture est prise en compte, ce n'est pas le cas lorsqu'elle est négligée. Avec cette technique, lorsque le faisceau de courbe est très dispersé, il est difficile d'estimer convenablement la valeur de k .

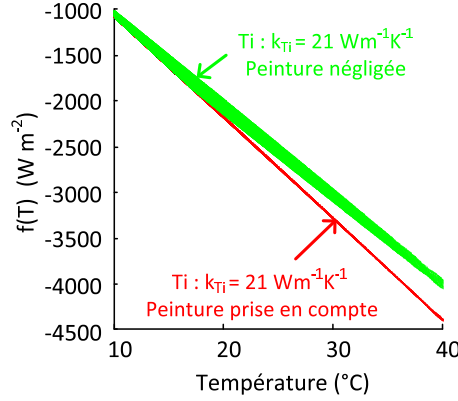


FIGURE 2.20: Tracé de la fonction de perte de l'échantillon de Titane, pour tous les points, en prenant en compte la peinture (courbe rouge) et en la négligeant (courbe verte).

La seconde méthode d'estimation de la conductivité thermique, plus numérique, utilise l'équation 2.12. La valeur de la conductivité thermique de l'échantillon étudié (Vanadium) est calculée en prenant en compte la couche de peinture et est représentée en bleu sur la Fig 2.21 en fonction de la position par rapport à la masse, le pixel 1 étant le plus proche de la masse. Notons que les valeurs de la fonction tracée sur cette figure sont obtenues lorsque les deux échantillons sont à la même température et le plus proche possible de la température d'équilibre. En effet, seuls les instants finaux (à partir de $t=50s$ sur la Fig. 2.17.a) ont été utilisés car les termes en laplacien sont alors plus importants qu'au début de l'expérience, ce qui permet d'avoir une plus grande précision sur l'estimation de la conductivité thermique.

Nous reviendrons sur ce point critique plus tard lorsque nous détaillerons la partie expérimentale. Des effets de bords sont observés aux deux extrémités de l'échantillon. Au centre (pixels 25 à 175 de la Fig. 2.11), la valeur calculée est constante et égale à la valeur utilisée (pointillés rouge sur la Fig 2.21) pour faire les simulations. La conductivité thermique a également été calculée en négligeant la couche de peinture et est tracée en vert sur la Fig 2.21. Les effets de bords liés au calcul du laplacien sont encore observés. On voit que pour les pixels proches de la masse thermique (pixels 25 à 50), la valeur est bien estimée alors qu'une erreur plus importante, de l'ordre de 6%, est commise pour les pixels plus éloignés de la masse. Remarquons que dans le cas où la peinture est négligée, le faisceau de courbe est plus dispersé que dans le cas où la peinture est prise en compte, comme avec la méthode précédente.

Ainsi la méthode d'estimation des propriétés thermophysiques a été validée de façon numérique. La prise en compte de la peinture dans le dépouillement permet d'obtenir des résultats précis. La négliger permet également de déterminer la capacité thermique et la conductivité thermique du matériau, mais avec une précision moins importante.

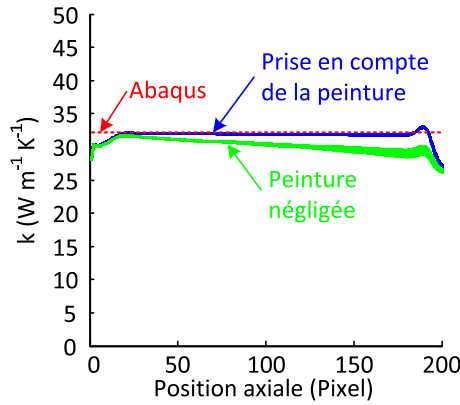


FIGURE 2.21: Conductivité thermique estimée par le calcul, à l'instant final, en fonction du pixel considéré. Comparaison du dépouillement prenant ou ne prenant pas en compte la peinture.

Dans l'étude proposée, l'erreur commise est de l'ordre de 5 à 10% en négligeant la couche de peinture. Dans l'étude expérimentale présentée dans le paragraphe suivant, la couche de peinture sera prise en compte. Cependant, les propriétés thermophysiques de la peinture sont mal connues et donc une erreur sur ces valeurs engendrera une erreur sur les résultats.

2.4.3 Validation expérimentale de la méthode TFM

Dans cette partie, une validation expérimentale de la méthode est proposée. L'échantillon de référence est le Titane et le matériau étudié est le Vanadium.

2.4.3.1 Estimation de la capacité thermique du Vanadium.

Les courbes expérimentales de refroidissement de l'échantillon de Titane et de Vanadium sont tracées sur la Fig. 2.22.a, respectivement en bleu et en pointillés rouges. Ces courbes, similaires à celles obtenues numériquement, montrent que les températures en début et en fin d'observation sont identiques pour les deux échantillons. Notons que la température de l'échantillon est différente de la valeur annoncée dans le protocole ($T_{ini} = 60^\circ C$). Ceci s'explique par des pertes de chaleurs pendant le transport des échantillons et pendant la phase d'insertion dans l'enceinte thermique $n^\circ 2$. La cinétique de refroidissement est différente pour les deux échantillons. Le Vanadium refroidit plus doucement que le Titane. Ces essais sont répétés trois fois. Expérimentalement, il est difficile de répéter parfaitement l'expérience en terme de température initiale et finale. Cependant, ces valeurs ont peu d'importance sur l'identification de C .

A partir de ces courbes de refroidissement, en utilisant l'équation (2.8), la capacité thermique de l'échantillon de Vanadium est estimée. L'évolution de C_{Va} en fonction de la température est tracée sur la Fig. 2.22.b, pour trois essais. Pour chaque essai, C_{Va} est estimée en utilisant une capacité thermique de l'échantillon de Titane (référence) égale à $C_{Ti} = 520$ (traits pleins) et $540 \text{ J kg}^{-1} K^{-1}$ (traits pointillés). Ces valeurs correspondent aux valeurs obtenues dans la littérature (traits pointillés noirs) et sont en accord avec les mesures faites par DSC qui seront présentées par la suite (voir paragraphe 2.5.1).

Avec cette méthode, C_{Va} est estimée expérimentalement à $C_{Va} = 490 \pm 20 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$, la dispersion sur cette mesure étant estimée à partir de la dispersion des résultats des trois essais. Remarquons que la capacité thermique de l'échantillon de Vanadium semble croître avec la température. Cependant, comme la dépendance à la température de la capacité thermique de l'échantillon de référence n'a pas été prise en compte, il est difficile d'interpréter quantitativement une telle variation.

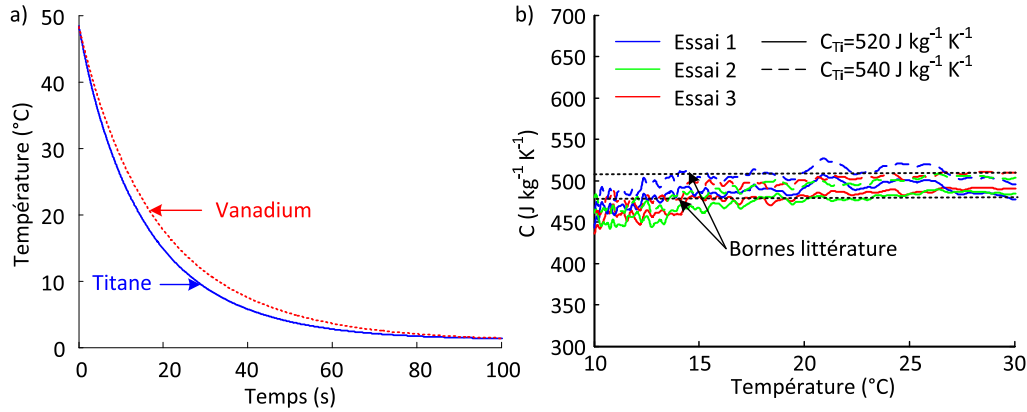


FIGURE 2.22: a) Courbe de refroidissement de l'échantillon de Titane et de Vanadium. b) Évolution de la capacité thermique du Vanadium en fonction de la température pour trois essais, estimée pour deux valeurs de capacité thermique de l'échantillon de référence (Titane).

La méthode d'estimation de la capacité thermique validée numériquement et expérimentalement, sera utilisée dans la suite de ce travail pour mesurer la capacité thermique du NiTi.

2.4.3.2 Estimation de la conductivité thermique du Vanadium

A partir des images thermiques telles que celle présentée sur la Fig. 2.23.a, les champs de température 1D le long du profil axial présenté sur la Fig. 2.23.a sont obtenus pour chaque échantillon. La Fig. 2.23.b représente ainsi les champs de température du Titane le long du profil et en fonction du temps. A partir de ces champs de température, on observe les courbes de refroidissement de l'échantillon à trois distances de la masse (aux pixels 50, 100 et 150) comme présenté sur la Fig. 2.23.b.

Des profils spatiaux de température expérimentaux similaires à ceux obtenus lors des simulations numériques (Fig. 2.17.a) sont obtenus pour l'échantillon de Titane, et sont présentés sur la Fig. 2.23.d pour cinq temps du refroidissement. A l'état initial, la température n'est pas parfaitement homogène, contrairement aux données simulées, et du bruit est observable. Ce dernier est à la fois un bruit de mesure, mais aussi un bruit lié à une légère hétérogénéité de l'émissivité de la surface.

Si dans la validation numérique, un filtrage passe bas par FFT a été préféré pour estimer le laplacien, un filtrage polynomial a été utilisé ici, puisqu'il s'agit de mesures expérimentales ne montrant pas de fortes localisations. Les profils spatiaux de température bruts et filtrés sont présentés sur la Fig. 2.24.a pour un instant terminal. Sur cette figure et dans la suite de l'étude, les données brutes (expérimentales) seront indiquées en bleu,

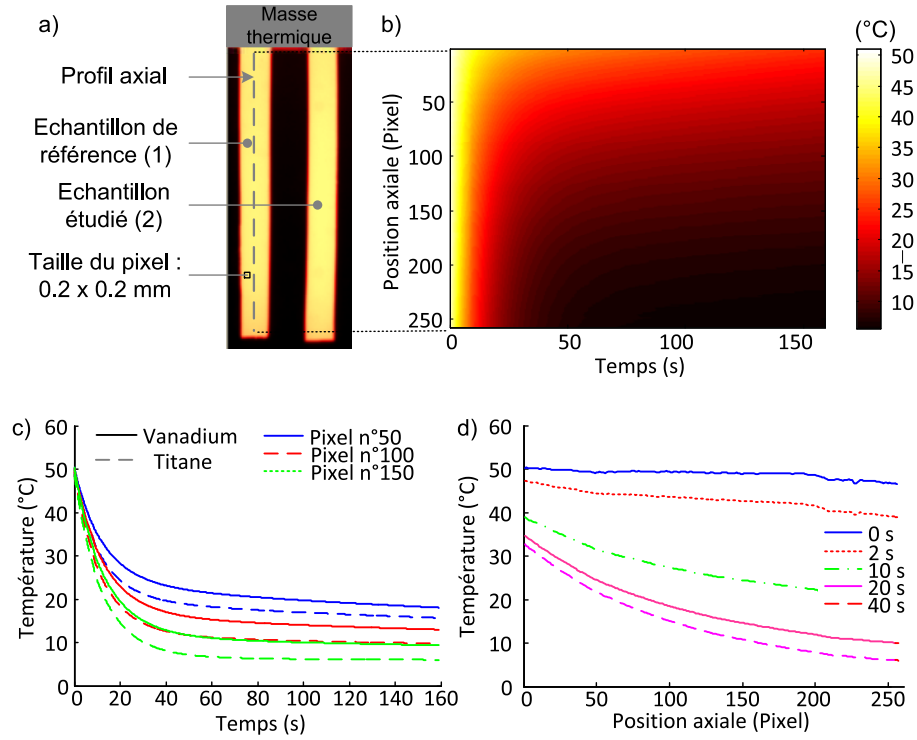


FIGURE 2.23: a) Image IR de la scène observée. b) Evolution du profil thermique de l'échantillon dans le temps. c) Courbes de refroidissement des échantillons de Titane et de Vanadium à trois pixels différents. d) Profil thermique de l'échantillon de Titane aux instants $t=0, 2, 10, 20$ et 40 secondes.

les données estimées à partir d'un polynôme de degré 3, 4 et 5 respectivement en rouge, vert et noir. L'ensemble des courbes de la Fig. 2.24.a est quasiment superposé. Le laplacien est ensuite estimé puis représenté sur la Fig. 2.24.b. Entre les pixels 50 et 200, le laplacien estimé à partir du polynôme de degré 4 ou 5 est très similaire. Sur les bords, les résultats sont plus dispersés. Ainsi, par la suite, les résultats seront présentés sur toute la longueur de l'échantillon, mais seuls les pixels centraux pour lesquels le laplacien n'est pas affecté par le procédé de filtrage seront pris en compte pour déterminer k .

La valeur du laplacien à la fin de l'essai est rappelé sur la Fig. 2.25.a pour les deux échantillons, afin de cibler la zone la mieux adaptée. On remarque qu'à la fin de l'essai le laplacien du Titane est plus important que le laplacien du Vanadium. Les laplaciens semblent très bien estimés entre les pixels 50 et 150. La conductivité thermique du Vanadium est ensuite estimée lorsque les échantillons sont proches de l'équilibre. Des valeurs de conductivité thermique de l'échantillon de référence égale à $k_{Ti} = 17 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (Fig. 2.25.b) et à $k_{Ti} = 21.9 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (Fig. 2.25.c), qui sont les bornes minimale et maximale de la littérature (voir tableau 2.1), seront utilisées. Les valeurs de capacité thermique utilisées sont les valeurs moyennes citées dans le tableau 2.1.

D'un point de vue qualitatif, sur les Figs. 2.25.b.c, au centre de l'échantillon, quel que soit le degré du polynôme utilisé, les faisceaux de courbes sont bien superposés. Même dans le cas où le laplacien est estimé à partir d'un polynôme de degré 3, les courbes sont superposées. En utilisant une valeur de $k_{Ti} = 17 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, la conductivité thermique du Vanadium est estimée à $k_{Va} = 32 \pm 3 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ce qui est parfaitement en accord

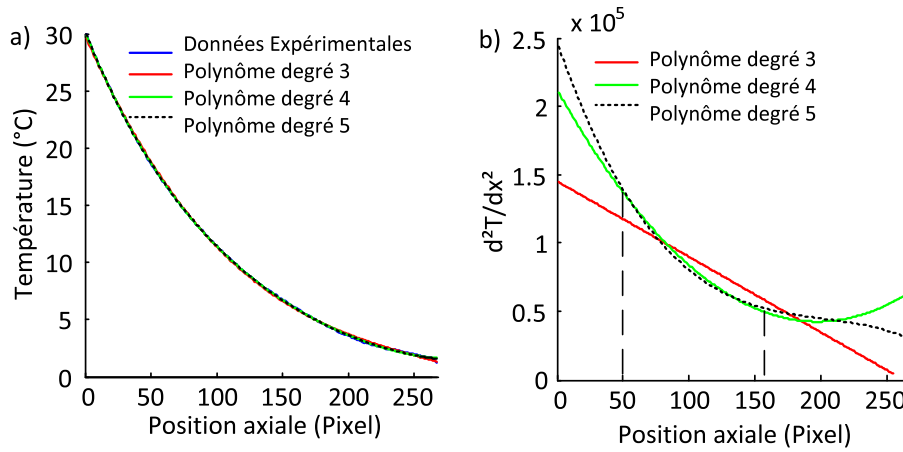


FIGURE 2.24: a) Profil thermique à l'instant final : données expérimentales et données filtrées par des polynômes de degrés 3, 4 et 5. b) Estimation du laplacien en fonction du degré du polynôme.

avec les valeurs de la littérature (voir tableau 2.1). Lorsque $k_{Ti} = 21.9 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, nous obtenons $k_{Va} = 38 \pm 3 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, ce qui est légèrement au dessus de ce qui est attendu. L'expérience a été répétée et les mêmes valeurs sont obtenues. Des méthodes de référence ont permis d'estimer la conductivité thermique de l'échantillon de référence à $k_{Ti} = 21 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ (voir paragraphes 2.5.2 et 2.5.3). En utilisant cette valeur, la conductivité moyenne du Va est estimée à $k_{Va} = 35 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ qui est une valeur correcte par rapport aux données de la littérature (tableau 2.1).

2.4.4 Application de la méthode TFM aux données thermophysiques du NiTi

La méthode précédemment décrite et validée numériquement et expérimentalement va maintenant permettre d'étudier les propriétés thermophysiques des échantillons de NiTi présentés sur la Fig. 2.10. Pendant cette étude rappelons que l'échantillon $n^{\circ}1$ est dans une phase martensitique et que l'échantillon $n^{\circ}2$ est dans une phase austénitique.

2.4.4.1 Estimation de la capacité thermique du NiTi.

Comme précédemment, les courbes de refroidissement des échantillons sont représentées sur les Figs. 2.26.a et 2.26.b respectivement pour les échantillons de Titane - Austénite et Titane - Martensite. On remarque que lors d'une même expérience, les échantillons refroidissent bien à partir d'une même température (T_{ini}) et sont à l'équilibre thermique à une même température (proche de $T_0 = 0^{\circ}\text{C}$) à la fin de l'essai. Ces essais sont répétés trois fois.

Les Figs. 2.26.c et 2.26.d représentent la valeur de la capacité thermique des échantillons d'austénite et de martensite, estimées à partir de l'équation (2.8), pour les trois essais, en utilisant une valeur de capacité thermique de l'échantillon de référence égale à $C_{Ti} = 520$ (traits pleins) et $540 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ (traits pointillés). La faible dispersion des courbes montre que l'expérience est bien répétable. A partir de ces courbes, la capacité thermique de l'austénite est estimée à $C_A = 490 \pm 30 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ et celle de la martensite à $C_M = 535 \pm 30 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$. Remarquons que la capacité thermique de l'austénite semble

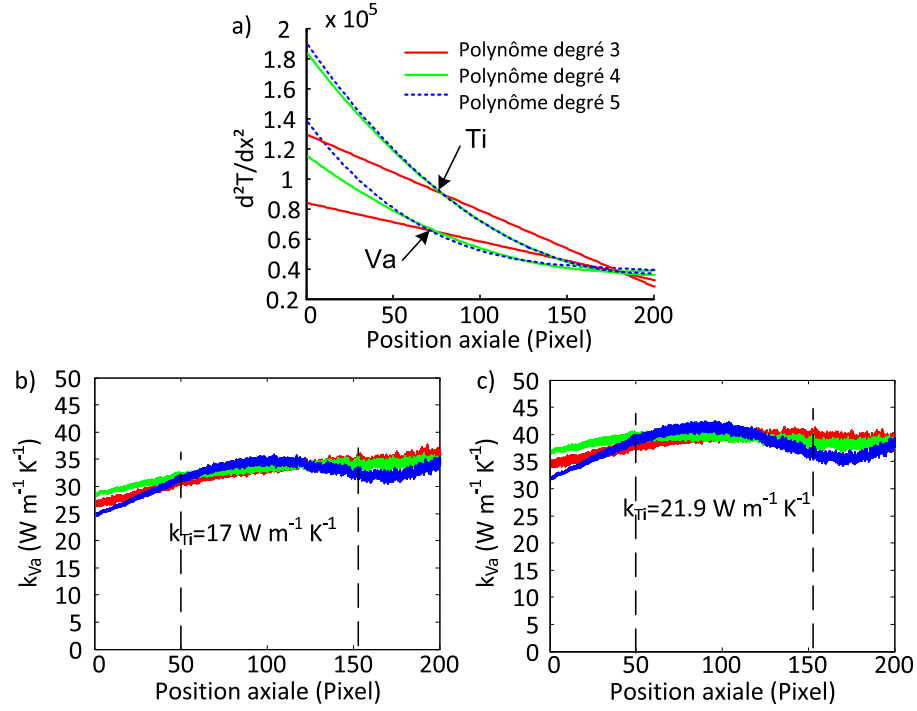


FIGURE 2.25: a) Laplacien de l'échantillon de référence (Titane) et de celui étudié (Vanadium) à l'instant final pour des degrés de filtrage polynomial égaux à 3, 4 et 5. Estimation de la conductivité thermique du Vanadium en utilisant b) $k_{Ti} = 17 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ et c) $k_{Ti} = 21.9 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$

constante en fonction de la température alors que la capacité thermique de la martensite semble légèrement augmenter. Ce résultat est sujet à l'hypothèse que la capacité thermique du Titane est indépendante de la température.

2.4.4.2 Estimation de la conductivité thermique du NiTi

La conductivité thermique du NiTi est maintenant étudiée avec la technique proposée précédemment.

Les résultats obtenus pour l'échantillon de martensite sont présentés sur la Fig. 2.27. Le laplacien est estimé avec des polynômes de degré 3, 4 et 5 et les résultats obtenus sont utilisés pour déterminer la conductivité thermique de la martensite en utilisant une conductivité thermique de l'échantillon de Ti égale à $k_{Ti} = 17$ ou $21.9 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ et sont respectivement représentés sur la Fig. 2.27.a et 2.27.b pour les trois laplaciens estimés. Au centre de l'échantillon, là où le laplacien est le plus important, la conductivité thermique de la martensite est estimée à $k_M = 10 \pm 5 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Sur l'ensemble des signaux, on remarque un bruit important loin de la masse thermique, où le laplacien est le plus faible. En utilisant une valeur moyenne de $k_{Ti} = 21 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, la valeur moyenne de la conductivité thermique de la martensite est de $k_M \approx 12 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

Des figures identiques à celles réalisées pour la martensite ont été tracées pour l'austénite sur la Fig. 2.28. La conductivité thermique est estimée sur les Figs. 2.28.b et 2.28.c en utilisant $k_{Ti} = 17$ et $21.9 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Pour cet échantillon, au vue des figures, il est impossible de donner une valeur de conductivité thermique.

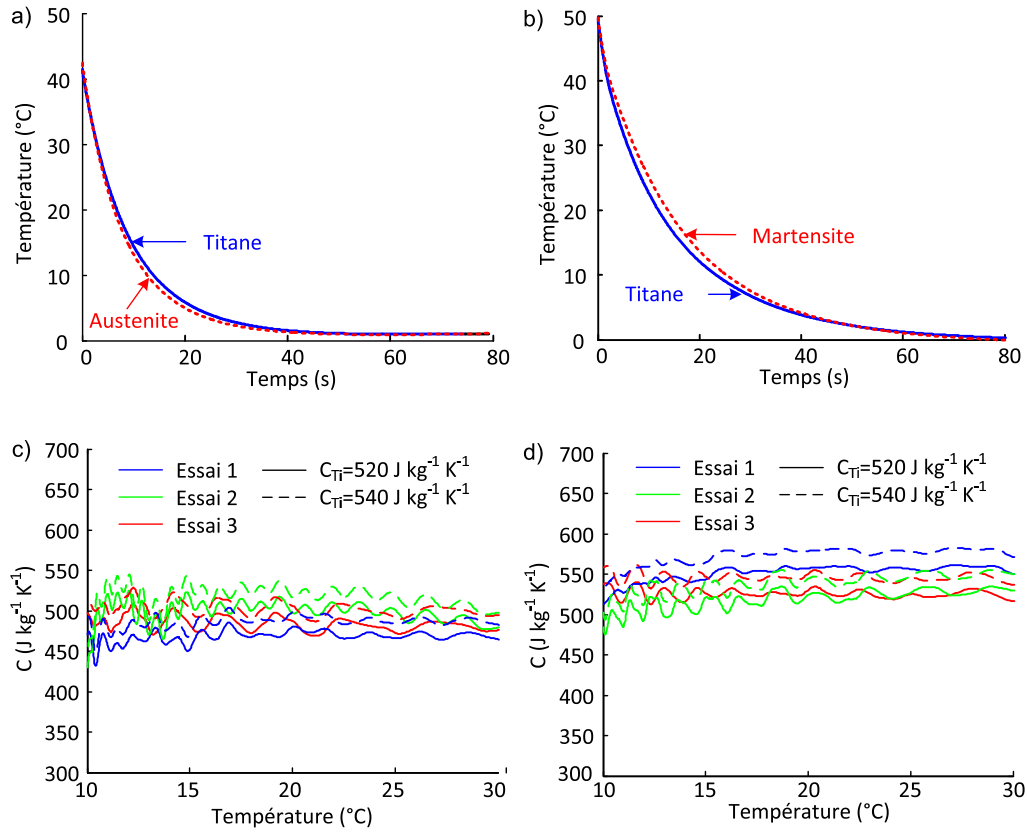


FIGURE 2.26: Courbes de refroidissement des échantillons de a) Titane - austénite (matériau $n^{\circ}2$ - Fig. 2.10.b) et b) Titane - martensite (matériau $n^{\circ}1$ - Fig. 2.10.b). Évolution de la capacité thermique de a) l'austénite et de b) la martensite en fonction de la température.

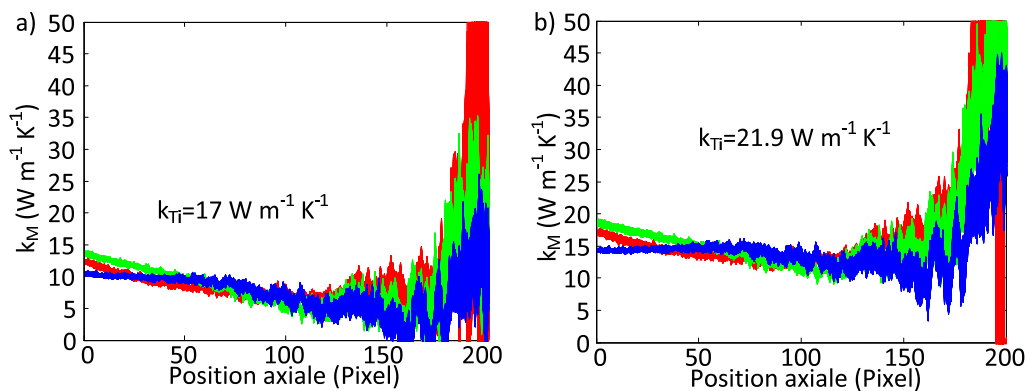


FIGURE 2.27: Conductivité thermique de la martensite estimée en utilisant a) $k_{Ti} = 17 W m^{-1} K^{-1}$ et b) $k_{Ti} = 21.9 W m^{-1} K^{-1}$ pour des degrés de filtrage polynomial égaux à 3 (courbe rouge), 4 (courbe verte) et 5 (courbe bleu) pour l'estimation du laplacien.

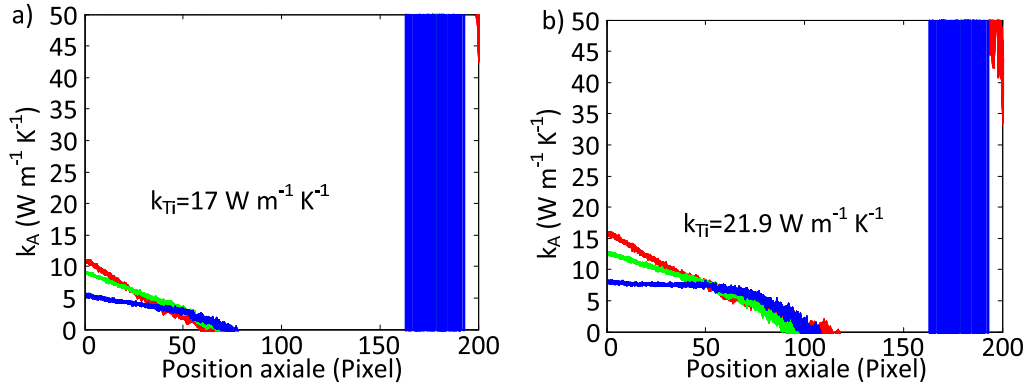


FIGURE 2.28: Conductivité thermique de l'austénite estimée en utilisant a) $k_{Ti} = 17 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ et b) $k_{Ti} = 21.9 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ pour des degrés de filtrage polynomial égaux à 3 (courbe rouge), 4 (courbe verte) et 5 (courbe bleu) pour l'estimation du laplacien.

Le problème est présenté sur la Fig. 2.29 avec les courbes de refroidissement (Figs. 2.29.a, 2.29.b et 2.29.c) et les différents termes intervenants dans le calcul réalisé (Figs. 2.29.d, 2.29.e et 2.29.f) pour les différents couples d'échantillons. Sur les courbes des Figs. 2.29.a.b.c, le refroidissement de l'échantillon de Titane est tracé en trait bleu, et celui de l'échantillon étudié est tracé en pointillés rouges pour les pixels 50 et 150. Sur les Figs. 2.29.d, 2.29.e et 2.29.f, les termes en $-(\rho_{Ti} C_{Ti} e_{Ti} + \rho_P C_P e_P) \dot{T}_{Ti}$, $-(k_{Ti} e_{Ti} + k_P e_P) \text{lap} T_{Ti}$ et $-(\rho_{ech} C_{ech} e_{ech} + \rho_P C_P e_P) \dot{T}_{ech}$ ("ech" étant l'échantillon étudié) qui composent le numérateur de l'équation (2.12) sont tracés respectivement en vert, bleu et rouge en fonction de la température de l'échantillon. Le dénominateur de l'équation (2.12), en $-e_{ech} \text{lap} T_{ech}$, est tracé en cyan. Pour simplifier les figures, le terme en $-e_P k_P \text{lap} T_{ech}$ n'est pas tracé car il est quasiment nul. En effet, on voit que le terme en $-e_{ech} \text{lap} T_{ech}$ (cyan) est très faible, et comme $e_{ech} \approx 5 \cdot 10^{-4} \gg e_P k_P \approx 7.5 \cdot 10^{-6}$, ce terme au numérateur n'a pas de poids sur l'estimation de k .

Pour écrire l'équation (2.12), rappelons que l'hypothèse $T_1 = T_2$ est nécessaire, et que nous utilisons les derniers instants de l'expérience (état quasi stationnaire) car c'est le moment où le laplacien est le plus important. En effet, on voit sur les Figs. 2.29.d, 2.29.e et 2.29.f (courbes bleues : terme proportionnel au laplacien) que le laplacien est faible au début de l'expérience et augmente au fur et à mesure de l'expérience.

Les instants où $T_{ref} = T_{ech}$ à l'équilibre sont présentés à l'aide des flèches horizontales sur les Figs. 2.29.a, 2.29.b et 2.29.c et par les traits verticaux sur les Fig. 2.29.d, 2.29.e et 2.29.f. Pour l'expérience Ti - Va, lorsque $T_{ref} = T_{ech}$, les deux échantillons sont dans un état stationnaire. Le laplacien des deux échantillons est maximal et les termes en $\rho C \dot{T}$ sont quasi nuls, comme représenté sur la Fig. 2.29.d. Ainsi, les termes au numérateur et au dénominateur sont donnés par les termes en laplacien. Pour l'échantillon de marten-site, une situation équivalente est obtenue. L'échantillon de Ti étant le plus chaud, pour avoir $T_{ref} = T_{ech}$, l'échantillon de M n'est pas encore complètement à l'équilibre, et le terme au dénominateur ($-e_M \text{lap} T_M$) n'est pas maximal (voir Fig. 2.29.e). Une erreur sur l'estimation du laplacien de l'échantillon de M induira donc une assez grande erreur sur l'estimation de k . Le terme au numérateur est lui composé principalement du terme en laplacien, mais aussi du terme en $\rho_M C_M \dot{T}_M$ qui en représente environ un tiers. En ce qui

concerne l'échantillon d'austénite, pour obtenir $T_{ref} = T_{ech}$, l'échantillon d'A est encore dans un état où la vitesse de refroidissement est importante, et où le laplacien est faible. Le terme au dénominateur est donc petit, et le terme au numérateur est grand, composé de façon équivalente du terme en $lap T_{Ti}$ et en $\dot{T}_A$, induisant une grande sensibilité du calcul. En effet, dans le cas du Va, l'erreur est uniquement due à celle faite sur les termes en laplacien alors que les termes en $\dot{T}$ interviennent dans le cas du NiTi.

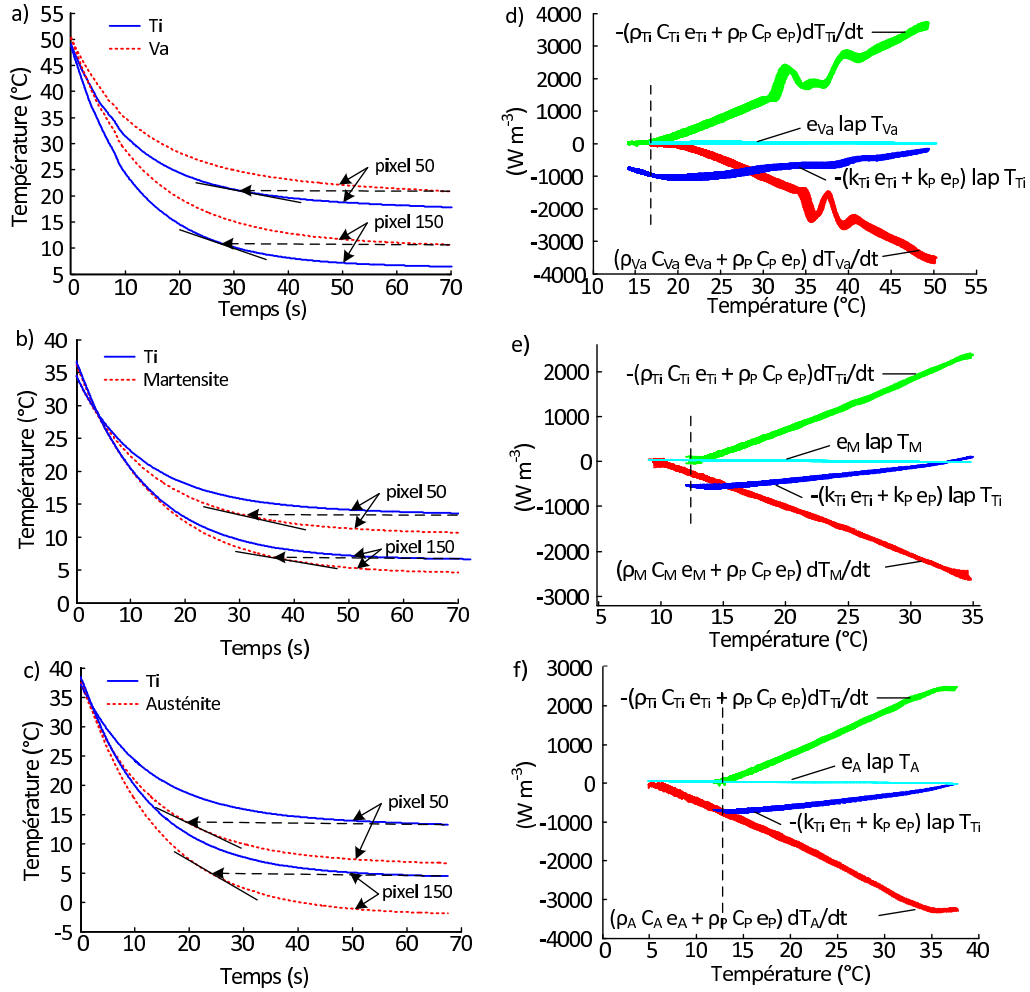


FIGURE 2.29: Mise en évidence des problèmes de calculs liés aux hypothèses. Courbes de refroidissement des échantillons de a) Ti - Va, b) Ti - M et c) Ti - A. Termes intervenant dans l'estimation de la conductivité thermique de l'échantillon de d) Va, de e) M et de f) A pour les pixels 50 à 70.

Pour remédier à ce problème expérimental, et être plus précis sur la méthode, il serait intéressant de concevoir une expérience légèrement modifiée dans laquelle le laplacien est plus important et où les échantillons ont la même température au début et à la fin de l'expérience. Ainsi, à la fin de l'expérience, seuls les termes en laplacien liés à la conductivité thermique des matériaux interviendraient. Pour arriver à un tel résultat, il serait intéressant d'avoir une masse thermique plus petite, qui soit insérée dans l'enceinte avec l'échantillon, et qui refroidisse avec ce dernier mais à une vitesse plus faible.

Mentionnons que les résultats seront discutés dans la section " Bilan " de ce chapitre.

Ils seront également comparés aux valeurs estimées par des méthodes de référence qui vont maintenant être présentées.

2.5 Estimation des propriétés thermophysiques du NiTi par des méthodes de référence

En parallèle des méthodes d'estimations proposées pour obtenir les valeurs de C et k du NiTi, nous avons utilisé les méthodes plus classiques suivantes :

- mesure de capacité thermique par DSC,
- mesure de la diffusivité thermique par méthode laser flash (avec mesure en face avant),
- mesure de la conductivité thermique par méthode 3ω

Les méthodes seront tout d'abord appliquées aux échantillons de référence précédemment présentés (Titane et Vanadium). Les propriétés thermophysiques du NiTi seront ensuite étudiées par ces méthodes.

Les résultats obtenus par les méthodes de références et par la méthode TFM seront enfin comparés dans la section "Bilan" de ce chapitre.

2.5.1 Estimation de la capacité thermique C par DSC

Dans le cas des AMF, la DSC est une technique communément utilisée pour déterminer les températures de transformation. Elle permet également de mesurer l'énergie échangée pendant cette transformation. Le principe de la mesure de capacité thermique par DSC va tout d'abord être présenté. La méthode sera ensuite validée grâce aux échantillons de Titane et de Vanadium. Finalement, la capacité thermique des échantillons de NiTi sera estimée.

2.5.1.1 Principe de la mesure de la capacité thermique par DSC

Rappelons tout d'abord que :

(i) un échantillon de masse m , balayé à une vitesse $\dot{T}$ constante, reçoit un flux de chaleur :

$$\phi = \frac{dQ}{dt} = \frac{dH}{dt} = mC_p\dot{T}. \quad (2.13)$$

(ii) la DSC utilisée (TA Q200) mesure la différence entre le flux apporté à l'échantillon étudié (creuset + ech : noté $c_1 + e$) et le flux apporté à la référence (creuset vide : noté c_2) : $\Delta\phi = \phi_{c_1+e} - \phi_{c_2} = \phi_{c_1} + \phi_e - \phi_{c_2}$.

(iii) pour mesurer le flux de chaleur à apporter à un échantillon seul, il est indispensable de calibrer l'instrument avec les creusets à vide de sorte à obtenir :

$$\Delta\phi_1 = \phi_{c_1} - \phi_{c_2}. \quad (2.14)$$

La mesure avec l'échantillon à étudier permet d'obtenir :

$$\Delta\phi_2 = \phi_{c_1+e} - \phi_{c_2} = \phi_{c_1} + \phi_e - \phi_{c_2}. \quad (2.15)$$

Ensuite, en supposant que la ligne de base ne change pas (ϕ_{c_1} et ϕ_{c_2} sont égaux lors des deux expériences), par soustraction des deux signaux expérimentaux, il est possible d'obtenir :

$$\Delta\phi_2 - \Delta\phi_1 = \phi_{c_1+e} - \phi_{c_1} = \phi_e, \quad (2.16)$$

ce qui correspond au flux de chaleur à apporter à l'échantillon seul (ϕ_e).

Ainsi, afin de mesurer les capacités thermiques de différents matériaux, le protocole décrit par la suite a été suivi. Les signaux obtenus sont présentés sur la Fig. 2.30. Une DSC avec les deux creusets vides est tout d'abord effectuée pour mesurer la différence $\Delta\phi_1$ entre les deux creusets utilisés tout au long des mesures (pointillés bleus sur la Fig. 2.30.a). Ensuite, le flux de chaleur d'un échantillon de référence ($\Delta\phi_2$) est mesuré (courbe rouge sur la Fig. 2.30.a). Dans notre cas, il s'agit d'un échantillon de saphir de masse $m_s = 21.80mg$. A partir de ces deux signaux, une mesure de la capacité thermique du saphir (C_{Sexp_1}) est déterminée :

$$C_{Sexp_1} = \frac{\Delta\phi_2 - \Delta\phi_1}{m_s \dot{T}} = \frac{\phi_{Sexp_1}}{m_s \dot{T}}, \quad (2.17)$$

où $\dot{T}$ est la vitesse de chauffage et de refroidissement. Tout au long de l'étude une vitesse de $\dot{T} = 20 \text{ Kmin}^{-1}$ est utilisée. Le résultat ainsi obtenu est présenté sur la Fig. 2.30.b (courbe rouge). La capacité thermique obtenue expérimentalement C_{Sexp_1} est ensuite comparée à la valeur théorique C_{Sth} (courbe bleu Fig. 2.30.b), afin de déterminer le coefficient de calibration K :

$$K(T) = \frac{C_{Sth}}{C_{Sexp_1}}. \quad (2.18)$$

Ce coefficient K est présenté sur la Fig. 2.30.c. Dans notre cas, ce coefficient est très proche de 1 au refroidissement et au chauffage. La correction à apporter est donc minime. L'échantillon à étudier est placé dans le creuset c_1 à la place de l'échantillon en saphir. Le flux de chaleur de l'échantillon à étudier $\Delta\phi_{ech}$ est mesuré et permet d'obtenir la capacité thermique :

$$C_{ech} = K \frac{\Delta\phi_{ech} - \Delta\phi_1}{m_{ech} \dot{T}}, \quad (2.19)$$

où m_{ech} est la masse de l'échantillon étudié.

Dans un premier temps, la méthode a été vérifiée avec un second échantillon de saphir de masse $m_s = 26.07mg$. Le résultat est présenté sur la Fig. 2.30.d, et comparé à la valeur de référence. Ainsi, la valeur C_{Sexp_2} pour cet échantillon de saphir est très proche de la valeur C_{th} au refroidissement et au chauffage.

Quelques **précautions** ont été prises afin de réaliser une mesure quantitative de capacité thermique :

1. les mêmes creusets sont utilisés tout au long de l'étude. Ils servent à calibrer l'expérience, et en changer modifierait la ligne de base (Fig. 2.30.a en pointillés bleus) créant une erreur de mesure. Afin de déséquilibrer le moins possible le flux de chaleur entre les deux creusets, leurs masses doivent être similaires. Certains auteurs préconisent une différence de masse entre les deux creusets inférieure à 0.01 mg [Saiter *et al.*, 2008],

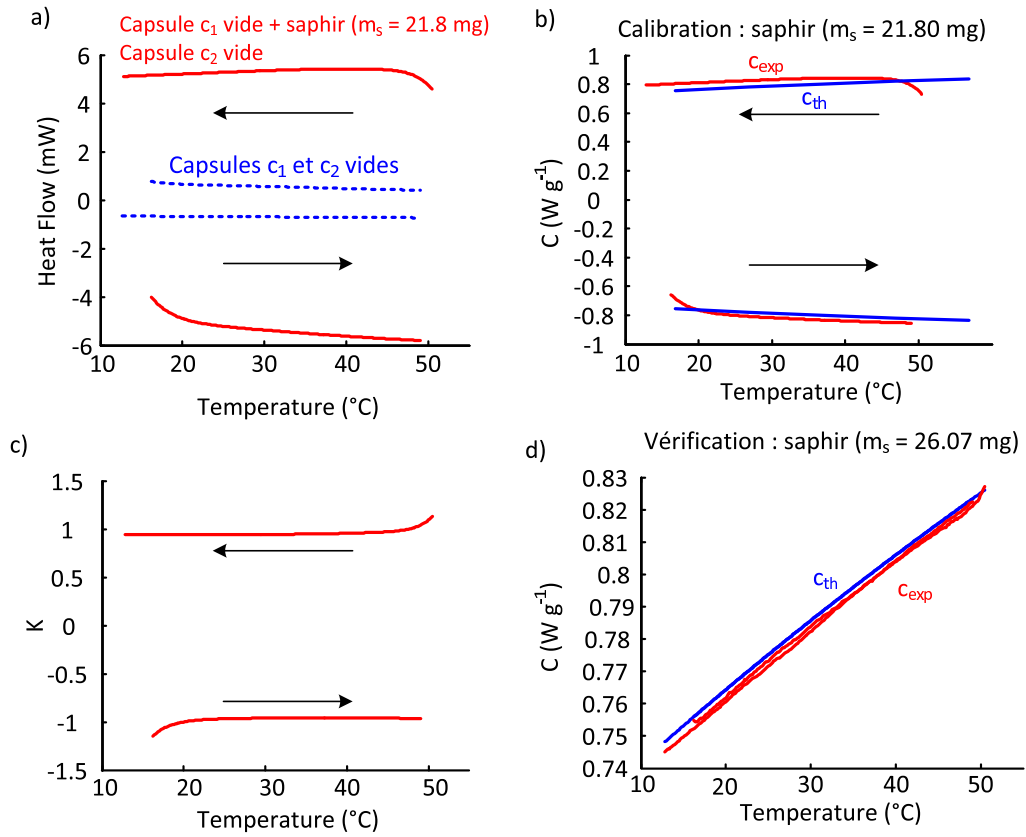


FIGURE 2.30: Mesure de capacité thermique par DSC entre 20 et 50 °C : a) Mesure des flux thermiques des capsules à vide et des capsules de l'échantillon de référence (saphir de masse $m_s = 21.80$ mg). b) Estimation de la capacité thermique de l'échantillon de référence et c) calcul du coefficient correcteur K . d) Vérification de la calibration avec un échantillon de saphir de masse $m_s = 26.07$ mg.

2. les paramètres de la procédure, vitesse de chauffe et de refroidissement ($\dot{T}$) et gamme de température étudiée, doivent être les mêmes tout au long de la mesure,
3. il est conseillé de ne pas bouger les creusets lors du changement d'échantillon. Avec le matériel à disposition, cette précaution n'a pas pu être prise rigoureusement,
4. il est préconisé de fermer les creusets avec un couvercle. Ceci nécessite de le retirer et de le remettre pour changer d'échantillons. Il faut ensuite replacer le creuset de façon identique ! Avec le matériel dont nous disposons, il nous a été difficile de respecter ces préconisations. Nous avons donc fait le choix de ne pas utiliser de couvercle. La répétabilité de la mesure a été testée sans ces précautions. La DSC était mise en route 24 heures avant le début des mesures afin que l'instrument soit stabilisé en température.
5. une masse d'échantillon trop faible induit une erreur plus grande sur la mesure de C . En effet, si ϕ_1 (flux de chaleur à apporter aux creusets) est du même ordre de grandeur que le flux $\Delta\phi_2 - \Delta\phi_1$, alors l'erreur faite sur la mesure de $\Delta\phi_1$ aura une plus grande importance. En revanche, si $\Delta\phi_2 \gg \Delta\phi_1$, alors l'erreur faite sur $\Delta\phi_1$ sera négligeable. Comme les flux sont proportionnels à la masse de l'échantillon, nous avons donc choisi d'utiliser des masses d'échantillons assez élevées, de l'ordre de 30

à 40 mg pour ces mesures.

2.5.1.2 Estimation de la capacité thermique

a) Matériau

La méthode classique présentée précédemment a été utilisée pour mesurer la capacité thermique des différents matériaux utilisés. Pour chacun d'entre eux, l'expérience est répétée cinq fois et la capacité thermique est mesurée au refroidissement et au chauffage pour chaque expérience. La méthode est tout d'abord utilisée pour estimer la capacité thermique des échantillons de Titane et de Vanadium entre 10 et 40°C. Les échantillons de NiTi présentés sur la Fig. 2.10 sont ensuite étudiés entre 10 et 40°C puis entre 100 et 130°C. Les échantillons utilisés pour réaliser les mesures par DSC ont été découpés en forme de disque dans des plaques. La couche d'oxyde à la surface des échantillons a été retirée avec du papier de verre. La masse des échantillons est de $m_{Ti} = 40.90$ mg, $m_{Va} = 50.84$ mg, $m_{NiTiM} = 43.52$ mg et $m_{NiTiA} = 35.40$ mg pour les échantillons de Titane, Vanadium, NiTi M (voir Fig 2.10.a) et NiTi A (voir Fig 2.10.b) respectivement.

b) Estimation de la capacité thermique des échantillons de référence

La méthode classiquement utilisée, présentée précédemment, a été validée sur les échantillons de référence (Titane et Vanadium) utilisés pour estimer C et k dans la méthode TFM. Les résultats obtenus par DSC sont présentés sur la Fig. 2.31.a pour le Titane et 2.31.b pour le Vanadium, pour des températures comprises entre 10 et 40°C. Les courbes bleues représentent la mesure de C obtenue lors du refroidissement alors que les courbes rouges représentent celles obtenues au chauffage. Aucune différence significative entre la mesure au chauffage et au refroidissement n'est observée.

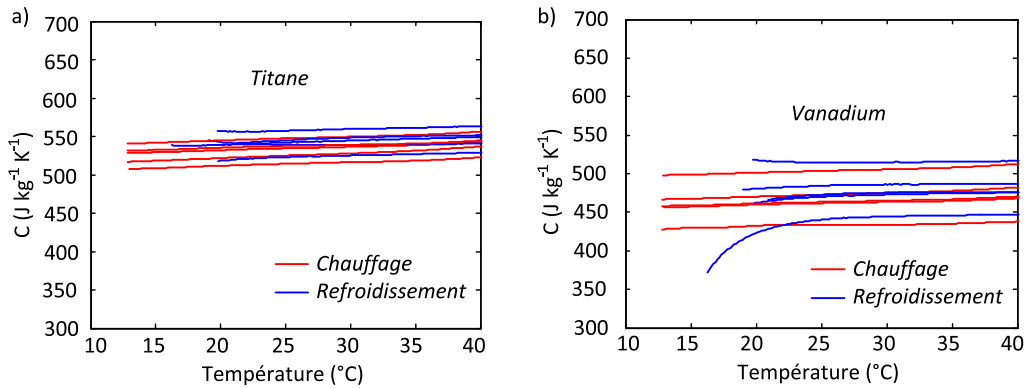


FIGURE 2.31: Mesure de la capacité thermique par DSC entre 10 et 40°C : a) Capacité thermique du Titane et b) Capacité thermique du Vanadium.

Malgré les précautions prises pour faire une mesure de C convenable, une dispersion importante apparaît sur l'ensemble des résultats présentés. Les capacités thermiques du Titane et du Vanadium sont estimées respectivement à $C_{Ti} = 530 \pm 30 J kg^{-1} K^{-1}$ et $C_{Va} = 480 \pm 40 J kg^{-1} K^{-1}$ à 25 $^{\circ}C$. Ces mesures sont en accord avec les valeurs de la littérature ($C_{Ti}^{littérature} = 537 \pm 17 J kg^{-1} K^{-1}$ et $C_{Va}^{littérature} = 492 \pm 12 J kg^{-1} K^{-1}$) qui sont néanmoins discutables, puisqu'aucune incertitude de mesure n'est donnée par

les auteurs. Dans notre cas, la dispersion sur les mesures réalisées est de l'ordre de 10 à 15%.

Cependant, si la dispersion est importante sur les valeurs moyennes de C à une température donnée, les courbes sont bien parallèles et permettent de déterminer la dépendance du matériau avec la température. La variation de C avec la température est bien croissante pour ces deux matériaux et estimée à $0.43 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-2}$ et à $0.37 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-2}$ pour le Titane et le Vanadium respectivement. Ces variations sont en accord avec celles données dans [Hultgren *et al.*, 1964] où la variation de C avec la température est estimée à $0.44 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-2}$ et à $0.39 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-2}$ pour le Titane et pour le Vanadium respectivement.

c) Estimation de la capacité thermique des échantillons de NiTi

Les capacités thermiques des échantillons de NiTi obtenues par DSC sont présentées sur la Fig. 2.32. Les mesures ont été faites entre 10 et 40°C (Figs. 2.32.a et 2.32.b) de façon à avoir le matériau 1 (voir Fig. 2.10.a) en phase martensitique et le matériau 2 (voir Fig. 2.10.b) en phase austénitique. Elles ont ensuite été mesurées entre 100 et 130°C (Figs. 2.32.c et 2.32.d), de façon à avoir les deux matériaux en phase austénitique.

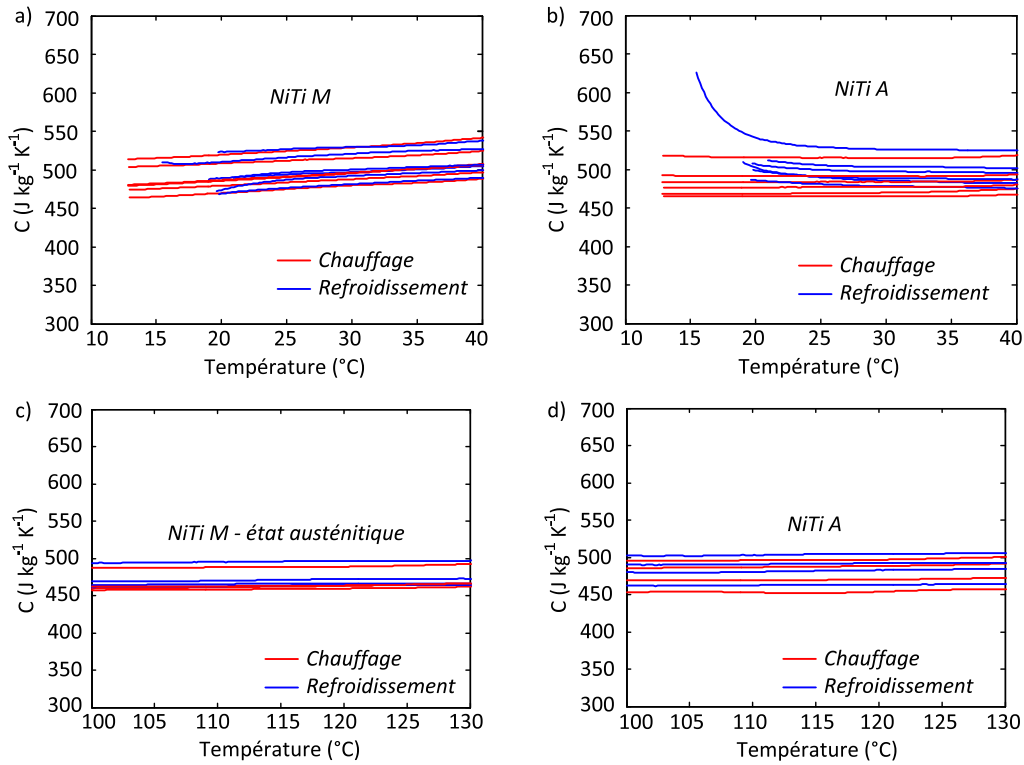


FIGURE 2.32: Mesure de la capacité thermique de : a) l'austénite à partir du matériau 1 (voir Fig. 2.10.a), b) la martensite à partir du matériau 2 (voir Fig. 2.10.b) à température ambiante entre 10 et 40°C et de l'austénite entre 100 et 130°C à partir c) du matériau 1 et d) du matériau 2.

A température ambiante, la capacité thermique de la martensite est estimée à $C_M = 500 \pm 30 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ et celle de l'austénite à $C_A = 490 \pm 30 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$. A plus haute température, entre 100 et 130°C , la capacité thermique de l'austénite est mesurée à $C_A = 480 \pm 30 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ pour les deux matériaux. En ce qui concerne la variation

de la capacité thermique avec la température, elle est estimée à $0.93 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-2}$ pour la martensite. Pour l'austénite, C_A est constant au chauffage et légèrement décroissant au refroidissement avec une valeur de pente estimée à $-0.26 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-2}$. A haute température (100 et 130°C), l'évolution de C avec la température est quasi nulle.

Pour le matériau 2, la capacité thermique de l'austénite à température ambiante est supérieure à la valeur obtenue dans l'intervalle $100\text{-}130^\circ\text{C}$. La capacité thermique de l'austénite semble donc bien décroître avec la température, tout au moins dans la gamme de température étudiée.

2.5.2 Estimation de la diffusivité thermique

Des mesures de diffusivités thermiques ont été réalisées dans le laboratoire TREFLE de Bordeaux, en collaboration avec C. Pradère, à partir de la méthode décrite dans [Pradere *et al.*, 2011; Clerjaud, 2010; Ayvazyan *et al.*, 2010]. Une impulsion laser chauffe le matériau, créant un champ de température hétérogène à la surface de l'éprouvette. Le post-traitement dans l'espace de Fourier de ce champ de température, mesuré par une caméra IR, permet d'estimer la diffusivité thermique du matériau. Le dispositif expérimental et la méthode de post-traitement vont tout d'abord être rapidement décrits. La méthode va ensuite être étudiée sur un échantillon de référence, puis appliquée aux différents matériaux (Ti, Va, NiTi) utilisés précédemment.

a) Dispositif expérimental

Le principe de l'expérience est représenté sur la Fig. 2.33. Le montage utilisé est détaillé sur la Fig. 2.33.a. Un laser envoie des pulsations assimilées à des pics de Dirac sur un échantillon placé sur une plaque isolante (liège). Une caméra IR enregistre l'évolution de la température et la diffusion de la chaleur dans le matériau. Le laser est positionné de façon à illuminer le centre de l'échantillon comme présenté sur la Fig. 2.33.b. Dans la suite de l'étude les données ne seront pas indiquées en $^\circ\text{C}$ mais en niveau informatique NI (signal proportionnel au rayonnement thermique reçu par la caméra).

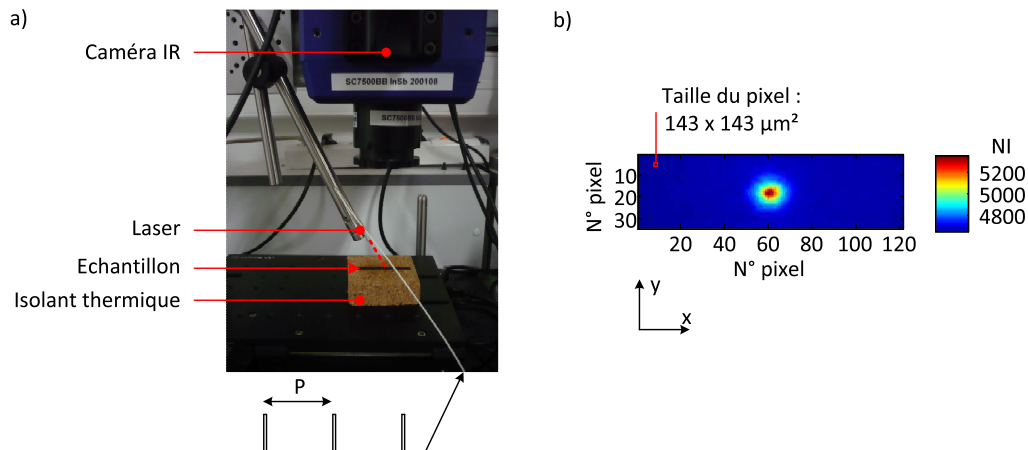


FIGURE 2.33: a) Principe de l'expérience et dispositif expérimental utilisé. b) Image à un instant donné de l'échauffement de l'éprouvette suite au pulse laser.

A partir de l'expérience présentée précédemment, les différentes réponses pouvant être obtenues sont présentées sur la Fig. 2.34. Si l'échantillon de longueur L , largeur l et d'épaisseur e est tel qu'il est possible de considérer que le milieu est semi-infini 3D et que le matériau est isotrope, la réponse en température est représentée sur la Fig. 2.34.a. Les isothermes sont circulaires autour de la zone d'impact du laser représentée par le cercle rouge. On se trouve alors dans un cas 3D. Dans le cas où l'épaisseur est faible, il est possible de considérer que la température est quasi homogène dans l'épaisseur comme représenté sur la Fig. 2.34.b. Le problème peut alors être considéré comme semi infini plan. Les isothermes sont alors circulaires dans le plan considéré si le matériau est isotrope. Si l'échantillon est tel que $L \gg l \gg e$, on se retrouve alors dans un cas quasi 1D représenté sur la Fig. 2.34.c. La température est homogène dans l'épaisseur et les isothermes sont perpendiculaires (ou quasi perpendiculaires) à la direction principale de l'échantillon.

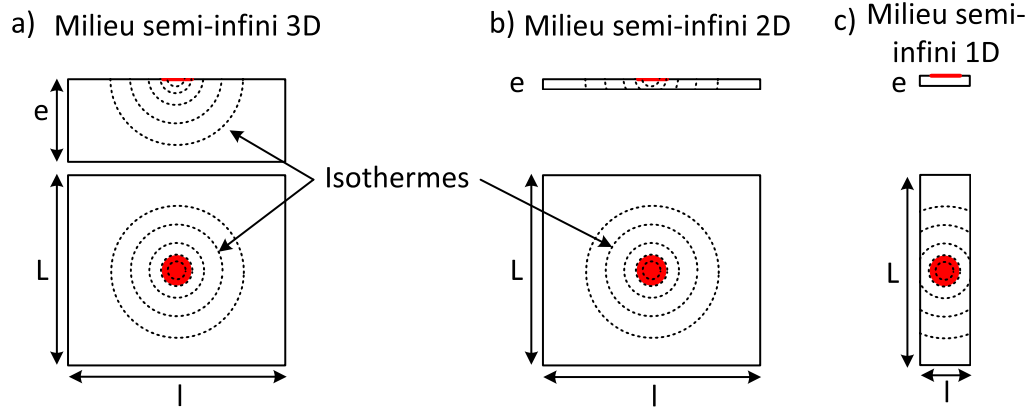


FIGURE 2.34: Réponse thermique d'un échantillon isotrope pour : a) un milieu semi infini 3D, b) un milieu plan semi infini 2D et c) un milieu semi infini 1D.

Dans l'étude qui sera présentée, les échantillons utilisés sont tels que $e \approx 510\mu m$, $l \approx 5mm$ et $L \approx 50mm$. Avec ce type de géométrie, l'observation est plutôt 1D. L'échantillon étudié est soumis à un échauffement par le laser d'une durée de 50 ms toutes les 5 s. La caméra IR enregistre le signal avec une fréquence d'acquisition $f_{acq} = 1\,000$ Hz. La réponse thermique pour un échantillon de référence (le Titane) est présentée sur la Fig. 2.35. L'évolution du maximum du champ de température est tracée sur la Fig. 2.35.a. Au début, l'échantillon est bien à une température constante. L'impulsion laser fait augmenter la température de l'échantillon. Le refroidissement naturel de l'échantillon est ensuite observé. A la fin de l'essai, la température maximale de l'échantillon est égale à la température avant l'impulsion. L'équilibre thermique est donc bien retrouvé. Les images thermiques à différents instants de l'expérience sont présentées sur la Fig. 2.35.b. La première image correspond à l'instant initial où le faisceau laser touche l'échantillon et la deuxième correspond à l'instant où le faisceau est arrêté. Les instants c, d et e montrent l'évolution de la température pendant le refroidissement naturel de l'échantillon. Pendant les deux premiers instants la tache liée au chauffage par le laser est bien circulaire, ce qui permet d'assimiler ce type de résultat à un cas 3D ou 2D. A l'instant c, les isothermes touchent les bords latéraux

de l'échantillon. La chaleur ne pouvant plus se dissiper dans la direction transverse de l'échantillon, elle va se dissiper selon la direction principale de l'échantillon. En effet, aux instants d et e, les isothermes deviennent perpendiculaires à l'axe principal de l'échantillon. Un cas 1D est alors étudié.

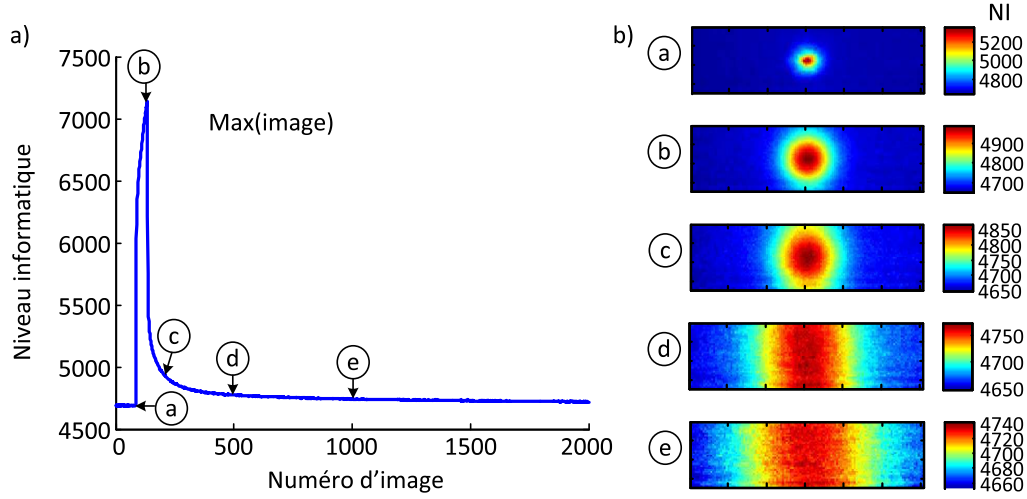


FIGURE 2.35: a) Évolution de la température maximum au cours de l'essai. b) Cartographie de la température à différents instants représentés sur la Fig. 2.35.a.

b) Matériau

Les échantillons utilisés sont identiques à ceux utilisés en DSC et TFM (Titane, Vanadium, NiTi M et NiTi A). Les dimensions des éprouvettes sont toujours égales à $L \times l = 50 \times 5 \text{ mm}^2$. L'épaisseur des éprouvettes est donnée dans la table 2.3, ainsi que leurs propriétés thermophysiques. Précisons que dans ce tableau, M correspond à l'échantillon en phase martensitique, $A_{//}$ à l'échantillon d'austénite coupé dans le sens parallèle au sens de laminage et $A_{\perp}$ correspond à un échantillon coupé dans le sens perpendiculaire au sens de laminage.

	e (μm)	ρ (kgm^{-3})	C ($\text{Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$)	k ($\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)	$k/\rho C$ (m^2s^{-1}) (littérature)
Ti	515 +/- 2	4500	537+/-17	19.5+/-2.5	8.09 +/- 1.31 10-6
Va	505 +/- 1	6000	492+/-12	32+/-4	1.09+/-0.16 10-5
NiTi M (Fig. 2.10.a)	386 +/- 10	6500	520+/-30	-	-
NiTi $A_{//}$ (Fig. 2.10.b)	345 +/- 3	6500	520+/-30	-	-
NiTi $A_{\perp}$ (Fig. 2.10.b)	345 +/- 3	6500	520+/-30	-	-

TABLE 2.3: Dimensions et propriétés thermophysiques des matériaux utilisés [Hultgren *et al.*, 1964; Sukhanov and Tsikovin, 1967; Combres, 2012; Heubner, 1969; Granta, 2010; Matweb, 2012].

c) Méthode

Expression analytique générale

L'expression analytique de la réponse thermique à un échauffement par une source ponctuelle instantanée imposée sur la face avant d'un matériau isotrope semi infini 3D est donnée par la relation :

$$T(x, y, z, t) = \frac{Q}{\rho C} \frac{\exp(\frac{x^2}{4a_x t})}{\sqrt{\pi a_x t}} \frac{\exp(\frac{y^2}{4a_y t})}{\sqrt{\pi a_y t}} \frac{\exp(\frac{z^2}{4a_z t})}{\sqrt{\pi a_z t}}, \quad (2.20)$$

où T est la température de l'échantillon au point de coordonnées (x, y, z) et à l'instant t , Q est l'énergie de l'impulsion (J), ρ et C sont respectivement la masse volumique et la capacité thermique du matériau. Les constantes a_x , a_y , a_z sont les diffusivités thermiques dans les directions x,y,z ($m^2 s^{-1}$). Sur la surface supérieure (surface observée par la caméra IR), il vient :

$$T(x, y, z = 0, t) = \frac{Q}{\rho C} \frac{1}{\sqrt{\pi a_z t}} \frac{\exp(\frac{x^2}{4a_x t})}{\sqrt{\pi a_x t}} \frac{\exp(\frac{y^2}{4a_y t})}{\sqrt{\pi a_y t}}, \quad (2.21)$$

Dans le cas semi infini plan 2D, le champ de température est donné par la solution analytique :

$$T(x, y, t) = \frac{Q}{\rho C e} \frac{\exp(\frac{x^2}{4a_x t})}{\sqrt{\pi a_x t}} \frac{\exp(\frac{y^2}{4a_y t})}{\sqrt{\pi a_y t}}. \quad (2.22)$$

Température moyenne de l'échantillon

A partir de ces expressions, il est possible de calculer la valeur moyenne de la température sur la surface de l'échantillon observé par la caméra IR dans le cas d'un milieu semi infini 3D à partir de l'éq. 2.21 :

$$\langle\langle T(x, y, z = 0, t) \rangle\rangle_{x>y} = \frac{1}{lL} \int_0^L \left(\int_0^l T(x, y, z = 0, t) dx \right) dy = \frac{Q}{\rho C l L} \frac{1}{\sqrt{\pi a_z t}}, \quad (2.23)$$

où l et L sont respectivement la largeur et la longueur de l'échantillon. Dans un cas plan à partir de l'éq. 2.22, la température moyenne est :

$$\langle\langle T(x, y, t) \rangle\rangle_{x>y} = \frac{1}{lL} \int_0^L \left(\int_0^l T(x, y, t) dx \right) dy = \frac{Q}{\rho C l L e}. \quad (2.24)$$

Cette température moyenne est alors constante.

Passage dans l'espace de Fourier

Une façon de traiter le champ de température de la surface $T(x, y, z=0, t)$ est de considérer la transformée de Fourier en cosinus suivant les variables (x, y) :

$$\theta(\alpha_n, \beta_m, z = 0, t) = \int_0^L \left(\int_0^l T(x, y, z = 0, t) \cos(\alpha_n x) \cos(\beta_m y) dx dy \right), \quad (2.25)$$

où les pulsations α_n et β_m sont définies par $\alpha_n = \frac{n\pi}{L}$ et $\beta_m = \frac{m\pi}{l}$, avec n et m les fréquences discrètes dans les deux directions. La transformée de Fourier peut être appliquée si le chauffage est une pulsation. Il n'est pas nécessaire que la source de chaleur soit ponctuelle. Dans le cas d'une source ponctuelle, la transformée de Fourier de l'éq. 2.21 est :

$$\theta(\alpha_n, \beta_m, z = 0, t) = \frac{Q}{\rho C} \frac{1}{\sqrt{\pi a_z t}} \exp(-a_x \alpha_n^2 t) \exp(-a_y \beta_m^2 t). \quad (2.26)$$

Dans le cas purement 2D, la transformée de Fourier de l'éq. 2.22 est :

$$\theta(\alpha_n, \beta_m, t) = \frac{Q}{\rho C e} \exp(-a_x \alpha_n^2 t) \exp(-a_y \beta_m^2 t). \quad (2.27)$$

Il est ensuite possible de calculer la transformée dans une direction préférentielle. Dans le cas où la direction x est choisie, il vient dans le cas du milieu semi infini 3D :

$$\theta(\alpha_n, \beta_m, z = 0, t) = \frac{Q}{\rho C} \frac{1}{\sqrt{\pi a_z t}} \exp(-a_x \alpha_n^2 t). \quad (2.28)$$

Dans le cas du milieu semi infini plan, il vient :

$$\theta(\alpha_n, \beta_m, t) = \frac{Q}{\rho C e} \exp(-a_x \alpha_n^2 t). \quad (2.29)$$

d) Résultats préliminaires sur un échantillon de Titane

A partir des mesures de température de surface $T(x, y, z = 0, t)$ effectuées par la caméra IR, la Fig. 2.36.a. représente l'évolution des profils de la température moyenne dans la direction $y < T(x, y, z = 0, t) >_y$ en fonction de l'abscisse x de l'éprouvette utilisée (Titane ici). On identifie sur cette image la longueur L de la zone étudiée centrée par rapport au pic. Dans l'exemple tracé sur la Fig. 2.36.a, $L=70$ pixels. Le choix de cette longueur pour le calcul de la diffusivité sera étudié par la suite.

La Fig. 2.36.b montre l'évolution de la température moyenne de l'échantillon en fonction du temps, dans un repère log-log. Après le chauffage, on note que la température évolue avec une pente de $-1/2$. Ces instants correspondent au cas où l'hypothèse de milieu semi infini 3D est vérifiée. En effet, à partir de l'éq. 2.23, on a :

$$\ln(<< T(x, y, z = 0, t) >_x >_y) = \ln\left(\frac{Q}{\rho C l L} \frac{1}{\sqrt{\pi a_z}}\right) - 1/2 \ln(t). \quad (2.30)$$

Dans l'étude présentée, il est possible de voir que l'évolution de type semi infini 3D est très courte. Elle représente environ de 3 à $5 \cdot 10^{-3}$ secondes, ce qui correspond à seulement 3 à 5 images thermiques. Cette zone ne sera donc pas analysée par la suite. Pour avoir plus d'informations sur cette zone, des méthodes d'hétérodynage auraient pu être appliquées.

Ensuite, la température moyenne est constante dans le repère log-log. L'échantillon se trouve alors dans un cas 2D ou 1D. De la même façon que précédemment, à partir de l'éq. 2.24 :

$$\ln(<< T(x, y, z = 0, t) >_x >_y) = \ln\left(\frac{Q}{\rho C l L e}\right). \quad (2.31)$$

A partir de la transformée de Fourier en cosinus des profils moyens de température dans une direction, ici dans la direction x (eq.2.28), on a :

$$\ln(\theta(\alpha_n, \beta_m = 0, z = 0, t)) = \ln\left(\frac{Q}{\rho C}\right) - a_x \alpha_n^2 t, \text{ avec } \alpha_n = \frac{n\pi}{L}. \quad (2.32)$$

Ainsi, sur les Figs. 2.37.a, 2.37.b et 2.37.c, la fonction $\ln(\theta)$ est tracée en fonction $\alpha_n^2 t$ pour les six premières fréquences de Fourier ($n=1$ à 6). Les coefficients a_x sont déterminés par régression linéaire pour différentes longueurs de fenêtre L , respectivement 70,

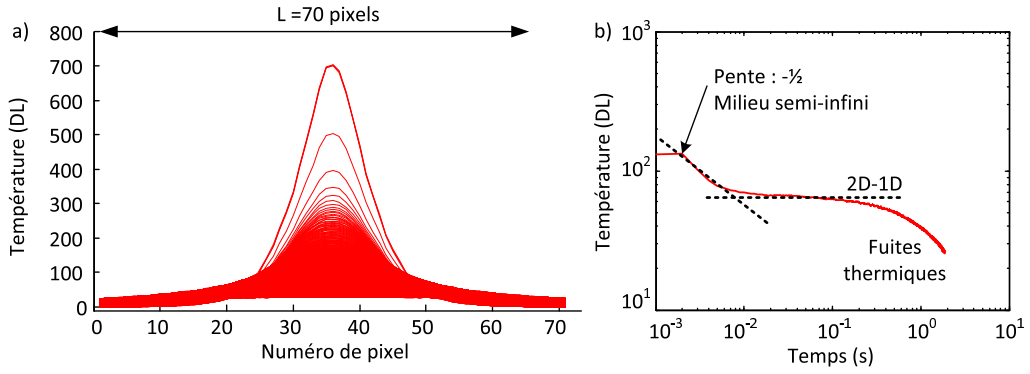


FIGURE 2.36: a) Évolution du profil thermiques selon l'axe x. b) Représentation log-log de la température moyenne mesurée (selon x et y).

95 et 120 pixels (Figs. 2.37.a, 2.37.b et 2.37.c). Les coefficients déterminés sont ensuite reportés sur la Fig. 2.37.d pour les six premières fréquences considérées. Les valeurs de la diffusivité moyenne, minimum et maximum de la littérature sont modélisées par les lignes en pointillés rouges sur la Fig. 2.37.d. Tout d'abord, notons que pour les faibles longueurs L de signal utilisé, seulement les 2 premières fréquences peuvent être obtenues. Plus la longueur L considérée augmente, plus la fonction $\ln(\theta)$ est linéaire en fonction de $\alpha_n^2 t$ pour les fréquences de plus haut degré. La linéarité de la fonction se voit en effet sur les Figs. 2.37.a, 2.37.b et 2.37.c (cf. droites tracées en bleues). Cependant, sur la Fig. 2.37.d, pour les faibles valeurs de L , les valeurs obtenues pour les petites fréquences sont en accord avec la littérature. Plus la longueur L de l'échantillon étudié augmente, plus les hautes fréquences sont estimées de façon convenable. En revanche, la première fréquence de Fourier est moins bien estimée voire complètement erronée.

e) Résultats

La méthode qui vient d'être résumée va maintenant être appliquée à l'ensemble des échantillons présentés précédemment (Ti, Va, NiTi A, NiTi M). Pour chaque échantillon, trois mesures sont réalisées. La diffusivité a_x est calculée et représentée sur les figures de gauche pour chaque échantillon, pour les six premières fréquences de Fourier pour une longueur L donnée. Pour un des essais, l'effet de la longueur L considérée est étudié. Elle est représentée sur les figures de droite.

Validation de la méthode

Les résultats obtenus pour les échantillons de références connues (Ti et Va) sont présentés sur la Fig. 2.38. Les Figs. 2.38.a.b. puis 2.38.c.d représentent la diffusivité estimée pour l'échantillon de Ti et Va respectivement. A la vue des résultats présentés sur la Fig. 2.38, les expériences semblent bien répétables. Comme précédemment, on remarque que pour une longueur L assez importante, la première fréquence est erronée. Plus la longueur L est importante plus la valeur estimée pour les fréquences 2 à 6 est correcte et stable. La valeur moyenne de la diffusivité est donc estimée à partir des valeurs des fréquences 2 à 6 pour des longueurs L assez importantes pour les deux matériaux. Sur les graphiques ci-dessous, la valeur moyenne estimée avec la méthode est représentée en bleu et les valeurs de diffusivités moyenne, minimum et maximum estimées à partir des données de la littérature sont représentées en rouge.

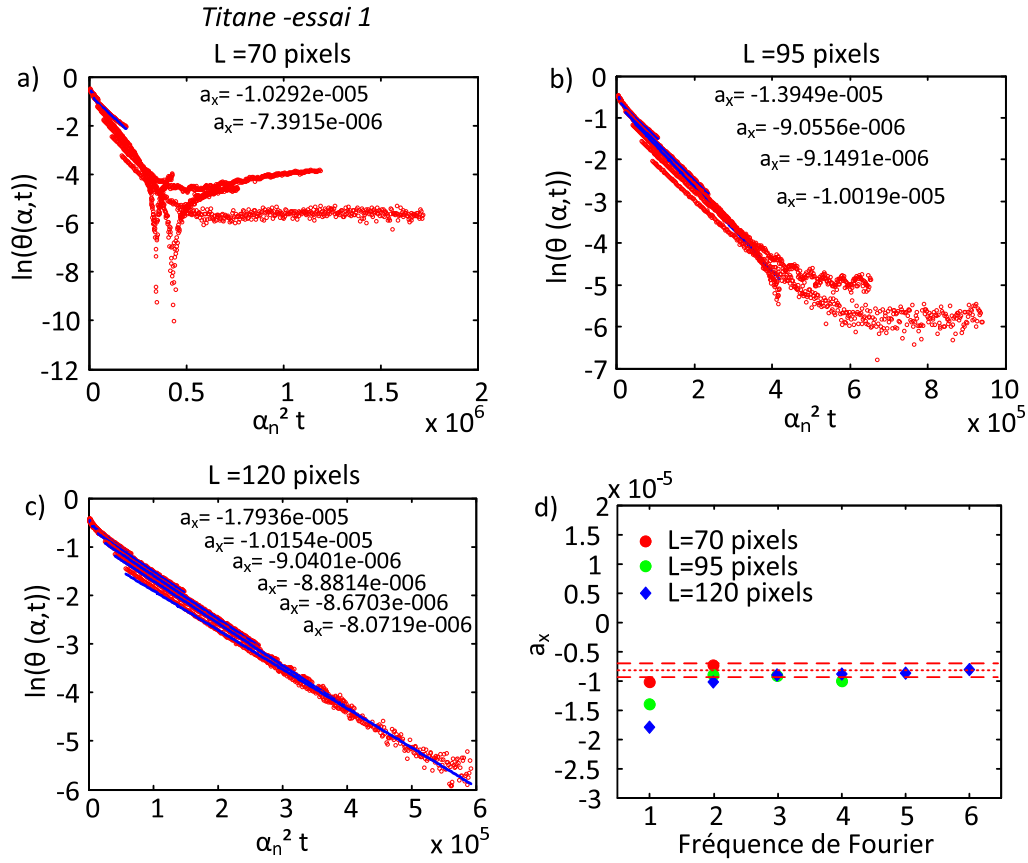


FIGURE 2.37: Effet du choix de la fenêtre de calcul de la transformée de Fourier dans la direction x . Représentation température normalisée vs temps pour les six premières fréquences de Fourier en utilisant une longueur de signal de a) $L=70$ pixels, b) $L=95$ pixels et c) $L=120$ pixels. d) Comparaison de six fréquences de Fourier pour les longueurs L considérées.

Les valeurs de diffusivité thermique relevées dans la littérature et estimées à partir de la méthode présentée ci-dessus sont résumées dans le tableau 2.4. A partir de la diffusivité thermique, connaissant la masse volumique ρ et la capacité thermique C du matériau étudié ($C_{Ti} = 537 Jkg^{-1}K^{-1}$ et $C_{Va} = 492 Jkg^{-1}K^{-1}$), la conductivité k est alors estimée. A partir de la Fig. 2.38 et du tableau 2.4, on remarque que les valeurs moyennes obtenues expérimentalement et théoriquement sont bien en accord. La dispersion sur les valeurs obtenues est cependant plus importante pour la méthode flash utilisée que celle relevée dans la littérature. Par la suite, la méthode flash sera donc considérée exacte en ce qui concerne la valeur moyenne de la diffusivité estimée.

	$k/\rho C$ (littérature) $m^2 s^{-1}$	$k/\rho C$ (mesurée) $m^2 s^{-1}$	k (mesurée) $W m^{-1} K^{-1}$
Ti	$0.80 \pm 0.12 \cdot 10^{-5}$	$0.87 \pm 0.18 \cdot 10^{-5}$	20
Va	$1.09 \pm 0.16 \cdot 10^{-5}$	$1.15 \pm 0.22 \cdot 10^{-5}$	34

TABLE 2.4: Diffusivités moyennes relevées dans la littérature et diffusivités estimées par la méthode flash pour les échantillons de référence. Estimation de la conductivité thermique des échantillons.

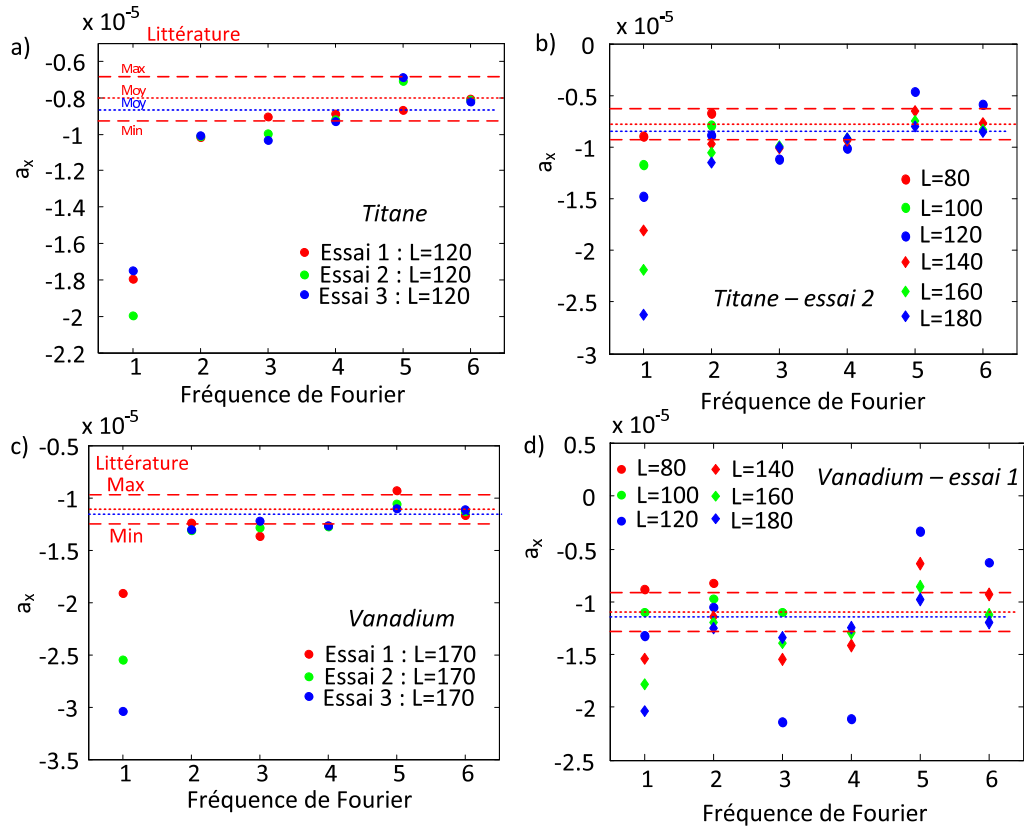


FIGURE 2.38: Estimation de la diffusivité des échantillons de a) Ti et c) Va pour les six premières fréquences de Fourier pour trois essais. b-d) Effet de la longueur L sur l'estimation de a_x .

Estimation de la diffusivité du NiTi

La méthode étant validée, elle est maintenant utilisée pour estimer la diffusivité des échantillons de NiTi présentés précédemment. Les résultats obtenus sont présentés sur la Fig. 2.39 de façon identique à ce qui a été fait précédemment, pour l'échantillon en état martensitique, l'échantillon d'austénite dans le sens parallèle (noté $A_{//}$) et perpendiculaire (noté $A_{\perp}$) au sens de la plaque utilisée. Une fois encore, on observe que la première fréquence est erronée et assez dépendante de la longueur L choisie. Plus L est important, plus la valeur de la diffusivité est stable pour les hautes fréquences.

Les valeurs moyennes obtenues sont répertoriées dans le tableau 2.5. La diffusivité moyenne de la martensite est ainsi évaluée à $0.44 \cdot 10^{-5} m^2 s^{-1}$ et celle de l'austénite à $0.39 \cdot 10^{-5} m^2 s^{-1}$. Il ne semble pas y avoir de différence significative entre l'austénite dans le sens parallèle ou perpendiculaire au sens de laminage. Connaissant la masse volumique du NiTi ($\rho = 6500 kg m^{-3}$), et à partir des valeurs moyennes des capacités thermiques $C_A = 490 J kg^{-1} K^{-1}$ et $C_M = 500 J kg^{-1} K^{-1}$, estimées par la méthode TFM, il est possible d'estimer la conductivité thermique de la martensite à environ $k_M = 14 W m^{-1} K^{-1}$ alors que la conductivité thermique de l'austénite est légèrement inférieure $k_A = 12 W m^{-1} K^{-1}$.

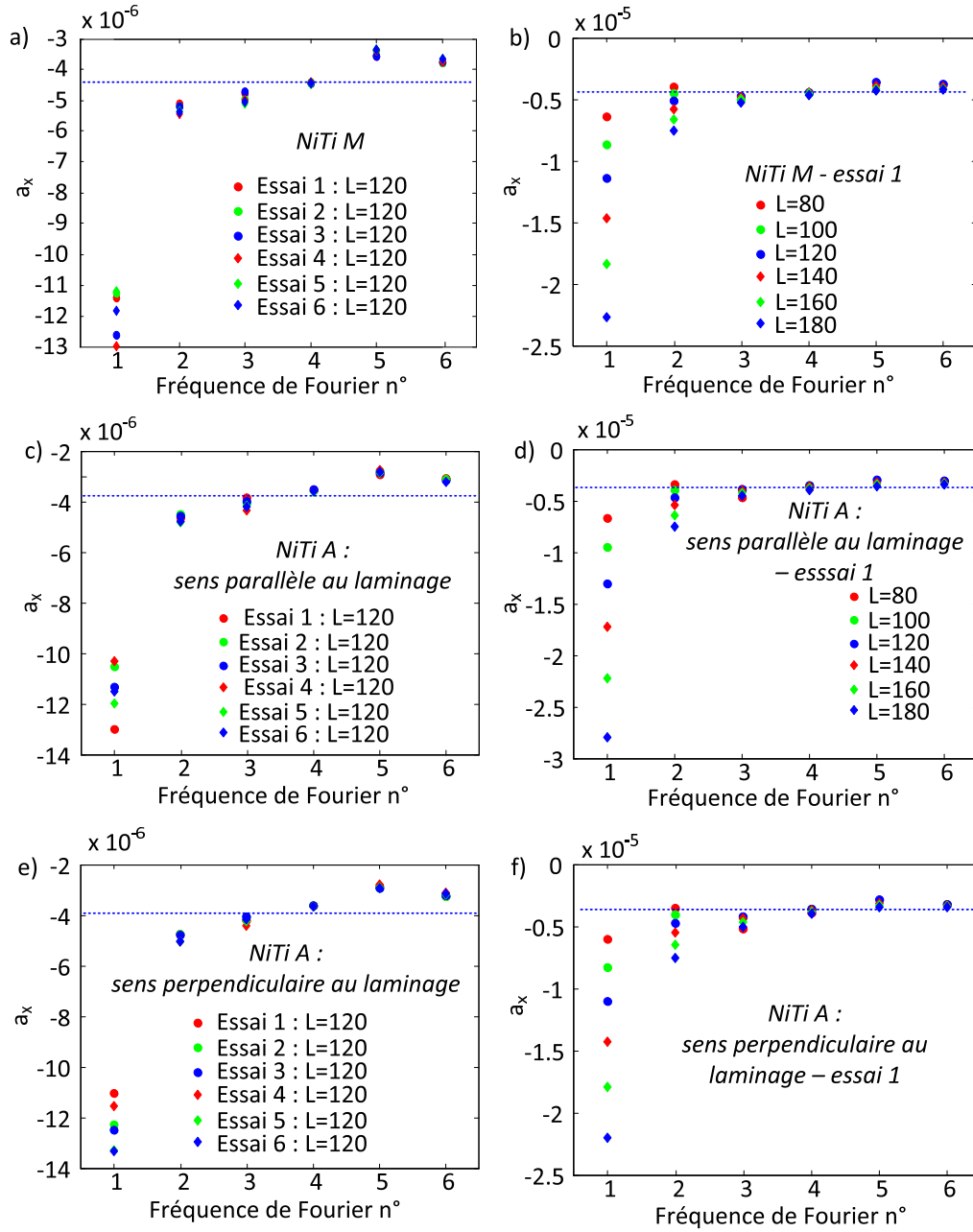


FIGURE 2.39: Estimation de la diffusivité des échantillons de a) martensite, c) austénite dans le sens parallèle au sens de laminage et e) austénite dans le sens perpendiculaire au sens de laminage, pour les six premières fréquences de Fourier et pour trois essais. b-d-f) Effet de la longueur L sur l'estimation de a_x .

	$k/\rho C$ (mesurée) $m^2 s^{-1}$	k $W m^{-1} K^{-1}$
$A_{//}$	$0.38 \pm 0.10 \cdot 10^{-5}$	12
$A_{\perp}$	$0.39 \pm 0.11 \cdot 10^{-5}$	12
M	$0.44 \pm 0.10 \cdot 10^{-5}$	14

TABLE 2.5: Diffusivités estimées de l'austénite et de la martensite par méthode flash.

2.5.3 Estimation de la conductivité thermique par la méthode 3ω

La méthode 3ω [Cahill, 1990] a été utilisée comme méthode de référence pour estimer la conductivité thermique. Cette méthode a déjà été utilisée pour déterminer la conductivité thermique des différentes phases du NiTi [Jain and Goodson, 2008; Chirtoc *et al.*, 2008] (voir Fig. 2.1). Les expériences étant complexes et nécessitant un matériel et un savoir faire spécifiques, elles ont été réalisées par Sébastien Gauthier, doctorant au laboratoire IES de l'université Montpellier 2 [Gauthier, 2012]. Avant de présenter les résultats, nous allons décrire rapidement la méthode.

2.5.3.1 Méthode et principe

Des échantillons de dimension $10 \times 10 \text{ mm}^2$ sont découpés dans les plaques, puis polis. Un dépôt de couche mince en nitrure de silicium est réalisé en salle blanche. Cette couche isole électriquement l'échantillon de la ligne métallique qui est ensuite déposée à la surface de l'échantillon (voir Fig. 2.40). Ce filament a une largeur de $10 \mu\text{m}$ (Fig. 2.40.a) et une longueur de 5 mm (Fig. 2.40.b). Le filament métallique est alimenté par un courant alternatif à une fréquence ω (connectique présentée sur la Fig. 2.40.a). La puissance dissipée par effet Joule génère une oscillation sinusoïdale dans la résistance électrique à une fréquence 2ω . La tension aux bornes du filament varie alors selon une harmonique de rang 3ω (mélange des signaux à la fréquence ω et 2ω). Cette harmonique est utilisée pour déduire l'amplitude des oscillations de température dans le spécimen. La variation de ces oscillations thermiques en fonction de la fréquence d'excitation permet d'obtenir la conductivité thermique de l'échantillon.

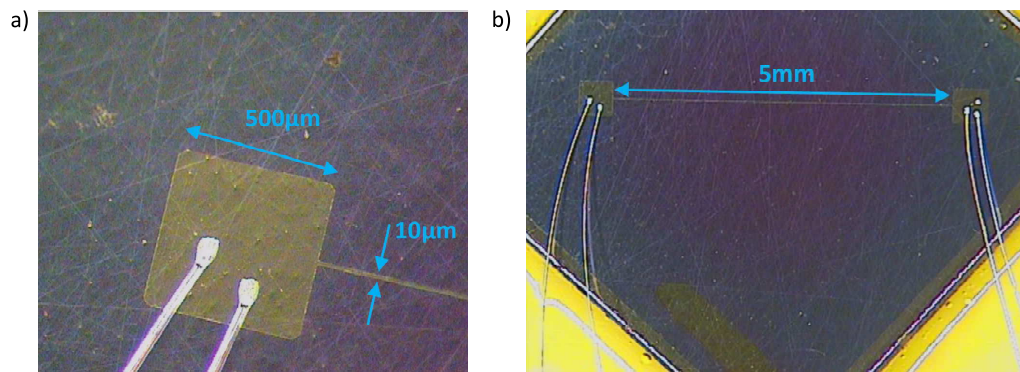


FIGURE 2.40: Dépôt d'un filament métallique sur un échantillon. a) Connectique de l'alimentation et b) filament. (photos réalisées par S. Gauthier)

Les mesures ont été réalisées sur l'ensemble des matériaux utilisés précédemment (Titane, Vanadium et NiTi), à température ambiante. L'erreur de mesure a été estimée par S. Gauthier à $\pm 5\%$. Sur un même échantillon, la répétabilité est de l'ordre de $10^{-3} \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

2.5.3.2 Résultats

Les résultats obtenus lors de cette étude sont répertoriés dans le tableau 2.6. Pour les échantillons de référence utilisés (Titane et Vanadium), la mesure est en accord avec les

valeurs de la littérature rappelées dans le tableau 2.3, ce qui permet de valider la méthode.

Échantillons	k ($Wm^{-1}K^{-1}$)
Ti	20.5
Va	33.6
Martensite	11.5
Austenite	10.3

TABLE 2.6: Conductivité thermique estimée par la méthode 3ω . (résultats obtenus par S. Gauthier)

Concernant les résultats pour les échantillons de NiTi, on remarque tout d'abord que k_M est légèrement supérieur à k_A . Cependant, cette différence est dans l'intervalle d'incertitude de la mesure. En effet, l'erreur de mesure est estimée à $\pm 5\%$, ce qui donne $k_M = 11.5 \pm 0.6 Wm^{-1}K^{-1}$ et $k_A = 10.6 \pm 0.5 Wm^{-1}K^{-1}$.

2.6 Bilan

Les propriétés thermophysiques de matériaux de références (Titane et Vanadium) et des deux phases principales du NiTi, i.e. austénite et martensite, ont été mesurées par la méthode TFM décrite et validée. Elles ont également été mesurées par des méthodes de référence.

Dans le cas de la mesure de la capacité thermique C , la méthode de référence utilisée est la DSC. Les résultats obtenus avec les deux techniques (TFM et DSC) sont répertoriés dans le tableau 2.7. La mesure réalisée par DSC sur l'échantillon de Ti a servi de référence pour les mesures par TFM. Les valeurs obtenues pour le Ti et le Va sont en accord avec les valeurs de la littérature ($C_{Ti}^{littérature} = 537 \pm 17 Jkg^{-1}K^{-1}$ et $C_{Va}^{littérature} = 492 \pm 12 Jkg^{-1}K^{-1}$). Pour le Va et l'austénite, les valeurs sont très proches avec les deux techniques. Une différence de l'ordre de 7 % est obtenue pour la martensite entre les deux méthodes. A partir des mesures par DSC, on remarque que $C_M \approx C_A$ alors que la méthode par TFM indique que $C_M > C_A$. Les valeurs obtenues pour l'austénite sont en accord avec les valeurs obtenues par Smith *et al.* [1993]; Duerig *et al.* [1999]; Rohde and Schüssler [1997]; Zanotti *et al.* [2010]. Les autres auteurs trouvent généralement des valeurs plus élevées (voir Fig. 2.1). Pour la martensite, les valeurs dans la littérature sont très dispersées, elles sont supérieures ou inférieures. Seuls Zanotti *et al.* [2010] semblent être en accord avec nos résultats.

Méthode	C_{Ti}	C_{Va}	$C_{Austenite}$	$C_{Martensite}$
DSC	530	480	490	500
TFM	ref	490	490	535

TABLE 2.7: Capacité thermique moyenne C , à température ambiante, en $Jkg^{-1}K^{-1}$ estimée à partir de mesures par DSC et TFM.

Le résultat sur les dépendances de C avec la température, obtenue par DSC, est bien en accord avec ce qui est généralement indiqué dans la littérature. La capacité thermique de la martensite augmente alors que celle de l'austénite est constante ou légèrement décroissante

avec l'augmentation de la température. Ce résultat est bien illustré sur la Fig. 2.41, tirée de Tian and Wu [2000] qui estiment que C_M augmente d'environ $0.27 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ par K alors que C_A diminue d'environ $0.19 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ par K . Il est intéressant de noter que, alors que les matériaux classiques ont un C qui augmente avec T , l'austénite a un comportement opposé.

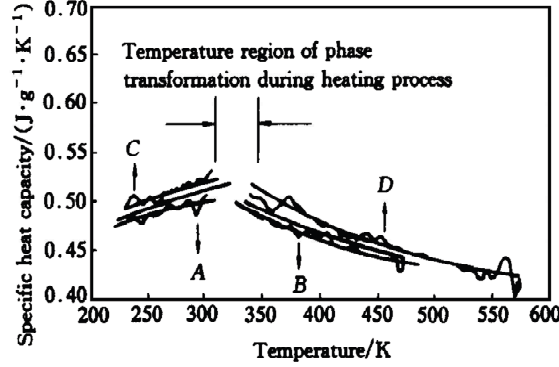


FIGURE 2.41: Capacité thermique de l'austénite et de la martensite en fonction de la température estimée par [Tian and Wu, 2000] par DSC modulée.

Trois techniques ont été utilisées pour déterminer la conductivité thermique des matériaux : la méthode laser flash, la méthode 3ω et la méthode TFM. Les résultats obtenus par ces trois méthodes sont répertoriés dans le tableau 2.8. Une fois encore, le Ti est utilisé comme matériau de référence pour la méthode TFM. Les valeurs obtenues par les deux méthodes, pour les deux matériaux de référence, sont en bon accord avec les valeurs obtenues par la littérature $k_{Ti}^{littérature} = 19.5 \pm 2.5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ et $k_{Va}^{littérature} = 32 \pm 4 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Les valeurs de k_M sont très proches pour les trois méthodes et sont de l'ordre de $k_M = 11 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Ce résultat est en bon accord avec Zanotti *et al.* [2010] et, en regardant l'erreur de mesure indiquée précédemment (de l'ordre 2 à $3 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ selon la technique), ces résultats sont en accord avec Faulkner *et al.* [2000]; Chirtoc *et al.* [2008]. La conductivité thermique de l'austénite n'a pas pu être déterminée par la méthode TFM pour les raisons invoquées dans le paragraphe 2.4.4.2. Une légère différence est obtenue entre les mesures obtenues par les méthodes flash et 3ω . La méthode laser flash donne une valeur proche de celle estimée par Terada *et al.* [1995]; Chirtoc *et al.* [2008], et celle obtenue par Zanotti *et al.* [2010]. Les résultats de ce dernier sont tracés sur la Fig. 2.42, sur laquelle on observe que, proche de la transformation, la conductivité thermique de l'austénite est inférieure à celle de la martensite. Cette tendance s'inverse ensuite.

Méthode	k_{Ti}	k_{Va}	k_A	k_M
Laser Flash	20	34	12	14
3ω	20.5	33.6	10.3	11.5
TFM	ref	35	12	indéterminée

TABLE 2.8: Conductivité thermique moyenne k , à température ambiante, en $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ estimée à partir de mesures par la méthode Laser Flash, la méthode 3ω et la méthode TFM.

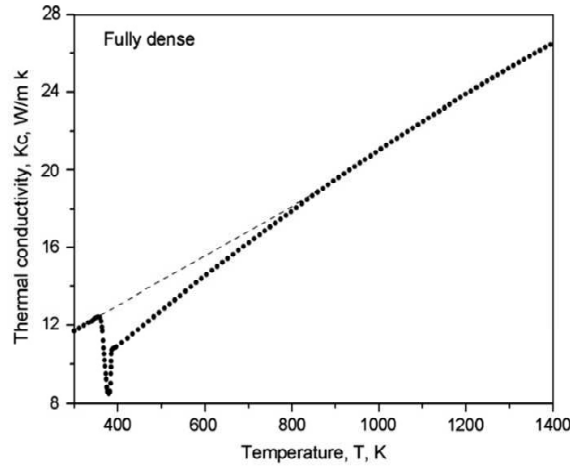


FIGURE 2.42: Conductivité thermique de l'austénite et de la martensite en fonction de la température estimée par Zanotti *et al.* [2010] par une méthode de type laser flash.

Finalement, l'ensemble des résultats que nous avons obtenus sont en accord avec Zanotti *et al.* [2010]. Considérant la dispersion de nos mesures et la faible différence mesurée entre les phases austénitique et martensitique, dans la suite de l'étude, nous utiliserons des valeurs constantes de capacité thermique et de conductivité thermique pour les deux phases respectivement égales à $C = C_A = C_M = 520 \text{ Jkg}^{-1}\text{K}^{-1}$ et $k = k_A = k_M = 11 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$.

Validation de la méthode d'estimation des sources de chaleur

Sommaire

1.1	Introduction	5
1.2	Généralités sur le NiTi	7
1.2.1	Introduction	7
1.2.2	Transformation martensitique	9
1.2.3	Comportement thermomécanique	9
1.2.4	Comportement local du NiTi et phénomènes de localisation . .	12
1.2.5	Bilan	14
1.3	Mesures de champs cinématiques et thermiques	15
1.3.1	Introduction	15
1.3.2	Mesures de champs cinématiques	15
1.3.3	Mesures de champs thermiques	17
1.3.4	Mesures simultanées de champs cinématiques et thermiques . .	20
1.3.5	Bilan	22
1.4	Détermination des puissances et énergies lors d'un changement de phase	22
1.4.1	Calorimétrie différentielle à balayage	22
1.4.2	Du modèle global aux modèles simplifiés	25
1.4.3	De l'image thermique aux sources de chaleur	28
1.5	Bilan et enjeux	30

3.1 Introduction

La mesure de champs thermiques permet d'étudier les couplages thermomécaniques souvent associés à la déformation des matériaux. L'intensité et la distribution spatio-temporelle de la variation de température sont dépendantes du comportement du matériau (élasticité, plasticité, viscosité, endommagement, changement de phase,...), mais aussi des caractéristiques du problème (géométrie de l'échantillon, propriétés thermiques, conditions aux limites,...). Les champs de température mesurés étant souvent diffus dans l'espace, leur interprétation est donc difficile. L'estimation des sources de chaleur, causes

des variations de températures observées, est un mode d'analyse plus approprié pour étudier le comportement des matériaux. Les sources de chaleur internes ne pouvant pas être mesurées directement, plusieurs techniques ont été proposées pour obtenir leurs valeurs [Chrysochoos and Louche, 2000; Le-Niliot and Lefevre, 2001; Yi and Murio, 2004; Renault *et al.*, 2008]. [Chrysochoos and Louche, 2000] ont proposé d'estimer les différents opérateurs présents dans l'équation de la chaleur comme présenté dans le chapitre 1. La méthode a été utilisée pour étudier les bandes de Lüders des aciers [Chrysochoos and Louche, 2000; Louche and Chrysochoos, 2001], les bandes PLC dans les alliages AlMg [Louche *et al.*, 2005], la fatigue des matériaux [Boulanger *et al.*, 2004; Pastor *et al.*, 2008; Maquin and Pierron, 2009; Chrysochoos *et al.*, 2008], la plasticité dans les oligocristaux d'Al [Saai *et al.*, 2010], la plasticité des aciers [Dumoulin *et al.*, 2010], la transformation de phase induite mécaniquement dans les AMF [Schlosser *et al.*, 2007; Delpueyo *et al.*, 2011], etc...

La précision de cette technique d'estimation est encore une question ouverte. Plusieurs sources d'erreurs sont possibles : (i) erreurs lors de la mesure des champs thermiques, (ii) erreurs sur les modèles utilisés, (iii) erreurs sur les données thermophysiques du matériau étudié et (iv) erreurs sur les opérations de traitement du signal. Les validations des méthodes d'estimation de sources de chaleur sont donc nécessaires. Deux types de validation peuvent être appliquées.

La première validation, qualifiée de numérique a déjà été réalisée en coordonnées 2D cartésiennes [Chrysochoos and Louche, 2000] et en coordonnées 2D cylindriques [Schlosser *et al.*, 2007]. Il s'agit de générer des champs de température virtuelles à partir de sources de chaleur, soit à partir de solutions analytiques quand elles existent, soit par simulation numérique. La méthode d'estimation de sources est alors appliquée à ces champs de température simulés éventuellement bruités. L'efficacité de la méthode est testée par comparaison des sources estimées par la méthode et des sources utilisées pour créer des champs de température simulés. Cependant, si [Chrysochoos and Louche, 2000; Schlosser *et al.*, 2007] ont validé numériquement le calcul de source réalisé, aucune étude n'a pris en compte l'effet que pouvait avoir la couche de peinture déposée sur les échantillons, et plus particulièrement sur ceux de type plaque mince.

La seconde méthode est expérimentale. Un problème réel dans lequel la variation de température est mesurée et les sources de chaleur connues permet de valider le calcul. Plusieurs méthodes ont été proposées par [Louche, 2009], le plus souvent basées sur un chauffage par effet Joule d'une éprouvette. Nous allons proposer, dans ce travail, une autre forme de validation expérimentale.

Dans ce chapitre, une validation numérique mettant en avant les effets de la peinture sur les calculs de sources est tout d'abord proposé. Il est suivi d'une validation expérimentale basée sur l'observation du changement de phase induit thermiquement dans les AMF en NiTi.

3.2 Validation numérique : prise en compte de la peinture

Le but de l'étude qui va suivre est d'évaluer l'erreur faite sur l'estimation des sources de chaleur en négligeant ou en prenant en compte la peinture recouvrant l'échantillon.

3.2.1 Description des modèles éléments finis

3.2.1.1 Géométries considérées

Les modèles utilisés pour étudier le cas d'estimation de source 0D sans peinture et avec peinture sont présentés sur les Figs. 2.11.a et 2.11.b . Le cas d'estimation de sources 1D sera étudié uniquement dans le cas avec peinture en utilisant le modèle présenté sur la Fig. 2.11.d.

3.2.1.2 Conditions aux limites et état initial

Les propriétés thermophysiques du matériau central (1) et de la peinture (2) ont été données dans la table 2.2. Initialement, l'échantillon est à une température $T_{ini} = 100^\circ C$. Il est supposé être inséré dans une chambre à la température $T_0 = 20^\circ C$. Les pertes thermiques se font par convection (coefficient de convection : $h = 50 \text{ W m}^{-2} K^{-1}$) et par radiation (émissivité de la surface extérieure de l'échantillon : $\epsilon = 0.95$). Dans le cas 1D, la condition $T_{BC} = 100^\circ C = T_{ini}$ (voir Fig. 2.11.d) est appliquée.

3.2.1.3 Chargement

L'évolution temporelle de la source thermique est représentée sur la Fig. 3.1.a. Cette source, notée s_{FEM} , est imposée au matériau (1) et consiste en deux pulsations successives de chaleur. Ce type de source est imposée aux deux premières géométries considérées (i.e. cas 0D), sans ou avec peinture.

Pour la troisième géométrie (cas 1D), les sources de chaleur ont été modulées dans l'espace avec la sinusoïde tracée sur la Fig. 3.1.b. L'évolution spatio-temporelle résultant de ce chargement spatio-temporel est tracée sur la Fig. 3.1.c.

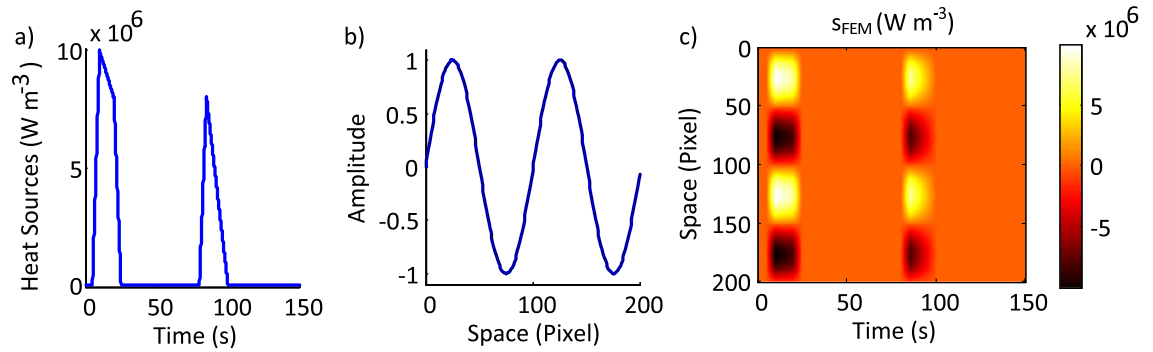


FIGURE 3.1: a) Évolution temporelle, b) spatiale et c) spatio-temporelle de la source de chaleur appliquée s_{FEM} .

3.2.2 Estimation des sources de chaleur : application aux données simulées

Le principe de la méthode proposée pour traiter des données de simulation est donné sur la Fig. 3.2.

Les différentes réponses en température associées au chargement imposé (s_{FEM}) sont obtenues par simulation numérique, avec les modèles présentés précédemment, puis comparées les unes aux autres. Ensuite, ces courbes de températures sont traitées pour estimer

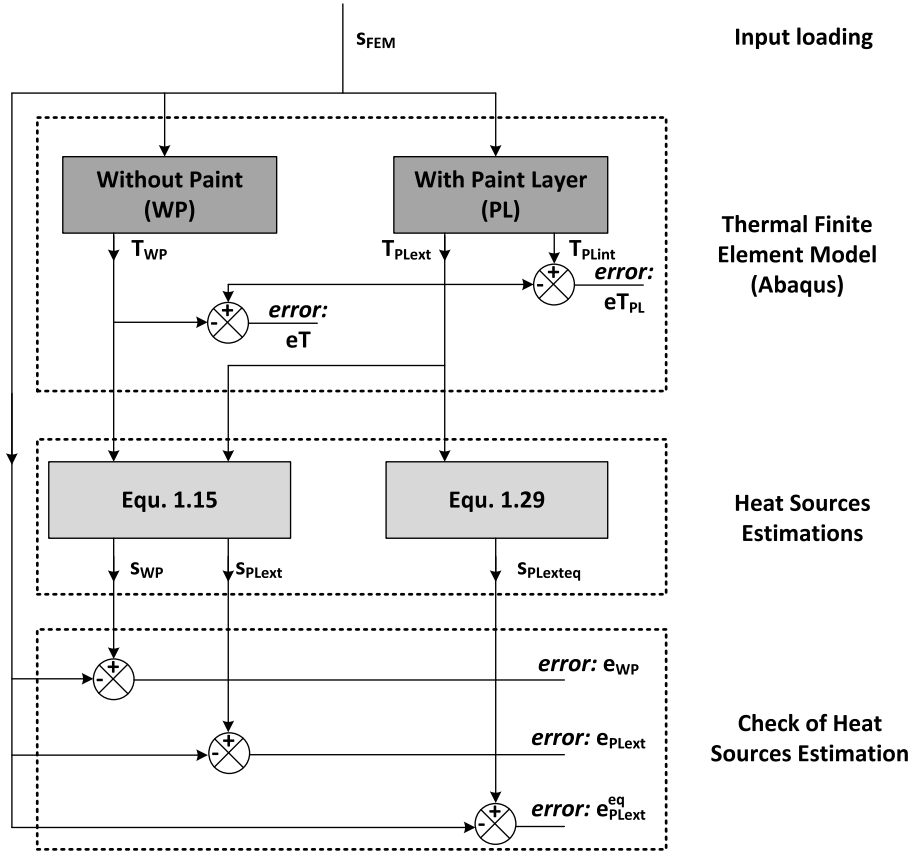


FIGURE 3.2: Méthode proposée pour tester l'influence de la couche de peinture sur l'estimation des sources de chaleur.

les sources de chaleur avec la méthode présentée dans le premier chapitre. Les sources de chaleur ainsi obtenues sont ensuite comparées aux sources imposées dans le modèle. Pour estimer les sources dans le cas homogène, les équations (1.15) et (1.18) ont été utilisées.

A la différence des données expérimentales, toujours bruitées, aucun bruit n'a été ajouté aux données numériques. Les étapes de filtrage ont cependant été conservées.

3.2.3 Estimation des sources de chaleur dans un cas homogène

Les températures de la surface extérieure obtenues par simulation numérique pour les géométries présentées sur les Figs. 2.11.a.b sont tracées sur la Fig. 3.3.a. Dans le cas sans peinture (notation : WP - without paint), cette température est notée T_{WP} . Quand l'échantillon est peint, les températures des surfaces extérieures et intérieures de la couche de peinture sont notées T_{PLext} et T_{PLint} (PL : paint layer). Lors de l'estimation des sources de chaleur, seules les températures de la surface extérieure (T_{WP} et T_{PLext}) seront post traitées, car ce sont les seules accessibles à la mesure par caméra IR.

Les deux sources de chaleur exothermiques induisent deux bosses sur les courbes de température pendant le refroidissement de l'échantillon. Les différences de température entre les surfaces extérieures des deux modèles $eT = T_{WP} - T_{PLext}$ et entre les surfaces internes et externes de la couche de peinture $eT_{PL} = T_{PLint} - T_{PLext}$ sont tracées sur la Fig. 3.3.b. Pendant le refroidissement, la température T_{PLext} est supérieure à T_{WP} ,

alors qu'au chauffage, l'inverse est observé. Dans ce cas, la différence maximale entre les deux températures est de $eT^{max} = 2.8^\circ C$. Cette différence n'est donc pas négligeable. De plus, la différence maximale entre l'intérieur et l'extérieur de la couche de peinture de l'échantillon de référence est de $eT_{PL}^{max} = 0.5^\circ C$. Ainsi, comme il a déjà été mentionné dans le chapitre précédent, la peinture isole l'échantillon de l'environnement extérieur.

Les sources de chaleur ont été ensuite estimées à partir des réponses thermiques, à partir des équations (1.15) et (1.18). Leurs évolutions temporelles sont tracées sur la Fig. 3.3.c. L'échantillon sans peinture a été étudié avec l'équation (1.15) de façon à obtenir les sources de chaleur notées s_{WP} . Avec la couche de peinture, les données thermiques ont été traitées soit avec l'équation (1.15) soit avec l'équation (1.18), donnant respectivement les sources s_{PLext} et s_{PLext}^{eq} . Les différences entre la source de référence utilisée dans le modèle éléments finis (s_{FEM}) et avec les sources calculées (s_{WP} , s_{PLext} et s_{PLext}^{eq}) sont tracées sur la Fig. 3.3.d et appelées respectivement e_{WP} , e_{PLext} et e_{PLext}^{eq} . Sans peinture, les sources de chaleur estimées s_{WP} sont très proches de la référence s_{FEM} . Comme les procédés de filtrage n'ont pas été totalement retirés, l'erreur maximum est observée lorsque des changements brusques, en temps et dans l'espace, sont imposés sur les sources de chaleur. Avec la peinture, il apparait que négliger l'effet isolant de la couche de peinture, et utiliser l'équation (1.15) pour estimer les sources, conduit à augmenter l'erreur faite sur les sources ainsi calculées, particulièrement lorsque $s_{FEM} = 0$. Avec le modèle complet (équation (1.18)), les sources de chaleur (s_{PLext}^{eq}) sont légèrement sous estimées par rapport à celles imposées (s_{FEM}) et sont inférieures à celles obtenues sans peinture.

L'influence de la couche de peinture sur l'énergie calorifique, par unité de volume, associée aux sources de chaleur a également été étudiée. L'intégration temporelle des sources de chaleur imposées ou estimées permet de calculer cette énergie notée E :

$$E = \int_0^t s(t)dt. \quad (3.1)$$

Par la suite, on notera E_{FEM} l'énergie correspondant à celle imposée dans le modèle élément finis, E_{WP} l'énergie estimée sans peinture, E_{PLext} l'énergie estimée avec peinture en utilisant le modèle simplifié et E_{PLext}^{eq} l'énergie estimée avec peinture et en utilisant le modèle complet. Ces énergies sont tracées sur la Fig. 3.4.a.

Sans peinture, l'énergie calculée est légèrement inférieure à celle de référence ($E_{WP} < E_{FEM}$). Avec la couche de peinture, en utilisant le modèle simplifié (négligeant l'effet de cette couche), l'énergie libérée est légèrement supérieure à celle imposée ($E_{PLext} > E_{FEM}$). Avec le modèle complet, les sources estimées sont très proches de celles imposées ($E_{PLext}^{eq} \approx E_{FEM}$). La différence entre les deux modèles utilisés est principalement observable lorsque les sources imposées deviennent nulles. Sur les Figs. 3.3.c et 3.3.d, on observe que lorsque les sources sont nulles (proche de $t=30s$ et $t=100s$), les sources sont positives lorsque la couche de peinture est négligée alors qu'elles sont négatives lorsque la peinture est prise en compte. L'intégration étant faite par rapport à la ligne $s = 0$, cela explique la différence entre E_{PLext} et E_{PLext}^{eq} .

L'erreur absolue faite sur l'estimation de l'énergie est tracée sur la Fig. 3.4.b. Pour des valeurs de E_{FEM} nulles, le rapport $\frac{E-E_{FEM}}{E_{FEM}}$ n'est pas défini. L'erreur faite pendant l'augmentation de l'énergie (lorsque $s \neq 0$) est inférieure à celle faite sur les plateaux

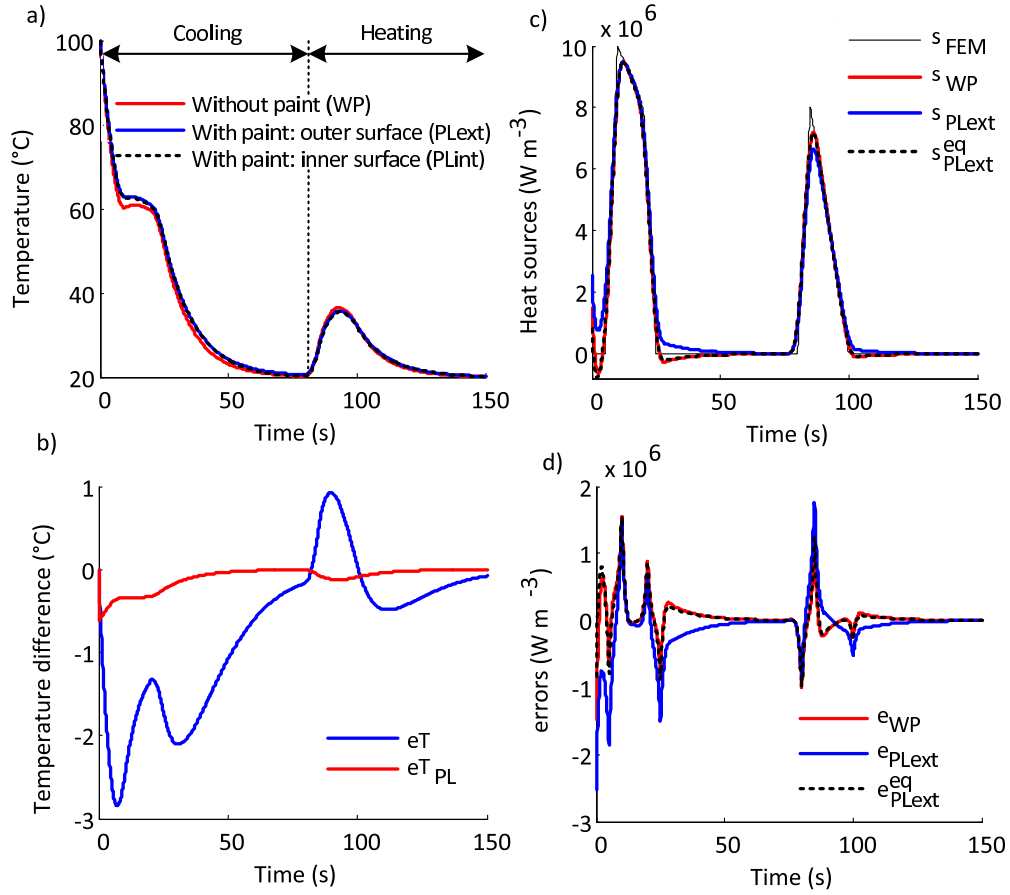


FIGURE 3.3: a) Évolution de la température, b) différence de température, c) sources de chaleur estimées et d) différence entre les sources de chaleur calculées pour la géométrie 0D.

(lorsque $s = 0$). L'erreur faite sur l'énergie en utilisant le modèle complet est inférieure à 7 %, et elle est approximativement inférieure de moitié de celle faite avec le modèle simplifié.

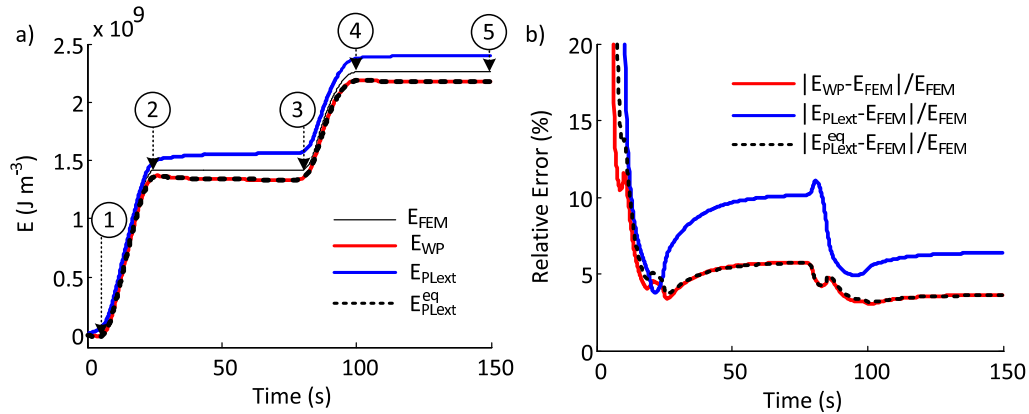


FIGURE 3.4: a) Évolution de l'énergie volumique imposée ou calculée et b) erreurs relatives sur ces énergies selon les différents modèles.

Dans le cas particulier du problème posé, où la couche de peinture représente 12 % de l'épaisseur du matériau ($e_P = 0.03mm$ et $e_{ech} = 0.5mm$), il apparaît clairement que

cette couche a un impact sur la réponse thermique de l'échantillon. En ce qui concerne l'estimation des sources de chaleur, le modèle 0D simplifié (équation (1.15)) semble assez précis pour réaliser de façon quantitative des estimations de sources de chaleur. Ce modèle surestime cependant légèrement l'énergie libérée par le matériau. L'utilisation du modèle complet (équation (1.18)) permet de réduire l'erreur faite sur les sources de chaleur et sur l'énergie estimée, principalement lorsque les sources imposées sont proches de zéro.

3.2.4 Estimation des sources de chaleur dans un cas hétérogène

Dans cette partie, les données analysées sont celles obtenues à partir de la simulation par éléments finis avec la géométrie présentée sur la Fig. 2.11.d. En considérant la géométrie élancée de l'échantillon et les conditions aux limites particulières, le problème thermique est supposé 1D dans la direction axiale $\vec{x}$. Les évolutions temporelles de la température pour trois pixels différents (n° 25, 100 et 175 de la Fig. 2.11.d) sont tracées sur la Fig. 3.5.a. Les données obtenues à partir du calcul par éléments finis ont été prises sur la surface extérieure de l'échantillon. Les pixels 25 et 175 ont été choisis car ils correspondent à des positions localisées sur des extrêmes de la modulation spatiale, i.e. égaux aux maximums positifs et négatifs des sources de chaleur. Le pixel 100 a été choisi, car sa valeur est proche de zéro, mais légèrement négative. Les profils de température le long de la direction $\vec{x}$, sont tracés sur la Fig. 3.5.b, à trois instants différents ($t=10s$, $85s$ et $100s$). Les deux premiers instants correspondent aux deux maximums sur l'évolution temporelle des sources de chaleur. L'instant $t = 100s$ correspond à l'instant où $s_{FEM} \approx 0$, juste après le second pic.

A l'état initial et au pixel 1, la température initiale est bien égale à $T_{ini} = T_{BC} = 100^\circ C$ (Fig. 3.5.b). La modulation des sources de chaleur dans l'espace permet d'avoir des sources positives ou négatives comme présenté sur les Figs. 3.1.c, 3.1.e et 3.1.f. Cela engendre différents types de perturbations dans le refroidissement naturel de l'échantillon en différents points (Fig. 3.5.a) et dans les profils de température à différents instants (Fig. 3.5.b). Les profils de température ne sont pas instinctifs même s'il est possible d'observer la forme de la sinusoïde loin de la condition aux limites $x=0$. Mentionnons que pour une lecture simplifiée des graphiques, les couleurs utilisées correspondent chacune à un pixel pour les Figs. 3.5.a, c, e et g (trait rouge : pixel 25, bleu : pixel 100, vert : pixel 175) ou un instant considéré pour les Figs. 3.5.b, d, f et h (trait rouge : $t=10s$, bleu : $t=85s$, vert : $t=100s$).

A partir de la réponse thermique obtenue par simulation numérique, les sources de chaleur ont été estimées avec le modèle 1D sans prise en compte de la peinture (équation (1.14)) et avec le modèle 1D avec prise en compte de la température (équation (1.17)). Les évolutions temporelles et les profils thermiques pour les pixels et instants considérés précédemment sont tracés sur les Figs. 3.5.c-f. Sur ces figures, la ligne pleine correspond aux sources de chaleur estimées en utilisant l'équation (1.14), alors que la ligne pointillée est obtenue en utilisant l'équation (1.17) et sont respectivement notées s_{PLext} et s_{PLext}^{eq} .

Tout d'abord, les effets de bords dus au procédé de filtrage sont observés au début du refroidissement (Fig. 3.5.c) et aux extrémités des profils de température (Fig. 3.5.d). La taille de ces effets dépend de la fréquence de coupure du filtre passe bas utilisé pour le filtrage des données, comme décrit dans [Schlosser *et al.*, 2007]. Les effets de bords sont essentiellement visibles sur les profils axiaux. Dans le cas étudié, la taille de ces effets

de bords est limitée à environ 10 pixels aux deux extrémités. Pour les pixels et instants sélectionnés ici, les estimations des sources de chaleur données par les deux modèles 1D sont qualitativement en accord avec la source de référence. Cependant, le modèle prenant en compte l'effet de la peinture permet de mieux estimer les sources de chaleur mises en jeu.

Une différence entre les deux modèles utilisés est observée. Une erreur importante est faite sur l'estimation des sources de chaleur au début du refroidissement en utilisant le modèle 1D sans prise en compte de la peinture. L'hétérogénéité de la température dans l'épaisseur au début du refroidissement peut expliquer ce phénomène. La prise en compte de la couche de peinture permet d'améliorer les résultats, particulièrement lorsque les sources sont négatives et proches de zéro. Pour le pixel 25, où les sources sont les plus grandes, l'estimation semble meilleure avec le modèle simplifié lorsque les sources sont les plus élevées. Des observations identiques sont réalisées sur les profils de température. A l'instant $t = 10s$, le modèle ne prenant pas en compte la couche de peinture permet d'évaluer correctement les sources de chaleur positives mais il n'évalue pas correctement les sources négatives.

Dans tous les cas, il apparait que les sources de chaleur sont sous estimées par rapport aux sources de chaleur imposées dans le modèle élément finis.

Des résultats quantitatifs sur l'erreur réalisée sur l'estimation des sources de chaleur sont résumés dans le tableau suivant, aux pixels 75 et 126, aux instants où les sources sont maximales ($t=10s$ et $85s$), et pour des sources de chaleur nulles ($t=40s$).

Instant (s)	Pixel	s_{FEM} ($W\ m^{-3}$)	s_{PLext} ($W\ m^{-3}$)	s_{PLext}^{eq} ($W\ m^{-3}$)	$\frac{ s_{PLext}-s_{FEM} }{s_{FEM}}$ (%)	$\frac{ s_{PLext}^{eq}-s_{FEM} }{s_{FEM}}$ (%)
10	75	$-9,76\ 10^6$	$-8,07\ 10^6$	$-9,05\ 10^6$	17,2	7,2
10	126	$9,79\ 10^6$	$9,72\ 10^6$	$9,26\ 10^5$	5,4	0,7
40	75	0	$4,86\ 10^4$	$1,29\ 10^4$	-	-
40	126	0	$4,51\ 10^4$	$6,92\ 10^3$	-	-
85	75	$-7,81\ 10^6$	$-7,04\ 10^6$	$-7,29\ 10^6$	9,8	6,6
85	126	$7,83\ 10^6$	$7,08\ 10^6$	$7,32\ 10^6$	9,6	6,5

TABLE 3.1: Estimations des sources s_{PLext} et s_{PLext}^{eq} obtenues avec les deux modèles 1D (equation (1.14) et (1.17)) et erreur relative associée.

De façon identique au cas 0D, l'énergie, par unité de volume, associée à ces sources de chaleur a été estimée pour les pixels considérés précédemment (Fig. 3.6.a).

Quel que soit le pixel choisi, et donc quelle que soit la valeur de la source de chaleur choisie, l'énergie estimée à partir du modèle prenant en compte la couche de peinture permet d'obtenir de meilleurs résultats en regard des sources imposées dans le modèle éléments finis. Concernant l'erreur faite (Fig. 3.6.b), elle est toujours inférieure en considérant le modèle complet, comme dans le cas 0D. Ensuite, pour des pixels localisés dans des zones où l'énergie volumique est positive (pixel 25), l'estimation de l'énergie semble correcte dans les deux cas. Lorsque les énergies sont négatives (pixel 175), l'erreur faite avec les deux modèles est plus élevée mais toujours inférieure à 10 % dans le cas du modèle complet. Lorsque l'énergie est faible (pixel 100), l'erreur faite avec le modèle le plus simple

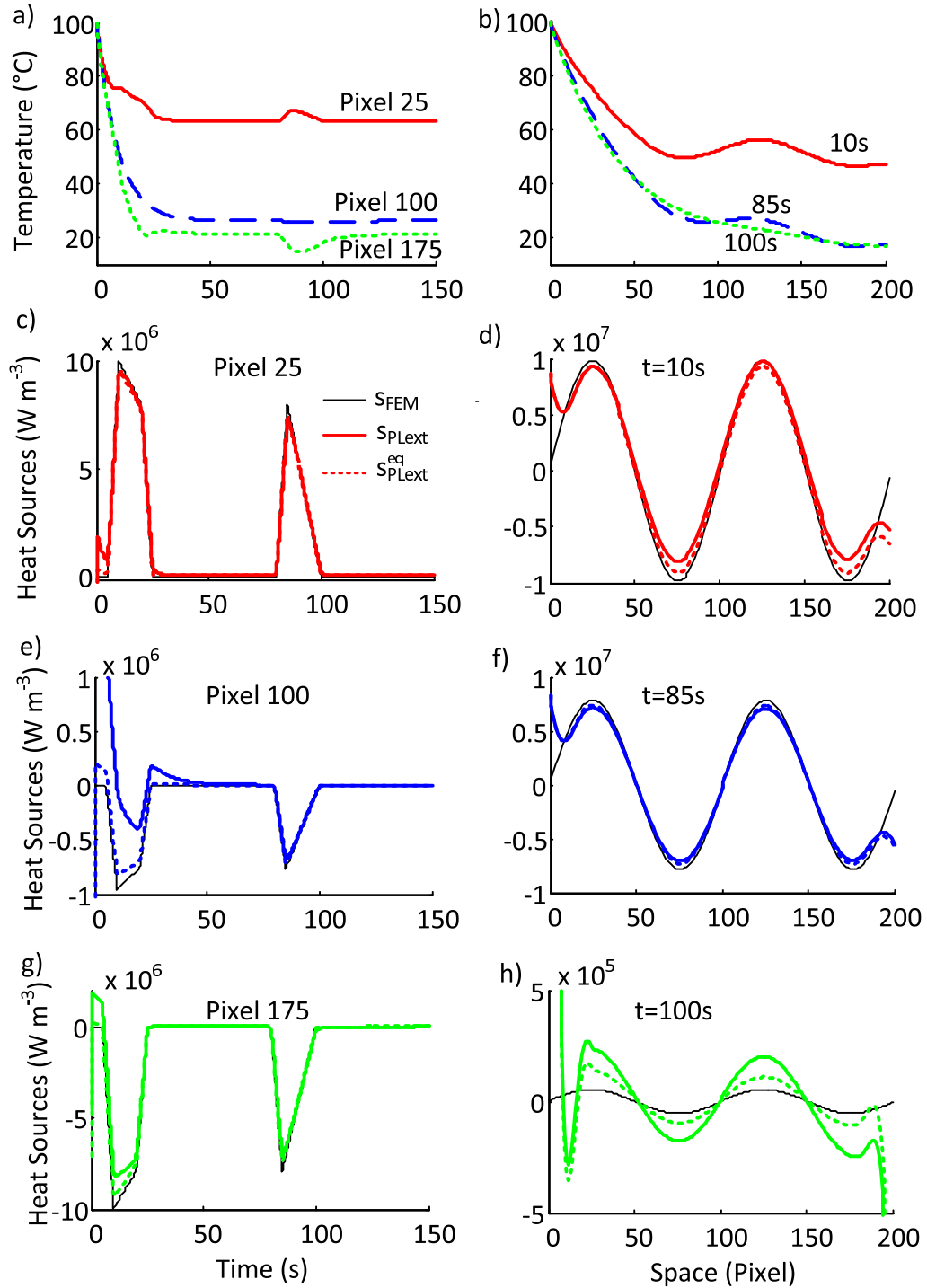


FIGURE 3.5: a) Évolution temporelle de la température des trois pixels 25, 100 et 175. b) Profils axiaux de température aux instants $t=10s$, $85s$ et $100s$ calculés avec le modèle éléments finis. Comparaison des sources de chaleur initiales (s_{FEM}) et des sources estimées avec le modèle homogène (s_{PLezt}) et hétérogène (s_{PLezt}^{eq}) pour : c) le pixel 25, d) l'instant $t=10s$, e) le pixel 100, f) l'instant $t=85s$, g) le pixel 175 et h) l'instant $t=100s$.

est supérieure à 100 %, mais est inférieure à 15 % avec le modèle complet.

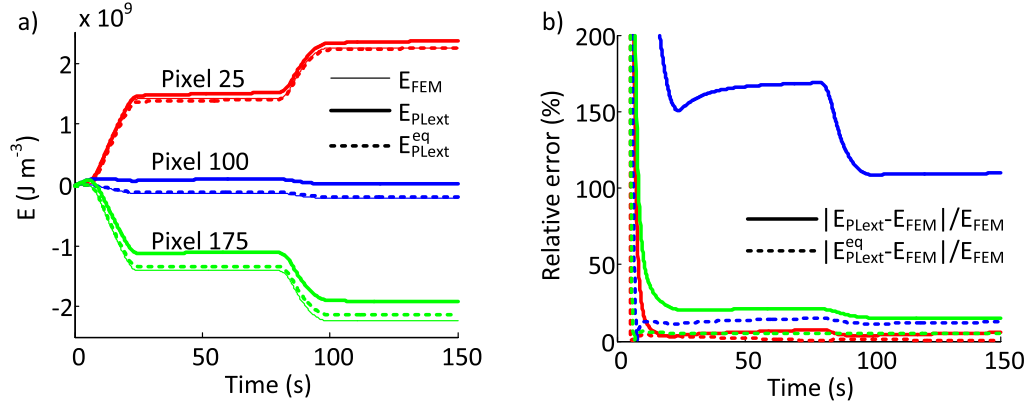


FIGURE 3.6: a) Evolution de l'énergie volumique aux pixels 25, 100 et 175 et b) erreur relative sur ces estimations.

Finalement, cette étude montre que lorsque l'épaisseur de la couche de peinture n'est pas négligeable face à l'épaisseur de l'échantillon (12 % de l'épaisseur du matériau central dans cette étude), elle peut avoir une influence sur l'estimation des sources de chaleur et sur l'énergie calculée. La peinture ayant des propriétés thermiques plus isolantes que l'échantillon central, elle isole l'échantillon de l'environnement. Négliger l'effet de la peinture pour estimer des sources de chaleur conduit à de faibles erreurs. Cependant, l'erreur est plus importante en terme d'énergie, les sources de chaleur étant en effet surestimées ou sous-estimées lorsqu'elles sont respectivement positives ou négatives. L'utilisation du modèle complet permet alors de réduire l'erreur faite sur l'estimation des sources de chaleur et sur l'énergie associée.

Notons enfin que cette prise en compte de l'effet de la peinture suppose la connaissance des caractéristiques (épaisseur, propriétés thermophysiques) de la peinture.

3.2.5 Bilan

Dans cette partie, une validation numérique a été proposée pour l'estimation des sources de chaleur. L'impact de la couche de peinture sur la réponse thermique d'un échantillon et l'importance de la prendre en compte pour réaliser des estimations quantitatives de sources de chaleur ont été étudiés. Ainsi, on voit que :

- (i) la peinture déposée sur l'échantillon isole ce dernier de l'environnement extérieur. La température mesurée à la surface de la peinture n'est alors pas égale à la température moyenne de l'échantillon dans l'épaisseur,
- (ii) l'estimation des sources de chaleur et de l'énergie volumique associée en négligeant la couche de peinture conduit à sous estimer les sources de chaleur imposées lorsqu'elles sont significatives ou à les sur estimer lorsqu'elles sont proches de valeurs nulles,
- (iii) l'estimation des sources de chaleur avec le modèle complet permet de réduire cette erreur. Ce modèle est plus adapté, particulièrement lorsque les sources sont faibles ou proches de zéro. L'erreur faite sur l'énergie en considérant le modèle complet est alors inférieure à 7 % dans le cas des chargements étudiés.

Cette étape a permis de valider numériquement les modèles 0D et 1D, avec prise en compte de l'effet de la peinture, permettant d'estimer plus précisément les sources de chaleur à partir des données thermiques de surface. Cependant, la quantification des erreurs est très délicate car dépendante de l'exemple choisi. En effet, si des variations de sources plus sévères sont imposées dans le temps ou dans l'espace, les erreurs seront plus importantes. De plus, cette approche reste assujettie à la connaissance des caractéristiques géométriques (épaisseur) et physiques (C et k) de l'échantillon et de la couche de peinture.

3.3 Validation expérimentale : cas 0D et 1D

La première partie de ce chapitre a présenté une validation numérique permettant de tester la méthode d'estimation des sources de chaleur. L'effet de la peinture à haute émissivité, déposée sur les échantillons pour réaliser des mesures de températures par thermographie IR, a également été étudié. Il apparaît que, lorsque la couche de peinture ($\approx 30 \mu m$) de chaque côté de l'échantillon n'est pas négligeable par rapport à l'épaisseur totale de l'échantillon (0.5 mm), elle a un effet sur la mesure de la température réalisée sur la surface extérieure. Les propriétés thermophysiques de la peinture en font un isolant pour le matériau central étudié. Cela conduit à une erreur sur l'estimation des sources de chaleur qui peuvent être corrigées en utilisant un modèle tenant compte de la peinture. Dans ce cas, l'erreur sur les sources de chaleur est inférieure à 7 %, pour les cas de chargement testés.

L'objectif principal de cette partie est de présenter une validation expérimentale de l'estimation des sources de chaleur à partir de mesures de champs de températures. Par la suite, cette technique sera appelée TFM (Thermal Field Measurement). Dans cette étude, la DSC d'un échantillon de NiTi est considérée comme la mesure de référence des sources de chaleur. Le refroidissement naturel du même échantillon de NiTi pendant la transformation de phase exothermique ayant lieu dans ce matériau est observé avec une caméra IR. À partir des champs de température, la méthode TFM est appliquée. Les résultats obtenus à partir de la mesure par DSC et TFM sont ensuite comparés. La validation expérimentale est dans la suite limitée aux cas homogène (0D) et hétérogène (1D).

Après une présentation des matériaux et des méthodes utilisés, nous donnerons les principaux résultats obtenus et discuterons de ces derniers dans la dernière partie de cette section 3.3.

3.3.1 Matériaux et méthodes

Les expériences réalisées reposent sur l'observation de deux échantillons : un échantillon étudié et un échantillon de référence. L'échantillon de référence permet de déterminer localement les pertes par convection pendant l'expérience à une température donnée.

3.3.1.1 Dispositif expérimental

Dans cette étude, une caméra IR SC7600 (Flir) a été utilisée. Elle fonctionne dans les longueurs d'ondes IR $\lambda = 3 - 5 \mu m$ avec une matrice de 640 x 480 détecteurs InSb de

dimensions $15 \times 15 \mu m^2$. La précision de cette caméra est de $\pm 2^\circ C$ dans la gamme de température utilisée et sa résolution thermique est d'environ $20 mK$. Dans cette étude, la fréquence d'acquisition utilisée est de 25 Hz. La calibration de la caméra a été réalisée par Flir avec un corps noir, dans la gamme de température -10 à $300^\circ C$.

Les précautions précédemment mentionnées pour réaliser des mesures de température avec une caméra IR ont été prises. Les échantillons ont notamment été peints avec une peinture d'émissivité $\epsilon = 0.95$ et d'épaisseur $25 \pm 5 \mu m$. Comme dans le chapitre précédent, les mesures ont été réalisées à travers un hublot quasi transparent en CaF_2 ayant un coefficient de transmission de $\tau = 0.92$ pour les longueurs d'ondes utilisées.

Le principe de l'expérience est identique à celui utilisé pour estimer les propriétés thermophysiques. Tout d'abord, les échantillons sont positionnés dans une enceinte à la température T_{ini} . Ils sont ensuite placés dans une enceinte à la température T_0 . Le refroidissement naturel des deux échantillons est alors observé. Les températures sont choisies de sorte à avoir $T_{ini} > T_{M-A}^f$ et $T_0 < T_{R-M}^f$. L'échantillon est ainsi en phase austénitique au début du refroidissement et en phase martensitique à la fin. Ainsi, en ce qui concerne l'échantillon de NiTi, la transformation martensitique est induite thermiquement.

Le chargement homogène 0D ou hétérogène 1D est réalisé de façon similaire à la description donnée dans le chapitre précédent (Figure 2.9). Pour plus de détails sur le dispositif utilisé nous renvoyons le lecteur vers l'annexe B.

3.3.1.2 Matériaux

Comme cela a été expliqué, un échantillon de référence (plaque de Titane pur d'épaisseur $e=0.51$ mm) est utilisé pour évaluer les pertes de chaleur et plus particulièrement le coefficient de convection dans cette partie. L'échantillon étudié est une plaque d'AMF Ti - 50.8 at.% Ni d'épaisseur 0.39 mm. Les propriétés thermophysiques des deux matériaux sont rappelées dans la Table 3.2. Elles seront utilisées dans les calculs de sources à venir.

Matériau	Masse volumique ρ ($kg\ m^{-3}$)	Capacité thermique C ($J\ kg^{-1}\ K^{-1}$)	Conductivité thermique k ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)
Titane	4510	520	20
Peinture	1500	1500	0.2
Austénite	6500	520	11
Martensite	6500	520	11

TABLE 3.2: Propriétés thermophysiques du Titane, de la peinture et de deux phases A et M de l'AMF NiTi utilisé pour le dépouillement des résultats [Granta, 2010; Legaie *et al.*, 2008].

Les données du NiTi sont celles évaluées dans le chapitre précédent. Elles seront supposées constantes quelle que soit la phase considérée ($C = C_A = C_M$ et $k = k_A = k_M$).

La DSC de l'AMF utilisé est présentée sur la Fig. 3.7.a. Elle a été réalisée à une vitesse de chauffage et de refroidissement de $10\ Kmin^{-1}$. Au refroidissement, on observe deux transformations de phase : A-R, avec $T_s^{A-R} = 75^\circ C$, puis R-M avec $T_f^{R-M} = 10^\circ C$. La chaleur latente de transformation, mesurée en DSC, est de $21 \pm 1.5\ Jg^{-1}$ au refroidissement, en utilisant la ligne de base tracée sur la Fig. 3.7.

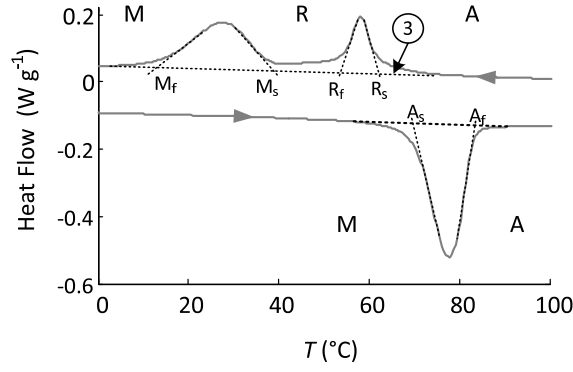


FIGURE 3.7: Transformation martensitique de l'échantillon étudié, obtenue à partir d'une DSC.

3.3.1.3 Estimation des sources de chaleur par la méthode TFM

La méthode utilisée pour estimer des sources de chaleur a été présentée précédemment ainsi que dans [Chrysochoos and Louche, 2000; Schlosser *et al.*, 2007]. Les étapes principales de la méthode sont rappelées dans cette section dédiée à l'estimation du coefficient de convection h .

Les deux échantillons sont placés dans le même environnement et soumis au même chargement thermique et conditions aux limites. L'échantillon de référence (ref : Ti) ne subissant aucune transformation de phase pendant l'expérience, les sources de chaleur dans cet échantillon sont donc nulles ($\dot{q} = 0$) dans les cas homogènes (0D) et hétérogènes (1D). A partir de cette hypothèse, les pertes par convection sont misent sous la forme $h(T - T_0)$ sont estimées par les relations suivantes :

- dans le cas 1D ,

$$h = -\frac{1}{2(\tilde{T} - T_0)} [(\rho_{ref} C_{ref} e_{ref} + 2\rho_P C_{PEP}) \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t} + 2\epsilon\sigma(\tilde{T}^4 - T_0^4) - (k_{ref} e_{ref} + 2k_{PEP}) \text{lap}_{1D}(\tilde{T})], \quad (3.2)$$

- et pour le cas 0D,

$$h = -\frac{1}{2(\tilde{T} - T_0)} [(\rho_{ref} C_{ref} e_{ref} + \rho_P C_{PEP}) \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t} + 2\epsilon\sigma(\tilde{T}^4 - T_0^4)], \quad (3.3)$$

h est ainsi considéré comme fonction de T dans le cas 0D et de T et x dans le cas 1D. Par contre h est identique pour les deux échantillons.

A partir de la mesure du champ de température $T(x, y, t)$ de l'échantillon de Titane, la moyenne de ce champ dans la direction transverse de l'échantillon (notée $\tilde{T}(x, t)$) et dans les deux directions du plan (notée $\tilde{T}(t)$) ont été estimées. Les opérations de filtrage spatio-temporel ont été réalisées sur ces données. Puis les opérateurs (dérivées spatiales et temporelles) présents dans le membre de droite des équations ont été estimés (voir [Chrysochoos and Louche, 2000; Schlosser *et al.*, 2007]). Finalement, les termes dans le membre de droite des équations (3.2) et (3.3) sont évalués et permettent de calculer le coefficient h dans les cas 0D et 1D.

Pendant l'expérience proposée, l'échantillon de NiTi étudié subit deux transformations successives, A-R-M. Pour observer ces transformations, les températures $T_{ini} = 90^\circ C$ et $T_0 = 0^\circ C$ ont été choisies afin d'avoir $T_{ini} > T_{R-A}^f$ et $T_0 < T_{R-M}^f$. T_0 a été limitée à $0^\circ C$ afin d'éviter la condensation sur l'échantillon et la formation de givre sur le hublot.

Les sources de chaleur massique $\dot{q}$ libérées par l'échantillon de NiTi pendant le refroidissement sont estimées à partir des membres de droite des équations (1.14) et (1.15). Dans ces deux équations, on utilisera le coefficient h estimé avec l'échantillon de Titane via les équations (3.2) et (3.3).

Les sources de chaleur obtenues par TFM sont ensuite comparées aux résultats de DSC. Les deux expériences de DSC et de refroidissement naturel avec estimation TFM conduisent à des refroidissements monotones. Les transformations A-R et R-M étant de type martensitique, les sources de chaleur sont fonction des fractions de matériaux transformé f_M et f_R et des taux de transformation $\dot{f}_M$ et $\dot{f}_R$ [Favier and Liu, 2000]. Les fractions f_M et f_R n'étant fonction que de la température, le flux thermique mesuré lors du refroidissement à une température donnée T (en Wg^{-1}) est proportionnel à la vitesse de refroidissement utilisée [Meng *et al.*, 2010]. Afin de normer les résultats obtenus à partir des deux techniques, les sources de chaleur sont divisées par la vitesse de refroidissement $\frac{dT}{dt}$ également noté $\dot{T}$. Par la suite, les rapports $\frac{\dot{q}}{\dot{T}}$ seront tracés en fonction de la température de l'échantillon. Il est ainsi possible de comparer quantitativement ces deux techniques et donc de valider le procédé d'estimation de sources de chaleur.

3.3.2 Résultats expérimentaux

Dans cette partie, les résultats obtenus pendant le refroidissement homogène 0D puis pendant le refroidissement hétérogène 1D sont présentés.

3.3.2.1 Cas homogène

A partir des observations du refroidissement homogène (Figure 2.9.a), la méthode TFM a été utilisée pour valider expérimentalement la méthode d'estimation des sources de chaleur dans le cas homogène 0D. L'évolution temporelle de la température de surface des échantillons de Titane et de NiTi sont tracées sur la Fig. 3.8.a. Les températures initiale et finale des deux échantillons sont bien identiques. Pour l'échantillon de Titane, une courbe décroissante régulière est obtenue. Pour l'échantillon de NiTi, deux "bosses" sont observées, liées aux transformations de phase exothermiques A-R puis R-M. La vitesse de refroidissement ($\dot{T}$) des échantillons de Titane et de NiTi est tracée sur la Fig. 3.8.b. Cette vitesse de refroidissement est comprise entre 1 et $8 K s^{-1}$ pour la méthode TFM alors qu'elle est de $0.17 K s^{-1}$ dans le cas de la DSC réalisée. La vitesse de refroidissement de l'échantillon de Titane décroît quasi linéairement avec la température, ce qui s'explique par le fait que les pertes de chaleur sont principalement dues au terme de convection, avec un coefficient h quasi constant pendant l'expérience. Les deux pics observés dans la courbe de vitesse de refroidissement du NiTi montrent clairement la présence des deux transformations de phase.

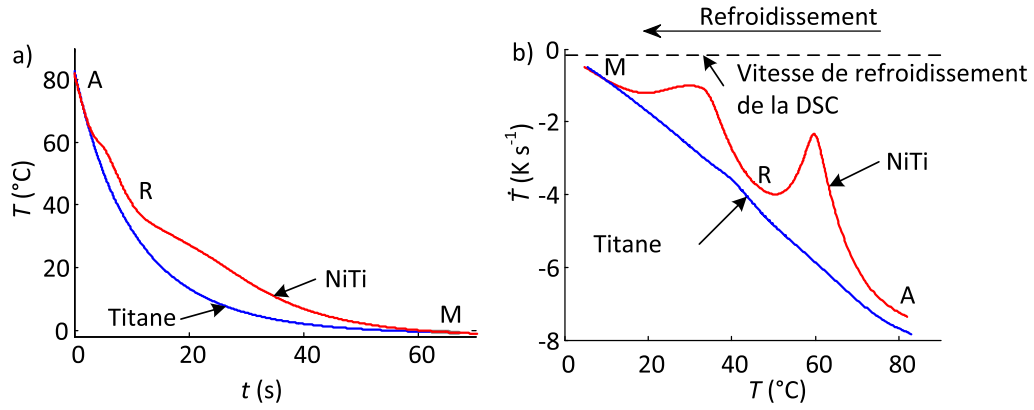


FIGURE 3.8: (a) Refroidissement naturel et (b) vitesse de refroidissement des échantillons de Titane et de NiTi relevée lors de l'expérience "TFM".

3.3.2.2 Refroidissement 1D

Pour réaliser un refroidissement hétérogène 1D, les deux échantillons sont maintenus avec une masse thermique (voir Fig. 2.9). L'évolution spatio temporelle le long du profil axial (Fig 3.9.a) est tracée sur la Fig. 3.9.b pour l'échantillon Ti. Les évolutions temporelles de trois pixels situés à différentes distances de la masse thermique sont tracées sur les Figs. 3.9.c et 3.9.d pour l'échantillon de Ti et de NiTi. Au début de l'expérience, tous les points sont à la même température. Au fur et à mesure de l'expérience, une différence apparaît entre les zones proches et éloignées de la masse thermique. A la fin de l'expérience, la masse thermique est encore chaude, la chaleur est transférée par conduction dans l'échantillon. Ainsi, les pixels proches de la masse sont plus chauds que ceux proches du bord libre, et à la fin de l'expérience la température est différente de la température de l'enceinte T_0 . Comme mentionné dans la Table 3.2, la conductivité thermique du Titane et du NiTi sont différentes. Les flux thermiques à travers les échantillons sont donc différents, induisant une différence de température entre les deux échantillons à la fin de l'expérience.

L'échantillon de Titane refroidit de façon continue, comme pendant l'expérience 0D. Pour l'alliage NiTi, les deux transformations de phase A-R puis R-M sont observables sur la Fig. 3.9.d comme dans le cas 0D. Les Figs. 3.9.e et 3.9.f montrent les profils de températures des deux échantillons à différents instants. Au début de l'expérience, les deux échantillons ont quasiment la même température uniforme T_{ini} . A la fin de l'expérience, il est possible d'observer un gradient de température le long de l'axe principal pour chaque échantillon. Cependant, pour l'échantillon de NiTi, des "bosses" liées aux transformations de phases apparaissent vers $t=10s$ et $t=20s$.

Par la suite, pour éviter les effets de bords générés par les opérations de filtrage, les pixels proches des bords de l'échantillon ne seront pas pris en compte. Seuls les résultats issus de la région d'intérêt indiquée sur les Figs. 3.9.b-f seront présentés. Notre étude se limitera à des temps inférieurs à 50s, là où le refroidissement est le plus important. Après 50s, l'échantillon est dans un état quasi stationnaire et le rapport $\frac{\dot{q}}{T}$ ne peut pas être estimé convenablement. De plus, l'hypothèse de constance de la température de l'enceinte (T_0) est difficile à atteindre sur des durées importantes. Pour estimer les sources de chaleur à des temps plus importants, les variations de température de l'enceinte doivent être prises

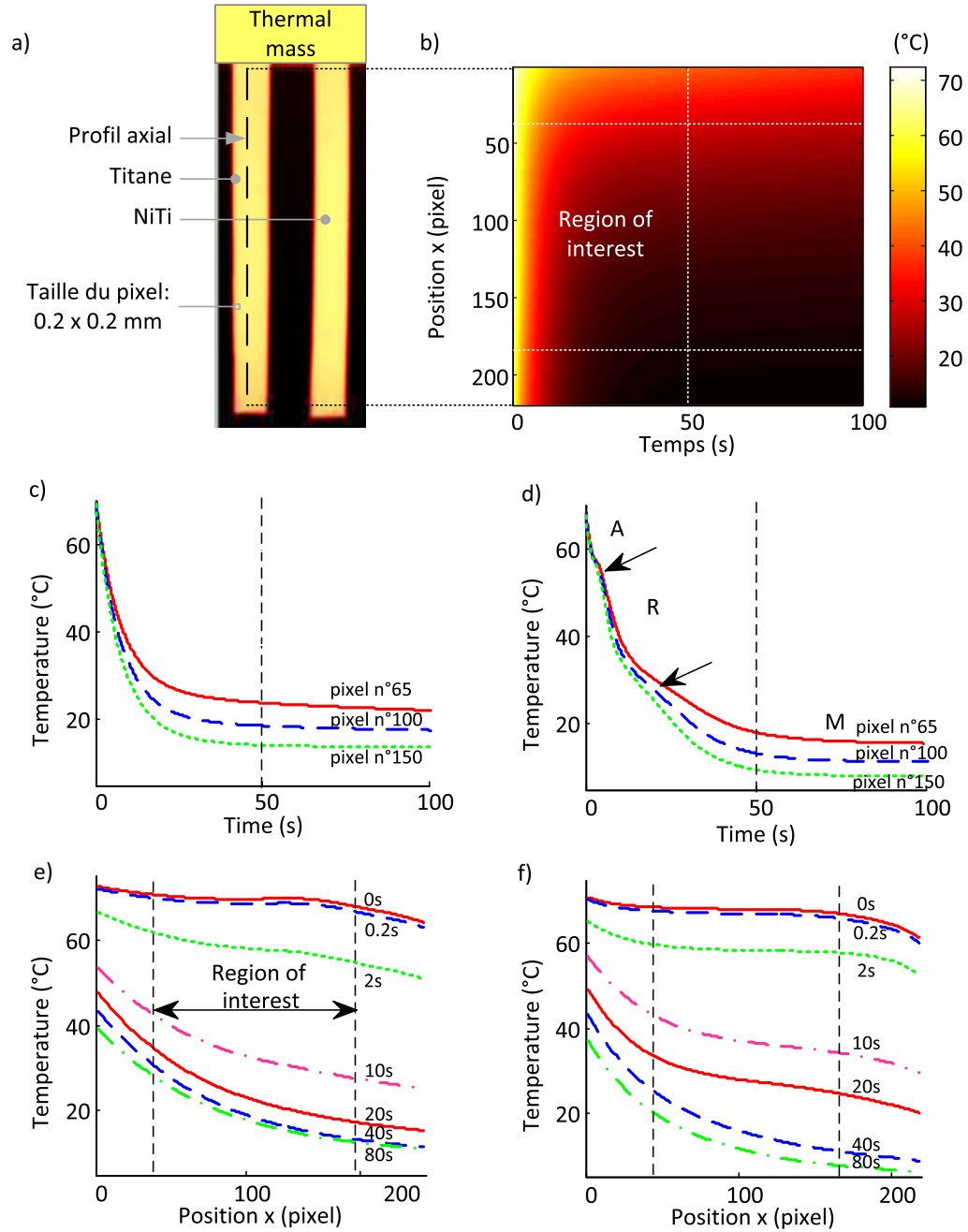


FIGURE 3.9: Réponses thermique des échantillons Ti et NiTi pendant l'expérience 1D. (a) Image thermique montrant les deux échantillons à un instant donné. (b) Représentation spatio-temporelle de la température le long du profil axial tracé sur (a) pour l'échantillon de Titane. (c,d) Évolution temporelle de la température en trois positions données et (e,f) profils thermiques axiaux à différents instants pour les échantillons de Ti et de NiTi.

en compte.

3.3.3 Discussion

3.3.3.1 Refroidissement uniforme

A partir des courbes de température tracées sur la Fig. 3.8.a, le rapport $\frac{\dot{q}}{T}$ a été estimé et tracé sur la Fig. 3.10. L'expérience ayant été réalisée deux fois de façon consécutive avec les mêmes échantillons, on observe que les rapports pour les deux essais sont bien égaux. L'expérience est bien répétable. Les deux pics liés aux transformations A-R et R-M sont facilement détectables.

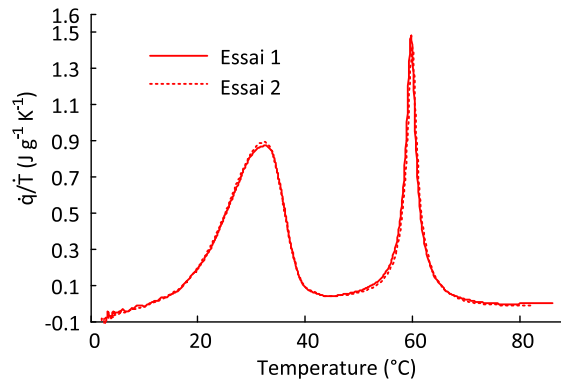


FIGURE 3.10: Tests de la répétabilité de l'expérience

La Fig. 3.11.a montre les rapports $\frac{\dot{q}}{T}$, en fonction de la température, obtenus à partir des mesures par DSC (ligne noire) et à partir de la mesure par TFM (courbes rouge, bleu et verte). Les trois courbes obtenues par la méthode TFM correspondent à l'utilisation de trois valeurs différentes de la capacité thermique de l'échantillon de NiTi (vert : $C_{NiTi} = 520 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$, bleu : $C_{NiTi} = 500 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$, rouge : $C_{NiTi} = 480 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$).

Tout d'abord, observons que les courbes DSC et TFM ne sont pas au même niveau. En effet, la méthode TFM mesure uniquement les sources de chaleur libérées par le matériau. En revanche, la DSC mesure la quantité d'énergie à apporter au matériau pour suivre la consigne thermique imposée. Cela prend donc en compte à la fois les sources de chaleur, mais aussi la capacité qu'a le matériau à stocker la chaleur ($C\dot{T}$). Pour calculer à partir d'une mesure DSC une source de chaleur par exemple due à une transformation de phase, il est nécessaire d'estimer une ligne de base [Shaw *et al.*, 2008].

Ainsi, afin de mesurer la chaleur latente de transformation, trois lignes de bases ont été tracées sur la mesure par DSC (Fig. 3.11.a). Classiquement, les températures de transformation sont estimées à partir des lignes tangentes sur les pics, comme représenté sur la Fig. 3.7. Cependant, le choix des points utilisés pour construire la ligne de base peut affecter la détermination de ces températures de transformation et encore plus les chaleurs latentes de transformation. Ici, la " température d'initiation " de la transformation de la phase R (notée R_{si}) a été estimée à partir de la méthode TFM (voir Fig. 3.11.a), et qui correspond au début de l'augmentation de la courbe. Cette valeur est estimée à $R_{si} = 74^\circ \text{C}$. Une méthode similaire a été utilisée pour déterminer la température de fin de transformation de la phase M, notée $M_{fe} = 6^\circ \text{C}$ et qui correspond à l'instant où $\frac{\dot{q}}{T} = 0$

(pointillés rouges) avec $C_{NiTi} = 480 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (courbe rouge). R_{si} et M_{fe} ainsi déterminées permettent de construire la première ligne de base (notée 1) sur la Fig. 3.11.a. A partir de la courbe verte obtenue pour $C_{NiTi} = 520 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$, on détermine de façon identique une seconde valeur de fin de transformation $M_{fe} = 10^\circ \text{C}$, qui est utilisée pour tracer la deuxième ligne de base. La troisième ligne de base est tracée entre $R_{si} = 74^\circ \text{C}$ et $M_{fe} = 2^\circ \text{C}$. Cette dernière valeur est estimée à partir de la DSC de la Fig. 3.7, car cela semble la ligne de base la plus propre.

L'évolution des énergies massiques E sont tracées en fonction de la température de l'échantillon sur la Fig. 3.11.b pour les deux techniques. Elles sont obtenues en intégrant par rapport à la température T le rapport $\frac{\dot{q}}{T}$ tracé sur la Fig. 3.11.a. Pour la DSC, cette énergie est estimée en intégrant le rapport $\frac{\dot{q}}{T}$ obtenu par DSC auquel on soustrait la puissance absorbée par le matériau et matérialisée par la ligne de base (courbes pointillés). Ainsi, trois courbes notées 1, 2 et 3 sont obtenues pour la méthode DSC et correspondent à la ligne de base du même numéro (Fig. 3.11.b). Trois courbes sont également obtenues pour la méthode TFM (rouge, bleu, vert) et correspondent aux différentes valeurs de C_{NiTi} utilisées.

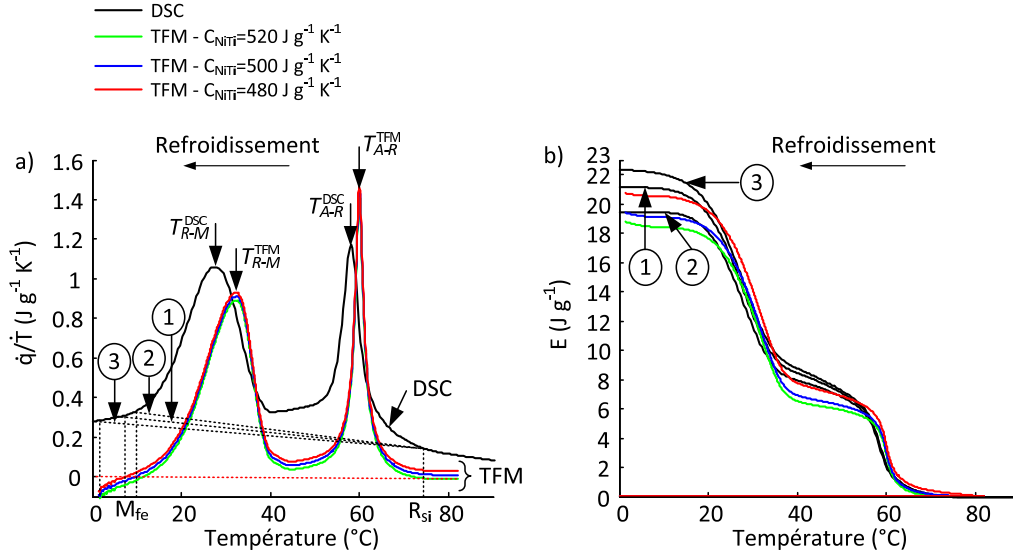


FIGURE 3.11: (a) Rapports $\frac{\dot{q}}{T}$ et (b) évolution de l'énergie pendant le refroidissement mesurée par DSC et par la méthode TFM.

La Fig. 3.11.b permet de comparer l'évolution de l'énergie mise en jeu dans le matériau lors du changement de phase en fonction de la température, i.e. la chaleur latente de transformation. Pour l'estimation réalisée à partir de la DSC, on voit que le choix de la ligne de base affecte de façon significative cette énergie. Lorsque $T = 0^\circ \text{C}$, on mesure une valeur de la chaleur latente de transformation égale à $\Delta H_{A-M}^{DSC} = 21 \pm 1.5 \text{ J g}^{-1}$. Par la méthode TFM, on mesure $\Delta H_{A-M}^{TFM_1} = 20.7 \text{ J g}^{-1}$, $\Delta H_{A-M}^{TFM_2} = 19.8 \text{ J g}^{-1}$ et $\Delta H_{A-M}^{TFM_3} = 19.0 \text{ J g}^{-1}$, en prenant respectivement $C_{NiTi} = 480, 500$ ou $520 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$. La différence entre chaque mesure faite par la méthode TFM est importante. Elle s'explique par la position de la courbe par rapport à la ligne $s = 0$ (pointillés rouges). On remarque que les valeurs obtenues par la méthode TFM sont légèrement inférieures à celles obtenues avec la DSC. Or, lors de la validation numérique, on constatait que la méthode sous estimait l'énergie

d'environ 7 % au maximum. En tenant compte de cette erreur, la méthode TFM est donc en accord quantitatif avec les valeurs obtenues par DSC.

Une autre façon d'évaluer la méthode consiste à observer la position des pics. Sur la Fig. 3.11.a, la température de la transformation A-R est estimée à $T_{A-R}^{DSC} = 58^\circ C$ avec la DSC, et à $T_{A-R}^{TFM} = 60^\circ C$ avec la méthode TFM. Pour la transformation R-M, les températures sont estimées à $T_{R-M}^{DSC} = 27^\circ C$ et à $T_{R-M}^{TFM} = 31^\circ C$. Deux raisons peuvent expliquer les différences observées. La première peut être liée à la précision des mesures réalisées. Avec la caméra IR, la précision est de $\pm 2^\circ C$ sur la température absolue. La DSC est calibrée sur la température de transformation de l'indium, mais il est possible qu'une légère dérive de la calibration des thermocouples génère une petite erreur sur la mesure par DSC. La seconde raison peut être liée à l'inertie des mesures réalisées par DSC, comme signalé dans la section 1.4.1 (Calorimétrie différentielle à balayage), et comme étudié dans [Meng *et al.*, 2011; Kato and Sasaki, 2012]. Sur la Fig. 3.11.b on observe que si les températures de début de transformation sont identiques, l'énergie augmente plus rapidement par la méthode TFM (pente des courbes). Le maximum du pic est donc obtenu plus rapidement qu'avec la DSC. Cette absence d'inertie thermique dans le cas de la TFM est observée, même si au début de la transformation, la vitesse de refroidissement est d'environ $7 K s^{-1}$, soit 40 fois plus élevée que la vitesse de refroidissement utilisée dans la DSC.

Ainsi, dans le cas homogène, les résultats obtenus par DSC et par la méthode TFM sont en accord qualitatif et quantitatif par rapport à la méthode de référence (DSC). Mentionnons que l'article [Delobelle *et al.*, 2012] est accepté dans la revue *Journal of Materials Engineering and Performance* et rappelé en Annexe, évalue la méthode proposée sur la transformation A-R.

3.3.3.2 Refroidissement 1D

A partir des courbes de refroidissement de l'échantillon de Titane présentées sur la Fig. 3.9, le coefficient h est estimé localement dans le cas 1D en utilisant l'éq. (3.2). Son évolution est tracée en bleu en fonction de la température de l'échantillon sur la Fig. 3.12 pour les pixels 65, 100 et 150 pour l'expérience 1D (Fig. 3.12.a). Il est comparée au coefficient obtenu dans le cas 0D (Fig. 3.12.b). Dans le cas 1D, on observe une forte variation du coefficient de convection avec la température, allant de 70 (début du refroidissement) à $10 W m^{-2} K^{-1}$ pour le pixel 65. Dans le cas 0D, cette variation est beaucoup plus faible, h variant de 55 à $48 W m^{-2} K^{-1}$. Les différences importantes d'évolution de h avec T sont dues principalement à la configuration des expériences réalisées. Dans le cas 0D, on suppose que la faible longueur (15 mm) conduit à une valeur de h homogène sur la hauteur de l'échantillon. En revanche, dans le cas 1D, la longueur plus importante de l'échantillon, sa disposition verticale et la présence d'une masse thermique située dans la partie supérieure, créent un courant de convection du bas vers le haut de l'échantillon. Ce courant est d'autant plus fort que les températures sont élevées. Les valeurs plus élevées ($60 W m^{-2} K^{-1}$) pour h observées dans la partie supérieure ($h_{pixel65} > h_{pixel100} > h_{pixel150}$) de l'échantillon sont en accord avec cette description des phénomènes de convection.

Les valeurs brutes (courbes bleus de la Fig. 3.12.a) sont corrigées afin de pouvoir les exploiter dans l'expérience utilisant l'échantillon de NiTi. Le modèle corrigé de h (courbe

rouge) reprend l'évolution de h mesuré à partir de l'échantillon de Ti et l'étend sur un intervalle de température $[0\ 80^\circ\text{C}]$ compatible avec les variations températures mesurées lors de l'expérience avec l'échantillon de NiTi.

Dans les deux cas (Fig. 3.12.a et Fig. 3.12.b), les évolutions de h avec T présentent un défaut autour de 40°C . Ce défaut est vraisemblablement lié à la procédure de calibration utilisée pour la caméra IR. En effet, pour couvrir une gamme assez large de température (80°C à 0°C), nous avons utilisé une procédure dite de " multi TI " exploitant plusieurs temps d'intégration (deux en l'occurrence ici). Les deux lois d'étalonnage associées à ces deux temps d'intégration couvrent deux intervalles de température se superposant vers 40°C . Les différences entre ces deux lois d'étalonnage au voisinage de 40°C , accentuées par les opérations de dérivation, génèrent le défaut observé sur l'évolution de h avec T .

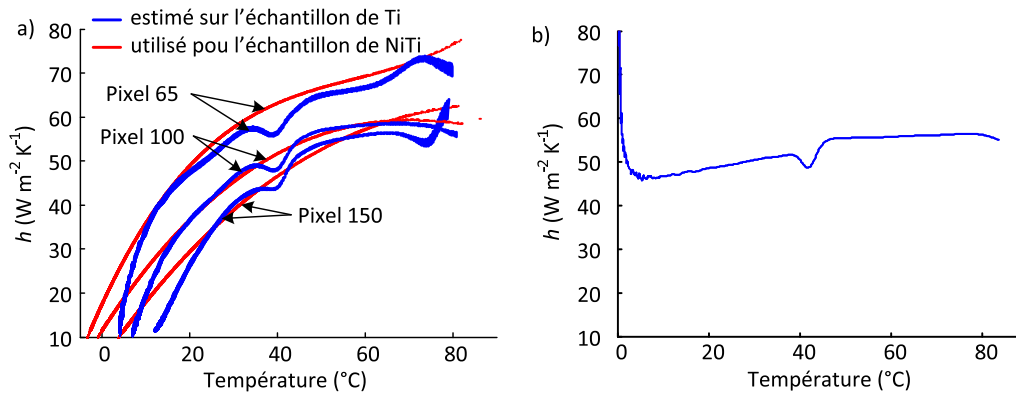


FIGURE 3.12: Évolution du coefficient de convection évalué dans le cas de l'expérience a) 1D pour les pixels 65, 100 et 150 et b) 0D.

Les profils axiaux moyens de température $\tilde{T}(x, t)$ sont calculés pour chaque échantillon à partir des champs thermiques observés (Fig. 3.9.a). À partir de ces profils, l'approche 1D d'estimation des sources de chaleur permet de calculer les profils axiaux de sources $s(x, t)$. Pour ces calculs, les valeurs du coefficient h utilisées sont celles données sur la Fig. 3.12.a en rouge pour l'échantillon de NiTi.

Les sources ainsi obtenues sont tracées pour les deux échantillons en fonction de la température de l'échantillon sur la Fig. 3.13.a, pour les pixels 60 à 70 (rouge), 95 à 105 (bleu) et 145 à 155 (vert). On vérifie alors que les sources obtenues pour l'échantillon de Ti sont quasi nulles sur la majorité de la gamme de température. Un écart par rapport à la valeur nulle attendue est observé au début du refroidissement et à la fin. On vérifie également que les courbes obtenues pour l'ensemble des pixels sont bien superposées.

Pour l'échantillon de NiTi, les sources sont quasi nulles au début du refroidissement, ce qui est normal puisque la transformation n'a pas encore débuté. À la fin du refroidissement, les sources mesurées sur l'échantillon de NiTi sont légèrement négatives alors qu'elles devraient être nulles. Cet écart peut être expliqué par la difficulté d'estimer le coefficient h aux basses températures, et lorsqu'on est proche de l'équilibre. En effet, on observe que les sources pour l'échantillon de Ti sont là aussi légèrement négatives aux basses températures. On note également sur cette figure que les sources calculées sont différentes selon la position axiale (pixel) considéré. Ces différences observées sont liées à la vitesse de refroidissement qui n'est pas homogène le long de la position axiale (Fig. 3.13.b). Pour une

température donnée, les sources de chaleurs sont en effet plus intenses lorsque la vitesse de refroidissement est élevée.

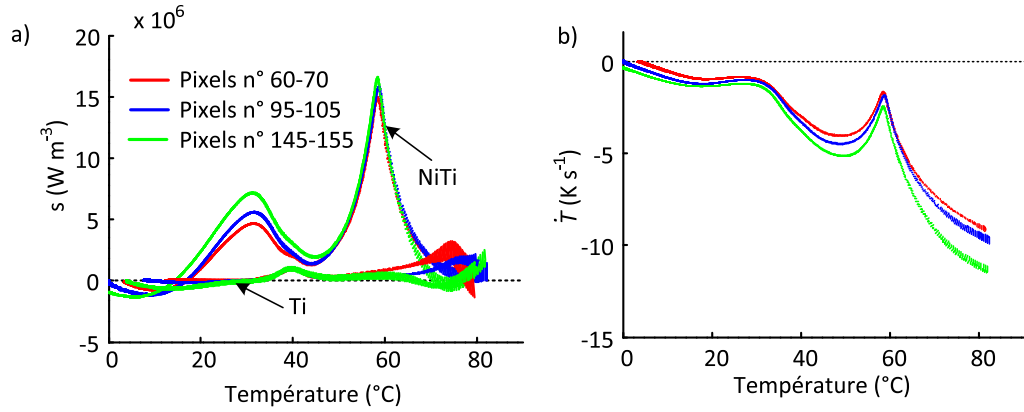


FIGURE 3.13: a) Sources massiques ($W m^{-3}$) estimées par la méthode TFM. b) Vitesse de refroidissement de l'échantillon de NiTi.

Comme précédemment dans le cas 0D nous choisissons de calculer le rapport $\frac{\dot{q}}{T} = \frac{s}{\rho T}$ afin de tenir compte de la vitesse de refroidissement. L'évolution de ce rapport $\frac{\dot{q}}{T}$ est donnée sous la forme d'une représentation spatio-temporelle (Fig. 3.14.b). Cette représentation met clairement en évidence deux régions spatio temporelles de fortes valeurs du terme $\frac{\dot{q}}{T}$. Ces régions apparaissent dans des zones liées aux changements de phase A-R et A-M qui affectent le matériau lors du refroidissement. Ces zones de transformation se déplacent, au cours du refroidissement, le long de l'échantillon avec une cinétique qui dépend localement de la vitesse de refroidissement. La première zone subissant la transformation A-R est située sur la partie libre de l'échantillon, celle qui va se refroidir le plus rapidement. La transformation A-R se déplace ensuite vers le haut avec une vitesse qui ralentit au fur et à mesure que l'on se rapproche de la masse thermique, masse qui réduit, dans cette zone, la vitesse de refroidissement. La seconde transformation R-M, moins intense et plus diffuse, commence dans la partie basse de l'échantillon vers 15 s et se propage ensuite vers le haut. Cette propagation s'effectue avec une vitesse différente de la première transformation, mais avec là aussi une réduction marquée de cette vitesse lorsqu'on se rapproche de la masse thermique stabilisant la température de l'échantillon.

Une analyse plus quantitative de ces résultats est proposée sur la Fig. 3.14.c. Sur cette figure sont tracées les évolutions du rapport $\frac{\dot{q}}{T}$ avec T , pour trois zones (pixels 60 à 70, pixels 95 à 105 et pixels 145 à 155) représentées par des traits horizontaux sur la Fig. 3.14.b. Ces tracés (faisceau de courbes représentées en rouge, bleu et vert) sont comparés à la courbe $\frac{\dot{q}}{T}$ de référence obtenue en DSC.

Différents enseignements peuvent être tirés de cette figure :

- i) les faisceaux de courbes $\frac{\dot{q}}{T}$ obtenus par TFM en différents points sont tous superposés. Cette observation montre que la " DSC locale " ainsi réalisée par la méthode TFM est indépendante du point choisi et indépendante de la cinétique de ces transformations qui se propagent dans l'espace.
- ii) l'allure générale des " DSC locales " obtenues par TFM est proche de la référence DSC mais présente des écarts qui semblent être plus importants de part et d'autre

des deux pics de transformation.

- iii) les courbes de " DSC locales " $(\frac{\dot{q}}{T})_{TFM}$ s'écartent plus fortement de la référence en fin de refroidissement, lorsque l'on se rapproche de l'équilibre thermique. On a vu en effet que pour ces températures ($T < 20^\circ C$), la puissance calorifique massique $\dot{q}$ délivrée par la transformation est plus difficile à estimer. De plus, la division par le terme $\dot{T}$, de plus en plus faible au fur et à mesure que l'on se rapproche de l'équilibre thermique, accentue l'instabilité de l'estimation du terme $\frac{\dot{q}}{T}$ par TFM.
- iv) les températures relevées pour les maximums des pics des " DSC locales " $(\frac{\dot{q}}{T})_{TFM}$ sont quasi identiques pour la transformation A-R ($T_{A-R}^{DSC} \approx T_{A-R}^{TFM} \approx 60^\circ C$) et très proches pour la transformation R-M ($T_{R-M}^{DSC} \approx 27^\circ C$, $T_{R-M}^{TFM} \approx 30^\circ C$).

A partir de ces courbes, l'énergie libérée par le matériau est calculée pour chaque pixel, puis tracée en fonction de la température de l'échantillon sur la Fig. 3.14.d. Les mêmes pixels que ceux choisis pour tracer les rapports $\frac{\dot{q}}{T}$ sont retenus (rouge : pixels 60-70, bleu : pixels 95 à 105 et vert : 145 à 155). Les énergies mesurées par DSC et considérées dans le cas 0D (voir paragraphe 3.3.3.1) sont de nouveau tracées sur la Fig. 3.14.b, et sont notées 1 ($R_{si} = 74^\circ C$ à $M_{fe} = 6^\circ C$), 2 ($R_{si} = 74^\circ C$ à $M_{fe} = 10^\circ C$) et 3 ($R_{si} = 74^\circ C$ à $M_{fe} = 2^\circ C$). L'énergie totale estimée par la méthode TFM est d'environ $\Delta H_{A-M}^{TFM} = 17 \pm 1 \text{ Jg}^{-1}$, soit une sous estimation de 20% de celle estimée par la DSC. Cette erreur vient essentiellement de la sous estimation, discuté précédemment, en fin de refroidissement de la quantité $(\frac{\dot{q}}{T})_{TFM}$. Si seule la transformation A-R est observée (entre 80 et 40°C), on mesure $\Delta H_{A-R}^{TFM} \approx 7 \pm 1 \text{ Jg}^{-1}$ par la méthode TFM et $\Delta H_{A-R}^{DSC} \approx 8 \pm 0.5 \text{ Jg}^{-1}$ avec les lignes de bases numérotées 1, 2 et 3. Dans Delobelle *et al.* [2012] (voir Annexe C), l'étude de la transformation A-R a été proposée dans le cas 0D. Des lignes de base pour la transformation A-R ont été construites entre $R_{si} = 74^\circ C$ et $R_{fe} = 40^\circ C$, $46^\circ C$ (notées 4 et 5 sur la Fig. 3.14.c) pour la méthode par DSC. A partir de ces lignes de bases (numérotées 4 et 5), la chaleur latente de la transformation A-R est estimée à $\Delta H_{A-R}^{DSC} = 5.7 \pm 0.5 \text{ Jg}^{-1}$ (voir Annexe C). Les valeurs obtenues par la méthode TFM sont donc en bon accord avec ceux obtenus par la méthode DSC.

Les différents termes présents dans l'équation d'estimation des sources 1D sont tracés pour l'échantillon de Ti et de NiTi respectivement sur les Figs. 3.15.a et 3.15.b. Sur ces figures, les courbes en rouge représentent le terme lié au stockage de chaleur de l'échantillon ($\rho C \dot{T}$). Les courbes bleues correspondent au terme de conduction ($-k \text{ lap}(T)$), les courbes vertes représentent les pertes par convection et les courbes noires les pertes par rayonnement. On voit que dans chaque cas, le terme de convection (vert) et celui lié au stockage (rouge) sont les plus importants. Les termes de rayonnement et de conduction (bleu) sont très faibles. Pour valider de façon plus significative le modèle 1D, il aurait été plus intéressant de créer une expérience pour laquelle le laplacien est plus important dès le début du refroidissement et jusqu'à la fin de l'expérience. Il aurait été également intéressant de réduire les pertes par convection et donc le terme $\rho C \dot{T}$ qui sont trop importants. Notons que ce problème n'est pas mis en avant lors des expériences de détermination de la conductivité des matériaux, puisque les profils de température étaient étudiés lors de l'état quasi stationnaire, lorsque le terme lié à la conduction est prépondérant.

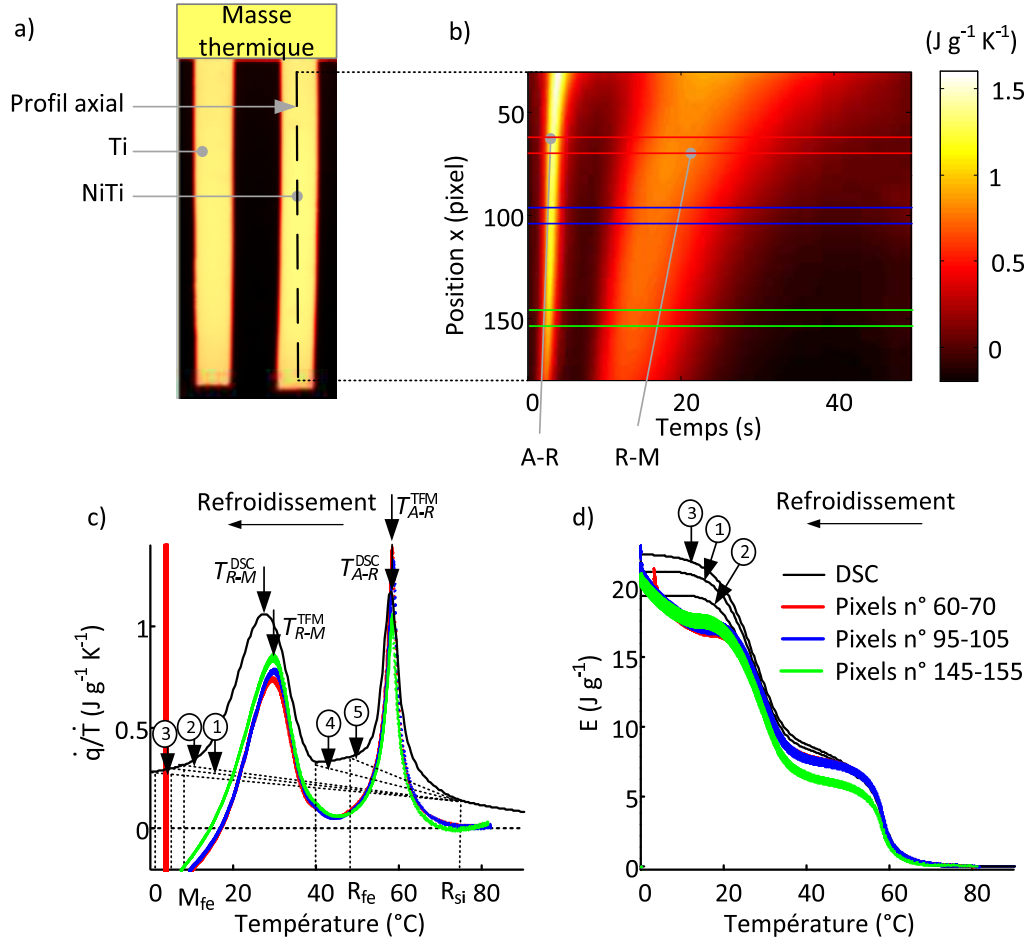


FIGURE 3.14: a) Profil axial sélectionné sur l'échantillon de NiTi, b) Évolution spatio-temporelle du rapport $\frac{q}{T}$ évalué avec la méthode TFM. c) Comparaison des rapports $\frac{q}{T}$ évalués par les techniques DSC et TFM pour les pixels 60 à 70 (rouge), 95 à 105 (bleu) et 145 à 155 (vert). d) Évolution de l'énergie pendant le refroidissement pour les pixels considérés dans la Fig. 3.14.c.

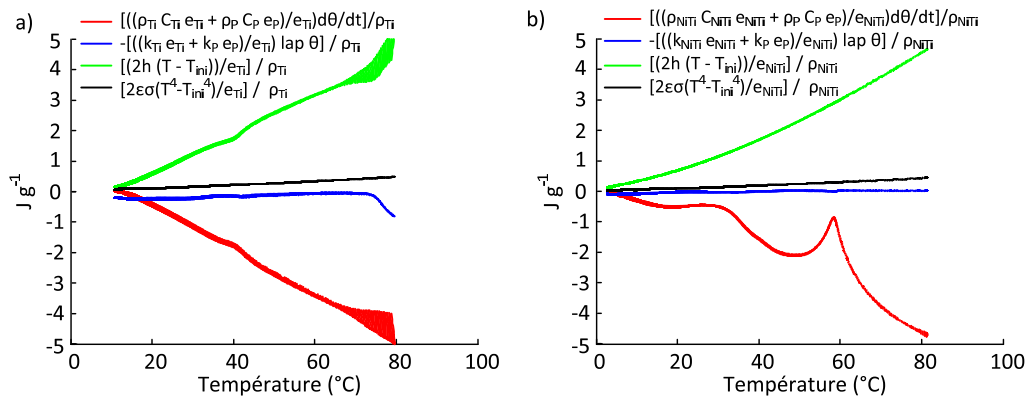


FIGURE 3.15: Évolution des différents termes intervenant dans l'équation d'estimation des sources 1D pour les pixels 60 à 70 : stockage dans le matériau (vert), conduction (bleu), convection (vert), rayonnement (noir) pour les échantillons de a) Ti et b) NiTi.

3.3.4 Bilan

Dans cette partie, une validation expérimentale sur l'estimation des sources de chaleur a été réalisée. Les résultats obtenus par TFM et DSC sont qualitativement et quantitativement en bon accord, ce qui constitue une autre forme de validation pour la méthode d'estimation des sources de chaleur. Ainsi, il semble maintenant possible de réaliser des estimations quantitatives de sources de chaleur et d'énergie à partir de champs thermiques, en particulier dans le cas de changements de phase induits mécaniquement dans des AMF NiTi.

3.4 Bilan général

Dans ce chapitre, la méthode d'estimation des sources de chaleur a été éprouvée de façon numérique et expérimentale.

D'un point de vue numérique, l'erreur engendrée par la couche de peinture, utilisée pour recouvrir les échantillons et leur donner une haute émissivité, a été étudiée. Cette couche isole légèrement l'échantillon étudié. Négliger la couche de peinture conduit à sur-estimer les sources de chaleur lorsqu'elles sont faibles, alors qu'en prenant en compte la couche de peinture dans les équations, les sources sont légèrement sous estimées. Il est cependant difficile de quantifier de façon générale l'erreur faite sur l'estimation des sources de chaleur, tant elle sera dépendante du cas étudié. De plus, cette étude reste vraie en considérant que les propriétés thermophysiques du revêtement sont bien identifiées.

Une validation expérimentale a ensuite été réalisée à partir de l'observation d'une transformation martensitique induite thermiquement sur des AMF NiTi. Les propriétés thermophysiques mesurées dans le chapitre précédent ont été utilisées pour réaliser les calculs de sources. Les modèles et les techniques d'estimation sur des données expérimentales ont été validés dans le cas 0D et dans le cas 1D. Certaines améliorations ont été proposées dans les sections précédentes.

Les propriétés thermophysiques du NiTi étant mieux connues, les modèles proposés et la méthode d'estimation des sources de chaleurs étant validés à partir d'échantillons de NiTi, l'ensemble va maintenant être utilisé pour réaliser des calculs de sources lors d'un essai de cisaillement sur un échantillon de NiTi.

Essai de cisaillement

Sommaire

2.1	Introduction	33
2.2	Analyse des résultats de la littérature sur les propriétés thermophysiques C et k du NiTi	33
2.3	Techniques d'estimation des propriétés thermophysiques	36
2.3.1	Estimation de la capacité thermique C	36
2.3.2	Estimation de la conductivité thermique k	38
2.4	Estimations des propriétés thermophysiques par mesures de champs thermiques : méthode TFM.	40
2.4.1	Présentation de la méthode TFM	41
2.4.2	Validation théorique de la méthode TFM	46
2.4.3	Validation expérimentale de la méthode TFM	57
2.4.4	Application de la méthode TFM aux données thermophysiques du NiTi	60
2.5	Estimation des propriétés thermophysiques du NiTi par des méthodes de référence	65
2.5.1	Estimation de la capacité thermique C par DSC	65
2.5.2	Estimation de la diffusivité thermique	70
2.5.3	Estimation de la conductivité thermique par la méthode 3ω	79
2.6	Bilan	80

Nous avons dans les deux chapitres précédents déterminé précisément les capacités thermiques et les conductivités des alliages NiTi, puis vérifié la validité de notre méthode d'estimation de sources de chaleur à partir des mesures de champs de température par caméra Infra-Rouge. Nous pouvons ainsi dans ce chapitre étudier le comportement thermomécanique d'un AMF NiTi lors d'une sollicitation mécanique, en fournissant d'une part les mesures usuelles purement mécaniques (contrainte, déformation), d'autre part les mesures de sources et énergies mises en jeu. Après une description du matériau et des méthodes utilisées, nous présenterons et discuterons les résultats obtenus lors d'essais de cisaillement superélastique réalisés sur des plaques.

4.1 Matériau et méthode

Des mesures de champs cinématiques de déformation et de champs de température ont été effectuées lors d'essais de traction de plaque et tubes d'AMF NiTi dans le cadre de la thèse de Pauline Schlosser [Favier *et al.*, 2007; Schlosser, 2008]. Dans les essais de traction étudiés, des phénomènes de localisation de déformation se produisaient très rapidement, faisant apparaître des zones fortement déformées, avec des déformations locales supérieures à 5%, et des zones peu déformées, avec des déformations locales inférieures à 1%. Ces phénomènes de localisation sont un frein à l'étude du comportement thermomécanique de l'alliage NiTi, car d'une part ils complexifient les calculs de sources de chaleur et entachent les valeurs mesurées par une forte incertitude et d'autre part ils empêchent d'étudier la zone de déformation entre 1 et 5%. Il apparaît ainsi préférable de rechercher un type de sollicitation ne présentant pas de phénomènes de localisation. Une première solution est de solliciter en traction équibiaxiale une plaque de Nickel-Titane ; ceci a été réalisé grâce à des essais de gonflement circulaire (appelé bulge-tests), la pression étant exercée par de l'eau [Grolleau *et al.*, 2011] (voir Annexe D). Cet essai qui a été réalisé en collaboration avec V. Grolleau et G. Rio du LIMATB de Lorient a montré que pour ce type de sollicitation, aucun phénomène de localisation n'apparaissait. Cependant, l'exploitation des champs de température n'est pas aisée, car la plaque soumise à l'essai de gonflement a une surface en contact avec l'air extérieur et l'autre en contact avec l'eau exerçant la pression. Une seconde solution d'essai homogène consiste à appliquer un état de déformation de type cisaillement, soit en réalisant des essais de torsion sur tubes, soit en réalisant des essais de cisaillement sur plaques. Les essais de torsion ont été réalisés par Sun and Li [2002] qui ont montré qu'aucun phénomène de localisation n'apparaissait dans ce cas. Des essais de cisaillement sur plaque ont été réalisés par Manach and Favier [1997], Orgéas and Favier [1998] et Schlosser [2008], qui dans les trois cas ont montré que cet essai était bien homogène pour les alliages NiTi utilisés. L'essai de cisaillement sur plaque a donc été choisi, car permettant du fait de sa géométrie des mesures simultanées de champs cinématiques et thermiques, et du fait des conditions thermiques des estimations de sources, car les deux faces de l'échantillon sont en contact avec l'air ambiant. Les essais de cisaillement présentés ici ont été réalisés à Lorient, au sein du Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne (LIMATB), en collaboration avec P.Y. Manach. Le dispositif expérimental utilisé est présenté sur la Fig. 4.1. Il reprend le principe de la platine de cisaillement mise au point par P.Y. Manach [Manach and Favier, 1997], avec une très nette amélioration sur les dispositifs de serrage des échantillons, réalisés par des vérins hydrauliques. De plus, cette nouvelle platine permet l'observation des deux faces des échantillons cisailés. Par contre, cette platine ne permet pas le contrôle de la température de l'essai. Au cours des essais de cisaillement, réalisés à température ambiante, les champs cinématiques et de températures ont été mesurés avec une caméra visible et une caméra IR disposées de la façon présentée sur les Figs. 4.1.a et 4.1.c. Pour les mesures réalisées dans le visible, une lumière froide éclaire de façon homogène la scène observée (Figs. 4.1.b).

Comme illustré sur la Fig. 4.2, chacune des faces de l'éprouvette est dédiée à une mesure et est préparée de manière spécifique. Un mouchetis noir sur fond blanc a été déposé sur la face avant pour permettre les mesures des champs cinématiques (Fig. 4.2.a) alors que

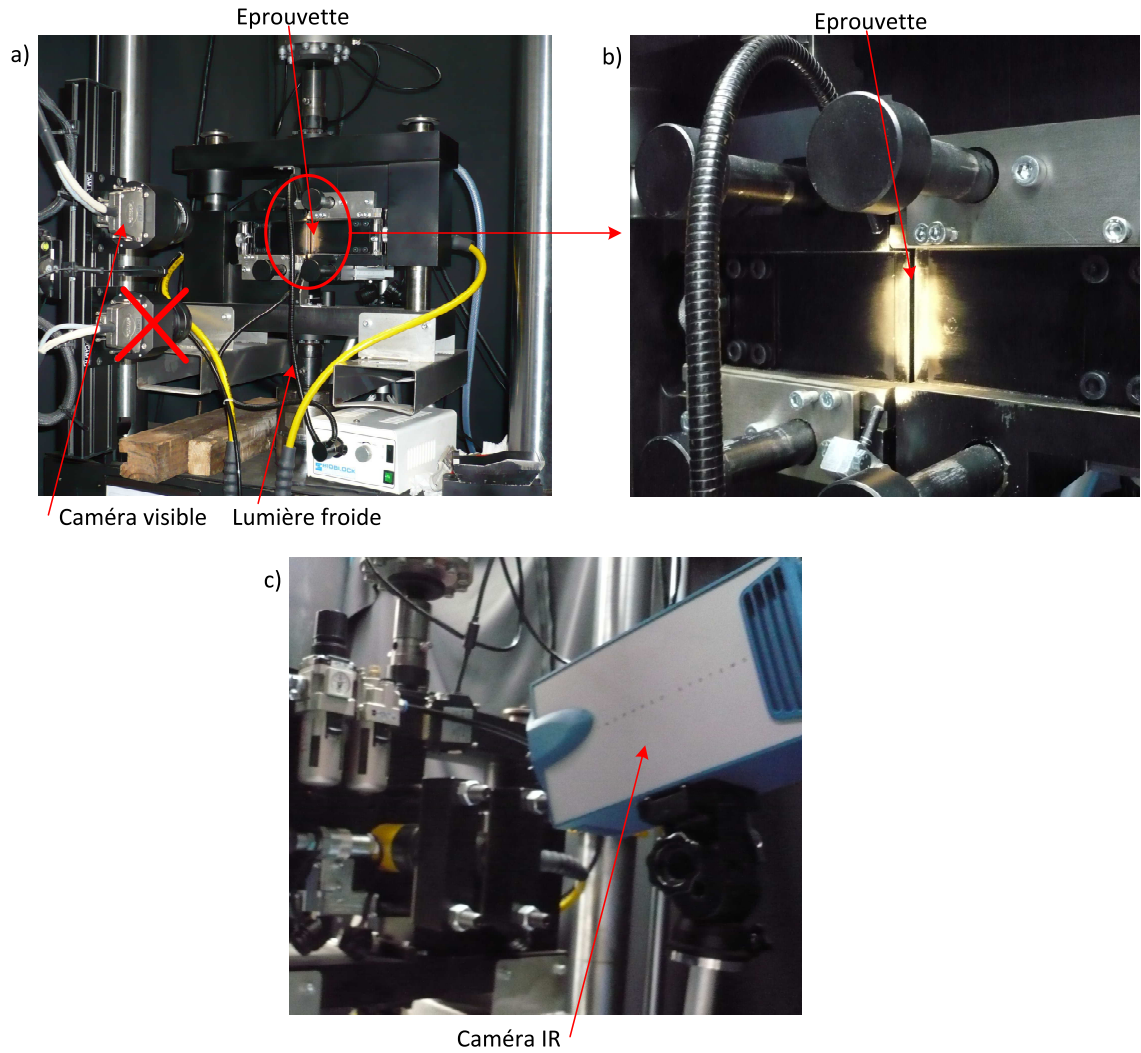


FIGURE 4.1: Photographies du dispositif expérimental. a) Vue de devant avec la caméra visible et b) agrandissement de la zone observée. c) Vue de derrière avec la caméra IR.

la face arrière a été recouverte uniformément d'une peinture noire à haute émissivité pour réaliser les mesures de champs thermiques (Fig. 4.2.b). Sur ces images on observe des bandes horizontales, composées de stries verticales, qui correspondent à la zone de serrage de l'éprouvette. Chaque trait vertical correspond à une dent des mors de serrage. Les photos qui ont été prises après l'essai après démontage de l'éprouvette montrent que chaque trait est bien marqué, indiquant que l'éprouvette n'a pas glissé dans les mors lors de l'essai, du fait de la qualité du serrage de la platine du LIMATB.

L'éprouvette a été découpée dans une plaque d'épaisseur $e_0 = 0.34$ mm. La zone utile observée par la caméra visible et par la caméra IR a les dimensions $L_0 \times l_0 = 55 \times 4$ mm², comme présenté sur la Fig. 4.3.a. Dans cette étude, on utilise le matériau en Ti - 50.8 at. % Ni présenté dans le deuxième chapitre (section 2.4.1.1). La mesure par DSC tracée sur la Fig. 2.10.b montre que les températures de début et de fin de transformation directe A-M sont égales à $T_{A-M}^s = -18^\circ\text{C}$ et $T_{A-M}^f = -50^\circ\text{C}$. Les températures de début et de fin de transformation inverse M-A sont respectivement $T_{M-A}^s = -40^\circ\text{C}$ et $T_{M-A}^f = 5^\circ\text{C}$. L'alliage étudié est ainsi complètement austénitique à température ambiante et ne présente

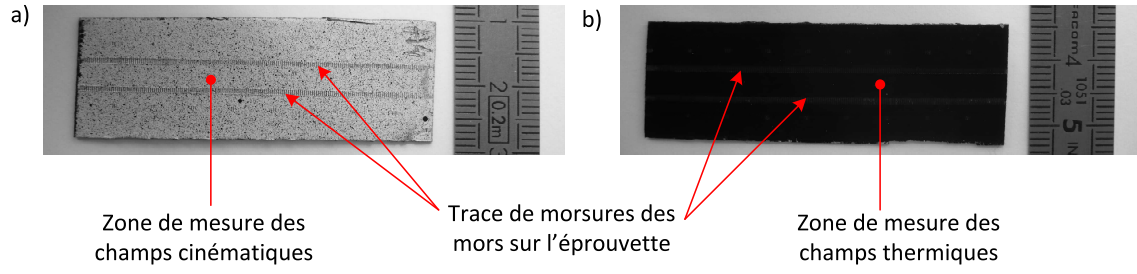


FIGURE 4.2: Éprouvette de cisaillement. a) Face avant permettant la mesure des champs cinématiques. b) Face arrière permettant la mesure des champs thermiques.

pas de phase R. Les chaleurs latentes de transformation associées aux deux transformations mesurés par DSC sont respectivement $\Delta H_{A-M} = 8.1 \pm 1 \text{ Jg}^{-1}$ et $\Delta H_{M-A} = 10.8 \pm 1 \text{ Jg}^{-1}$. L'éprouvette est chargée de façon cyclique avec une vitesse de déplacement de la traverse égale à $\dot{u}_y = 4.10^{-2} \text{ mm s}^{-1}$, ce qui correspond à une vitesse de déformation en cisaillement moyenne $\dot{\gamma} = \frac{\dot{u}_y}{l_0} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Quatre cycles de charges et décharges sont réalisés. Après chaque charge et chaque décharge, le déplacement de la traverse est maintenu constant pendant une durée $t_a = 30 \text{ s}$ comme représenté sur la Fig. 4.3.b. La fin de la charge est définie successivement pour les valeurs de déformation de cisaillement nominale suivantes : $\gamma = \frac{U_y}{l_0} = 2.5, 5, 10$ et 15% , où U_y représente le déplacement axial du mors mobile. La fin des décharges est effectuée à force nulle.

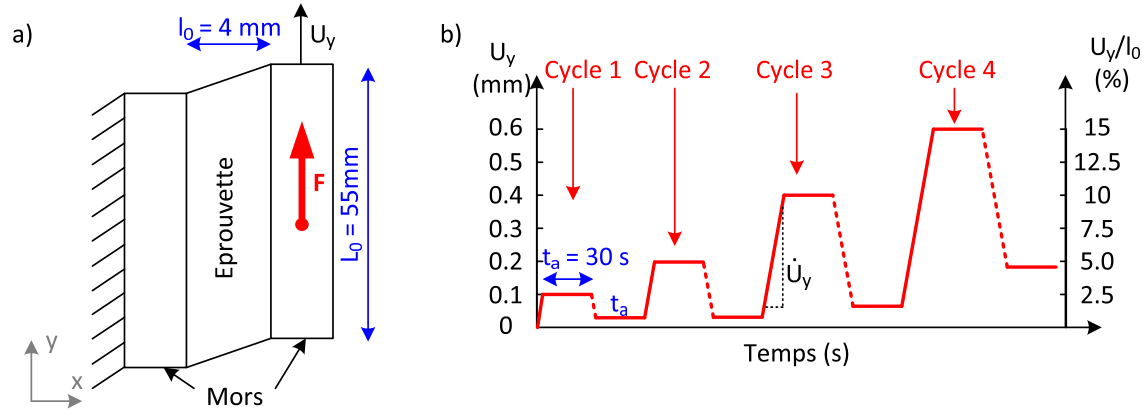


FIGURE 4.3: a) Schéma représentatif de l'essai de cisaillement. b) Chargement cyclique réalisé.

La caméra visible utilisée acquiert les images à la fréquence d'acquisition $f_{acq}^{visible} = 5 \text{ Hz}$, la caméra IR à la fréquence $f_{acq}^{IR} = 6.6 \text{ Hz}$. La résolution de la caméra visible permet d'obtenir environ 100 pixels dans la largeur de l'éprouvette, celle de la caméra IR 20 pixels. Les images visibles sont traitées avec le logiciel 7D et les images IR avec la méthode d'estimation de sources de chaleur présentée précédemment.

4.2 Résultats

4.2.1 Résultats pour l'ensemble des cycles

La Fig. 4.4 présente la courbe contrainte nominale - déformation nominale de cisaillement pour les quatre cycles de charge décharge réalisés. La contrainte nominale de cisaillement est définie par $\tau = \frac{F}{S_0}$, où F est la force mesurée par la machine d'essai et $S_0 = L_0 x e_0$ la section initiale cisailée. La déformation nominale de cisaillement est définie par $\gamma = 2\epsilon_{xy}$, où ϵ_{xy} est la déformation obtenue soit à partir de la machine de traction ($2\epsilon_{xy}^{mach} = \frac{U_y}{l_0}$, où U_y est le déplacement de la traverse), soit par corrélation d'image (ϵ_{xy}^{DIC} en prenant la moyenne du champ ϵ_{xy} mesuré localement). La courbe pour laquelle la déformation de cisaillement est obtenue à partir du déplacement de la traverse est présentée en pointillés rouges sur la Fig. 4.4.b ; pour la courbe en trait bleu, la déformation de cisaillement est égale au double de la mesure moyenne ϵ_{xy}^{DIC} obtenue par corrélation d'image. La moyenne est effectuée dans le cadre bleu tracé sur la Fig. 4.4.a. Cette zone a été volontairement restreinte au centre de l'éprouvette afin de ne pas prendre en compte les effets de bords. Une différence de l'ordre de 20 à 30 % est alors observée entre ces deux mesures.

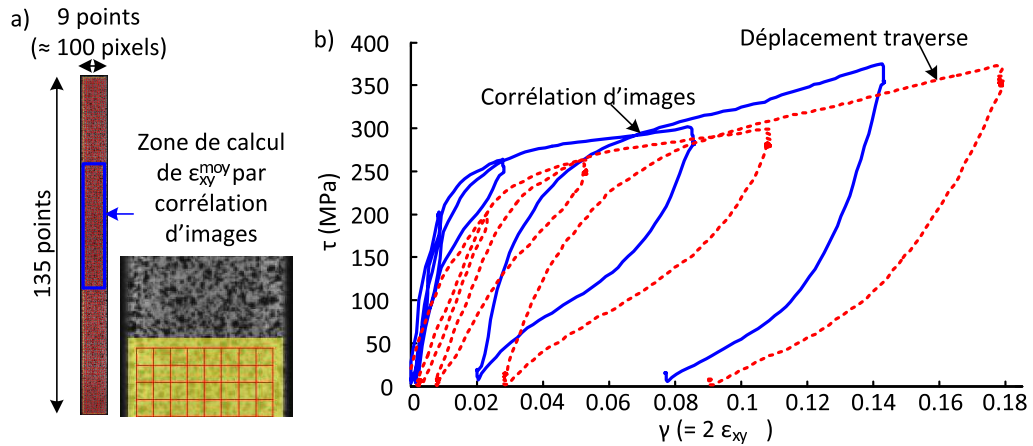


FIGURE 4.4: a) Résolution des champs cinématiques (9 x 135 points de mesures) et définition de la zone de calcul de la déformation moyenne ϵ_{xy}^{moy} par corrélation d'images. b) Courbe contrainte - déformation de cisaillement obtenue à partir de ϵ_{xy}^{mach} ou ϵ_{xy}^{DIC} .

Les travaux de Manach and Favier [1997], Orgéas and Favier [1998] et Schlosser [2008] ont montré que l'essai de cisaillement est homogène pour les alliages NiTi utilisés. Nous allons retrouver ce résultat pour l'alliage étudié. L'ensemble des cycles charge-décharge a été étudié, ces résultats sont présentés dans l'annexe E. Dans les paragraphes suivants, nous nous restreignons à la charge du 3^{ème} cycle, puis à la charge et décharge du 4^{ème} cycle.

4.2.2 Étude de la charge du 3^{ème} cycle

Dans ce paragraphe, l'étude est restreinte à la troisième charge, et plus précisément aux champs cinématiques et thermiques aux 10 instants a-j (carrés rouge) indiqués sur la courbe de cisaillement Fig. 4.5.a. Les champs de déformations de cisaillement, tracés

à ces 10 instants successifs de la charge (Fig. 4.5.b) sont bien homogènes. On remarque une légère hétérogénéité proche des bords pour des déformations γ supérieures à 5%. Ce phénomène classiquement observé pour d'autres matériaux est plus visible sur la Fig. 4.5.d, qui représente les profils axiaux de déformation le long de la ligne centrale verticale de l'échantillon (ligne bleue indiquée sur la Fig. 4.5.c). Un bruit assez important est obtenu sur ces données brutes. Il est lié à la taille des imagerie (10 x 10 pixels), pas assez importante en regard de la taille du mouchetis. Malgré ce bruit, on note que les profils sont bien homogènes le long de la ligne centrale verticale de l'échantillon, pour les points de grille compris entre 40 et 100 suivant y. Pour réduire l'intensité du bruit, les déformations de cisaillement pour une abscisse « horizontale » x données sont moyennées sur les 20 points de grille compris entre 60 et 80 dans la direction y (profil vert tracé sur la Fig. 4.5.c). Les profils de déformation de cisaillement suivant la direction x sont alors tracés sur la Fig. 4.5.e. On constate là aussi que ces profils de déformation sont quasi homogènes.

4.2.3 Étude de la charge-décharge 4^{ème} cycle

La Fig. 4.6 présente les profils transverses « horizontaux » suivant x de déformation de cisaillement γ (c et d), de température (e et f) et de sources de chaleur en Wm^{-3} (g et h) moyennées sur les 20 points de la grille DIC compris entre 60 et 80 dans la direction y (voir Fig. 4.6.b), pour les instants proposés sur la Fig. 4.6.a. Les champs de déformation de cisaillement, de variation de température et de sources de chaleur sont tracés en fonction de l'abscisse x horizontale pour une largeur cisailée de 4mm. Sur les figures, cette abscisse x est le numéro de point de la grille de corrélation pour la déformation, alors qu'elle est le numéro de pixel de l'image IR pour la variation de température et les sources de chaleur. Les instants a à e correspondent à la charge (Fig. 4.6.c, 4.6.e et 4.6.g) et les instants f à j correspondent à la décharge (Fig. 4.6.d, 4.6.f et 4.6.h). Les deux lignes verticales pointillées délimitent une région de l'échantillon centrée sur le milieu de la zone cisailée et de largeur 1.3mm. Comme précédemment, on observe que les champs de déformation sont bien homogènes dans l'espace. Les profils de la variation de température sont peu bruités. Lors du chargement, la température de l'échantillon augmente jusqu'à l'instant c puis diminue ensuite. Cette augmentation est due aux phénomènes de changements de phase A-M. L'explication de la baisse de température entre c et e sera donnée ultérieurement. A la décharge, l'éprouvette se refroidit immédiatement entre f et g, indiquant la présence d'une transformation de phase endothermique M -A débutant dès le début de la décharge, dans une zone souvent considérée comme élastique. A partir de ces profils de température 1D, les calculs de sources de chaleur 1D ont été réalisés en utilisant l'équation (1.14) ; ces profils de sources de chaleur sont présentés sur la Fig. 4.6.g et 4.6.h.

Comme il a déjà été mentionné dans les chapitres précédents, la difficulté principale pour estimer des sources de chaleur 1D réside dans l'estimation du laplacien à partir de signaux thermiques bruités. Deux profils transverses (direction x) de variation de température sont tracés, à deux instants différents sur les Figs. 4.7.a et 4.7.b, correspondant respectivement à des faibles et fortes variations de température. Comme dans le chapitre 3, les données sont filtrées avec un polynôme (degré 3, 4 ou 5) et l'effet du degré du polynôme est étudié. Sur les profils de température (Figs. 4.7.a et 4.7.b.), les trois polynômes semblent filtrer de façon quasi identique les données brutes. En revanche, les profils de

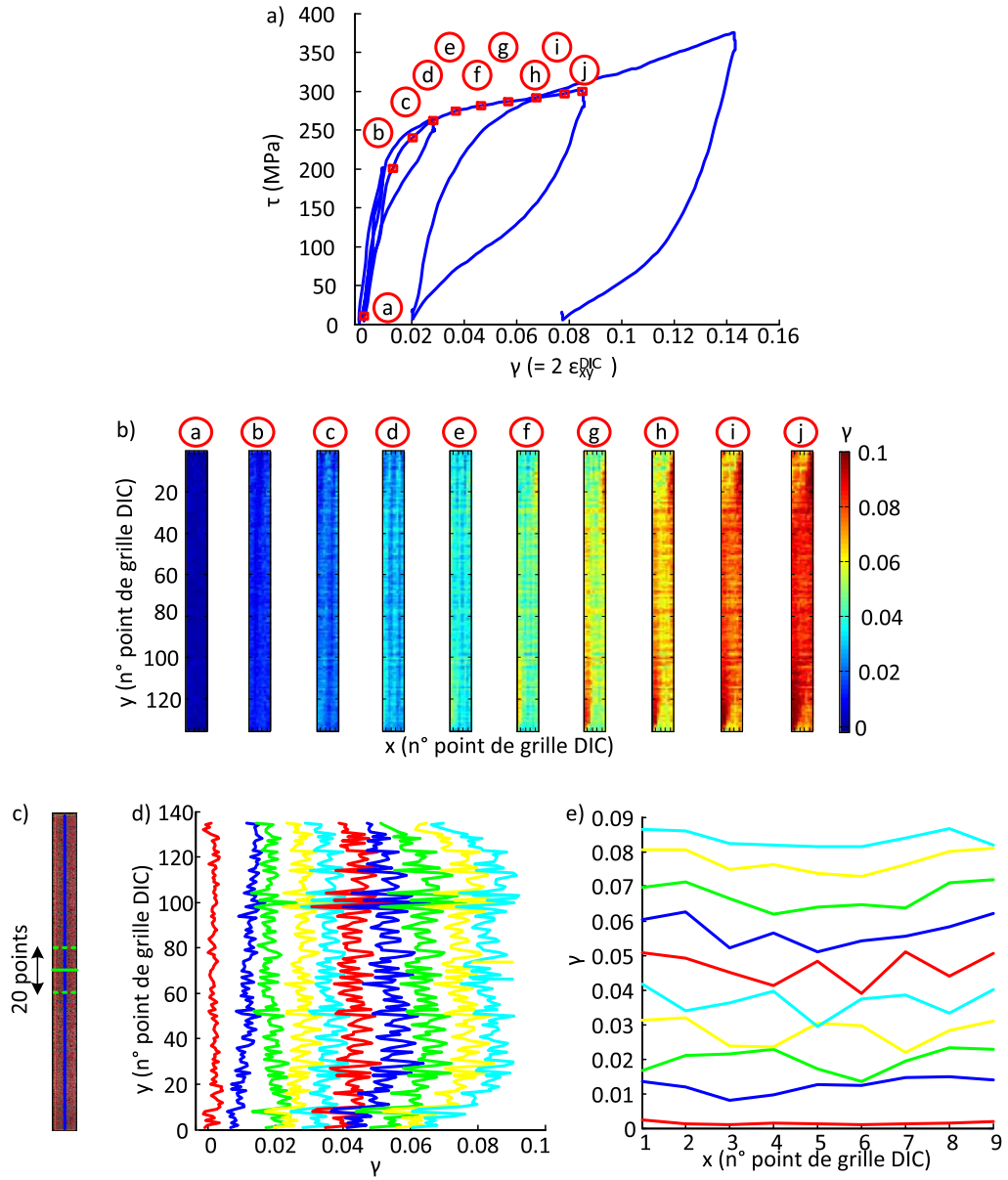


FIGURE 4.5: Essai de cisaillement sur un AMF NiTi. a) Définition des instants étudiés choisis sur la courbe de charge du troisième cycle obtenue par corrélation d'image. b) Champs de déformation de cisaillement γ aux instants considérés. c) Définition des profils étudiés. d) Profils axiaux de déformation γ , au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés. e) Profils transverses moyens de déformation de cisaillement, au centre de l'éprouvette, aux mêmes instants. (Voir Annexe E pour les autres phases de chargement).

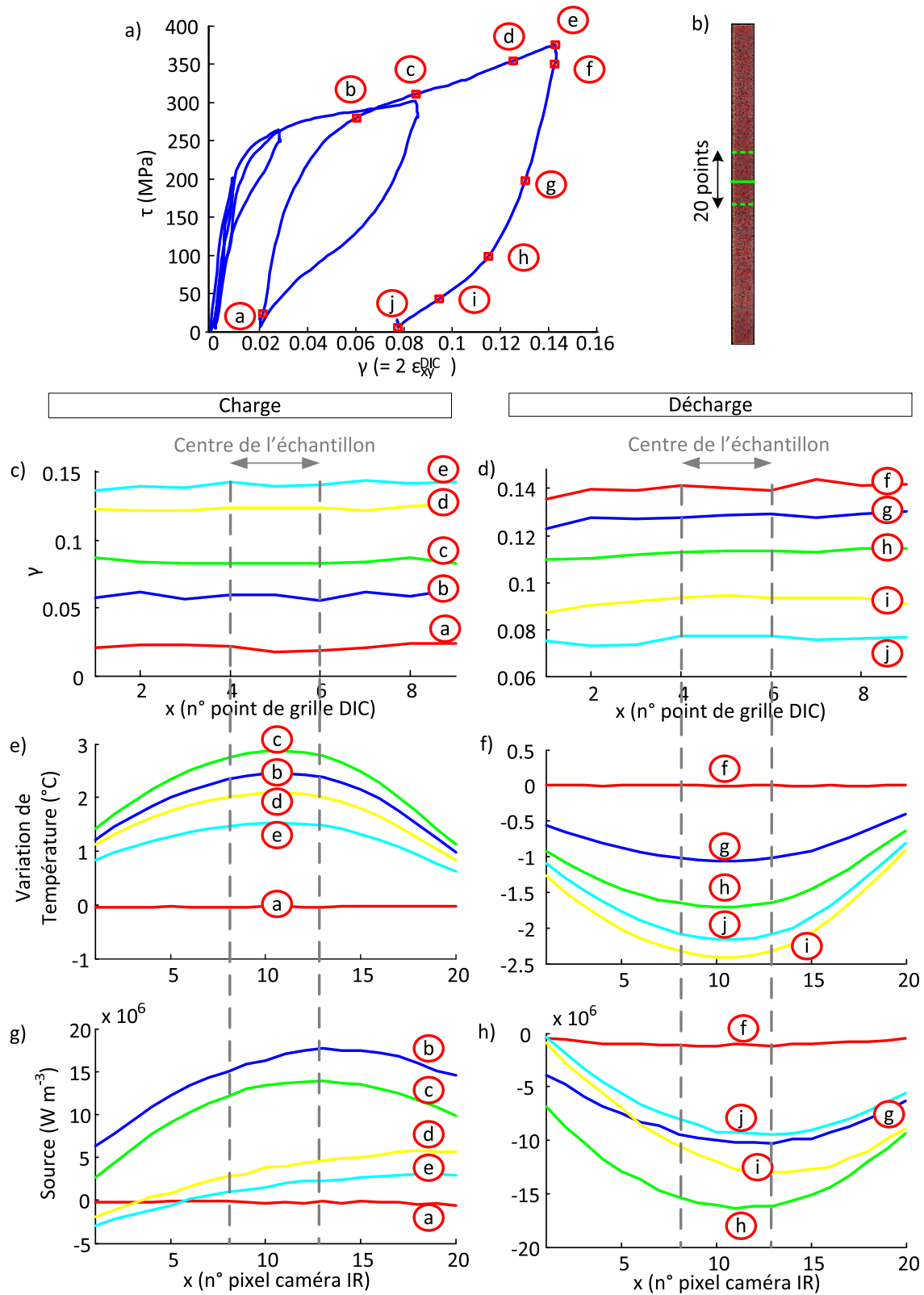


FIGURE 4.6: a) Définition des instants considérés sur la courbe contrainte - déformation de cisaillement lors du dernier cycle. b) Définition du profil transverse moyen. c-d) Profils transverses moyens de déformation de cisaillement. e-f) Profils transverses moyens de variations de température. g-h) Profils transverses moyens de sources de chaleur.

laplacien, calculés à partir de ces profils thermiques et présentés sur les Figs. 4.7.c et 4.7.d, sont différents d'un degré à l'autre. Des effets de bords très prononcés sont observés lors du filtrage par un polynôme de degré 5. En revanche, pour des polynômes de degré 3 et 4, les valeurs de laplacien sont assez proches au centre de l'échantillon. Le choix a donc été fait d'utiliser un polynôme de degré 4 pour filtrer les données dans l'espace et calculer le laplacien. C'est à partir de cette estimation que les sources de chaleur présentées sur les Figs. 4.6.g et 4.6.h ont été calculées.

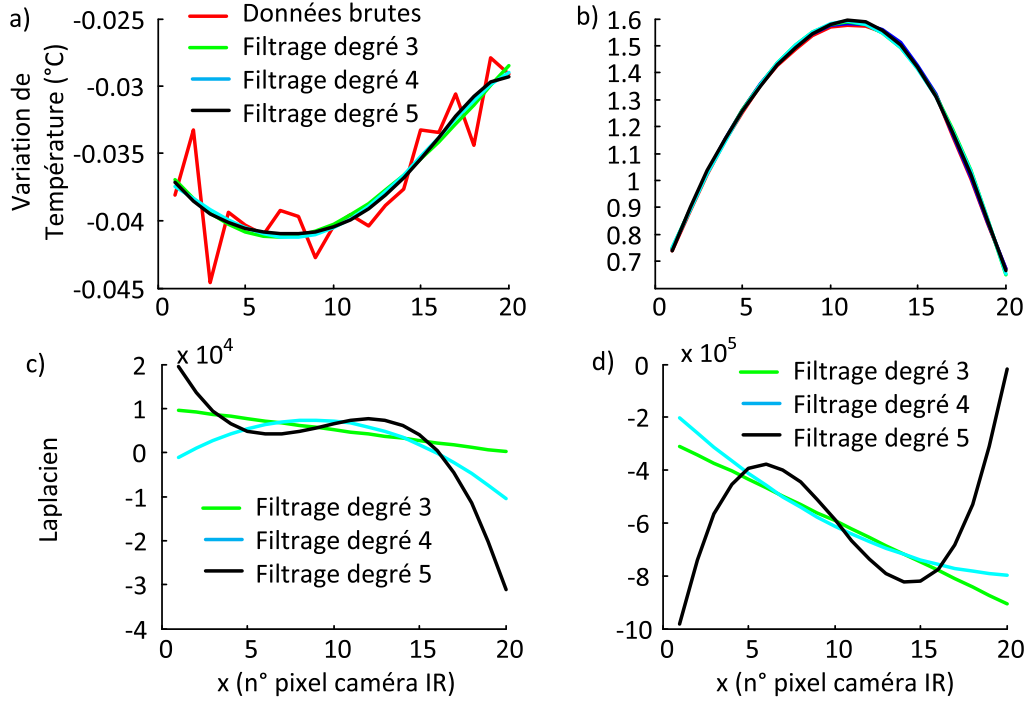


FIGURE 4.7: a-b) Profils des variations de température bruts et obtenus après filtrage polynomial. c-d) Profils de laplacien obtenus avec les différents filtrages.

Pour l'instant b proposé sur la Fig. 4.6.a, les différents termes intervenant dans le calcul de sources sont tracés sur la Fig. 4.8. La source de chaleur totale est tracée en bleu, le terme lié aux phénomènes de conduction est tracé en vert, le terme lié au stockage en $\rho C \dot{T}$ est tracé en pointillés rouges et les termes de convection et de rayonnement sont tracés respectivement en pointillés roses, et en trait plein noir. Les pertes par convection et rayonnement sont négligeables. A cet instant, les termes en laplacien et en $\rho C \dot{T}$ sont très importants et conditionnent la valeur de la source calculée.

Le faible nombre de points des profils de température dans la direction transverse (≈ 20 points) rend très délicate l'estimation du laplacien. Les effets de bords, induits par ces opérations de filtrage, affectent une part importante de la longueur des profils de laplacien calculés. Ces effets sont sans doute à l'origine de l'hétérogénéité des profils de sources présentés sur les Figs. 4.6.g et 4.6.h. Ces hétérogénéités ne sont pas compatibles avec les mesures de déformation qui sont elles homogènes à ces mêmes instants (Figs. 4.6.c et 4.6.d). Afin de ne pas être perturbé par ces effets de bords, nous avons choisi de concentrer notre étude sur la région centrale du profil. Dans la suite les sources thermiques seront les moyennes des sources déterminées dans la zone centrale de la zone cisailée, délimitée par

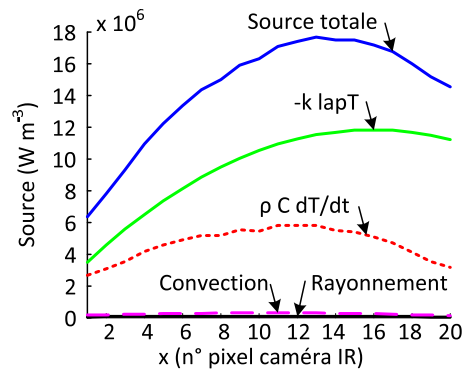


FIGURE 4.8: Différents termes intervenants dans l'estimation des sources de chaleur à l'instant b (défini sur la Fig. 4.6.a).

les lignes verticales pointillées de la Fig. 4.6.

4.3 Analyse des résultats

4.3.1 Comportement thermomécanique des 4 cycles

A partir des profils moyens 1D selon la longueur x de l'éprouvette de déformation, de température et de sources présentés précédemment, nous avons calculé les moyennes de ces grandeurs dans la zone centrale de la zone cisailée, de largeur 1.3mm. Ces grandeurs moyennes sont tracées sur la Fig. 4.9. Sur la courbe des déformations de cisaillement (Fig. 4.9.a), les plateaux liés aux arrêts de la traverse de la machine de traction sont bien observés entre chaque étape de charge et décharge. Les instants a-j définis sur la Fig. 4.6.a sont reportés sur la Fig. 4.9.a. Les contraintes de cisaillement, variations de température et sources sont successivement tracés sur les courbes b, c et d de la Fig. 4.4, en fonction du temps au cours de l'essai. Les courbes de contraintes de cisaillement (Fig. 4.9.b) présentent pour les quatre cycles de charge-décharge le même aspect qualitatif. Les contraintes augmentent de manière monotone avec l'augmentation de la déformation de cisaillement, puis dès que la déformation est bloquée elles diminuent sensiblement avant d'atteindre une valeur fixe. Enfin, les contraintes diminuent de manière monotone lorsque la déformation de cisaillement diminue. Lorsque la force atteint une valeur nulle, la déformation est bloquée et la contrainte de cisaillement augmente légèrement. Les courbes de variation de température (Fig. 4.9.c) ont elles aussi des similarités pour les quatre cycles présentés. Lors de la charge, la température augmente, et ce pour des déformations faibles. Le blocage de la déformation en fin de charge est accompagné d'une diminution de la température pour revenir à la température ambiante. De manière inverse à la charge, la température diminue dès le début de la décharge. Après blocage en déformation effectuée à contrainte nulle, la température ré-augmente pour revenir à la température ambiante. Les courbes de sources de chaleur (Fig. 4.9.d) montrent des sources exothermiques lors des charges, suivies de pics de sources endothermiques en début du blocage de la déformation. Lors des décharges, les sources sont constamment endothermiques, suivies de pics de sources exothermiques en début du stade où la déformation est bloquée.

Les termes intervenant dans le calcul de sources sont tracés sur la Fig. 4.10. Les sources de chaleur, tracées en bleu sont identiques à celles tracées sur la Fig. 4.9.d. On remarque que le terme en $\rho C \dot{T}$ (pointillés rouge) est prépondérant au début de chaque charge ou décharge puis décroît ensuite rapidement au profit du terme de conduction. Dès l'arrêt de la sollicitation en charge ou décharge, ce terme prend le signe inverse à celui obtenue lors de celle-ci. Le terme $-k \text{lap}(T)$ lié aux phénomènes de conduction est le terme prépondérant lors de sollicitations où la déformation est plus importante. Les fuites par convection et rayonnement sont négligeables. Ainsi, dans le cas de cette étude, on voit que la connaissance des propriétés thermophysiques C et k de l'alliage NiTi est primordiale, en particulier la connaissance de la conductivité k .

4.3.2 Analyse des charges et décharges

Lors du premier cycle, les courbes contrainte-déformation enregistrées à la charge et à la décharge sont quasiment superposées (voir Fig. 4.4.b). Ce premier cycle est usuellement interprété comme la déformation élastique de l'austénite. Cependant, une petite augmen-

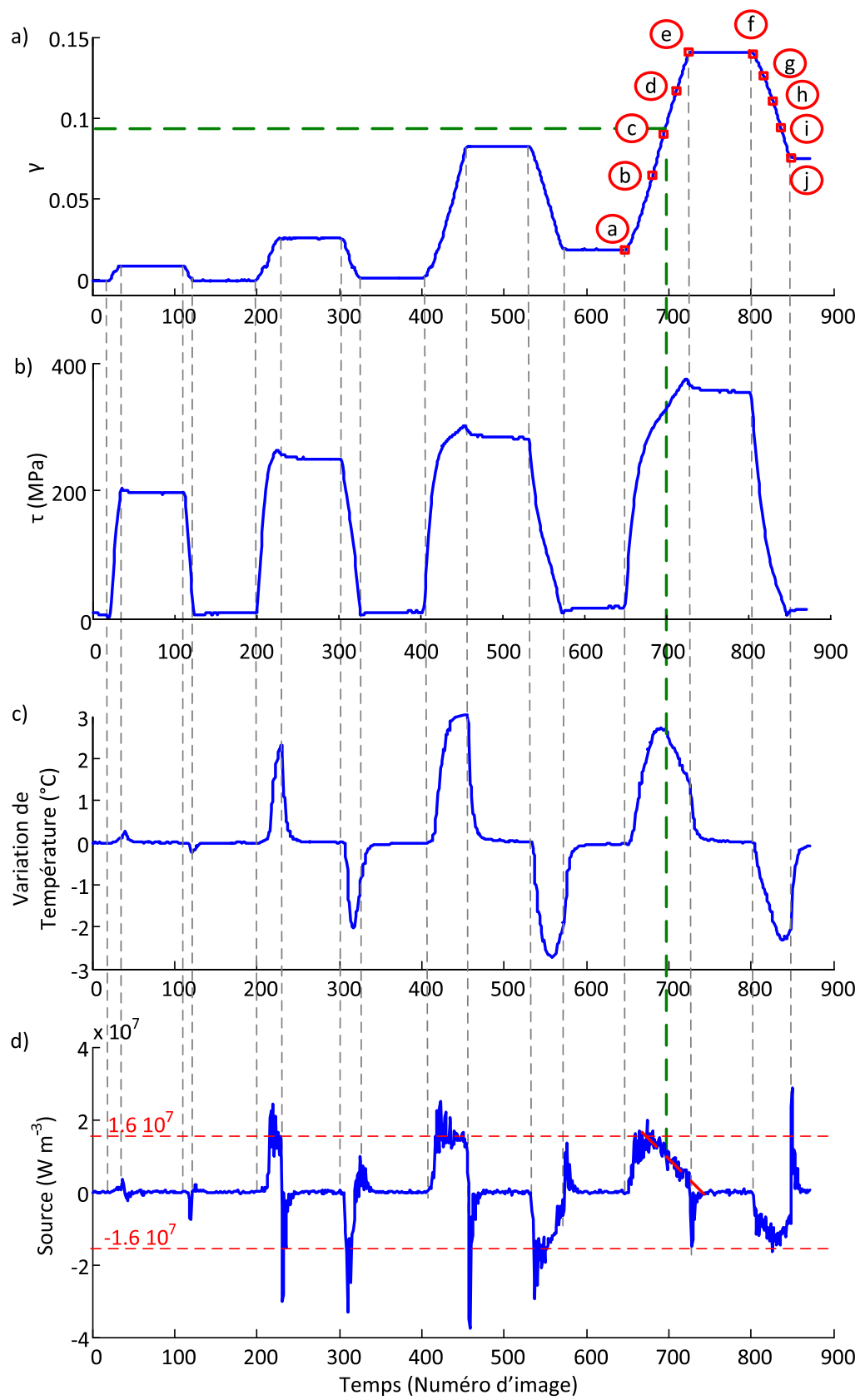


FIGURE 4.9: Évolution de : a) la déformation moyenne de cisaillement, b) la contrainte de cisaillement, c) la variation de température moyenne et c) des sources de chaleur moyennes au cours de l'essai. les valeurs de température et de sources moyennes sont calculées au centre de l'échantillon.

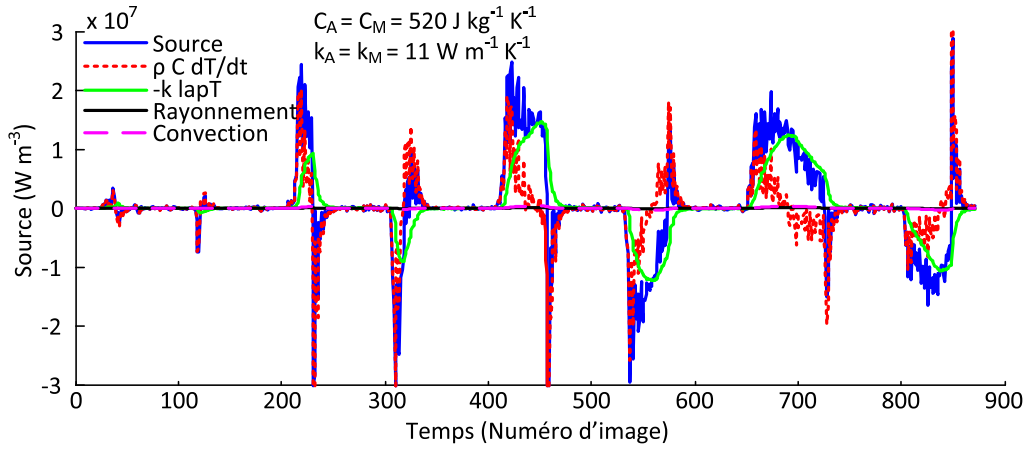


FIGURE 4.10: Différents termes intervenant dans l'estimation des sources de chaleur.

tation de température, de l'ordre de 0.2°C est observée lors de la charge (Fig. 4.9.c). Une diminution du même ordre de grandeur est mesurée lors de la décharge. Les sources de chaleur (Fig. 4.9.d) libérées lors de la charge du premier cycle sont bien exothermiques, égales à environ $0.3 \cdot 10^7 \text{ W m}^{-3}$. Lors de la décharge du premier cycle, les sources deviennent bien endothermiques, du même ordre de grandeur en valeur absolue que lors de la charge. Ces valeurs montrent bien que dès le premier cycle effectué, une partie de la déformation du matériau est due à la transformation A-M lors de la charge et M-A lors de la décharge. Lors des second et troisième cycles, les températures mesurées augmentent à la charge respectivement de 2.5°C et 3°C et diminuent à la décharge respectivement de 2°C et 2.5°C . Les sources de chaleur sont bien exothermiques à la charge, atteignant environ $2 \cdot 10^7 \text{ W m}^{-3}$. Elles sont endothermiques à la décharge, atteignant en valeur absolue des valeurs similaires à celles de la charge. Lors de la charge du dernier cycle, la température augmente entre a et c puis diminue entre c et e. Néanmoins, cette diminution entre c et e est moindre que celle observée dès le début de l'arrêt du chargement, juste après e. Entre e et f, le refroidissement est dû au refroidissement naturel. Ainsi, tout au long de la charge, les sources sont exothermiques, comme démontrées sur la Fig. 4.9.d, d'intensité croissante entre a et c, puis décroissante.

A la fin de la charge du dernier cycle, la source est encore importante.

4.3.3 Analyse des plateaux à déformation constante en fin de charge et décharge

Lors du maintien de la déformation de l'éprouvette dû à l'arrêt du mors mobile en fin de chacune des charges, une baisse de la contrainte τ au début de chaque plateau de déformation de cisaillement imposée est observée sur la Fig. 4.9.b. Ces chutes de contrainte sont de l'ordre de 6 MPa, 15 MPa, 20 MPa et 20 MPa respectivement à la fin des première, deuxième, troisième et quatrième charges; elles sont associées aux diminutions de température de l'ordre de 0.3°C , 2.3°C , 3.1°C et 1.4°C au cours des plateaux de déformation imposée. Pour un matériau testé à une température $T > A_f$, la dépendance de la contrainte de transformation à la température de l'essai est traduite par la relation de Clausius-Clapeyron qui s'écrit en traction : $\frac{d\sigma_{tr}}{dT} = K_{tr}$, et en cisaillement : $\frac{d\tau_{tr}}{dT} = K_{cis}$. Manach [Manach, 1993; Manach and Favier, 1997] a déterminé sur l'alliage étudié des valeurs

$K_{tr} = 4.2 \text{ MPa K}^{-1}$ et $K_{cis} = 3.1 \text{ MPa K}^{-1}$. Orgéas and Favier [1998], sur un alliage de composition et traitement thermique différents obtient des valeurs $K_{tr} = 8.4 \text{ MPa K}^{-1}$ et $K_{cis} = 5.3 \text{ MPa K}^{-1}$. Dans notre cas, il est certain que le refroidissement qui a lieu dès l'arrêt de la charge provoque une chute de contrainte, telle que prédit par la relation de Clausius-Clapeyron. Le refroidissement est hétérogène dans la phase de transition du fait de l'hétérogénéité des conditions thermiques dans la zone cisailée, comme montré sur les Figs. 4.6.e et 4.6.f. Les variations de température que nous avons tracées sont des moyennes sur la zone centrale cisailée. Cependant, les véritables variations de température sont hétérogènes et semblent empêcher d'établir une véritable correspondance quantitative entre les chutes de contraintes et les chutes de température en début de plateau de déformation bloquée. Lors de cette chute de contrainte, une source de chaleur endothermique est mesurée compatible avec l'explication qu'une transformation inverse se produit, une partie de la martensite formée durant la charge se retransformant en austénite pendant que la déformation est bloquée.

En fin de décharge, des phénomènes de même nature ont lieu lors du plateau à déformation constante lorsque la température du matériau ré-augmente pour revenir à l'ambiante. Cette augmentation de température se traduit par des augmentations de contrainte.

4.4 Énergie calorifique - Enthalpie de transformation

4.4.1 Analyse des énergies calorifiques échangées au cours de l'essai

A partir des sources de chaleur calculées et présentées sur la Fig. 4.9.d, l'énergie calorifique échangée par le matériau avec l'environnement, notée E , en Jg^{-1} , est estimée en intégrant la source de chaleur dans le temps :

$$E = \int_0^t \frac{s(t)}{\rho} dt = \int_0^t \dot{q} dt. \quad (4.1)$$

L'évolution de cette énergie est tracée sur la Fig. 4.11.b, en regard de la déformation de cisaillement γ présentée sur la Fig. 4.11.a.

De manière générique, cette énergie augmente lors des charges du fait du caractère toujours exothermique des sources dues essentiellement à la transformation A-M accompagnant la déformation. Pendant le retour à la température ambiante de l'échantillon correspondant à la phase d'attente à déformation bloquée en fin de charge, l'énergie diminue du fait des sources endothermiques associées à une retransformation inverse en martensite de l'austénite induite par la charge. Lors de la décharge, l'énergie diminue du fait de la transformation inverse M-A associée à une source endothermique. Le réchauffement vers la température ambiante lorsque la déformation est bloquée en fin de décharge conduit à une réaugmentation de l'énergie calorifique, associée à une transformation d'une fraction de l'austénite formée à la décharge en martensite.

Le tableau présenté sur la Fig. 4.12 résume pour les 4 cycles de cisaillement les déformations et contraintes de cisaillement, ainsi que les températures et les énergies en début et fin de charge, puis en début et fin de décharge. Pour le cycle 4, on indique ces valeurs après le temps d'attente suite à la décharge.

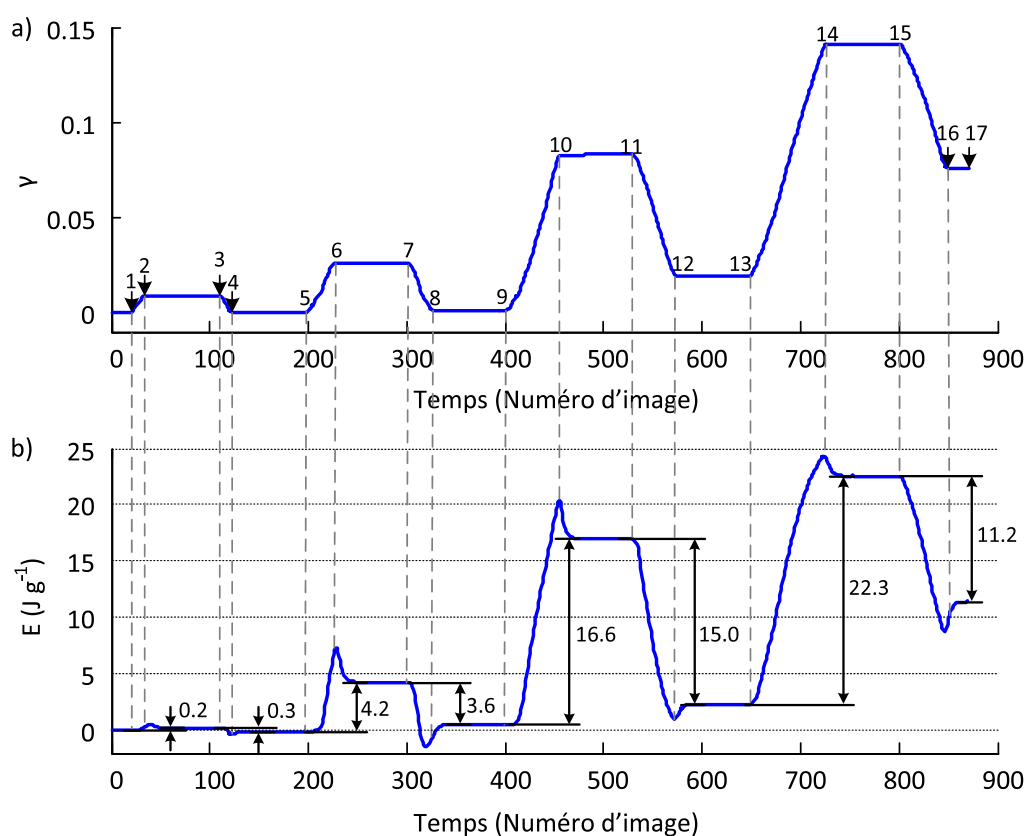


FIGURE 4.11: Évolution de a) la déformation moyenne de cisaillement et de b) l'énergie libérée par le matériau.

				γ (%)	τ (MPa)	ΔT ($^{\circ}\text{C}$)	E (J g^{-1})
Cycle 1	Charge 1	1	Déb.	0.0	0	0.0	0.0
		2	Fin	1.0	200	0.2	0.4
	Décharge 1	3	Déb.	0.8	196	0.0	0.2
		4	Fin	0.0	2	-0.2	-0.4
Cycle 2	Charge 2	5	Déb.	0.0	8	0.0	-0.1
		6	Fin	2.6	264	2.3	7.9
	Décharge 2	7	Déb.	2.6	249	0.0	4.2
		8	Fin	0.1	4	-0.8	-1.9
Cycle 3	Charge 3	9	Déb.	0.1	10	0.0	0.6
		10	Fin	8.2	300	3.1	21.1
	Décharge 3	11	Déb.	8.2	282	0.0	17.1
		12	Fin	1.9	7	-1.9	0.5
Cycle 4	Charge 4	13	Déb.	1.9	17	0.0	2.2
		14	Fin	14.1	375	1.5	24.6
	Décharge 4	15	Déb.	14.1	354	0.0	22.4
		16	Fin	7.6	5	-2.2	8.2
...	...	17	Déb.	7.6	16	0.0	11.3

FIGURE 4.12: Tableau récapitulatif de la déformation, du taux de cisaillement, de la différence de température et de l'énergie aux instants 1 à 17 définies sur la Fig. 4.11.a.

L'énergie dégagée lors des charges est estimée entre le début de la charge considéré et le début de la décharge suivante, après le retour à la température ambiante de l'échantillon. De même, l'énergie absorbée lors des décharges est estimée entre le début de la décharge considérée et la fin du plateau de déformation consécutif à la décharge. Les énergies sont indiquées sur la Fig. 4.11.b.

Lors des premier et second cycles, l'énergie dégagée à la charge est quasi identique à celle absorbée à la décharge. Pour le troisième cycle, une légère différence apparaît, étant de 16.6 Jg^{-1} à la charge et 15.0 Jg^{-1} à la décharge. Cette différence est encore plus marquée lors du quatrième cycle, étant de 22.3 Jg^{-1} à la charge et de seulement 11.2 Jg^{-1} à la décharge.

A priori, les mécanismes de déformations susceptibles d'intervenir dans la déformation en cisaillement de l'alliage NiTi sont dus à la déformation élastique du réseau cristallin, aux transformations entre phases austénitique et martensitique, aux mécanismes de démaclage des variantes de martensite et enfin aux mécanismes de type plasticité induite par des dislocations. Dans le cas du cisaillement, les sources dues aux effets thermoélastiques sont nulles, celles dues aux phénomènes de plasticité sont toujours dissipatives donc exothermiques. Les aspects énergétiques liés aux processus de maclage-démaclage sont à notre connaissance peu étudiés [Ezaz *et al.*, 2011] ; nous négligerons dans la suite les sources de chaleur associées à ces phénomènes.

Au vu des résultats du troisième cycle, il apparaît que lors de ce cycle de charge décharge, les chaleurs liées à la transformation de phase sont comprise entre 15 et 16.6 Jg^{-1} , ce qui est déjà nettement supérieur aux chaleurs latentes mesurées par DSC respectivement $\Delta H_{M-A} = 10.8 \pm 1 \text{ Jg}^{-1}$ et $\Delta H_{A-M} = 8.1 \pm 1 \text{ Jg}^{-1}$

4.4.2 Estimation des chaleurs latentes de transformation

Les résultats du paragraphe précédent ont montré que l'énergie calorifique dégagée lors de la charge pouvait atteindre 22.3 Jg^{-1} lors de charge (cas de la quatrième charge) alors que l'énergie calorifique absorbée lors de la décharge atteignait par exemple 15 Jg^{-1} lors de la troisième décharge. Ces mesures ne permettent pas cependant l'estimation d'une chaleur latente de transformation pour une transformation totale A-M induite mécaniquement, dans la mesure où ces énergies sont influencées par la fraction de matériau transformée et par des mécanismes autres que la transformation tels que des phénomènes de plasticité.

Afin de palier la méconnaissance de la fraction de martensite à chaque instant, nous adoptons une démarche déjà proposée dans Favier *et al.* [2007] et Schlosser [2008], en supposant qu'il existe des stades de déformation où les phénomènes de plasticité et de maclage-démaclage sont exclus. Dans ces stades de déformation, les phénomènes de déformation sont uniquement dus à l'élasticité du réseau cristallin et à la transformation martensitique. De manière usuelle, la vitesse de déformation totale de cisaillement $\dot{\gamma}_{xy}$ est décomposée en deux termes liés à la vitesse de déformation élastique $\dot{\gamma}_{el}$ et à la vitesse de déformation due au changement de phase $\dot{\gamma}_{tr}$:

$$\dot{\gamma}_{xy} = \dot{\gamma}_{el} + \dot{\gamma}_{tr}. \quad (4.2)$$

Le premier terme $\dot{\gamma}_{el}$ est considéré comme relié à la vitesse de contrainte de cisaillement $\dot{\tau}$ par $\dot{\tau} = G\dot{\gamma}_{el}$. Les valeurs des coefficients élastiques de l'austénite et de la martensite sont encore à l'origine de nombreuses études et publications. Il est connu que ces valeurs sont fortement dépendantes du mode de détermination, à partir d'essais mécaniques usuels [Liu and Xiang, 1998], par DMA [Roya *et al.*, 2008], par nanoindentation [Moyné *et al.*, 1999; Mei *et al.*, 2010], par diffraction de neutron [Rajagopalan *et al.*, 2005; Qiu *et al.*, 2011]. Nous utiliserons dans la suite de notre analyse une valeur $G = \frac{E}{2(1+\nu)} = 42 \text{ GPa}$ déterminée en prenant $E = 110 \text{ GPa}$, et $\nu = 0.3$. Le second terme $\dot{\gamma}_{tr}$ est lui aussi une difficulté. Nous supposons qu'il existe un régime de déformation pour lequel $\dot{\gamma}_{tr} = \dot{f}_M \Delta\gamma_{tr}$, où $\dot{f}_M$ [Lexcelent and Vacher, 1993] est le taux de formation de martensite (f_M étant la fraction de martensite créée) dans le matériau, $\Delta\gamma_{tr}$ est la déformation de cisaillement permettant d'obtenir une transformation de phase complète.

Toujours dans le cas où les sources de chaleur dues à la déformation plastique ($\dot{q}_{plast} \approx 0$) sont négligées et celles dues aux couplages thermoélastiques ($\dot{q}_{thel} \approx 0$) étant nulles en cisaillement, les sources de chaleurs $\dot{q} = \frac{\dot{s}}{\rho}$ sont simplement dues à la transformation de phase $\dot{q}_{tr}$.

Ainsi, dans les régimes de déformation ne faisant pas intervenir de mécanismes de type plasticité, avec les hypothèses précédentes, il est possible d'écrire : $\dot{q} = \dot{q}_{tr}$ avec $\dot{q}_{tr} = \dot{f} \Delta H_{tr}^{cis}$ où ΔH_{tr}^{cis} est la chaleur latente de transformation induite mécaniquement lors de l'essai de cisaillement. Dans ces régimes de déformation, il est possible de calculer la chaleur latente de transformation totale si l'on connaît la déformation de transformation totale $\Delta\gamma_{tr}$, du fait que dans ces régimes la relation suivante doit être vérifiée :

$$\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}} = \frac{\dot{q}}{\dot{\gamma}_{xy} - \frac{\dot{\tau}_{xy}}{G}} = \frac{\Delta H_{tr}^{cis}}{\Delta\gamma_{tr}}. \quad (4.3)$$

Sur la Fig. 4.13, la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ (Fig. 4.13.c) calculée à partir de la déformation γ (Fig. 4.13.a), et le rapport $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}}$ (Fig. 4.13.d) calculé à partir des sources (Fig. 4.13.b) sont représentés.

S'il existe un stade de déformation pour lequel l'ensemble des hypothèses conduisant à $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}} = \frac{\Delta H_{tr}^{cis}}{\Delta\gamma_{tr}}$, il devrait apparaître sur la Fig. 4.13.d des zones où le rapport $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}}$ devrait être constant. Lors des premier et second cycles, un tel régime de déformation n'apparaît pas immédiatement. D'une part, pour des déformations dans les zones où $\dot{\tau}$ est important, la valeur de G utilisée conditionne fortement la valeur de $\dot{\gamma}_{tr}$ obtenue. D'autre part, l'hypothèse $\dot{\gamma}_{tr} = \dot{f}_M \Delta\gamma_{tr}$ n'est certainement pas valable à faibles déformations. Les valeurs de $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}}$ semblent être plus constantes essentiellement au cours du troisième cycle et dans une moindre mesure au cours du quatrième cycle. Aussi, le rapport $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}}$ est tracé sur la Fig. 4.14 en fonction de la déformation de cisaillement pour les troisième et quatrième cycles respectivement en rose et vert. Les charges sont tracées en traits pleins et les décharges en traits pointillés. Lors des charges, le rapport $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}}$ apparaît comme constant pour des déformations comprises entre 4 et 7 %, tant lors du troisième cycle que lors du quatrième cycle. Il est légitime de penser que dans cette zone de déformation, les hypothèses qui ont conduit à l'équation 4.3 sont vérifiées. La valeur $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}}$ mesurée dans cette zone de

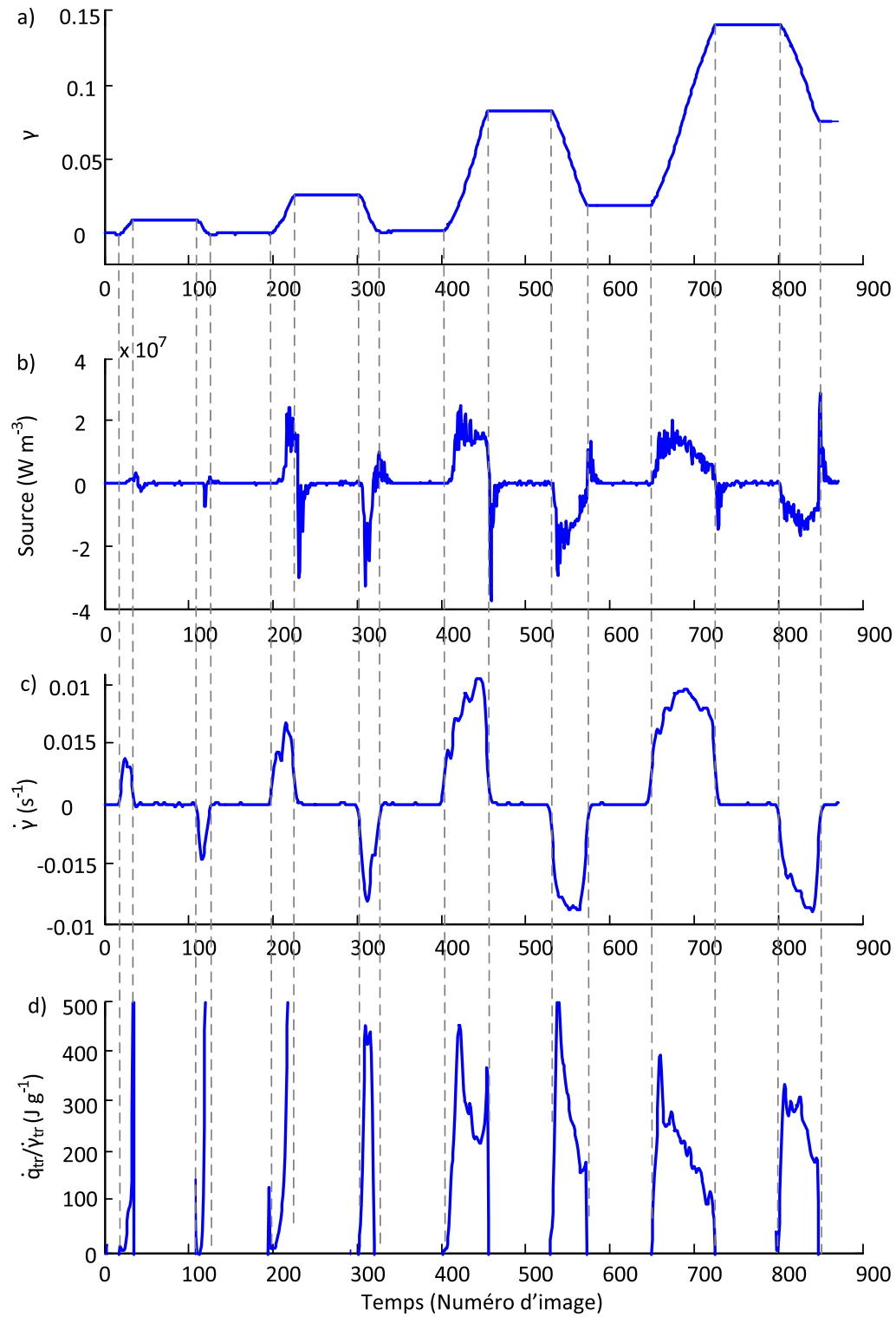


FIGURE 4.13: Évolution de : a) la déformation moyenne de cisaillement, b) les sources de chaleurs, c) la vitesse de déformation et d) du rapport $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}}$.

déformation est de $250 \pm 50 Jg^{-1}$. En prenant la valeur $\Delta\gamma_{tr}^{cis} = 12\%$ déterminée dans Orgéas and Favier [1998], on obtient une valeur pour la chaleur latente de transformation $\Delta H_{tr}^{cis} = 30 \pm 6 Jg^{-1}$. Cette valeur est nettement supérieure à celle mesurée sur ce matériau par DSC, égale à $\Delta H_{A-M} = 8.1 \pm 1 Jg^{-1}$.

Nous retrouvons ainsi un résultat déjà établi en traction dans les travaux de Schlosser [2008]. Les mesures de chaleur latente par DSC lors de changement de phase induit thermiquement sous évaluent les chaleurs latente de transformation induites mécaniquement, mesurées par notre méthode TFM.

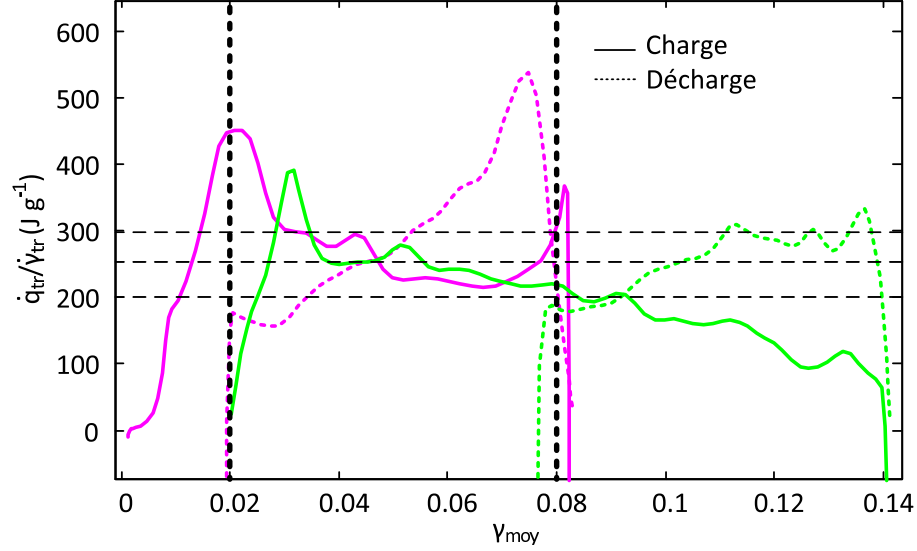


FIGURE 4.14: Évolution du rapport $\frac{\dot{q}_{tr}}{\dot{\gamma}_{tr}} = \frac{\Delta H_{tr}^{cis}}{\Delta\gamma_{tr}}$ pour les troisième et quatrième cycles.

4.5 Bilan des observations thermomécaniques réalisées lors d'un essai de cisaillement

Dans ce chapitre, nous avons réalisé un essai de cisaillement, pendant lequel les champs cinématique et de température ont été mesurés. L'étude des champs cinématiques a permis de vérifier l'homogénéité de cet essai. Les propriétés thermophysiques de l'alliage NiTi mesurés dans le second chapitre, et la méthode TFM de calculs de sources de chaleur validés dans le troisième chapitre ont été utilisés pour étudier quantitativement les champs de température. De ces champs thermiques, nous avons donc pu observer que :

- l'évolution des sources de chaleur moyennes, estimées au centre de l'échantillon, apporte une information complémentaire des mesures mécaniques, et est utile pour comprendre le comportement du matériau,
- les sources permettent également de quantifier la chaleur latente de transformation induite par le chargement mécanique de cisaillement. Les valeurs estimées ($\approx 30 Jg^{-1}$) sont de l'ordre de trois fois celles mesurées lors d'une DSC (transformation de phase induite thermiquement),
- cette estimation de la chaleur latente, mesurée en cisaillement, est comparable à celle estimée lors d'un essai de traction [Schlosser, 2008; Louche *et al.*, 2012].

Conception de matériaux architecturés en AMF NiTi

Sommaire

3.1	Introduction	83
3.2	Validation numérique : prise en compte de la peinture	84
3.2.1	Description des modèles éléments finis	85
3.2.2	Estimation des sources de chaleur : application aux données simulées	85
3.2.3	Estimation des sources de chaleur dans un cas homogène	86
3.2.4	Estimation des sources de chaleur dans un cas hétérogène . . .	89
3.2.5	Bilan	92
3.3	Validation expérimentale : cas 0D et 1D	93
3.3.1	Matériaux et méthodes	93
3.3.2	Résultats expérimentaux	96
3.3.3	Discussion	99
3.3.4	Bilan	106
3.4	Bilan général	106

Dans le cadre de cette thèse, j'ai passé six mois (deux séjours de deux et quatre mois) à l' " University of Western Australia " (UWA) de Perth, dans l'équipe du Professeur Yinong Liu avec qui nous collaborons depuis de nombreuses années. Lors de ce séjour j'ai travaillé sur un projet ANR (ANiM : Architected NiTi Materials), projet réunissant le laboratoire australien et 4 laboratoires dont 3SR (porteur du projet). Ce projet vise à concevoir, fabriquer et étudier des matériaux architecturés en AMF NiTi. L'un des sous projet consiste à concevoir de tels matériaux à partir de tubes en NiTi. Le problème de leur liaison se pose alors et une des solutions envisagées a été de les souder par une technique de soudage par point. Profitant du savoir faire des collègues australiens sur les domaines de l'analyse micro-structurale, j'ai pu initier cette partie " liaison par soudage " du projet ANR. L'article suivant synthèse ce travail.

Cet article sera soumis à *Journal of materials processing technology*.

Abstract :

Resistance welding is studied as a technique to join NiTi shape memory alloy thin-walled tubes. Properties of the welded metal are compared to those of the base metal by means of differential scanning calorimetry measurements, microstructure observations and nanoindentation tests. The effect of post-welding thermomechanical treatment is studied. Strength of the joint is analyzed by means of tensile and compression tests performed on as welded and heat treated tubes.

5.1 Introduction

For many years engineers have used the unique properties of NiTi shape memory alloy (SMA), such as superelasticity and shape memory effect associated with the reversible B2-B19' martensitic transformation, to design and create new and sophisticated products. Owing to its good biocompatibility, NiTi has been used in various biomedical applications [Duerig *et al.*, 1999], such as vascular stents and endodontic drills. Various forms of NiTi have also been combined with other materials to create new intelligent composites and structures, e.g., composites of ferroelectric ceramics with NiTi films [Liu *et al.*, 2008], NiTi [Chen *et al.*, 2009] or spring and porous NiTi [Zhao *et al.*, 2006]. NiTi powders are also of strong interest [Bansiddhi *et al.*, 2008] as precursor materials for the creation of bio-compatible porous implants [Chu *et al.*, 2004]. Different ways to produce these cellular structure are used such as self-propagating high temperature synthesis (SHS) [Li *et al.*, 2000; Chu *et al.*, 2004; Biswas, 2005], selective laser sintering [Shishkovsky *et al.*, 2007], spark-plasma sintering (SPS) [Ye *et al.*, 1998; Shearwood *et al.*, 2005], hot isostatic pressing (HIP) [Mentz *et al.*, 2008; Yuan *et al.*, 2004] or capsule-free hot isostatic pressing (CF-HIP) [Wu *et al.*, 2007, 2011]. However, the pore structure (pore size, shape, and direction) cannot be controlled effectively using these methods.

More recently, efforts have also been made to create various materials architectures to further enhance the functionality of SMAs by combining their unique properties with designed materials structures. Thin NiTi wires can be used to create NiTi superelastic textiles [Pilch *et al.*, 2009b]. These textiles would have different properties considering stitch. They can be thermally actuated and are shapeable. In the biomedical fields, they can be used as superelastic cell growth scaffolds. In 2006, Grummon *et al.* [2006]; Shaw *et al.* [2007] created superelastic NiTi honeycombe structures, allowing a maximum recoverable deformation of 50% by combining structural effects and the superelasticity of NiTi. These kinds of cellular materials would be an interesting alternative to porous NiTi, with controlled pore structure.

To create the various materials architectures of SMAs, various materials fabrication and joining techniques have been studied. The honeycomb structure presented by Grummon *et al.* [2006]; Shaw *et al.* [2007] was created by brazing pre-shaped NiTi plates using niobium. Laser welding [Falvo *et al.*, 2005; Gugel *et al.*, 2008; Vannod *et al.*, 2011] is commonly used to join NiTi plates, tubes and wires. Other techniques, such as adhesive bonding [Man and Zhao, 2006], explosive welding [Yan *et al.*, 2007] and friction welding, have also been tested. Cismasiu [2010] provided a good overview of the common techniques studied to join NiTi sheets. In comparison, few studies [B.Tam, 2010; Nishikawa *et al.*, 1982] have been reported on resistance welding of NiTi.

This paper reports a study on electrical resistance welding to join NiTi tubes. This method is studied in view to establish a technique for the design and creation of self-joined NiTi material architectures from stacked tubes.

5.2 Experimental details

A superelastic Ti-50.8 at. % Ni tubing material supplied by Minitubes SA (Grenoble - France) was used. The tube has an outer diameter of $\phi_{ext} = 7$ mm and a wall thickness of 0.2 mm. For resistance welding, tubular samples of $L = 5$ mm length were cut. Oxide surface layer was removed with abrasive paper to improve electrical contact at the joint.

A DC Hughes Model VTA-60 resistance welder was used. Welding set-up is illustrated in Fig. 5.1. The electrodes were approximately 20 mm long plates sharpened at the edge, to allow welding along a contact line. Resistance welding was made using an electrical pulse energy of $E = 50$ J and a contact force of $F = 18$ N. Each weld was done in 5 repeated pulses. Some welded samples were heat treated after welding. These samples were first solution treated at 850°C for one hour in Argon atmosphere and then aged at 450°C for 30 minutes. The transformation behaviour of the initial material and of the joint is studied using a differential scanning calorimeter (TA Q20) at 10 Kmin^{-1} , in as welded and heat treated conditions.

The microstructure of the samples was examined using a Zeiss 1555 field emission scanning electron microscope (SEM). Mechanical properties of the alloy in the welded zone were studied by means of nanoindentation (nano-indenter II^S) at room temperature using a Berkovich type indenter. The test was conducted following the continuous contact stiffness measurement procedure Olivier and Pharr [1992]; Moyne *et al.* [1999]; Mei *et al.* [2010] with a frequency of 45 Hz and an indenter vibration amplitude of 1 nm. The maximum penetration depth h_{max} was 1200 nm with a penetration speed of 20 nm s^{-1} .

Mechanical properties of the joined tubes were characterized in both radial compression and tension using a Gabo Explexor instrument at 40°C . To conduct tensile testing of the joined tubes, a special device was developed, as shown in Fig. 5.2. The two cylindrical pins with outside diameter equal to the inner diameter of the tubes are inserted in the tubes. Tensile loading is then applied to these pins.

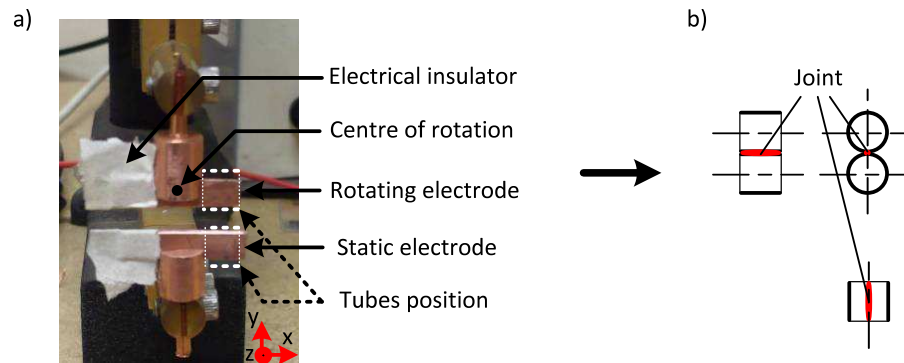


FIGURE 5.1: Electrical resistance welding process : (a) welder set-up and (b) schematic of the line weld between tubes.

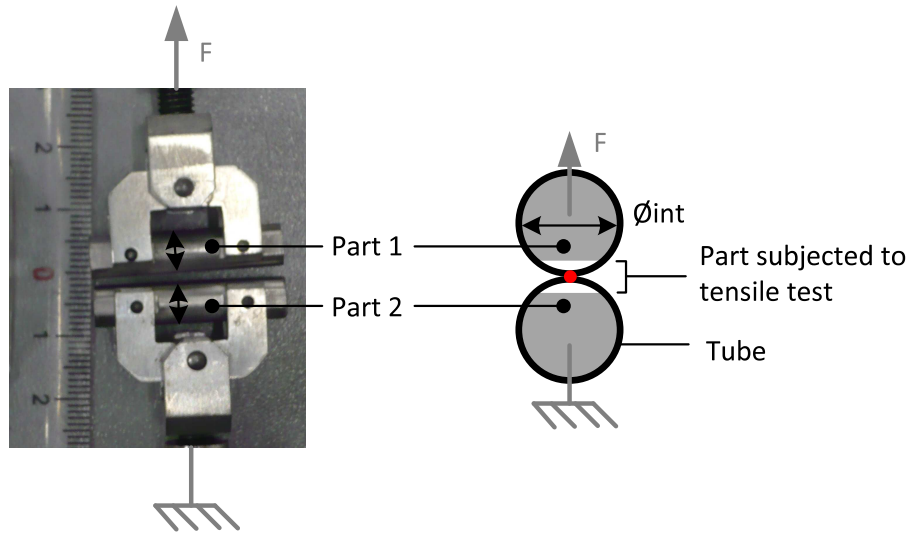


FIGURE 5.2: Developed device for tensile testing of strength of the line joint between joined tubes.

5.3 Results and discussion

5.3.1 Joint microstructure

Fig. 5.3 shows microstructure of two welded samples. Fig. 5.3.a shows the microstructure of the welded section of a sample. The section may be divided into two zones, including the fusion zone, which is about $200\ \mu\text{m}$ in width, and the unaffected base metal. The joint is formed within the fusion zone. Fig. 5.3.b. shows the unaffected zone at a higher magnification. It contains small equiaxial grains and the average grain size is $\sim 8\ \mu\text{m}$. Fig. 5.3.c shows the fusion zone at a higher magnification. The fusion zone is composed of columnar grains oriented in the tube wall thickness direction, consistent with the direction of the maximum heat dissipation. The biggest grains are approximately $100\ \mu\text{m}$ long and $\sim 20\ \mu\text{m}$ in width.

Fig. 5.3.d shows the microstructure of a heat treated (solution treatment and ageing) sample. The fusion zone contains large grains. The shape and size remain almost identical to those in the as-welded sample. Fig. 5.3.e shows the unaffected zone at a higher magnification. It is evident that the equiaxial grains in the base metal have grown to $20\text{--}30\ \mu\text{m}$, more than twice the sizes of the grains before the heat treatment.

5.3.2 Transformation behaviour

Fig. 5.4 shows the transformation behaviour of two samples. Sample (a) was in solution treated state. It exhibits a single-stage transformation between the austenite (A) and the martensite (M), with $T_s^{A-M} = -20^\circ\text{C}$, $T_f^{A-M} = -70^\circ\text{C}$, $T_s^{M-A} = -25^\circ\text{C}$ and $T_f^{M-A} = 10^\circ\text{C}$. After ageing at 450°C (sample (b)), the R phase appears on both cooling and heating.

Fig. 5.5 shows the transformation behaviour of three welded samples. For each sample, two DSC specimens were taken, one from the joint (blue curves) and the other from the unaffected initial metal (red curves), as schematically illustrated in Fig. 5.5.a.

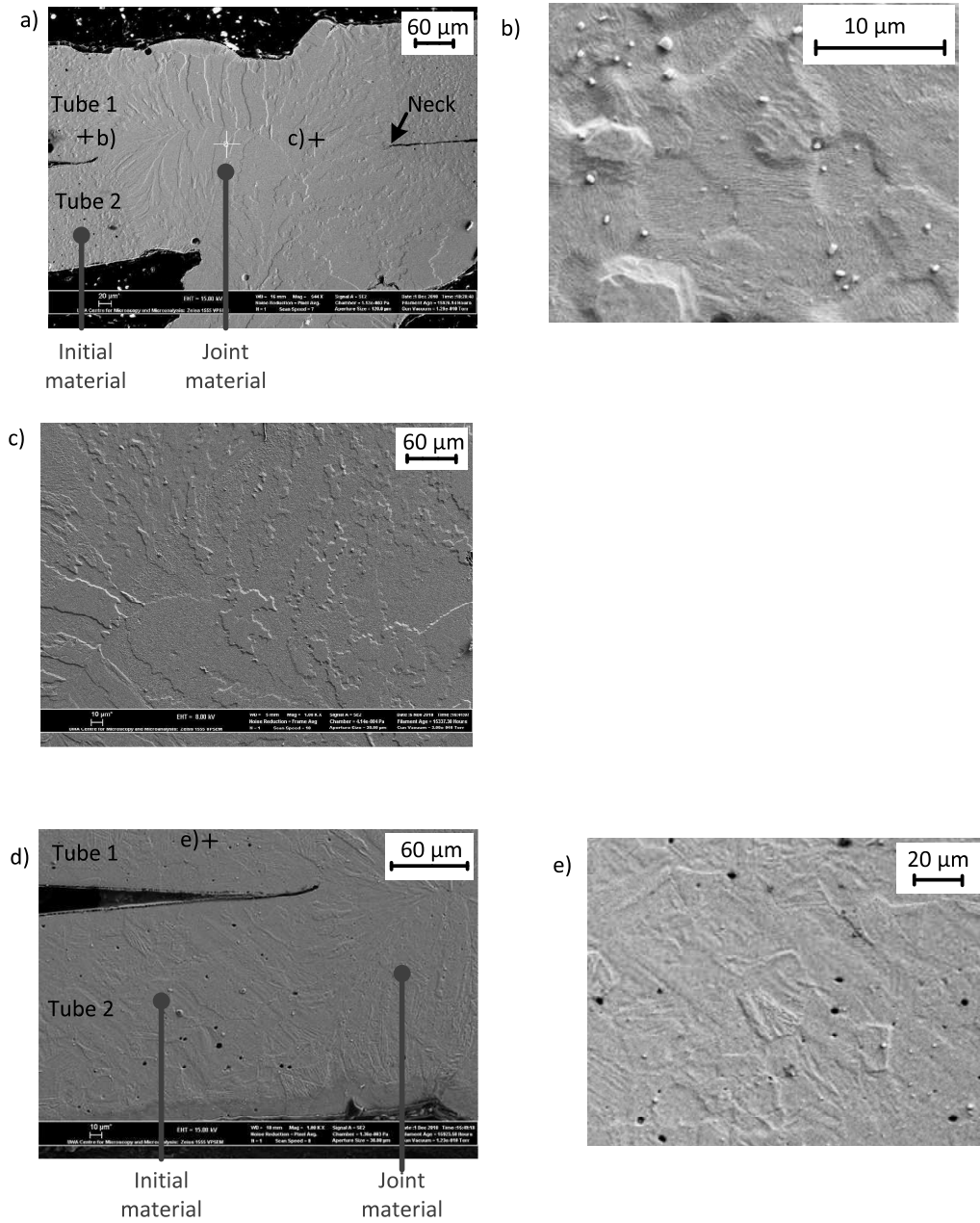


FIGURE 5.3: Micrographs of welded sample : (a) full joint, (b) initial material and (c) joint metal. Micrograph of heat treated sample : (d) full joint and (b) initial material.

Fig. 5.5.b shows the transformation behaviour of an as-welded sample. The initial material (red curve) shows no transformation peak. The joint material (blue curve) exhibits a single-stage B2-B19' transformation, with $T_s^{A-M} = -20^\circ\text{C}$, $T_f^{A-M} = -70^\circ\text{C}$, $T_s^{M-A} = -25^\circ\text{C}$ and $T_f^{M-A} = 10^\circ\text{C}$. The transformation temperatures are similar to those of the solution treated sample (Fig. 4, red curve). However, the transformation latent heats are smaller, 5.3 J g^{-1} for the direct transformation and 3.8 J g^{-1} for the inverse transformation, than those of the solution treated material (Fig. 5.4). This is explained by the fact that the joint specimen contains both unaffected part and the welded part.

Fig. 5.5.c shows the transformation behaviour of a welded sample after solution treat-

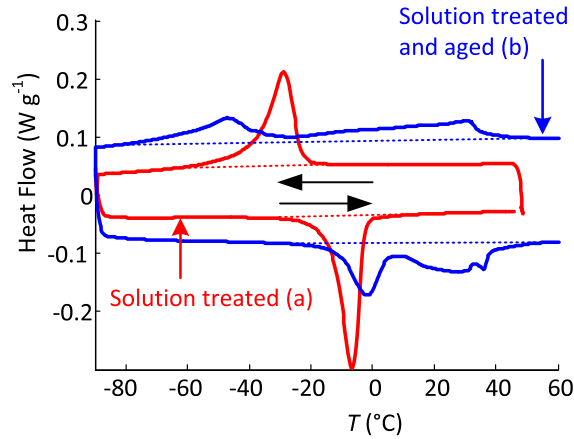


FIGURE 5.4: Transformation behaviour of Ti-50.8 at.% Ni tube sample in solution treated (Sample (a)) and solution treated with 450°C aged (sample (b)) conditions.

ment. It is seen that the joint and the initial materials show similar transformation behaviours after the solution treatment. As scheduled, the welded sample after solution treatment exhibits identical transformation as the solution treated initial material.

Fig. 5.5.d shows the transformation behaviour of a sample subjected to welding, solution treatment and ageing at 450°C for 30 minutes. The joint specimen and the initial metal both show A R M transformations on cooling. The starting and finishing transformation temperatures and the latent heat of the forward transformations on cooling are practically the same for the two specimens, but the curves are different. At heating, both specimens exhibit M R A transformation with similar latent heats of transformation. The starting and finishing temperatures of transformations are different. Considering the effect of ageing on the transformation behaviour of Ti - 50.8 at. %Ni [Zheng *et al.*, 2008], the solution treated and aged initial material exhibits a transformation behaviour similar to the one obtained after ageing at 430-460°C and that of the joint material similar to the one obtained after ageing at 460-490°C.

Thus, if the solution treatment seems to homogenize the complete transformation behaviour of the structure, the ageing treatment restores a relative heterogeneous structure.

5.3.3 Joint micromechanical properties

Nanoindentation measurements were performed at different points along the joint. The distance of these points to the middle of the joint is noted d , as shown in Fig. 5.6.a. Fig. 5.6.b shows the representative indentation curve (mean over 10 indentations). The experiments were conducted at room temperature, with the testing temperature being approached by heating from below 0°C. As seen in Fig. 5.b, both the weld and base materials are fully austenitic at 20°C before heat treatment. The heat treated samples (Fig. 5.5.d) are a mixture of martensite and R-phase at this temperature, with a lower martensite fraction for the joint material.

Fig. 5.6.b shows two indentation curves from an as-welded sample and two others from a heat treated sample. Curve (1) is an as-welded sample, tested at $d=0$ mm, corresponding to the joint material at the joint centre. Curve (2) is of the same sample as curve (1) but

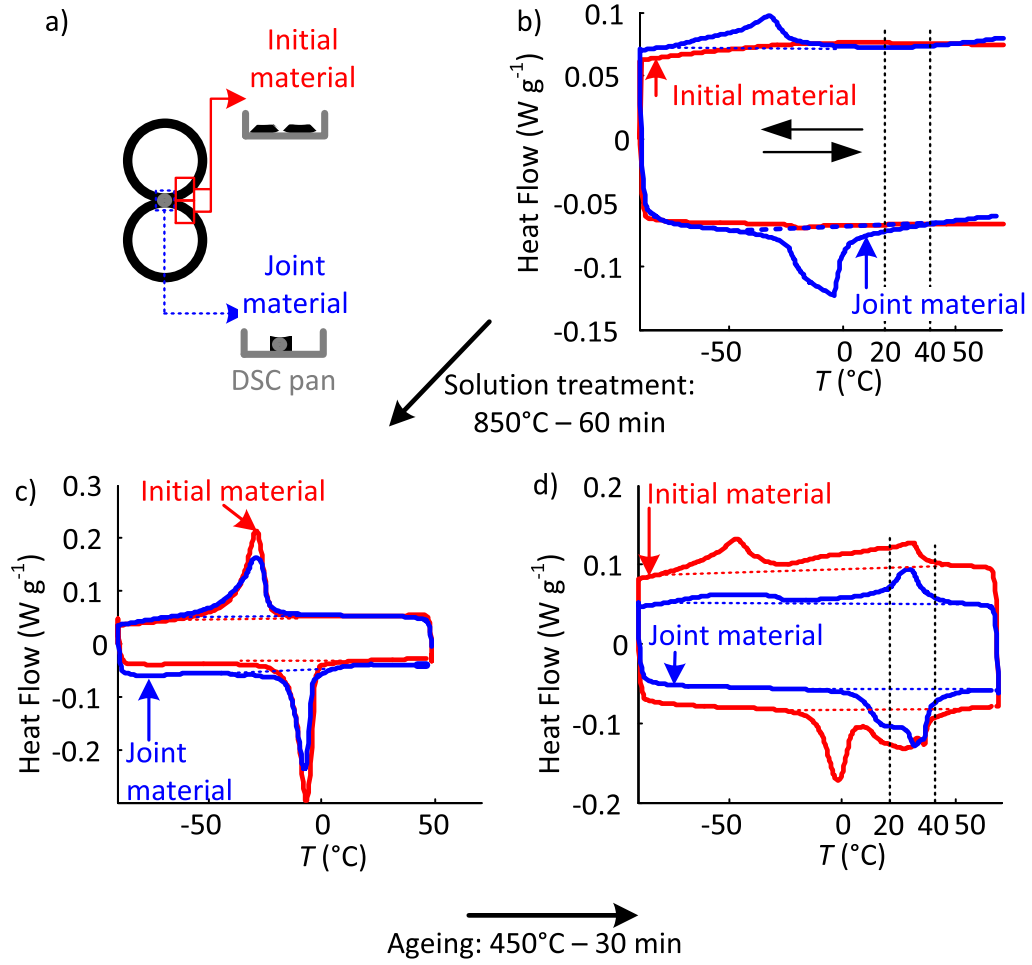


FIGURE 5.5: Transformation behaviour of welded samples : (a) Sample selection for DSC analysis. (b) As welded parts, (c) after solution treatment and (d) after ageing.

tested at $d=1.5$ mm, far enough from the joint to be in the unaffected zone. Curves (3) and (4) are of a sample heat treated after welding, tested at $d=0$ and $d=1.5$ mm, respectively. It is seen that for the as-welded sample, the stiffness of the joint (curve 2) is lower than that of the initial material (curve 1), while the remnant depth after indentation is higher for the joint material than for the initial material. For the heat treated sample, the stiffness of the initial material (curve 4) is slightly higher than that of the joint (curve 3). This is attributed to the higher initial martensite fraction for the initial material (see Fig. 5.5). The remnant depths are similar between the two locations.

Fig. 5.7 shows the hardness variation along distance d . Curve 1 (red curve) is obtained from a sample in the as-welded state. Curve 2 (blue curve) is for a sample heat treated after welding. Each HB value shown in the figure is the average of 10 indentation measurements conducted at the d position over an area of $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ ($d \pm 100 \mu\text{m}$ - horizontal line) for an indentation depth comprised between 850 and 1200 nm. The mean scattering is about ± 0.7 GPa and ± 0.4 GPa for the as-welded and heat-treated samples, respectively. The difference in data scattering margin is attributed to differences in sample preparation (e.g., polishing) [M.Qasmi and Delobelle, 2006].

It is seen that the hardness of the joint material in the as-welded sample ($H_B^{\text{joint}} = 2.9$

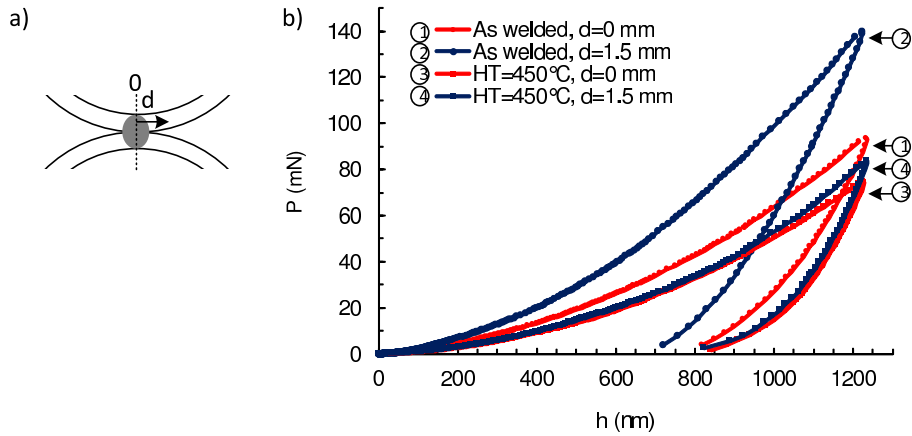


FIGURE 5.6: Nanoindentation curves of joint and initial material on as welded and on as welded and heat treated samples.

± 0.5 GPa) is considerably lower than that of the initial material ($H_B^{tube} = 5.4 \pm 0.9$ GPa). The variation of H_B with d can be divided into three distinct zones : the joint, the heat affected zone where the hardness increases and initial materials with a constant hardness, as indicated in the figure. As seen in the micrograph, the joint zone is within $d \approx 0.1$ mm, smaller than the range identified by the nanohardness measurement ($d \approx 0.3$ mm). Thus, mechanically the heat affected zone is bigger than the fusion zone observed to SEM. Hardness of the heat treated sample (curve 2 - blue curve) shows that the hardness of the joint material remains unchanged with heat treatment ($H_B^{joint} = 2.9 \pm 0.4$ GPa), while hardness of the initial material is reduced to $H_B^{tube} = 2.5 \pm 0.5$ GPa.

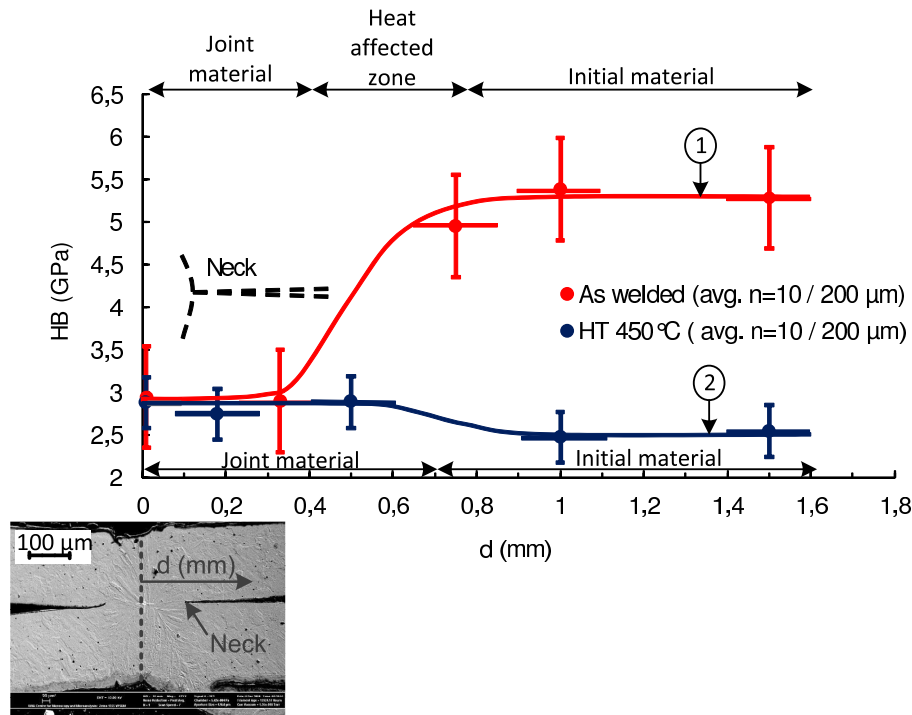


FIGURE 5.7: Hardness properties of as welded and heat treated structure.

Fig. 5.8.a shows the evolution of elastic moduli of as-welded samples with indentation depth at different d locations ($d=0, 0.75, 1$ and 1.5 mm). For each curve, each point is the mean value of 10 tests performed over an area of $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ ($d \pm 100 \mu\text{m}$ -horizontal line) relatively to the d value. Dispersions of these measurements are shown in Fig. 5.8.b. Similarly, the elastic moduli determined at different penetration depth and the scattering of the data for a heat treated sample are shown in Fig. 5.8.c and Fig. 5.8.d, respectively.

The modulus of the initial material ($d=1.5$ mm) shows a strong decrease with the indentation depth. This is due to the increased stress-induced martensitic transformation at the indenter tip [Moyne *et al.*, 1999; Wood and Clyne, 2006]. In this regard, modulus values determined at low indentation depths are closer to the true value of the Young's modulus of the austenite. Thus, the Young's modulus of the austenite is determined to be $E_A = 88 \pm 9$ GPa by extrapolating the curve to $h = 0$. This value is in good agreement with values determined in other studies [Moyne *et al.*, 1999; Liu and Xiang, 1998; Wagner and Windl, 2008; Qiu *et al.*, 2011]. For $d = 0$ and $d = 0.75$ mm, the modulus is practically unchanged over the indentation depth range and equal to $E = 68 \pm 8$ GPa. These observations suggest that the joint material is probably not superelastic. This is consistent with the expectation for solution treated material (Fig. 5.a), which do not exhibit good superelastic behaviour at room temperature [Jiang *et al.*, 2009].

The elastic modulus of the heat-treated sample is nearly constant over the indentation depth range, at $E = 67 \pm 8$ GPa. This value is similar to the elastic modulus of the joint material before heat treatment. This implies that heat treatment does not affect the mechanical properties of the joint but only those of the initial material. This is consistent with DSC observations that the joint material and the initial material after heat treatment show similar transformation behaviour.

Fig. 5.8.b and Fig. 5.8.d. show the dispersion of the data with the indentation depth. For the two samples, dispersion is almost equal, constant and inferior to 12 GPa. This value leads to an error of approximately 17% on the Young modulus value.

5.3.4 Mechanical tests on welded tubes

Fig. 5.9 shows compression and tension tests realized on as-welded (red curve) and heat treated (blue curve) joined tubes. The tests were conducted in a climatic chamber at 40°C with crosshead velocities of 2 mm min^{-1} and 0.2 mm min^{-1} for the tension and compression tests, respectively. Tension tests were performed using the device presented in the "Experimental details" section. The compression tests were performed between compression plates. To avoid tube sliding during compression tests, adhesive tape was put between the plates and the samples. The compression strain is defined as $\frac{\Delta L}{2\phi_{ext}}$ where ΔL is the displacement of the upper moving plate.

Force-strain curves obtained during cyclic compression tests of joined twin-tube samples are plotted in Fig. 5.9.a. Fig. 5.9.b shows force-displacement curves during tension tests of joined twin-tube samples conducted until joint rupture. Cyclic compression tests show the superelastic behaviour of the joined tubes at 40°C . During these tests, the welded zone is weakly deformed and does not play an important role on the overall behaviour of the joined tubes. The joined tubes are found to fail mainly by excessive deformation of the material outside the heat affected zone. It is seen that the as-welded joined twin-tube

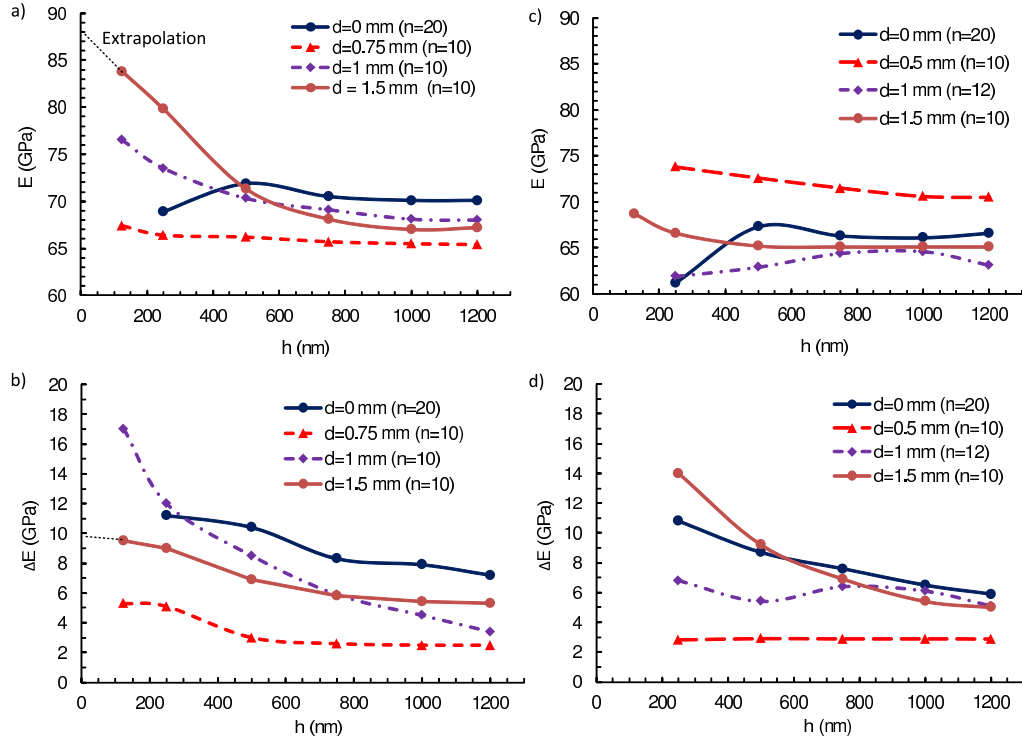


FIGURE 5.8: Nanoindentation measurement of Young's modulus of the tube material : (a) welded and (c) heat treated structure Indentation's modulus and (b),(d), respective associated measurement dispersion.

samples are much stiffer than the heat treated samples. The experimental set-up of the tension test was designed to deform mainly the joint zone. Fig. 5.9.b shows four loading curves, including two joined twin-tube samples in as-welded state (red curves) and another samples in heat treated state (blue curves). Round marks indicate joint rupture. It is seen that the as-welded joined twin-tube samples are much stiffer than the heat treated samples. This stiffness difference, also observed during nanoindentation tests and compression tests between the as-welded and heat-treated specimens is thus easily explained considering the transformation behaviour of the initial material as measured by DSC in the as-welded (Fig. 5.5.b) and heat treated (Fig. 5.5.d) states. The measured fracture load values are very scattered, ranging between 50 and 120 N. Considering the best results and a cross section of approximately $L \times l = 5 \times 0.2$ mm, where L is the sample length and l is the width of the joint estimated from SEM micrograph, and a maximum load of 120 N, the joint is able to support a tensile stress of approximately 120 MPa.

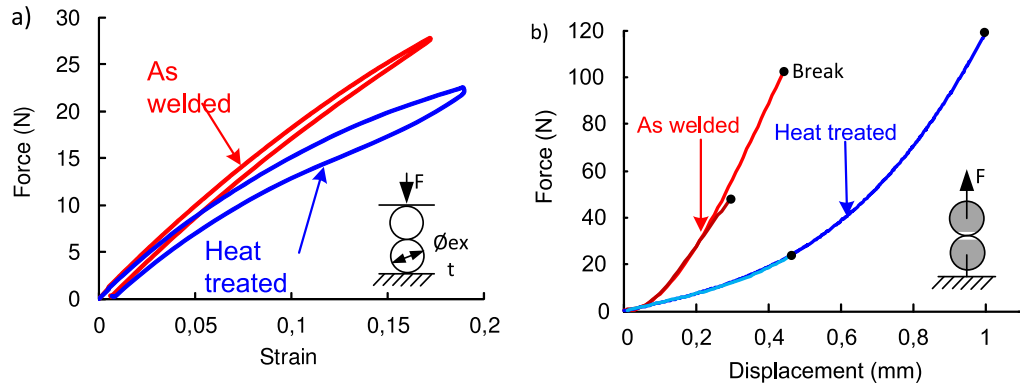


FIGURE 5.9: a) Compressive load-strain curves of twin-tubes samples in as welded and in heat treated states. b) Tensile load-displacement of twin-tubes in as welded and in heat treated states.

5.4 Conclusions

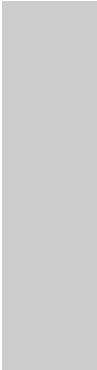
Analysis of the experimental evidences presented above leads to the following conclusions :

- i) Transformation behaviour, microstructure and mechanical properties of the joint are significantly affected by the welding process. Transformation behaviour of the joint is practically identical to that of Ti-50.8 at. % Ni annealed at 850°C. The material is not superelastic under this condition. Grains within the fusion zone of the joint are much bigger than those in the initial material. Hardness of the joint material is 2.9 ± 0.5 GPa and that of the initial material is 5.4 ± 0.9 GPa. The welded structure is highly heterogeneous.
- ii) After solution treatment at 850°C for 60 min followed by ageing at 450°C for 30 min, the transformation behaviour of the joint and of the initial material is almost identical. The heat treatment does not change significantly the grain size, hardness and elastic moduli of the joint. However, the heat treatment increases the average grain size of the initial material and changes its micromechanical properties.
- iii) The weld can support a tensile load of 120 N, corresponding to the tensile stress of 120 MPa. As-welded twin-tube samples are stiffer than heat treated twin-tube samples in both compression and tension.

Given the above, this study demonstrates that resistance welding is a feasible technique for joining NiTi for the design and creation of complex structures with low density and high reversible elasticity.

Acknowledgement

The authors wish to acknowledge the financial support of the ANR research program ANiM : Architected NiTi Material (N.2010 BLAN 90201). V. Delobelle held a fellowship from la Région Rhône-Alpes (France). Y Liu acknowledges the experimental support of the Centre for Microscopy, Characterization and Microanalysis of the University of Western Australia for electron microscopy and microstructure analysis.



Conclusions générales et perspectives

Résumé

Cette étude comportant une forte composante expérimentale était motivée par la nécessité d'avoir des mesures plus fiables du comportement des alliages à mémoire de forme Nickel-Titane, au niveau des aspects purement mécaniques et des couplages thermomécaniques. Ce matériau, aux propriétés remarquables dues à une transformation martensitique réversible, est largement utilisé par l'industrie biomédicale. Cependant, son comportement est, tant dans la littérature que dans la pratique industrielle, essentiellement caractérisé par des mesures de calorimétrie différentielle de type DSC lorsque la transformation martensitique est induite thermiquement et par des essais de traction lorsque la transformation est induite mécaniquement. Alors que des modèles théoriques de plus en plus sophistiqués sont proposés pour simuler le comportement thermomécanique des structures utilisant ces alliages NiTi, ils se heurtent à deux problèmes majeurs posés par les essais de caractérisation précédents. D'une part, les mesures de DSC sont, sur la plupart des alliages NiTi industriels, utiles uniquement pour caractériser les températures de transformation, alors que les enthalpies de transformation mesurées sont souvent très faibles et entachées d'une forte incertitude. D'autre part, les essais de traction conduisent à de fortes localisation de déformation, ce qui compliquent leur interprétation tant en terme de caractérisation mécanique nécessaire pour établir des lois de comportement isotherme qu'en terme de caractérisation de couplages thermomécaniques. Ce travail de thèse est ainsi une contribution pour proposer des méthodes de caractérisation du comportement de ces alliages NiTi permettant une caractérisation mécanique et thermomécanique grâce à des mesures quantitatives de puissances et d'énergies accompagnant la déformation de ces matériaux, due principalement à la transformation de phase induite par le chargement mécanique.

La réalisation des mesures de sources de chaleur est obtenue par une méthode " directe " mise en oeuvre à la fin des années 90 au LMGC de Montpellier, puis exploitée dans le cadre des AMF NiTi dans la thèse de P. Schlosser [Schlosser, 2008]. Les causes potentielles d'erreurs ou d'imprécisions de cette méthode sont nombreuses, et incluent les erreurs sur les mesures expérimentales brutes, les erreurs sur le modèle de thermique, les erreurs sur les coefficients thermophysiques des matériaux, les erreurs sur les opérations de traitement

du signal, etc. Nous avons, dans ce travail de thèse, amélioré cette technique d'estimation de sources de chaleur à travers les deux points suivants :

- i) *amélioration de la connaissance des propriétés thermophysiques* (capacité thermique C et conductivité thermique k) des deux phases austénitique A et martensitique M de l'alliage NiTi étudié. A cette fin, une nouvelle méthode basée sur des mesures de champs thermiques obtenues lors d'expériences originales a été proposée. Certains résultats de la littérature, notamment Faulkner *et al.* [2000], concluent à des différences de capacité et conductivité thermique selon la phase A ou M. Nos mesures, réalisées par notre méthode et par des méthodes plus standard infirment ces résultats. Les valeurs de C et k suivantes, $C = C_A = C_M = 520 J kg^{-1} K^{-1}$ et $k = k_A = k_M = 11.5 W m^{-1} K^{-1}$ ont été obtenues dans notre étude et sont en accord avec celles de Zanotti *et al.* [2010].
- ii) *validation expérimentale de la méthode TFM d'estimations des sources de chaleur basée sur les mesures thermiques par caméra IR*. Les puissances et énergies mises en jeu lors d'une transformation martensitique induite thermiquement sont estimées à partir des champs thermiques expérimentaux (méthode notée TFM dans cette thèse). Ces quantités énergétiques sont ensuite confrontées à la référence expérimentale que constitue, pour ces matériaux, la DSC. Cet exemple de validation a permis d'une part de montrer, pour les échantillons fins étudiés (épaisseur comprise entre 0.3 et 0.5 mm), l'importance de la couche de peinture à haute émissivité et la nécessité d'utiliser un modèle de thermique la prenant en compte. D'autre part, cet exemple a montré que l'on pouvait, via cette méthode TFM, obtenir des estimations quantitatives des puissances (ou énergies par intégration temporelle) mises en jeu lors de la transformation. L'un des points forts de la technique TFM proposée est qu'elle permet d'obtenir des mesures locales (champs) ce qui n'est pas possible par DSC. Ainsi, nous avons qualifié l'approche proposée de " DSC locale *in situ* ", *in situ* car pouvant être réalisée lors d'un chargement mécanique.

Une fois validée, la méthode TFM d'estimation des sources de chaleur a été appliquée à l'étude d'une plaque en NiTi sollicitée en cisaillement. Lors de l'étude thermomécanique de ce type de chargement, nous avons montré l'homogénéité de l'essai et l'intérêt de la mesure couplée des champs cinématiques et thermiques. Les estimations des sources de chaleur et des chaleurs latentes de transformation réalisées lors d'un essai mécanique est en accord quantitatif avec d'autres résultats obtenus lors d'essais de traction [Schlosser, 2008; Louche *et al.*, 2012]. Comme relevé lors de ces précédentes études, la quantité de chaleur mesurée lors d'une transformation martensitique induite mécaniquement est bien supérieure (de l'ordre de trois à quatre fois) à celle obtenue lors d'une transformation induite thermiquement.

La dernière partie de la thèse a concerné la réalisation de liaisons de tubes en NiTi pour obtenir des matériaux architecturés. Ce travail, associé à une tâche d'un projet ANR, a été mené en collaboration avec le Pr. Y. Liu de l'UWA (Perth, Australie). Nous avons mis au point le procédé de soudage (résistif) et avons initié une caractérisation mécanique micro (essais de nanoindentation) et macro (essais de traction). Nous avons pu observer que la microstructure, le comportement obtenu en DSC et les propriétés mécaniques sont

très affectés par le procédé de soudage. La structure est très hétérogène (différence entre la zone soudée et le tube initial). Les traitements thermiques réalisés sur la structure soudée (850°C pendant 60 min puis 450°C pendant 30 min) permettent d'homogénéiser les réponses obtenues en DSC, mais ont peu d'effet sur la microstructure, la dureté et l'élasticité du joint.

Perspectives

- Amélioration des expériences d'estimation des propriétés thermophysiques

Un certain nombre d'améliorations sont souhaitables sur l'expérience permettant de déterminer la conductivité thermique de matériaux et sur celle utilisée pour réaliser la validation 1D du modèle de calcul de sources utilisé. Cette expérience est basée sur l'observation du refroidissement naturel de deux échantillons élancés (référence et étudié) maintenus par une masse thermique à son extrémité. Le principal défaut de l'expérience dans son état actuel est que le terme en laplacien n'est pas assez important dans les équations utilisées pour traiter les résultats. Le second inconvénient est que la température atteinte à la fin de l'expérience n'est pas identique pour les deux échantillons car la masse ne refroidit pas ou peu. Aussi, pour renforcer l'intensité du terme laplacien, il serait utile d'augmenter le coefficient de convection, d'utiliser une masse thermique plus faible et refroidissant pendant l'expérience. La modification de l'installation expérimentale actuelle peut être réalisée sans beaucoup de difficultés.

- Amélioration de la connaissance des propriétés thermophysiques des AMF NiTi

Nous avons noté dans ce mémoire le faible nombre d'études consacrées à la mesure des propriétés thermophysiques des différentes phases du NiTi. Ainsi, il pourrait être envisagé d'étudier les problèmes ouverts suivants :

- estimation de ces propriétés sur des gammes de températures plus élevées,
- comparaison des résultats sur des matériaux qui ont des températures de transformation différentes,
- étude de l'effet de la composition et du traitement thermique (qui crée des précipités de taille importante),
- étude de la phase R dont la littérature semble vierge de toute information,
- étude de la différence entre martensite auto-accommodée et martensite orientée, en particulier possibilité d'existence d'une anisotropie de conductivité.

- Amélioration des calculs de sources de chaleur

Nous avons noté un effet important de la couche de peinture sur la cinétique de chauffage et de refroidissement d'un échantillon de type plaque mince. L'effet de cette couche mériterait d'être plus étudié. Il serait intéressant de déterminer la limite d'épaisseur à partir de laquelle cette couche est négligeable. Le revêtement est à caractériser, plus

précisément, de façon expérimentale. L'étude numérique de l'estimation de sources de chaleur, en tenant compte de l'effet de la peinture a été faite dans les cas 0D et 1D. Il pourrait être intéressant d'étendre au cas 2D cette étude de sensibilité. Enfin, d'autres validations expérimentales pourraient être envisagées, notamment à partir de sources générées par effet Joule sur d'autres matériaux.

- **Étude thermomécanique des AMF NiTi**

Afin d'améliorer les connaissances sur les propriétés thermomécaniques des AMF NiTi, d'autres essais sont à réaliser en faisant des mesures couplées de champs cinématiques et thermiques. L'**essai de traction torsion** semble être intéressant à étudier. Comparer les réponses thermiques et estimer les sources de chaleur lors d'un essai de traction pur localisé et lors d'un essai de traction-torsion non localisé permettrait de réaliser une étude plus complète du matériau. Enfin, la méthode TFM d'estimation de sources de chaleur pourrait être réalisée lorsque le matériau est chargé mécaniquement, à contrainte imposée constante. Cela permettrait d'obtenir une technique de **DSC sous charge**. Les températures de transformation obtenues par cette méthode, à différents taux de contrainte, pourraient être comparées à celles obtenues par DMA (dynamic mechanical analysis) par exemple Alonso *et al.* [2012].

- **Matériaux architecturés**

Les perspectives sont extrêmement vastes sur ce sujet. L'étude des performances des liaisons créées par soudage résistif mécanique est actuellement en cours au sein du laboratoire 3SR, dans le cadre de la thèse de T.D. Do. L'étude des petits assemblages (2 x 2 tubes par exemple) ou de structures de plus grande taille est également en cours dans les laboratoires partenaires de l'ANR ANiM. Aujourd'hui, chaque soudure est réalisée une par une. D'autres techniques de soudure, comme la technique SPS (Spark Plasma Sintering), pourraient être envisagées pour lier en une seule fois les tubes d'une structure de grande taille. Il est également envisageable de combiner le matériau de base (NiTi) avec d'autres, i.e. tube de NiTi avec tube d'acier, assemblages de tubes de NiTi enrobés d'élastomère Silicone, etc...

Modèles simplifiés pour un matériau hétérogène

Cet annexe présente l'ensemble du développement mathématique permettant d'écrire les modèles de thermique pour un matériau hétérogène de type sandwich.

Par la suite, l'épaisseur, la masse volumique, la conductivité thermique, la capacité thermique, les sources volumiques de chaleurs, les sources massiques de chaleur, la température et la variation de température de l'échantillon seront notés respectivement e_i , ρ_i , k_i , C_i , s_i , q_i , T_i et θ_i , où $i = 1, 2, 3$ (désigne le numéro de la couche).

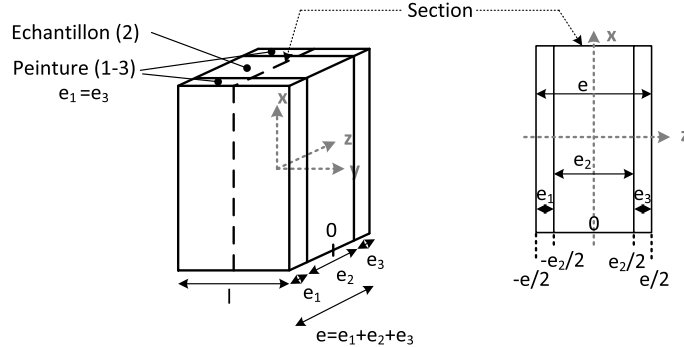


FIGURE A.1: Matériau sandwich avec deux couches de peinture d'épaisseurs e_1 et e_3 recouvrant l'échantillon (2) d'épaisseur e_2 .

Pour écrire les développements qui vont suivre, nous avons réalisé les hypothèses suivantes : $e_1 = e_3$, $k_1 = k_3$, $\tilde{T}_1 = \tilde{T}_2 = \tilde{T}$, $\frac{\partial \tilde{T}_1}{\partial t} = \frac{\partial \tilde{T}_2}{\partial t} = \frac{\partial \tilde{T}}{\partial t}$, et $lap(\tilde{T}_1) = lap(\tilde{T}_2) = lap(\tilde{T})$.

L'intégration de l'équation (1.8) dans l'épaisseur du matériau sandwich donne :

$$\frac{1}{e} \int_{-e/2}^{e/2} \rho C \frac{\partial T}{\partial t} dz - \frac{1}{e} \int_{-e/2}^{e/2} k lap(T) dz = \frac{1}{e} \int_{-e/2}^{e/2} s_i dz + \frac{1}{e} \int_{-e/2}^{e/2} s_e dz. \quad (A.1)$$

Comme les sources de chaleurs sont nulles dans les couches de peinture, le premier terme du membre de droite de l'équation s'écrit :

$$\int_{-e/2}^{e/2} s_i dz = \int_{-e/2}^{-e_2/2} s_1 dz + \int_{-e_2/2}^{e_2/2} s_2 dz + \int_{e_2/2}^{e/2} s_3 dz = \int_{-e_2/2}^{e_2/2} s_2 dz = e_2 \tilde{s}_2. \quad (A.2)$$

Ensuite, le premier terme du membre de gauche de l'équation s'écrit :

$$\int_{-e/2}^{e/2} \rho C \frac{\partial T}{\partial t} dz = \int_{-e/2}^{-e_2/2} \rho C \frac{\partial T}{\partial t} dz + \int_{-e_2/2}^{e_2/2} \rho C \frac{\partial T}{\partial t} dz + \int_{e_2/2}^{e/2} \rho C \frac{\partial T}{\partial t} dz, \quad (\text{A.3})$$

avec :

$$\int_{-e_2/2}^{e_2/2} \rho C \frac{\partial T}{\partial t} dz = \int_{-e_2/2}^{e_2/2} \rho_2 C_2 \frac{\partial T_2}{\partial t} dz = e_2 \rho_2 C_2 \frac{\partial \widetilde{T}_2}{\partial t}, \quad (\text{A.4})$$

où $\widetilde{T}_2$ est la température moyenne dans le matériau (2). Avec un changement de variable approprié, on peut écrire :

$$\int_{-e/2}^{-e_2/2} \rho C \frac{\partial T}{\partial t} dz = \int_{-e_1/2}^{e_1/2} \rho_1 C_1 \frac{\partial T_1}{\partial t} dz = \rho_1 C_1 e_1 \frac{\partial \widetilde{T}_1}{\partial t}. \quad (\text{A.5})$$

Ce dernier développement est appliqué au troisième terme de l'équation (A.3). Un développement identique à celui fait dans l'équation (A.3) est ensuite réalisé pour le terme en laplacien. Le second terme s'écrit donc :

$$\begin{aligned} \int_{-e_2/2}^{e_2/2} -k \text{lap}(T) dz &= -k_2 \int_{-e_2/2}^{e_2/2} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) dz \\ &= -k_2 \left[\frac{\partial^2}{\partial x^2} \int_{-e_2/2}^{e_2/2} T dz + \frac{\partial^2}{\partial y^2} \int_{-e_2/2}^{e_2/2} T dz \right] - k_2 \left[\frac{\partial T}{\partial z} \right]_{-e_2/2}^{e_2/2} \\ &= -k_2 e_2 \text{lap}_{2D} \widetilde{T}_2 - k_2 \left[\frac{\partial T_2}{\partial z} \right]_{-e_2/2}^{e_2/2} \end{aligned} \quad (\text{A.6})$$

Des développements identiques peuvent être réalisés pour les premiers et troisièmes termes permettant ainsi d'écrire l'équation :

$$\begin{aligned} \int_{-e/2}^{e/2} -k \text{lap}(T) dz &= -k_1 e_1 \text{lap}_{2D} \widetilde{T}_1 - k_3 e_3 \text{lap}_{2D} \widetilde{T}_3 - k_2 e_2 \text{lap}_{2D} \widetilde{T}_2 \\ &\quad - k_1 \left[\frac{\partial T_1}{\partial z}(-e_2/2) - \frac{\partial T_1}{\partial z}(-e/2) \right] \\ &\quad - k_2 \left[\frac{\partial T_2}{\partial z}(e_2/2) - \frac{\partial T_2}{\partial z}(-e_2/2) \right] \\ &\quad - k_3 \left[\frac{\partial T_3}{\partial z}(e/2) - \frac{\partial T_3}{\partial z}(e_2/2) \right] \\ &= (-2k_1 e_1 - k_2 e_2) \text{lap}_{2D}(\widetilde{T}) + k_1 \left(\frac{\partial T_1}{\partial z}(-e/2) - \frac{\partial T_3}{\partial z}(e/2) \right). \end{aligned} \quad (\text{A.7})$$

Grâce à la conservation de flux à travers les surface de l'échantillon en $\pm e_2/2$, il vient :

$$k_1 \left[\frac{\partial T_1}{\partial z}(-e_2/2) - \frac{\partial T_2}{\partial z}(-e_2/2) \right], \text{ et } k_2 \left[\frac{\partial T_2}{\partial z}(e_2/2) - \frac{\partial T_3}{\partial z}(e_2/2) \right], \quad (\text{A.8})$$

ce qui permet de réécrire A.7 selon :

$$\int_{-e/2}^{e/2} -k \text{lap}(T) dz = (-2k_1 e_1 - k_2 e_2) \text{lap}_{2D}(\widetilde{T}) + k_1 \left(\frac{\partial T_1}{\partial z}(-e/2) - \frac{\partial T_3}{\partial z}(e/2) \right). \quad (\text{A.9})$$

En écrivant maintenant la conservation du flux sur les deux surfaces en $\pm e_2/2$, le dernier terme de l'équation précédente devient :

$$k_1\left(\frac{\partial T_1}{\partial z}(-e/2) - \frac{\partial T_3}{\partial z}(e/2)\right) = 2(\epsilon\sigma\widetilde{T}^4 + h(\widetilde{T} - \widetilde{T}_0)), \quad (\text{A.10})$$

Grâces aux développements précédents, l'équation A.1 peut se réécrire :

$$\frac{2e_1\rho_1C_1 + e_2\rho_2C_2}{e}\frac{\partial\widetilde{T}}{\partial t} - \frac{2e_1k_1 + e_2k_2}{e}lap_{2D}(\widetilde{T}) + \frac{2}{e}(\sigma\widetilde{T}^4 + h(\widetilde{T} - T_0)) = \frac{e_2}{e}\widetilde{s}_2 + \widetilde{s}_e. \quad (\text{A.11})$$

L'écriture de l'équation précédente à l'instant initial donne :

$$\widetilde{s}_e = \frac{2}{e}[\sigma\epsilon T_0^4]. \quad (\text{A.12})$$

Ainsi, le modèle 2D complet s'écrit :

$$\frac{2e_1\rho_1C_1 + e_2\rho_2C_2}{e_2}\frac{\partial\widetilde{T}}{\partial t} - \frac{2e_1k_1 + e_2k_2}{e_2}lap_{2D}(\widetilde{T}) + \frac{2\epsilon\sigma}{e_2}(\widetilde{T}^4 - T_0^4) + \frac{2h}{e_2}(\widetilde{T} - T_0) = \widetilde{s}_2 = \rho_2\widetilde{q}_2. \quad (\text{A.13})$$

Ensuite, l'intégration de cette équation dans la direction transverse de l'échantillon permet d'écrire le modèle 1D :

$$\frac{2e_1\rho_1C_1 + e_2\rho_2C_2}{e_2}\frac{\partial\widetilde{\widetilde{T}}}{\partial t} - \frac{2e_1k_1 + e_2k_2}{e_2}lap_{1D}(\widetilde{\widetilde{T}}) + \frac{2\epsilon\sigma}{e_2}(\widetilde{\widetilde{T}}^4 - T_0^4) + 2h\left(\frac{1}{e_2} + \frac{1}{l}\right)(\widetilde{\widetilde{T}} - T_0) = \widetilde{\widetilde{s}}_2 = \rho_2\widetilde{\widetilde{q}}_2. \quad (\text{A.14})$$

L'intégration dans la direction axiale fournit enfin le modèle 0D :

$$\frac{2e_1\rho_1C_1 + e_2\rho_2C_2}{e_2}\frac{\partial\widetilde{\widetilde{\widetilde{T}}}}{\partial t} + \frac{2\epsilon\sigma}{e_2}(\widetilde{\widetilde{\widetilde{T}}}^4 - T_0^4) + 2h\left(\frac{1}{e_2} + \frac{1}{l} + \frac{1}{L}\right)(\widetilde{\widetilde{\widetilde{T}}} - T_0) = \widetilde{\widetilde{\widetilde{s}}}_2 = \rho_2\widetilde{\widetilde{\widetilde{q}}}_2. \quad (\text{A.15})$$

Compte tenue de la géométrie des éprouvettes, les approximations suivantes sont réalisées : $\frac{1}{e_2} + \frac{1}{l} \approx \frac{1}{e_2}$ et $\frac{1}{e_2} + \frac{1}{l} + \frac{1}{L} \approx \frac{1}{e_2}$.

Notons enfin qu'en négligeant la peinture ($e_1 = 0$), les équations présentées pour un matériau homogène (équation (1.13), (1.14) et (1.15)) sont bien retrouvées.

B

Dispositif expérimental utilisé pour les chapitres 2 et 3.

Dans cet annexe, le dispositif expérimental, permettant d'estimer les propriétés thermophysique d'échantillons (chap. 2) et de valider de façon expérimentale le calcul de sources de chaleur (chap. 3), est présenté. Dans les deux cas, le but de l'expérience est d'observer le refroidissement naturel de deux échantillons de façon simultanée.

Tout d'abord, les échantillons sont chauffés dans une enceinte thermique classique à une température T_{ini} . Ils sont ensuite insérés rapidement dans une seconde enceinte thermique à la température T_0 . Cette enceinte est présentée sur la Fig. B.1.a. Au dessus, on observe l'entrée permettant d'insérer les échantillons. La régulation en température est réalisée avec de l'azote (aux basses températures). L'air est brassé avec le ventilateur visible sur la Fig. B.1.a, ce qui homogénéise la température de l'enceinte, cette dernière étant contrôlée par un thermocouple. Pendant l'expérience, le ventilateur et la régulation sont arrêtés. C'est pourquoi, pour s'assurer que la température de l'enceinte soit bien constante pendant l'expérience, une masse thermique en acier, représentée sur la Fig. B.1.b, et recouverte d'une peinture à haute émissivité, est introduite dans l'enceinte (avant la mise en température de l'enceinte). Avec cette masse, la température de l'enceinte et l'environnement des éprouvettes sont donc sensés être mieux contrôlés.

Pour transporter les échantillons d'une enceinte à l'autre, on utilise le système présenté sur la Fig. B.2.a. Ce système est à la température de la première enceinte (T_{ini}). Pour insérer les échantillons, la trappe en bas du dispositif (observable sur la Fig. B.2.b) est ouverte, et la tige en haut du dispositif est enfoncée rapidement, ce qui permet de positionner les échantillons dans l'enceinte à la température T_0 .

Les systèmes de maintiens permettant de réaliser les études 0D et 1D sont présentés sur la Fig. B.2.b. Au centre de l'image, on observe la tige d'insertion en position sortie. A gauche de l'image, on observe les échantillons dans leur configuration 0D. Pour la photo, ils ne sont pas recouverts de peinture (ils le sont pendant l'expérience). Le petit treillis isolant est réalisé en fibre de verre. Il est attaché à la tige d'insertion par le biais de la tige horizontale. Pour réaliser le cas de chargement thermique 1D, le dispositif sur la partie gauche de la Fig. B.2.b est utilisé. Les échantillons 1D (peints) sont maintenus à la masse thermique. Cette masse thermique est attachée à la tige d'insertion via le filetage observé.

Sur la Fig. B.3, on peut voir le positionnement des échantillons dans l'enceinte.

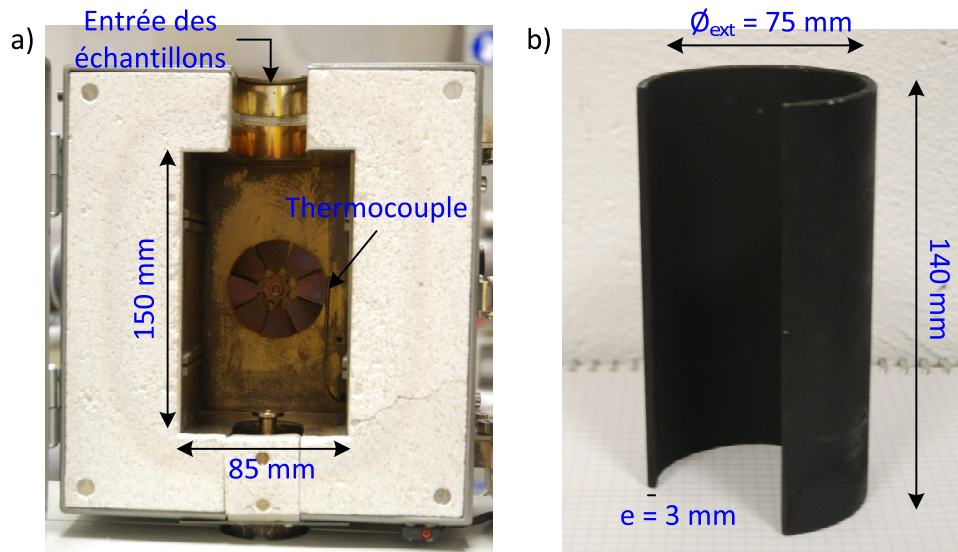


FIGURE B.1: a) Enceinte thermique utilisée. b) Masse thermique insérée dans le four.

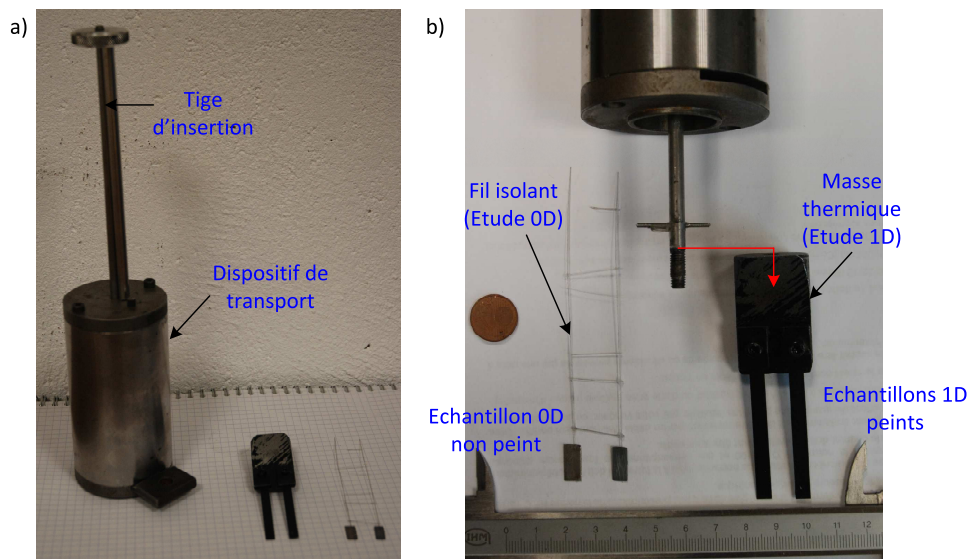


FIGURE B.2: a) Dispositif de transport et d'insertion des échantillons. b) Maintiens des échantillons avec un fil isolant dans le cas 0D, et avec une masse thermique dans le cas 1D.

La Fig. B.3.a présente les échantillons 1D avec la porte de l'enceinte ouverte alors que la Fig. B.3.b présente les échantillons 0D avec la porte de l'enceinte fermée. Sur la Fig. B.3.a, on remarque la présence d'un dispositif permettant d'isoler l'ensemble échantillons - enceinte de la masse thermique qui maintient les échantillons. Ainsi, cette masse est isolée et ne rayonne pas non plus sur les échantillons. Ce dispositif permet d'éviter des rayonnements et des pertes / ou des apports de chaleur non contrôlés. On voit sur la Fig. B.3.b le hublot transparent aux IR à travers lequel les mesures sont faites. La porte est recouverte d'un dispositif à haute émissivité afin d'empêcher les réflexions non souhaitées de l'environnement sur les détecteurs de la caméra.

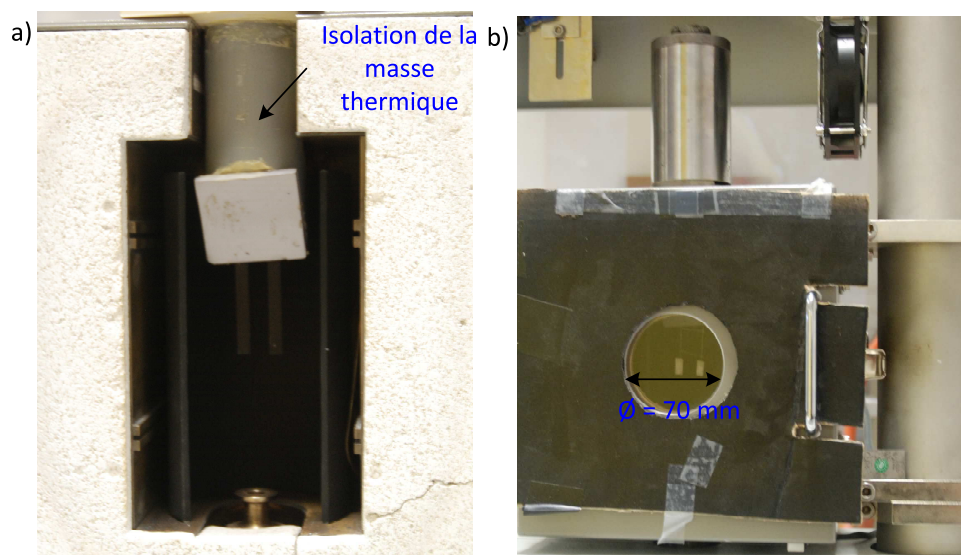


FIGURE B.3: a) Dispositif dans le cas 1D. Intérieur de l'enceinte thermique. b) Vue depuis l'extérieur dans le cas 0D.

Heat estimation from infrared measurement compared to DSC for Austenite to R phase transformation in a NiTi alloy

Cet article, est accepté dans *The Journal of Materials Engineering and Performance (JMEP)*. Il porte sur la méthode de validation de l'estimation de sources de chaleur dans un cas homogène 0D. Le matériau utilisé est le même que celui utilisé dans la thèse, mais seul la transformation A-R est étudiée. Les résultats obtenus par la méthode TFM sont comparés au résultat de DSC, puis discutés.

V. Delobelle, D. Favier and H. Louche

C.1 Abstract

Heat sources estimations from temperature field measurements deduced from infrared imaging are increasingly used to study thermo-mechanical coupling during materials deformation. These estimations are based on approximations of the derivative terms with respect to time and space which are involved in the heat diffusion equation. This paper proposes a first experimental validation of this method by applying it to an experimental uniform air cooling of a NiTi Shape Memory Alloy thin plate. In the studied cooling temperate range, heat sources are due to Austenite to R phase transformation. Transformation temperatures, heat sources and energies are estimated from infrared temperature measurements and compared successfully to differential scanning calorimetry results.

Key Word : Heat source estimation, infrared thermal field measurement, DSC, NiTi, A-R transformation.

C.2 Introduction

Infrared temperature field measurements are increasingly used to analyze the thermal manifestations accompanying materials deformation. Intensity and spatio-temporal temperature variations depend on the deformation mechanisms (elasticity, plasticity, viscosity, damage, phase transformation, etc.) but also on the thermal problem characteristics (geometry, thermal properties, boundary conditions, etc.). Heat sources determination from infrared temperature measurement has been shown to be helpful to analyze deformation

mechanisms of various materials (Ref 1, 2, 3, 4). A first class of methods of heat sources estimation is based on inverse methods (Ref 5, for example). The method used in the present study was presented in (Ref 1). It is based on (i) temperature field measurements at the surface of a thin sample and then on (ii) approximations of temperature first derivative with respect to time and second derivative with respect to space involved in the local heat diffusion equation.

Heat sources estimations were validated on test cases with synthetic data produced by solving direct problems with known heat sources using analytical or numerical models (Ref 1, 6). Finite element simulations generate temperature fields, which are corrupted with a random noise. Performances of the heat sources estimation methods were evaluated from these synthetic data.

The aim of this paper is to validate experimentally in a simple case the heat source estimation method proposed in (Ref 1). Uniform air cooling experiments were performed on a Nickel-Titanium (NiTi) shape memory alloy (SMA) exhibiting two transformation steps during cooling from austenitic phase (A) to R phase (R) and then to martensitic phase (M). Heat sources were estimated from infrared measurements in the temperature range of the A-R transition. NiTi alloy was chosen because it is the most common shape memory alloy and because A-R transformation is stable with thermal cycling. Transformation temperature, heat sources and energy obtained with this method were finally compared to values obtained from usual differential scanning calorimetry (DSC) measurements.

Firstly, material, experimental set-up and method to achieve such a validation are exposed. Then, results are presented and discussed.

C.3 Material and method

C.3.1 Used thermal model

Let us consider an air cooled sample with initial uniform temperature T_0 . The local heat diffusion equation governing the cooling of the sample reads :

$$C \frac{\partial T}{\partial t} - k \Delta T = \dot{q}(t) \quad (\text{C.1})$$

where T is the current local temperature depending on the spatial position and time t , C the heat capacity, k the isotropic thermal conductivity and $\dot{q}$ the specific internal heat sources.

Three thermal models have been proposed by Chrysochoos and Louche (Ref 1) which were obtained by simplifying the previous equation successively in the case of thin plates of thickness e with uniform temperature and heat source throughout the plate 1 thickness (2D model), then in the case of slender thin samples with temperature and heat source considered as depending only on the axial position and time (1D model) and lastly in the case of small thin samples with temperature and heat sources considered as uniform throughout the sample and depending only on time (0D model). In this paper, we use this 0D thermal model which reads :

$$C \frac{\partial T}{\partial t} = \dot{q}(t) - \frac{f}{\rho e} \quad (\text{C.2})$$

where $\theta = T - T_0$ is the temperature variation and $\tilde{n}$ the density. The function f models heat losses from the lateral surfaces of the thin sample per unit of area. In this study, heat losses by free convection and radiant emission are considered, leading to the following expression of f :

$$f = f_{conv} + f_{rad} = 2h(T - T_a) + 2\epsilon\sigma(T^4 - T_a^4) \quad (C.3)$$

where h is the convection coefficient, ϵ the emissivity of the sample surfaces, σ the Stefan- Boltzman constant, and T_a the ambient temperature. The heat loss by convection is due to transfer of heat energy between the sample surface and moving surrounding fluid ; in the equation Eq.3, h is dependent on a lot of factors, including sample and surrounding fluid temperatures. Possible heat losses through the insulating wires have been estimated negligible compared to convection and radiation heat losses and were neglected in the heat loss function.

C.3.2 Material

The air cooling experiments were performed on a commercial NiTi alloy bright rolled plate of thickness $e = 0.39$ mm with a nominal composition Ti-50.2 at.%Ni. The transformation behaviour of this alloy was characterized using TA Q200 differential scanning calorimeter with a heating and cooling rate of 10 K min^{-1} , for a temperature range 1 between -90°C and $+120^\circ\text{C}$. The DSC was performed on a sample of 22.9 mg cut with diamond blade. As shown in Fig.1, at cooling, the transformation is composed of two stages : austenite (A) to R-phase (R) and then R-phase to martensite (M). During heating, a single-step M-A is observed. From this DSC thermogram, the characteristic temperatures during heating, the austenite start temperature $A_s = 69^\circ\text{C}$ and the austenite finish temperature $A_f = 84^\circ\text{C}$, and those during cooling, the R phase start temperature $R_s = 62^\circ\text{C}$, the R phase finish temperature $R_f = 53^\circ\text{C}$, the martensite start temperature $M_s = 39^\circ\text{C}$ and the martensite finish temperature $M_f = 12^\circ\text{C}$ were determined in a standard way described for example in (Ref 7). From this curve, at temperature higher than 95°C , the material is fully austenitic.

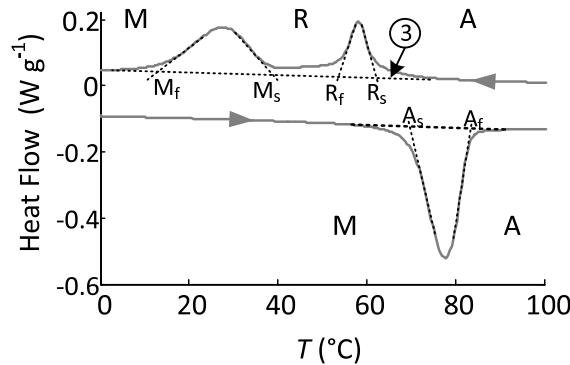


FIGURE C.1: Differential scanning calorimetry thermogram of the NiTi sample.

C.3.3 Experimental validation method

Experimental validation of the heat source estimation was performed during air cooling experiments of two samples, a reference one (1) and a NiTi sample (2), as shown in Fig. 2. In that study, the reference sample is a pure Titanium plate of thickness $e=0.50$ mm, width 5mm and length 15mm. The dimensions of the NiTi plate are identical except a little smaller thickness $e=0.39$ mm,

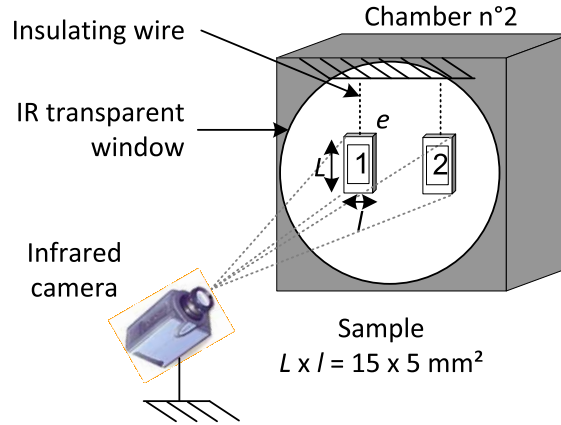


FIGURE C.2: Experimental set-up.

Firstly, the two samples were coated with a high emissivity paint ($\epsilon=0.95$), in order to have identical emissivity. Then, they were put in a first climatic chamber (chamber n.1) during approximately 45 minutes at a temperature $T_1=100^\circ\text{C}$. As shown in Fig.1, at this temperature the NiTi plate was fully austenitic. Then, the two samples were transported from the chamber n.1 to a second climatic chamber (chamber n.2) maintained at temperature $T_2=0^\circ\text{C}$. A specific device has been designed to reduce cooling during the carrying of the two samples between the two chambers. During all the experiment, the two samples were suspended 1 with insulating wires to obtain uniform temperature. The samples temperature fields were measured during air cooling in the chamber n.2 by means of an infrared camera, placed outside the chamber; this allowed checking the temperature uniformity through the whole cooling process. This observation was done through a transparent infrared window with a transmission coefficient $\tau = 0.92$. Due to frost problem, the temperature of the chamber 2 could not be lower than 0°C . Note that, with appropriate chamber temperatures T_1 and T_2 , it would also be possible to use the experimental set-up during heating.

During the air cooling experiment, the temperature T_{NiTi} is measured for the NiTi sample, leading to the temperature variation estimation $\theta_{\text{NiTi}} = T_{\text{NiTi}} - T_2$. The 0D thermal model (see Eq.2) allows estimating heat sources $\dot{q}$ involved during cooling of this sample if the heat loss function f is known. In order to estimate f , measurement of the temperature during simultaneous cooling of the reference sample is used, as described in the following. Due to the paint, emissivities of the two samples were identical and thus the heat loss due to radiant emission f_{rad} is only dependent on sample temperature, i.e. $f_{\text{rad}}(T)$. The heat loss due to convection f_{conv} is always difficult to estimate (Ref 8). In order to determine it, the two samples in the chamber n.2 at temperature $T_2 = T_a$ were

considered being submitted, at a given sample temperature T , to identical thermal surface conditions and no assumption is done with the dependence of h on T . Convection heat loss f_{conv} is then also taken as only dependent on sample temperature $f_{conv}(T)$. With these two assumptions, in the conditions of our air cooling experiments, the heat loss function f was only dependent on the sample temperature $f(T)$ and independent of the sample material, i.e. identical for the reference and NiTi samples. This allows determining $f(T)$ from temperature measurements of the reference Titanium sample ; during cooling, there was no internal heat sources in this sample and thus $f(T)$ was determined from the cooling curve of the Titanium sample by estimating 1 the left hand side of equ.2, with the material properties of the Titanium sample listed in Table 1. This function $f(T)$ is then used to estimate heat sources $\dot{q}$ for the NiTi sample using equation (2) and material properties of the NiTi sample listed in Table 1.

	Thickness (mm)	Density ρ (kg m ⁻³)	Heat capacity C (J kg ⁻¹ K ⁻¹)
Pure Titanium sample (Ref 9)	0.510	4510	520
NiTi (Austenite) sample (Ref 10)	0.386	6500	520

TABLE C.1: Titanium and NiTi samples properties

For that study, heat capacities of the Titanium and NiTi samples were measured with classical DSC. Thus, it comes :

$$\dot{q}_{NiTi} = C_{NiTi} \frac{\partial \theta_{NiTi}(t)}{\partial t} - \frac{\rho_{Ti} e_{Ti}}{\rho_{NiTi} e_{NiTi}} C_{Ti} \frac{\partial \theta_{Ti}(t)}{\partial t} \quad (C.4)$$

Fig.3 summarizes the flowchart of the different steps proposed to validate the method. In the following, results obtained by calorimetry on one hand and those obtained from the infrared measurements on the other hand will be distinguished by DSC (Differential Scanning Calorimetry) and TFM (Thermal field measurement), respectively. It is not possible to compare directly heat sources $\dot{q}$ measured by infrared imaging, $\dot{q}_{TFM}$, with those measured by DSC, $\dot{q}_{DSC}$, since the DSC measurement was performed at constant cooling rate $\dot{T}_{DSC} = 10 K min^{-1}$ while the temperature rate $\dot{T}_{TFM}$ during air cooling was obviously not constant. In both cases, we have converted the heat sources $\dot{q}$ to $\frac{\dot{q}}{\dot{T}}$ since for a thermal martensitic transformation, the specific heat power is proportional to the heating/cooling rate of the sample. The experimental validation of the heat sources estimation is finally performed by comparing the evolutions of the two ratios $\frac{\dot{q}}{\dot{T}_{TFM}}$ and $\frac{\dot{q}}{\dot{T}_{DSC}}$, as function of temperature.

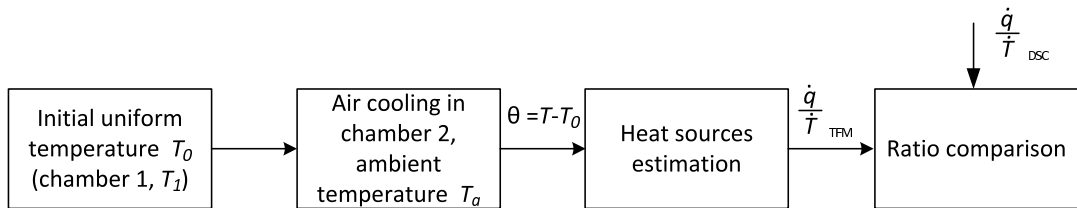


FIGURE C.3: Flowchart of the experimental validation of the heat sources estimation.

C.4 Results and discussion

Fig.4.a shows the infrared temperature measurement during simultaneous air cooling of the Titanium and NiTi samples. The cooling kinetics were very different for the two samples. The Titanium specimen cooled with temperature decreasing approximately exponentially with time, with its final temperature equal to 0°C, the ambient temperature of the chamber n.2. Two bumps were observed in the NiTi cooling curve. They are due to the 1 two A-R and R-M exothermic transformations involved in the studied cooling temperature range.

Fig.4.b shows the cooling rates $\dot{T}_{TFM}$ of the two samples during air cooling. They are between one and almost two magnitude orders higher than the constant cooling rate $\dot{T}_{DSC} = 0.17 K s^{-1}$ of the DSC, plotted in dashed line. The Titanium cooling rate is appreciably linearly decreasing with the temperature, which is explained by the fact that the heat losses were mainly due to the convection term in eq (3) and that the coefficient convection h was approximately constant during the experiment. The two peaks observed in the cooling rate curve for the NiTi sample reveal clearly the occurrence of the two phase transformations during the studied temperature range.

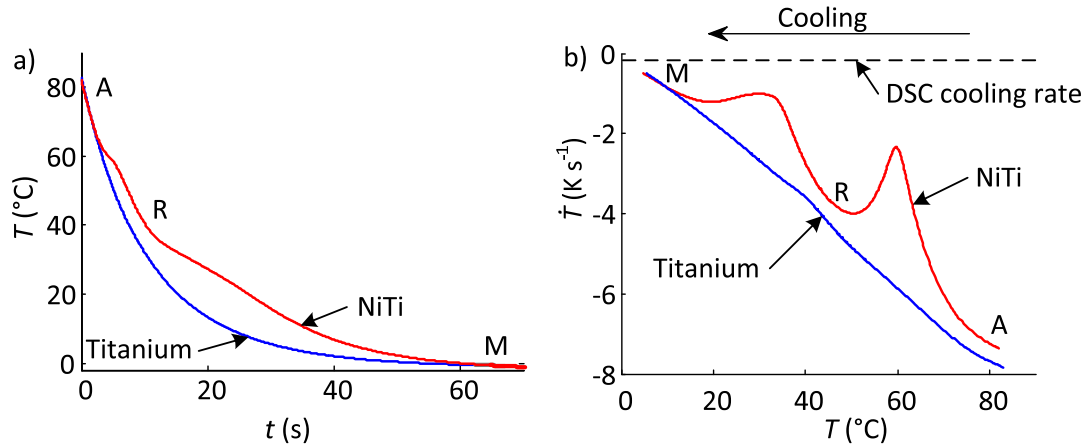


FIGURE C.4: a) Cooling curves of Ti and NiTi samples. b) Cooling rate curves.

From now on, the analysis will be restricted to the temperature range 90-39°C involving only the A-R transformation. First, this transformation is less affected by thermal cycling compared to A-M or R-M transformation, both for transformation temperatures and heats (Ref 11). Moreover, Kustov et al (Ref 12) proved recently that this A-R transformation is purely athermal. Two successive air cooling experiments were performed using the same Titanium and NiTi plates. The ratio $\frac{\dot{q}}{\dot{T}_{TFM}}$ is then plotted as function of the temperature in Fig. 5 for the first and second coolings. The two curves are very close, which demonstrates the repetitiveness of the heat sources estimations using the developed cooling experiment.

Fig.6.a. shows the $\frac{\dot{q}}{\dot{T}}$ ratios as function of temperature deduced from DSC measurements (gray DSC curve) and from air cooling experiments with infrared temperature measurement (black TFM curve). During a DSC measurement, the measured specific heat power includes the specific sensible heat power associated with the specific heat capacity

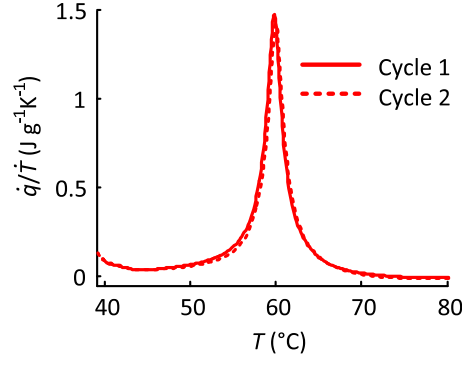


FIGURE C.5: Heat flow normalized by the temperature rate ($\frac{\dot{q}}{T}$) for two successive cooling experiments performed with the same sample.

of the material and the imbalance of sensible heat power between the material and reference pans. In that study the heat power difference between pans is negligible compare to the power obtained from the sample. In order to calculate the specific latent heat power for a SMA (Ref 7), a baseline is drawn joining the respective initiation and ending of the transformation. Three baselines have been tentatively sketched in the DSC curve of Fig.6 a. Classically the transformation temperature can be estimated according to tangent lines built on the peaks, as it was done in Fig1. However, depending on the choice of the two points used to build these baselines, these transformation temperatures, and even more the associated latent heat, can be different. Here, it is proposed to estimate the "transformation initiation temperature" of R phase (noted R_{si}) from the TFM curve in Fig.6.a. This temperature corresponds to the beginning of the increase of the TFM curve during cooling, and was estimated to $R_{si}=74^{\circ}\text{C}$. The end of the transformation is also difficult to estimate from the DSC. Thus, the same approach, based on the TFM curve, was proposed to estimate the transformation ending temperature (noted R_{se}) : 46°C . The first baseline (noted 1 in Fig6a) was then built with the two transformation temperature values (46°C and 74°C). From the DSC curve, the heat flow stops to decrease at 40°C . This value was used to sketch the second baseline (notes 2 in Fig6a). The third baseline is the one commonly used for this kind of transformation, joining the initiation and the ending of the full transformation, in which the ending transformation was 5°C , as sketched in Fig. 1.

Specific heat energies E are plotted as function of cooling temperature in Fig.6.b for the two techniques, by integrating the ratio $\frac{\dot{q}}{T}$ plotted in Fig.6.a, over the transformation temperature range. For the TFM curve, the heat source plotted in Fig.6.a is only due to the A-R transformation, thus $E(T)$ is obtained by simple integration of the ratio $\frac{\dot{q}}{T}$ between the transformation initiation temperature, taken equal to $R_{si}=74^{\circ}\text{C}$ and the current temperature T . For the DSC curve of Fig.6.a, the specific sensible heat power is approximated by the baseline and has to be deduced from the heat sources measured by DSC before integration between the transformation initiation temperature and the current temperature. Three curves of $E(T)$ determined by DSC are plotted in Fig.6.b associated with the three baselines sketched in Fig.6.a.

Figs.6.a and 6.b allow assessing heat sources estimation based on infrared measurement, by comparing determined transformation temperatures, heat sources and energies from the

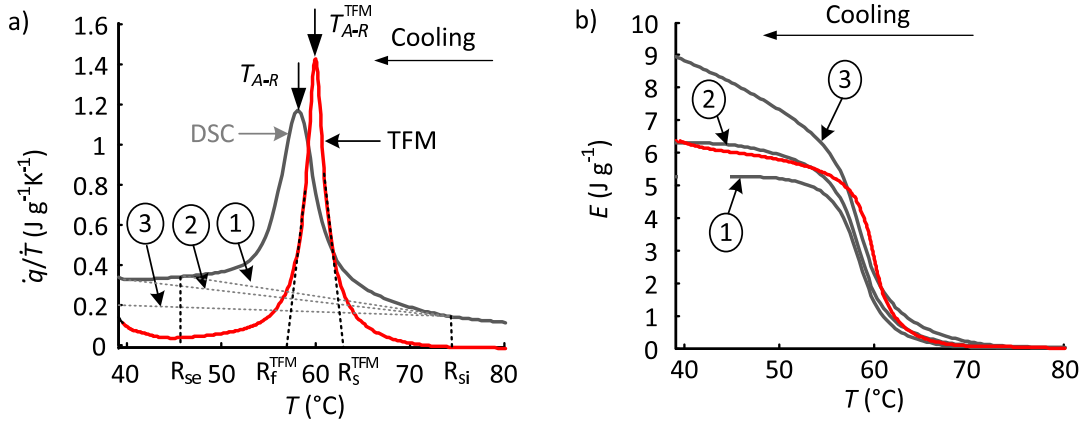


FIGURE C.6: a) : Heat flow normalized by the temperature rate $\frac{\dot{q}}{T}$ for DSC and air cooling experiments. b) : Energy estimations obtained with these two techniques. c) and d) : Enlargements of figures a) and b) for the initiation of the A-R transformation.

TFM curves with those from DSC curves. Transformation temperatures are observed in Fig.6.a. The initiation and ending transformation temperatures are difficult to estimate for the two techniques; they are even more difficult to evaluate from the DSC curve because determination of a baseline is required. The characteristic A-R transformation temperatures deduced from the TFM and DSC curves of Fig.6.a are $R_s^{TFM} = 64^\circ\text{C}$ and $R_f^{TFM} = 53^\circ\text{C}$, almost equal to the DSC values $R_s = 63^\circ\text{C}$ and $R_f = 57^\circ\text{C}$. Several papers (Ref 11) define the characteristic transformation temperature T_{A-R} as measured at the maximum heat flow. The values of T_{A-R} , as determined using TFM and DSC methods, are indicated in Fig.6.a, being equal to $T_{A-R}^{TFM} = 60^\circ\text{C}$ and $T_{A-R} = 58^\circ\text{C}$ respectively. The differences between each of the three characteristic transformation temperatures as determined from TFM and DSC curves are smaller than 2°C ; it is in the accuracy range on absolute temperatures measured by an infrared camera, equal to $\pm 2^\circ\text{C}$. Moreover, the error on temperature variations (thermal resolution) measured by infrared camera is of the order of $\pm 0.02^\circ\text{C}$. This is consistent with the fact that the three characteristic transformation temperatures are always higher of 1 to 2°C for the TFM curve compared to the DSC curve. It is worth recalling that these transformation temperatures were obtained for the TFM curves for a cooling rate of approximately 4 K s^{-1} compared to 0.17 K s^{-1} for the TFM curve. The TFM method allows estimating accurately transformation temperatures even for fast temperature rate.

Fig.6.b allows comparing heat energy estimation. For estimation based on the DSC curve, it appears clearly that the choice of the baseline influences consequently the obtained value for the heat energy (Ref 7). The deduced values for the A-R latent heat are respectively 5.2 J g^{-1} and 6.2 J g^{-1} for the first and second baselines, respectively. From the TFM curve in Fig.6.b, the value of the heat energy at the end of the A-R transformation is $6.0 \pm 0.2 \text{ J g}^{-1}$. This value is between the two DSC values obtained with the two baselines. The third baseline used for the DSC technique does not allow an accurate determination of the A-R latent heat of transformation as the two first baselines did. Finally, it can be noted that the TFM curve $E(T)$ reveals interestingly that R-M transformation initiated approximately at 42°C .

In Fig 6.b, in the middle of the A-R transformation, the heat energy increases faster for the TFM curve than for the three DSC curves. This is likely explained by thermal inertia effect of the DSC technique, as studied in (Ref 13, 14). This effect does not exist in the TFM method, even if at the beginning of the transformation, the temperature cooling rate for the TFM curve is approximately 7 K s^{-1} , 40 times faster than the temperature rate used in the DSC experiments.

A last remark concerns the strong hypothesis of a constant heat capacity C in the current TFM method. For NiTi SMAs, heat capacity is weakly temperature dependent and values reported in the literature are different for austenite and martensite (Ref 15, 16), although very scattered. Values for the R phase are scarce. The constant heat capacity hypothesis in the TFM model could explain the non zero value for the heat flow in Fig.6.c for temperature higher than 76°C . It could also explain the weak heat source for temperature around 45°C , another explanation being some finishing A-R transformation and initiating R-M transformation in this temperature range. From a theoretical point of view, the method to remove this hypothesis in the TFM method can be based on the same approach as the one proposed for the possible variation of the thermal conductivity in (Ref 17).

C.5 Conclusion

This paper presents a first experimental validation of heat source and energy estimation obtained from infrared measurements. This validation was performed during uniform cooling of a NiTi SMA in the temperature range of the Austenite-to-R phase transformation. The validation was based on comparison of the determined heat sources normalized by the temperature rate and energy as function of temperature with reference measurements obtained with classical DSC technique. A qualitative and quantitative agreement was obtained between these two techniques. The comparison emphasizes the errors of the DSC technique due to thermal inertia phenomena which are reduced in our method, since it is a technique without contact. Validations of the 1D (slender thin samples) and 2D (thin plate sample or tube) heat source estimations with an identical technique, but with adapted experimental set-ups, are in progress. This will allow applying with confidence this heat source estimation method during mechanical testing, in particular during superelastic deformation of NiTi SMA.

Acknowledgement This work is partially supported by the French National Research Agency Program N.2010 BLAN 90201.

References

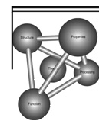
1. A. Chrysochoos and H. Louche, An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localization, *Int J Eng Sci*, (16), 2000, p1759-1788.
2. H. Louche, P. Vacher, R. Arrieux, Thermal observations associated with the Portevin-Le Chatelier effect in an al-mg alloy, *Mater. Sci. Eng. A*, 404, 2005, p 188-196.
3. D. Favier, H. Louche, P. Schlosser, L. Org  as, P. Vacher and L Debove, Homogeneous and heterogeneous deformation mechanisms in an austenitic polycrystalline Ti-50.8 at.%Ni thin tube under tension. Investigation via temperature and strain fields 1 measurements, *Acta Mater*, 55(16), 2007, p 5310-5322.

4. S. Dumoulin, H. Louche, O.S. Hopperstad and T. Borvik, Heat sources, energy storage and dissipation in high strength steels : Experiments and modelling, *Europ. J. of Mech. A6 Solids*, 29, 2010, p 461-474.
5. N. Renault, S. Andre, D. Maillet and C. Cunat. A two-step regularized inverse solution for 2-D heat source reconstruction, *Int. J. of Thermal Sc.*, 47, 2008, p 834-847.
6. P. Schlosser, H. Louche, D. Favier, and L. Orgéas, Image processing to estimate the heat sources related to phase transformations during tensile tests of NiTi tubes, *Strain*, 43(3), 2007, p 260-271.
7. J.A. Shaw, C.B. Churchill and M.A. Iadicola, Tips and tricks for characterizing shape memory alloy wire : Part 1- Differential scanning calorimetry and basic phenomena, *Experimental Techniques*, 2008, p 55-62.
8. C. Zanotti, P. Giuliani, S. Arnaboldi and A. Tuissi, Analysis of Wire Position and Operating Conditions on Functioning of NiTi Wires for Shape Memory Actuators, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 20 (4-5), 2011, p 688-696
9. Cambridge UK 2010 Granta design Ltd, 20 Trumpington Street. Ces selector software.
10. Y. Terada, K. Ohkubo, K. Nakagawa, T. Mohri and T. Suzuki T. Thermal conductivity of B2-type aluminides and titanides, *Intermetallics*, 3, 1994, p 347-355.
11. D. Favier and Y. Liu, Restoration by rapid overheating of thermally stabilised martensite of NiTi shape memory alloys, *J. of Alloys and Compounds*, 297, 2000, p 114-121.
12. S. Kustov, D. Salas, E. Cesari, R. Santamarta, J. Van Humbeeck, Isothermal and athermal martensitic transformations in NiTi shape memory alloys », *Acta Materialia* (2012) , in press, doi :10.1016/J.actamat.2012.01.025
13. Q. Meng, H. Yang, Y. Liu, T.H. Nam and F. Chen, Thermal arrest analysis of thermoelastic martensitic transformations in shape memory alloys, *J. of Mater. Research*, 26(10), 2011, p 1243-1252.
14. H. Kato, K. Sasaki, Avoiding error of determining the martensite finish temperature due to thermal inertia in differential scanning calorimetry : model and experiment of NiTi and Cu-Al-Ni shape memory alloys, *J. Mater Sci*, 47, 2012, p 1399-1400.
15. M. Faulkner, J. Amalraj, A. Bhattacharyya Experimental determination of thermal and electrical properties of Ni-Ti shape memory wires. *Smart Mater Struct*, 9, 2000, p622-631
16. P.Bassani, P.Giuliani, A. Tuissi and C.Zanotti, Thermomechanical properties of Porous NiTi Alloy produced by SHS, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 18 (5-6), 2009, p 594-599
17. H. Louche, P. Schlosser, D. Favier, L. Orgéas, Heat source processing 1 for localized deformation with non-constant thermal conductivity- Application to superelastic tensile tests of NiTi Shape Memory alloys, accepted for publication in *Experimental Mechanics*, 2012.

ANNEXE

D

Article Scripta



Assessment of tension–compression asymmetry of NiTi using circular bulge testing of thin plates

V. Grolleau,^a H. Louche,^b V. Delobelle,^c A. Penin,^a G. Rio,^a Y. Liu^d and D. Favier^{c,*}

^aUniversité Européenne de Bretagne, LIMATB, BP 92116, 56321 Lorient Cedex, France

^bLaboratoire de Mécanique et de Génie Civil (LMGC), Université de Montpellier 2, CNRS, CC 048, 34095 Montpellier Cedex, France

^cUniversité de Grenoble/CNRS, 3SR, BP 53, 38041 Grenoble Cedex 09, France

^dSchool of Mechanical and Chemical Engineering, The University of Western Australia, Crawley, WA 6009, Australia

Received 2 March 2011; revised 1 May 2011; accepted 4 May 2011

Available online 11 May 2011

Tension–compression asymmetry in a polycrystalline superelastic NiTi thin sheet is studied by means of circular diaphragm bulging test and tensile tests. Tensile tests along the rolling and transverse directions allow evaluation of planar anisotropy. The equibiaxial tensile stress–strain curve at the centre of the bulge specimen is calculated from pressure and kinematical full field measurements. The deviatoric stress tensor for this stress state is identical to that of uniaxial compression in thickness. Asymmetric behaviour similar to in-plane tension–compression asymmetry is observed.

© 2011 Acta Materialia Inc. Published by Elsevier Ltd. All rights reserved.

Keywords: NiTi alloy; Shape memory alloys; Superelasticity; Tension–compression asymmetry; Bulge test

Near-equiatomic NiTi shape memory alloys are well known for their superelasticity and shape memory effect. These unique properties are associated with their martensitic transformations between three phases, including the high-temperature austenitic phase (B2 structure), a monoclinic phase (B19' structure, conventionally named the martensite) and a triclinic phase (conventionally named the R phase). Studies of the superelastic tensile and compressive mechanical tests on single-crystal and polycrystalline NiTi alloys reveal asymmetric transformation behaviours [1–5]. For most NiTi polycrystalline alloys and single crystals, compression testing demonstrates higher transformation stresses, lower transformation strains and steeper stress–strain slopes over the stress plateau compared to tension. This asymmetry in mechanical behaviour has been attributed on the one hand to the low crystallographic symmetry of the martensite structure and detwinning of the martensite [4,6,7], and on the other hand to the microstructural anisotropy of textured polycrystalline matrices of NiTi alloys [5,8].

More in-depth studies of this asymmetric behaviour for polycrystalline materials are difficult due to buckling

of slender samples on compression [4]. Bulge testing of in-plane isotropic thin plates creates an equibiaxial tensile deformation state at the apex of the deformed specimen [9,10]. The deviatoric stress tensor for this planar deformation state is equal to that in uniaxial compression in the thickness direction of the plate [9]. In this study, we have realized for the first time in the literature this special stress state by using the bulge test to analyse the asymmetric behaviour of superelastic NiTi thin plates, with particular attention paid to the occurrence of deformation localization.

The testing material used was a commercial Ti–50.8 at.% Ni rolled plate of $t = 0.11$ mm in thickness, produced by Johnson and Johnson Company. Differential scanning calorimetry measurement of the alloy revealed a single-stage $A \rightarrow R$ transformation on cooling, with $R_s = 298$ K and $R_f = 258$ K, and $R \rightarrow A$ transformation on heating. The latent heat of the transformation is ~ 4.0 J g⁻¹. No transformation to the B19' martensite was observed down to 210 K in the measurement. The alloy was heated to 373 K prior to the tests performed at room temperature (~ 288 K), thus the starting structure of the sample was a mixture of austenite and the R phase.

Uniaxial tension tests were performed on strip rectangular specimens cut along the rolling and transverse directions. The specimens were $50 \times 5 \times 0.11$ mm³ in size, with a gauge length of 30 mm. Tests were

* Corresponding author. Tel.: +33 4 76 82 70 42; fax: +33 4 76 82 70 43; e-mail addresses: denis.favier@hmg.inpg.fr; denis.favier@wanadoo.fr

performed using an Instron 5569 conventional tensile testing machine at a constant crosshead velocity of 0.003 mm s^{-1} , corresponding to a mean strain rate of 10^{-4} s^{-1} . Using one visible camera and two-dimensional digital image correlation (2D DIC) software, planar surface displacement and strain fields were recorded during these tests [11,12].

Bulging tests were carried out on square blanks $80 \times 80 \text{ mm}^2$ in dimensions, with a circular bulging area 60 mm in diameter ϕ (with $\phi \gg t$) in the middle, as shown in Figure 1a. The blanks were fastened along the perimeter with a blank holder and a draw-bead. Water was used as the hydraulic medium for applying pressure p underneath the blank. The pressure was applied by a cylindrical punch 60 mm in diameter moving at a constant velocity of 0.2 mm s^{-1} [13,14]. During testing, 3D displacements and 2D planar strain fields on the upper surface of the bulge were recorded using two visible cameras and a 3D DIC software [10,15,16].

Figure 1b shows the pressure p vs. apex vertical displacement h curves of two deformation cycles. The first loading cycle was performed largely in the elastic regime, to $\sim 2 \text{ mm}$ vertical displacement at the apex point of the bulge. The second cycle was performed to 4 mm vertical displacement, revealing a pseudoelastic hysteretic recovery.

Figure 2 shows strain distributions in the bulge test sample and the uniaxial tensile test sample, as determined by means of the DIC technique. The bottom map of Figure 2a shows the circumferential strain field in a top view of the bulge, at a deformation state corresponding to point “a” marked in Figure 1b. The strain colour scale is shown above the map. The two curves show the radial distribution of the meridional and circumferential strains along the radius. It can be seen in the strain map that the isostrain contours are practically circular, indicating in-plane isotropy of the sheet. It is also evident that both the circumferential and meridional distributions of the strain are continuous, implying

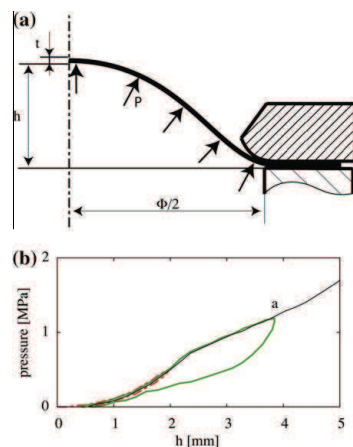


Figure 1. Circular bulge test (diameter ϕ) of an NiTi thin sheet (thickness t): (a) schematic illustration of the test; (b) pressure p –deflection h curve at the apex point of two deformation cycles.

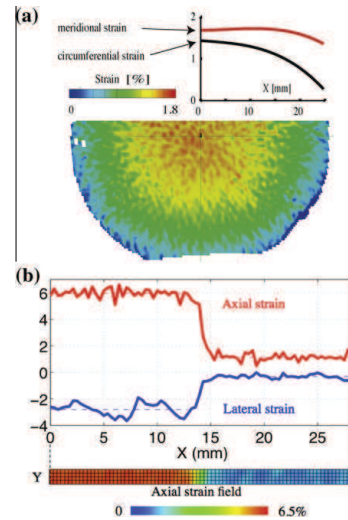


Figure 2. Strain distributions in the bulge test sample and the uniaxial tensile test sample. (a) Bulge test: the colour map is the circumferential strain field at deformation stage corresponding to point “a” marked in Figure 1b. The two curves are the circumferential and meridional strain profiles along one radius. (b) Tensile test: the colour map is the axial strain field for a mean tensile strain of 4% during loading. The curves are the axial and lateral strain profiles along the length of the sample at 4% mean strain.

the absence of localization deformation phenomena, as commonly encountered in uniaxial tensile testing [4,8,12,17–21]. The middle map of Figure 2b shows the axial strain field of the tensile specimen cut in the rolling direction at a mean tensile strain of 4%. The strain colour scale is given below the strain map. The two curves in the top graph are the axial and lateral strain profiles along the length of the sample. It is obvious that deformation localization occurred during this tensile test, with the front propagating from left to right.

Figure 3 shows the true (i.e. Cauchy) stress vs. axial true (i.e. logarithmic) strain curves for the uniaxial tensile tests along the rolling ($//$) and transverse ($\perp$) directions of the NiTi sheet. At the beginning of loading and unloading, the stress–strain slopes are identical for the two specimens, with $E^{(l)} = 30 \text{ GPa}$ during loading and $E^{(u)} = 40 \text{ GPa}$ during unloading. During the plateau, the material showed weak planar anisotropy, with a higher transformation stress and smaller plateau strain in the transverse direction relative to the rolling direction. The ratios of the transformation plateau stresses and of the plateau strains between the two directions are $\sigma_t^+ / \sigma_t'^+ = \frac{360}{330} = 1.11$ and $\epsilon_t^+ / \epsilon_t'^+ = \frac{3.5\%}{4.25\%} = 0.83$, respectively.

Neglecting the small planar anisotropy, the bulge can be considered a revolutionary dome, as observed in Figure 2a. Bending and shear stresses can be ignored due to the very low thickness-to-radius ratio. Under these conditions, equibiaxial tensile stress and strain at the apex of the bulge can be deduced from the measurements of pressure, displacement and planar strain fields [9,10,16].

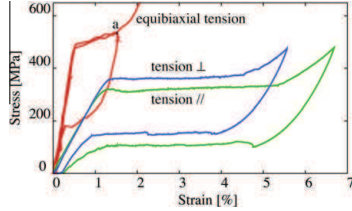


Figure 3. Mechanical behaviour of the NiTi sheet at room temperature (288 K). Stress–strain curves of the material in uniaxial tension along the rolling direction ($//$, green curve) and the transverse direction ($\perp$, blue curve), and in equibiaxial tension (red curve) deduced from the bulge test. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

The equibiaxial tensile stress (σ_b) vs. equibiaxial tensile strain (ε_b) curve is also plotted in Figure 3. At the beginning of loading and unloading, the stress–strain slopes are equal to $E_b^{(l)} = 100$ GPa during loading and $E_b^{(u)} = 80$ GPa during unloading. The elasticity coefficient ratios between tension and equibiaxial tension are thus $E_b^{(l)}/E^{(l)} = \frac{100}{30} = 3.3$ and $E_b^{(u)}/E^{(u)} = \frac{80}{40} = 2$ during the loading and unloading quasi-elastic stages, respectively. The stress ratios for inducing martensitic transformation between the biaxial and uniaxial tensions at the room temperature are determined to be $\sigma_b/\sigma_t' = \frac{480}{330} = 1.47$ and $\sigma_b/\sigma_t^\perp = \frac{480}{360} = 1.33$.

Macroscopic tensile stress–strain curves exhibiting an “upper–lower yielding” characteristic and stress plateaus similar to those shown in Figure 3 are often considered to be evidence of localization of deformation, known as Lüders-like deformation. The formation and propagation of deformation bands are clearly revealed by the axial and lateral strain profiles shown in Figure 2b in our uniaxial tensile test. It has been observed, however, that deformation localization can occur even in the absence of these upper–lower yielding peaks and stress plateaus [12]. Measurement of strain fields similar to those shown in this paper appears to be one of the best ways to detect the occurrence of deformation localization. The strain map plotted in Figure 2a demonstrates that no deformation localization occurred in the bulge test, in particular within the vicinity of the apex point where equibiaxial tension state occurred.

Lüders-type deformation of polycrystalline NiTi deformed in tension has been detected using several experimental methods, including multiple extensometers [17,19], in situ optical observation of deformation bands [21], infrared (IR) imaging [12] and in situ electron back-scattering diffraction (EBSD) [8]. The conclusions are less obvious in shear and in compression [4], for which macroscopic stress–strain curves never exhibit upper–lower yielding peaks and stress plateaus. Using IR measurements, Pieczyska et al. [22] suggested that stress-induced phase transformation during the shear process was inhomogeneous. Using in situ EBSD, Mao et al. [8] concluded that transformation during a tube compression test was homogeneous.

This study provides the first evidence that strain localization does not occur in equibiaxial tension. Simi-

lar observations using DIC and IR measurements in shear are in progress.

In tension ($\sigma_t > 0$ and $\varepsilon_t > 0$) or compression ($\sigma_t < 0$ and $\varepsilon_t < 0$) of an isotropic material along the direction noted x , the strain and stress tensors are expressed in the frame (x, y, z) (y along the transverse direction and z along the thickness) as:

$$\begin{aligned} \varepsilon = \varepsilon_t \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -\nu & 0 \\ 0 & 0 & -\nu \end{bmatrix} \quad \text{and} \quad \sigma = \begin{bmatrix} \sigma_t & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ = \frac{\sigma_t}{3} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} + \frac{\sigma_t}{3} \begin{bmatrix} 2 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix} = \frac{I_\sigma}{3} I_d + \underline{\underline{S}} \end{aligned} \quad (1)$$

where ν is the Poisson's ratio. At the end of the equation, the stress tensor is split into its spherical and deviatoric parts.

In in-plane equibiaxial tension (apex of the bulge test), the stress and strain tensors write in the same frame:

$$\begin{aligned} \varepsilon = \varepsilon_b \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -2\nu \end{bmatrix} \quad \text{and} \quad \sigma = \begin{bmatrix} \sigma_b & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_b & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \\ = \frac{2\sigma_b}{3} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} + \frac{\sigma_b}{3} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -2 \end{bmatrix} = \frac{I_\sigma}{3} I_d + \underline{\underline{S}} \end{aligned} \quad (2)$$

It is easily determined from classical isotropic elasticity theory that, during quasi-linear stages, the ratio of the stress–strain slopes between uniaxial tension and equibiaxial tension is $E_b/E = \frac{1}{(1-\nu)}$. The ratio E_b/E has been determined experimentally to be 3.3 and 2 for loading and unloading, respectively.

During loading, the slope for uniaxial tension is low. It is now well understood that this low value is due to the occurrence of stress-induced transformations before the stress plateau [12,23]; in our case, it is also due to the starting structure of the samples, which was a mixture of austenite and R phase. The ratio $E_b/E = 3.3$ is very high, incompatible with a Poisson's ratio ν of the order of 0.3, as determined in Figure 2b for the non-transformed zone. One hypothesis is that the austenite to R phase transformation that occurs during the initial loading both in uniaxial and equibiaxial tension is strongly influenced by the stress state, being favoured in tension. However, this hypothesis has to be further analysed.

The value $E_b/E = 2$ obtained during unloading implies an effective Poisson's ratio of 0.5 for this stage of deformation. It has been shown [12] that the early stage of unloading is a homogeneous strain recovery involving martensite detwinning and reverse transformations, as well as elasticity. Martensite detwinning and reverse transformations are isovolumic events, with $\nu = 0.5$. This implies the compounded Poisson's ratio should be between 0.33 and 0.5 for this stage of deformation, under the condition that both measurements (in uniaxial tension and equibiaxial tension) involve the same strain recovery mechanisms.

From Eq. (2), it is evident that the deviatoric in-plane equibiaxial stress tensor S is identical to that of a compression stress oriented along z (Eq. (1) with $\sigma_t < 0$) [9]. Experimentally, the ratios of the equivalent transformation stresses of equibiaxial tension to those in uniaxial tension are 1.33 and 1.47 in the transverse and rolling directions, respectively, leading to a mean value of 1.4. This ratio should be equal to 1 for the Von Mises criterion. This deviation from unity is similar to the commonly observed tension–compression asymmetry [3]. For tests performed on NiTi sheets, Orgéas and Favier [3,4] determined a ratio of 1.33 for the transformation stress in compression along one direction in the x – y plane to that in tension along the same direction. This value is similar to the two ratios measured in this study. Two explanations are proposed in the literature for this asymmetry: anisotropy [5,8,24]; and an isotropic criterion depending on the Lode angle [4,25], i.e. the azimuthal angle in the deviatoric stress plane. Orgéas and Favier proved, by performing shear tests along several directions of the sheet, that there was almost no anisotropy. In our case, there should be an effect of the anisotropy, as revealed by the difference between tension along the rolling and transverse directions, but this effect is not large enough to explain the values of 1.33 and 1.47.

It has been shown that the work of transformation in superelasticity is independent of the loading types [4,7] for deformation inducing the same fractions of martensite. The transformation strain is defined as being associated with a complete transformation. The logarithmic strains over the stress plateau are determined to be $\epsilon_t'' = 4.25\%$ and $\epsilon_t^+ = 3.5\%$ for tension along the rolling and transverse directions. The equality $\sigma_t'' \epsilon_t'' = \sigma_t^+ \epsilon_t^+$ is thus verified; it is likely due to the same amount of material being transformed over the stress plateaus for the two tension tests. However, it has been well established that the plateau strain does not represent the complete transformation strain, which has been shown to be achieved only after deformation to far beyond the stress plateau [4,26]. Determination of the transformation strain in tension, especially equibiaxial tension, is thus impossible from our macroscopic measurements. The only way to compare the energies induced by the two types of loading would be to calculate the heat sources from infrared measurements [11]. Such work is in progress.

- (1) This study demonstrated for the first time the effectiveness of using an NiTi thin sheet bulging test for the realization of equibiaxial tensile stress state for mechanical testing. Using this technique, it is proven that Lüders-like deformation localization during stress-induced transformation in NiTi does not occur under equibiaxial tensile loading.
- (2) The apparent elastic modulus under uniaxial tension is lower than the equivalent value estimated from an equibiaxial tension test for the initial loading prior to the stress plateau, indicating that occurrence of stress-induced transformations is retarded under an equibiaxial tensile stress state prior to the stress plateau. During unloading, the

two apparent elastic moduli satisfied the elasticity theory, with a Poisson's ratio close to 0.5, indicating the strong contribution of martensite detwinning and reverse transformation to strain recovery during the early stage of unloading.

- (3) The stress-induced martensitic transformation in the NiTi sheet occurs over a stress plateau at a higher stress under equibiaxial tension compared to uniaxial tension. The mean stress ratio is $\frac{\sigma_{\text{equibiaxial}}}{\sigma_{\text{tension}}} = 1.4$.

This work was supported by the Program France–Australia Partenariat Hubert Curien 2008–2010 and DIISR ISL grant FR080008 “Lüders-like deformation behaviour of near-equiatomic NiTi shape memory alloys”.

- [1] R.J. Wasilewski, Metall Mater Trans 2 (1971) 2973.
- [2] Roumagnac P. PhD thesis, Université de Compiègne, 1993.
- [3] L. Orgéas, D. Favier, J Phys IV 5 (1995) 605.
- [4] L. Orgéas, D. Favier, Acta Mater 46 (1998) 5579.
- [5] K. Gall, H. Sehitoglu, R. Anderson, I. Karaman, Y.I. Chumlyakov, I. Kireeva, Mater Sci Eng A 317 (2001) 85.
- [6] S.C. Mao, X.D. Han, Y.B. Tian, J.F. Luo, Z. Zhang, Y. Ji, M.H. Wu, Mater Sci Eng A 498 (2008) 278.
- [7] T.E. Buchheit, J. Wert, Metall Trans A 27 (1996) 269.
- [8] S.C. Mao, J.F. Luo, Z. Zhang, M.H. Wu, Y. Liu, X.D. Han, Acta Mater 58 (2010) 3357.
- [9] R. Hill, Phil Mag 41 (1950) 1133.
- [10] L. Meunier, G. Chagnon, D. Favier, L. Orgéas, Polymer testing 27 (2008) 765.
- [11] P. Schlosser, H. Louche, D. Favier, L. Orgéas, Strain 43 (2007) 260.
- [12] D. Favier, H. Louche, P. Schlosser, L. Orgéas, P. Vacher, L. Debove, Acta Mater 55 (2007) 5310.
- [13] V. Grolleau, B. Galpin, A. Penin, G. Rio, Int. J. Crashworthiness 13–4 (2008) 363.
- [14] V. Grolleau, G. Gary, D. Mohr, Exp Mech 3 (2008) 293.
- [15] N. Le Maout, S. Thuillier, P.Y. Manach, Eng Frac Mech 76 (2009) 1202.
- [16] G. Machado, G. Chagnon, D. Favier, Mech of Mat 42 (2010) 841.
- [17] J.A. Shaw, S. Kyriakides, J Mech Phys Solids 43 (1995) 1243.
- [18] Y. Liu, Y. Liu, J. Van Humbeeck, Scripta Mater 39 (1998) 1047.
- [19] D. Favier, Y. Liu, L. Orgéas, G. Rio, Solid Mech Appl 101 (2001) 205.
- [20] P. Sittner, Y. Liu, V. Novak, J Mech Phys Solids 53 (2005) 1719.
- [21] Q.P. Sun, Z.Q. Li, Int J Solids Struct 39 (2002) 3797.
- [22] E.A. Pieczyska, S.P. Gadaj, J. Luckner, W.K. Nowacki, H. Tobushi, Strain 45 (2009) 93.
- [23] Y. Liu, H. Xiang, J Alloys Compd 270 (1998) 154.
- [24] K. Gall, H. Sehitoglu, I. Karaman, Y.I. Chumlyakov, I. Kireeva, Acta Mater 47 (1999) 1203.
- [25] R. Manken, S. Wilmans, Comp Mater Sci 42 (2008) 295.
- [26] G. Tan, Y. Liu, P. Sittner, M. Saunders, Scripta Mater 50 (2004) 193.

Vérification de l'homogénéité de l'essai de cisaillement

L'objectif de cet annexe est de présenter les profils de déformation obtenus lors de l'essai de cisaillement. Les profils obtenus lors du premier, second, troisième et quatrième cycle sont présentés sur les Figs. E.1, E.2, E.3, E.4.

La déformation est bien homogène sur l'intégralité de l'essai au centre de l'échantillon. Au delà de 5% de déformation, des effets de bords sont observés. C'est pour cela que l'étude a été réalisée au centre de l'échantillon, avec une approche 1D dans la direction transverse de la direction de cisaillement.

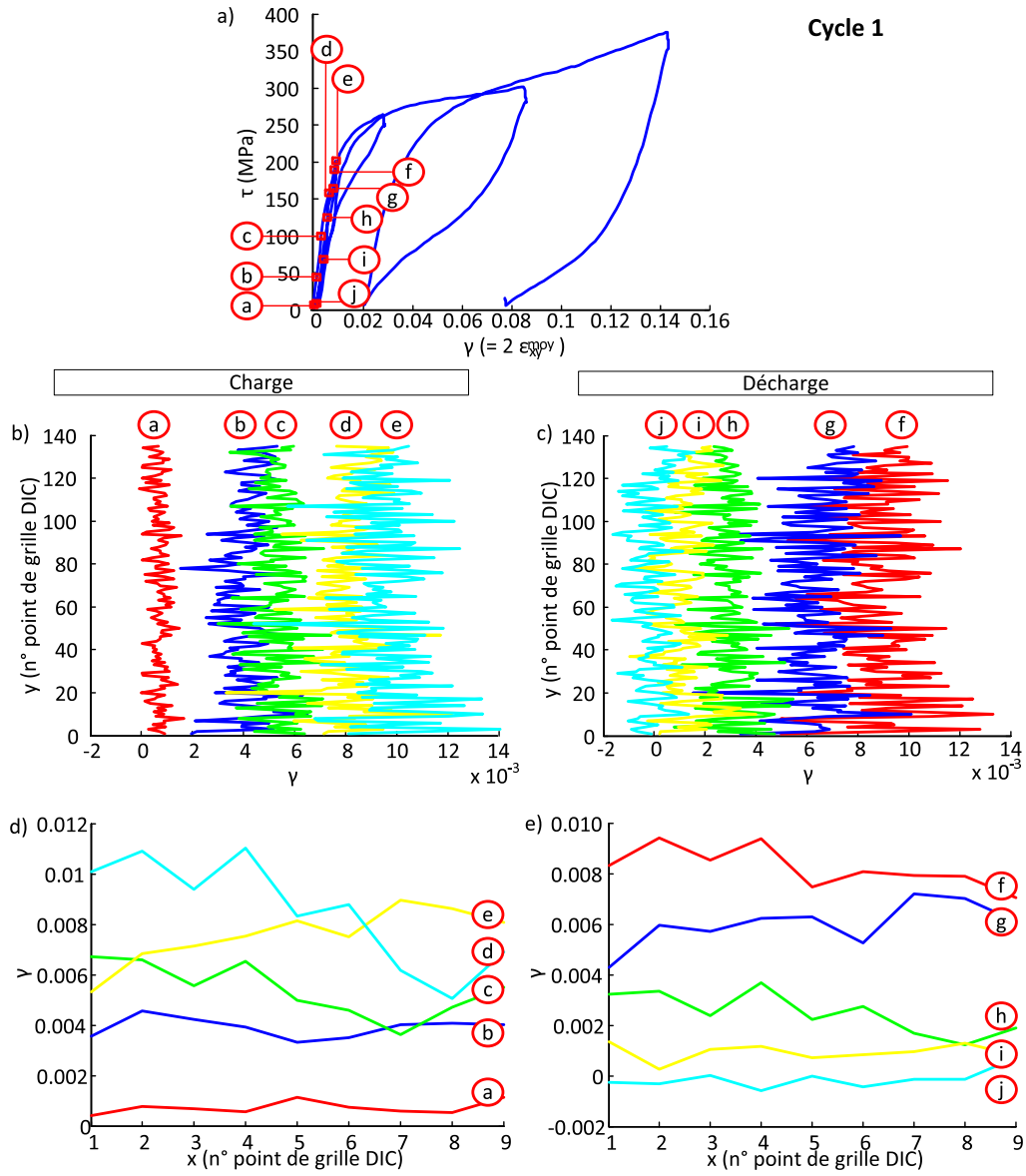


FIGURE E.1: Homogénéité de l'essai de cisaillement lors de la première charge. a) Définition des instants étudiés sur la courbe contrainte - déformation de cisaillement. b) Définition des profils étudiés. c) Profils de déformation selon l'axe y, au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés. d) Profils de déformation moyen selon l'axe x, au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés.

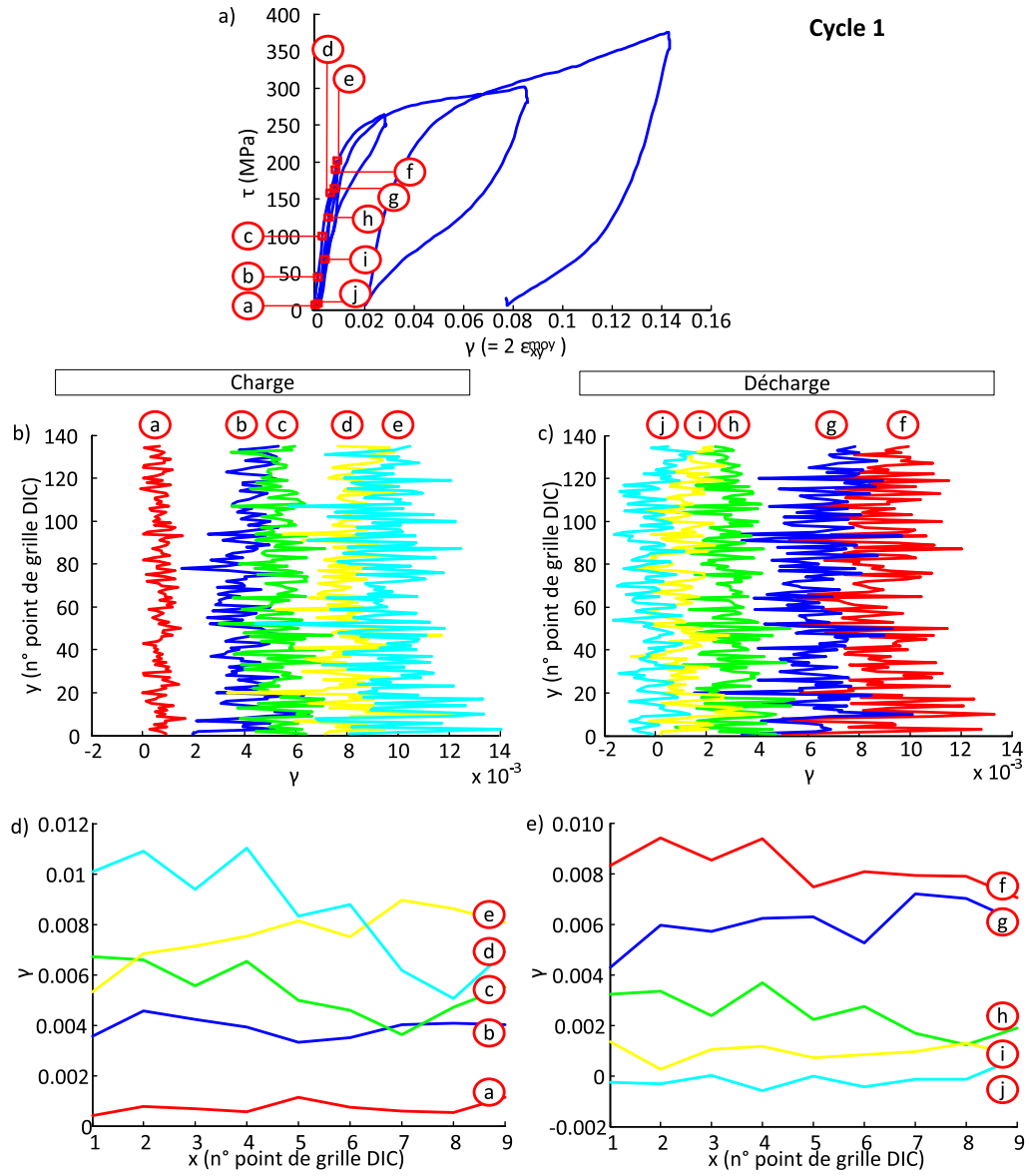


FIGURE E.2: Homogénéité de l'essai de cisaillement lors de la seconde charge. a) Définition des instants étudiés sur la courbe contrainte - déformation de cisaillement. b) Définition des profils étudiés. c) Profils de déformation selon l'axe y, au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés. d) Profils de déformation moyen selon l'axe x, au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés.

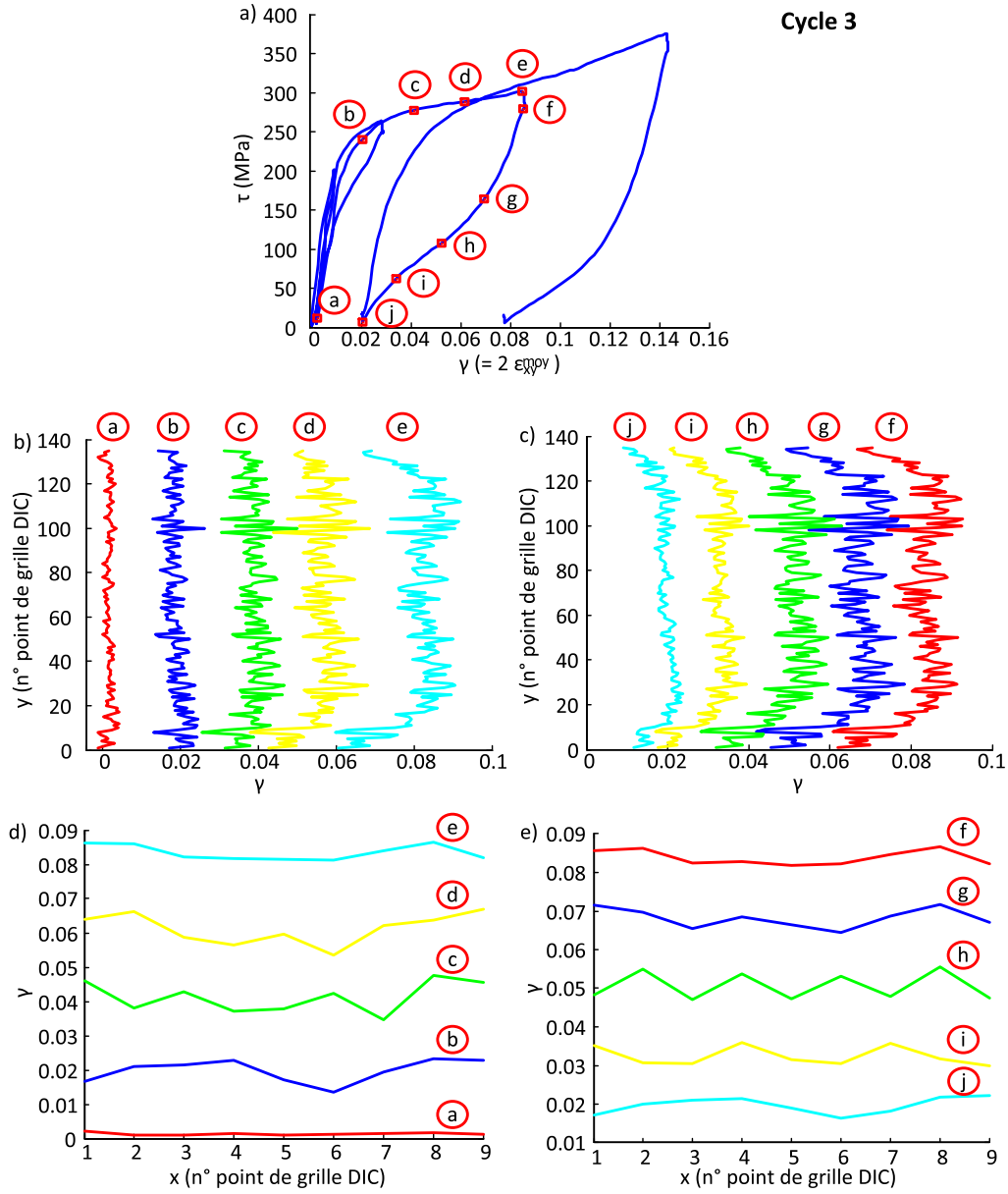


FIGURE E.3: Homogénéité de l'essai de cisaillement lors de la troisième charge. a) Définition des instants étudiés sur la courbe contrainte - déformation de cisaillement. b) Définition des profils étudiés. c) Profils de déformation selon l'axe y, au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés. d) Profils de déformation moyen selon l'axe x, au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés.)

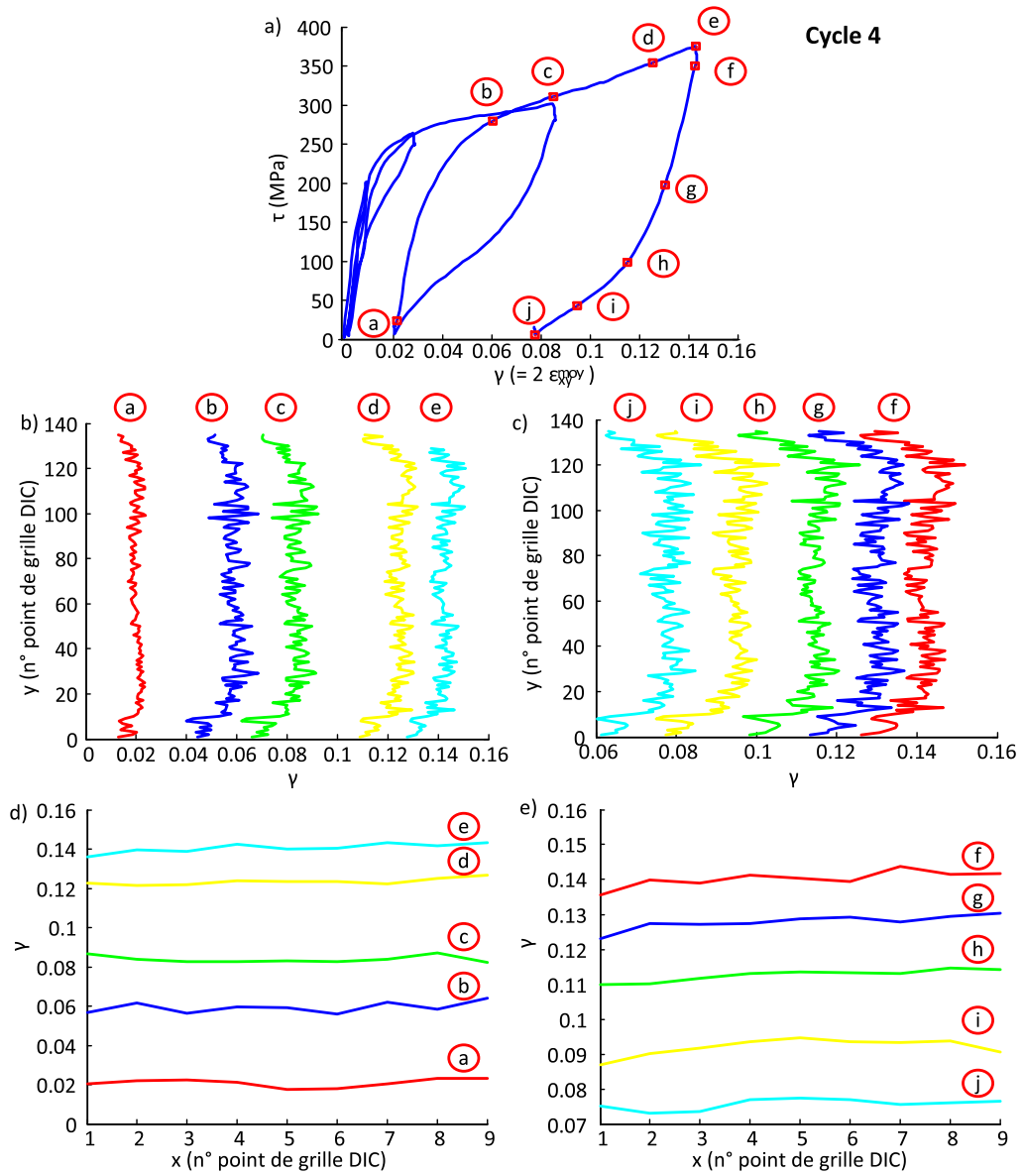
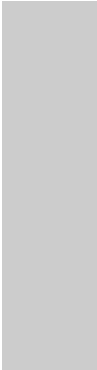


FIGURE E.4: Homogénéité de l'essai de cisaillement lors de la quatrième charge. a) Définition des instants étudiés sur la courbe contrainte - déformation de cisaillement. b) Définition des profils étudiés. c) Profils de déformation selon l'axe y , au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés. d) Profils de déformation moyen selon l'axe x , au centre de l'éprouvette, pour les instants considérés.



Bibliographie

- Allafi, J., Ren, X., and Eggeler, G. (2002). The mechanism of multistage martensitic transformations in aged Ni-rich NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, **50**, 793–803.
- Alonso, T., Favier, D., Chagnon, G., Sittner, P., Liu, Y., and Heller, L. (July 9-13 2012). Measurement by DMA in tension of elastic moduli and transformation behaviour of fine Nitinol medical wires as function of stress and temperature. In *8th European Symposium Solid Mechanics Conference, Graz, Austria, Organisers G.A Holzapfel, R.W Ogden*.
- Ayvazyan, V., Batsale, J., and Pradere, C. (2010). Simple possibilities of thermal diffusivity estimation for small-sized samples, with a laser pulse heating and infrared cameras. In *10th QIRT*.
- B. Hay, J.C. Batsale, J. F. (2004). Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash. *Techniques de l'ingénieur*, **R2955**, 1.
- Badulescu, C., Grediac, M., Haddadi, H., Mathias, J., Balandraud, X., and Tran, H. (2011). Applying the grid method and infrared thermography to investigate plastic deformation in aluminium multicrystal. *Mechanics of Materials*, **43**, 36–53.
- Bansiddhi, A., Sargeant, T., Stupp, S., and Dunand, D. (2008). Porous NiTi for bone implants : A review. *Acta Biomaterialia*, **4**, 773–782.
- Berman, H. A. (1967). Anomalous heat capacity of TiNi. *Journal of applied physics*, **38**, 4473–4476.
- Bison, P., Marinetti, S., Mazzoldi, A., Grinzato, E., and Bressan, C. (2002). Cross-comparison of thermal diffusivity measurements by thermal methods. *Infrared Physics and Technology*, **43**, 127–132.
- Biswas, A. (2005). Porous NiTi by thermal explosion mode of SHS processing, mechanism and generation of single phase microstructure. *Acta Materialia*, **53**, 1415–1425.

- Bodelot, L., Sabatier, L., Charkaluk, E., and Dufrenoy, P. (2009). Experimental setup for fully coupled kinematic and thermal measurements at the microstructure scale of an aisi 316L steel. *Materials Science and Engineering A*, **501**, 52–60.
- Bodelot, L., Charkaluk, E., Sabatier, L., and Dufrenoy, P. (2011). Experimental study of heterogeneities in strain and temperature fields at the microstructural level of polycrystalline metals through fully-coupled full-field measurements by digital image correlation and infrared thermography. *Mechanics of Materials*, **43**, 654–670.
- Boulanger, T., Chrysochoos, A., Mabru, C., and Galtier, A. (2004). Calorimetric analysis of dissipative and thermoelastic effects associated with the fatigue behavior of steels. *International Journal of Fatigue*, **26**, 221–229.
- Brady, R. P. and Kulkarni, M. R. (1996). Determination of thermal diffusivity distribution for three types of materials by transient thermography. *NDT & E International*, **29**(4), 205–211.
- Brinson, L. C., Schmidt, I., and Lammering, R. (2004). Stress-induced transformation behavior of a polycrystalline NiTi shape memory alloy : micro and macromechanical investigations via in situ optical microscopy. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **52**, 1549–1571.
- B.Tam (2010). *Micro-Welding of Nitinol Shape Memory Alloy*. Ph.D. thesis, University of Waterloo.
- Cahill, D. G. (1990). Thermal conductivity measurement from 30 to 750 K : the 3ω method. *Review of scientific instruments*, **61**, 802.
- Chambon, L., Congourdeau, F., Galerne, C., Guinard, S., and Thévenet, P. (2005). Application des méthodes optiques pour le suivi global du comportement des structures aéronautiques. In *Proc. Photomécanique 2005, GAMAC*, **1**, 313–320.
- Chen, H.-W., Sun, H.-K., and Liu, T.-C. (2009). Autofrettage analysis of a fibre-reinforced composite tube structure incorporated with a SMA. *Composite Structures*, **89**, 497–508.
- Chiang, L., Li, C., Hsu, Y., and Wang, W. (2008). Age-induced four-stage transformation in Ni-rich NiTi shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, **458**, 231–337.
- Chirtoc, M., Gibkes, J., Wernhardt, R., Pelzl, J., and Wieck, A. (2008). Temperature-dependent quantitative 3ω scanning thermal microscopy : Local thermal conductivity changes in NiTi microstructures induced by martensite-austenite phase transition. *Review of scientific instruments*, **79**, 093703.
- Cho, H., Kim, H. Y., and Miyazaki, S. (2005). Fabrication and characterization of TiNi shape memory thin film using Ti/Ni multilayer technique. *Science and Technology of Advanced Materials 21st Century COE Program, University of Tsukuba - Promotion of Interdisciplinary Materials Science for Novel Functions 6*, **6**, 678–683.

- Chrysochoos, A. and Louche, H. (2000). An infrared image processing to analyse the calorimetric effects accompanying strain localisation. *International Journal of Engineering Science*, **38**, 1759–1788.
- Chrysochoos, A., Berthel, B., Latourte, F., Pagano, S., Wattrisse, B., and Weber, B. (2008). Local energy approach to steel fatigue. *Strain*, **44**, 327–334.
- Chrysochoos, A., Wattrisse, B., Muracciole, J., and Kaim, Y. E. (2009). Fields of stored energy associated with localized necking of steel. *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, **4**, 245–262.
- Chu, C., Chung, C., Lin, P., and Wang, S. (2004). Fabrication of porous NiTi shape memory alloy for hard tissue implants by combustion synthesis. *Materials Science and Engineering A*, **366**, 114–119.
- Chu, T., Ranson, W., Sutton, M., and Peters., W. (1985). Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, **25**, 232–244.
- Cismasiu, C., editor (2010). *Shape Memory Alloys*. Sciyo.
- Clerjaud, L. (2010). *Méthode d’heterodynage pour la caractérisation de propriétés thermophysiques par thermographie infrarouge dans une large gamme spatiale et temporelle*. Ph.D. thesis, Université de Bordeaux 1.
- Combres, Y. (2012). Propriétés du titane et de ses alliages. *Techniques de l’ingénieur*, **M 557**, 1–15.
- Coudert, T. (2005). *Reconstruction tridimensionnelle du volume intérieur d’une chaussure : évaluation du chaussant*. Ph.D. thesis, Université de Savoie.
- Degiovanni, A. (1994). Conductivité et diffusivité thermique des solides. *Techniques de l’ingénieur*, **R2850**, 1.
- Delobelle, V., Favier, D., and Louche, H. (2012). Heat estimation from infrared measurement compared to DSC for austenite to R phase transformation in a NiTi alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **Accepte pour publication**, Not communicated yet.
- Delpueyo, D., Balandraud, X., and Grédiac, M. (2011). Applying infrared thermography to analyse martensitic microstructures in a Cu-Al-Be shape memory alloy subjected to a cyclic loading. *Materials Science and Engineering A*, **528**, 8249–8258.
- Duerig, T., Pelton, A., and Stockel, D. (1999). An overview of nitinol medical applications. *Materials Science and Engineering A*, **273-275**, 149–160.
- Dumoulin, S., Louche, H., Hopperstad, O., and Børvik, T. (2010). Heat sources, energy storage and dissipation in high-strength steels : Experiments and modelling. *European Journal of Mechanics A/Solids*, **29**, 461–474.

- Elahinia, M. H., Hashemi, M., Tabesh, M., and Bhaduri, S. B. (2012). Manufacturing and processing of NiTi implants : A review. *Progress in Materials Science*, **57**, 911–946.
- Ezaz, T., Sehitoglu, H., and Maier, H. (2011). Energetics of twinning in martensitic NiTi. *Acta materialia*, **59**, 5893–5904.
- Falvo, A., Furgiuele, F., and Maletta, C. (2005). Laser welding of a NiTi alloy : Mechanical and shape memory behaviour. *Materials Science and Engineering*, **A 412**, 235–240.
- Faulkner, Amalraj, and Bhattacharyya (2000). Experimental determination of thermal and electrical properties of Ni-Ti shape memory wires. *Smart Materials and Structures*, **9**, 632–639.
- Favier, D. and Liu, Y. (2000). Restoration by rapid overheating of thermally stabilised martensite of NiTi shape memory alloys. *Journal o*, **297**, 114–121.
- Favier, D., Liu, Y., and Cormick, P. M. (1993). Three stage transformation behavior in NiTi. *Scripta Metallurgica et Materialia*, **28**, 669–672.
- Favier, D., Louche, H., Schlosser, P., Orgéas, L., Vacher, P., and Debove, L. (2007). Homogeneous and heterogeneous deformation mechanisms in an austenitic polycrystalline Ti-50.8 at.% Ni thin tube under tension : investigation via temperature and strain fields measurements. *Acta Materialia*, **55**(6), 530 – 5322.
- Favier, D., Alonso, T., Chagnon, G., Delobelle, V., Louche, H., Machado, G., and Waltz, L. (2012). Mechanical behaviour of architected NiTi materials in complex loading. In *CIMTEC*.
- Forquin, P., Rota, L., Charles, Y., and Hild, F. (2004). A method to determine the toughness scatter of brittle materials. *International Journal of Fracture*, **125**, 171–187.
- Gadaj, S. P., Nowacki, W. K., and Pieczyska, E. (2002). Temperature evolution in deformed shape memory alloy. *Infrared Physics & Technology*, **43**, 151–155.
- Gauthier, S. (Déc. 2012). *Titre non communiqué*. Ph.D. thesis, Université de Montpellier 2.
- Grabe, C. and Bruhns, O. (2009). Path dependence and multiaxial behavior of a polycrystalline NiTi alloy within the pseudoelastic and pseudoplastic temperature regimes. *International Journal of Plasticity*, **25**, 513–545.
- Granta (2010). Granta design ces selector software. 20 Trumpington Street, Cambridge UK.
- Grolleau, V., Louche, H., Delobelle, V., Penin, A., Rio, G., Liud, Y., and Favier, D. (2011). Assessment of tension compression asymmetry of NiTi using circular bulge testing of thin plates. *Scripta Materiala*, **65**, 347–350.
- Grummon, D. S., Shaw, J. A., and Foltz, J. (2006). Fabrication of cellular shape memory alloy materials by reactive eutectic brazing using niobium. *Materials Science and Engineering*, **A 438-440**, 1113–1118.

- Gugel, H., Schuermann, A., and Theisen, W. (2008). Laser welding of NiTi wires. *Materials Science and Engineering*, **A** 481-482, 668–671.
- Hartl, D. J. and Lagoudas, D. (2007). Aerospace applications of shape memory alloys. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, **221**, 535–552.
- Heubner, U. (1969). Thermische und elektrische leitfähigkeit von vanadinlegierungen zwischen 20 und 650°C. *Journal of Nuclear Materials*, **32**, 88–100.
- Hild, F. and Roux, S. (2006). Digital image correlation : from displacement measurement to identification of elastic properties. *Strain*, **42**, 69–80.
- Huan, Z., Fratila-Apachitei, L., Apachitei, I., and Duszczek, J. (2012). Porous NiTi surfaces for biomedical applications. *Applied Surface Science*, **258**, 5244–5249.
- Hultgren, R., Orr, R., Anderson, P., and Kelley, K. (1964). *Selected values of thermodynamic properties of metals and alloys*. John Wiley & Sons Inc.
- Iadicola, M. and Shaw, J. (2002). An experimental setup for measuring unstable thermomechanical behavior of shape memory alloy wire. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, **13**, 157–166.
- Jacobus, K., Sehitoglu, H., and Balzer, M. (1996). Effect of stress state on the stress-induced martensitic transformation in polycrystalline NiTi alloy. *Metallurgical and Materials Transactions*, **27A**, 3066–3073.
- Jain, A. and Goodson, K. E. (2008). Measurement of the thermal conductivity and heat capacity of freestanding shape memory thin films using the 3ω method. *Journal of Heat Transfer*, **130**, 102402–1.
- Jiang, F., Liu, Y., Yang, H., Li, L., and Zheng, Y. (2009). Effect of ageing treatment on the deformation behaviour of Ti-50.9 at.% Ni. *Acta Materialia*, **57**, 4773–4781.
- Kato, H. and Sasaki, K. (2012). Avoiding error of determining the martensite finish temperature due to thermal inertia in differential scanning calorimetry : model and experiment of NiTi and Cu-Al-Ni shape memory alloys. *Journal of Materials Science*, **47**, 1399–1400.
- Khalil-Allafi, J., Amin-Ahmadi, B., and Zare, M. (2010). Biocompatibility and corrosion behavior of the shape memory NiTi alloy in the physiological environments simulated with body fluids for medical applications. *Materials Science and Engineering C*, **30**, 1112–1117.
- Kim, H., Yoo, Y., and Lee, J. (2008). Development of a NiTi actuator using a two-way shape memory effect induced by compressive loading cycles. *Sensors and Actuators A : Physical*, **148**, 437–442.
- Klarsfeld, S. and DePonte, F. (2002). Conductivité thermique des isolants. *Dossier Techniques de l'Ingenieur*, **R** 2930, 1–21.

- Kovalev, A., Logunov, A., Petrushin, N. V., and Egorova, L. S. (1974). Thermal conductivity and electrical resistivity of NiTi in the temperature interval 90-450°K. *Journal of engineering physics and thermophysics*, **32**, 183–185.
- Laskar, J., Bagavathiappan, S., Sardar, M., Jayakumar, T., Philip, J., and Raj, B. (2008). Measurement of thermal diffusivity of solids using infrared thermography. *Materials Letters*, **62**, 2740–2742.
- Le-Niliot, C. and Callet, P. (1998). Infrared thermography applied to the resolution of inverse heat conduction problems : recovery of heat line sources and boundary conditions. *Revue Générale de Thermique*, **37**, 629–643.
- Le-Niliot, C. and Lefevre, F. (2001). A method for multiple steady line heat sources identification in a diffusive system : application to an experimental 2D problem. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, **44**, 1425 – 1438.
- Legaie, D., Pron, H., Bissieux, C., and Blain, V. (2008). Thermographic application of black coatings on metals. *9th International Conference on quantitative InfraRed thermography*, **1**, 1–2.
- Legendre, B. and Grenet, J. (2012a). Analyse calorimétrique différentielle à balayage à température modulée (DSC-TM). Technical report, Techniques de l'Ingénieur.
- Legendre, B. and Grenet, J. (2012b). Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC). Technical report, Techniques de l'ingénieur.
- Lekston, Z., Drugacz, J., and Morawiec, H. (2004). Application of superelastic NiTi wires for mandibular distraction. *Materials Science and Engineering A*, **378**, 537–541.
- Leo, P., Shield, T., and Bruno, P. (1992). Transient heat transfer effect on the pseudoelastic behavior of shape-memory wire. *Acta metalurgica and materialia*, **41**, 2477–2485.
- Lexcellent, C. and Vacher, P. (1993). Thermomechanical behavior of polycrystalline shape memory alloys Cu-Zn-Al. *Archives of Mechanics*, **45**, 135–155.
- Li, B., Rong, L., Li, Y., and Gjunter, V. (September 2000). Synthesis of porous NiTi shape memory alloys by self-propagating high-temperature synthesis : reaction mechanism and anisotropy in pore structure. *Acta Materialia*, **48**, 3895–3904.
- Li, Z. and Sun, Q. (2002). The initiation and groth of macroscopic martensite band in nanograined NiTi microtube under tension. *International Journal of plasticity*, **18**, 1481–1498.
- Lin, M., Liu, Q., Kim, T., Xua, F., Bai, B., and Lu, T. (2010). A new method for characterization of thermal properties of human enamel and dentine : Influence of microstructure. *Infrared Physics & Technology*, **53**, 457–463.
- Liu, Q., Liu, Y., Ma, X., and Han, X. (2008). Study of the structure and interface of NiTi SMA/FC composite films prepared by the sol-gel method. *Materials Characterization*, **59**, 188–191.

- Liu, Y. and Cormick, P. M. (1996). Criteria of transformation sequences in NiTi shape memory alloys. *Materials Transactions, JIM*, **37**, 691–696.
- Liu, Y. and McCormick, P. G. (1990). Factors influencing the development of two-way shape memory in NiTi. *Acta Metallurgica et Materiala*, **38**, 1321–1326.
- Liu, Y. and Xiang, H. (1998). Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi. *Journal of Alloys and Compounds*, **270**, 154–159.
- Liu, Y., Liu, Y., and Humbeeck, J. V. (1998). Luders-like deformation associated with martensite reorientation in NiTi. *Scripta Materialia*, **39**, 1047–1055.
- Liu, Y., Houver, I., Xiang, H., Bataillard, L., and Miyazaki, S. (1999). Strain dependence of pseudoelastic hysteresis of NiTi. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **30**, 1275–1282.
- Louche, H. (1999). *Analyse par thermographie infrarouge des effets dissipatifs de la localisation dans des métaux*. Ph.D. thesis, Université Montpellier II.
- Louche, H. (2009). Etudes de certains phénomènes de localisation à partir de champs thermomécaniques. HDR (Polytech' Savoie).
- Louche, H. and Chrysochoos, A. (2001). Thermal and dissipative effects accompanying Luders band propagation. *Materials Science and Engineering*, **A307**, 15–22.
- Louche, H., Vacher, P., and Arrieux, R. (2005). Thermal observations associated with the Portevin Le Chatelier effect in an AlMg alloy. *Materials Science and Engineering A*, **404**, 188–196.
- Louche, H., Bouabdallah, K., Vacher, P., Coudert, T., and Balland, P. (2007). Kinematic fields and acoustic emission observations associated with the Portevin Le Chatelier effect on an Al-Mg alloy. *Experimental Mechanics*, **48**, 741–751.
- Louche, H., Schlosser, P., Favier, D., and Orgéas, L. (Avril 2012). Heat source processing for localized deformation with non-constant thermal conductivity. Application to superelastic tensile tests of NiTi shape memory alloys. *Experimental mechanics*, **A**, 1–16.
- Luong, M. (1995). Infrared thermographic scanning of fatigue in metals. *Nuclear Engineering and Design*, **158**, 363–376.
- Mahmud, A. S. (2009). *Thermomechanical treatment of Ni-Ti shape memory alloy*. Ph.D. thesis, School of Mechanical Engineering - University of Western Australia.
- Man, H. and Zhao, N. (2006). Enhancing the adhesive bonding strength of NiTi shape memory alloys by laser gas nitriding and selective etching. *Applied Surface Science*, **253**, 1595–1600.
- Manach, P. (1993). *Etude du comportement thermomecanique d'alliage à memoire de forme NiTi*. Ph.D. thesis, INPG, Grenoble.

- Manach, P. and Favier, D. (1993). Origin of the two-way memory effect in NiTi shape memory alloys. *Scripta Metallurgica et Materialia*, **28**, 1417–1421.
- Manach, P. Y. and Favier, D. (1997). Shear and tensile thermomechanical behavior of near equiatomic NiTi alloy. *Materials Science and Engineering*, **222**, 45–57.
- Maquin, F. and Pierron, F. (2009). Heat dissipation measurements in low stress cyclic loading of metallic materials : From internal friction to micro-plasticity. *Mechanics of Materials*, **41**, 928–942.
- Marioni, M., Handley, R. O., Allen, S., Hall, S., Paul, D., Richard, M., Feuchtwanger, J., Peterson, B., Chambers, J., and Techapiesancharoenkij, R. (2005). The ferromagnetic shape-memory effect in Ni Mn Ga. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **290-291**, 35–41.
- Matweb (2012). Matweb material property data. *Automation Creations, Inc.*, **1**, 1.
- Maynadier, A., Poncelet, M., Lavernhe-Taillard, K., and Roux, S. (2011). One shot measurement of thermal and kinematic fields : Infra-red image correlation (IRIC). *Experimental Mechanics*, **Accepted**, accepted.
- Mei, Q., Zhang, L., Tsuchiya, K., Gao, H., ohmura, T., and Tsuzaki, K. (2010). Grain size dependence of the elastic modulus in nanostructured NiTi. *Scripta Materiala*, **63**, 977–980.
- Meng, Q., Yang, H., Liu, Y., and hyun Namb, T. (2010). Transformation intervals and elastic strain energies of B2-B19 martensitic transformation of NiTi. *Intermetallics*, **18**, 2431–2434.
- Meng, Q., Yang, H., Liu, Y., Nam, T., and Chen, F. (2011). Thermal arrest analysis of thermoelastic martensitic transformations in shape memory alloys. *Journal of Material Research*, **26**(10), 1243–1252.
- Meng, Q., Yang, H., Liu, Y., Namb, T., and Favier, D. (2012). Ti-50.8 at.% Ni wire with variable mechanical properties created by spatial electrical resistance over-ageing. *Journal of Alloys and Compounds*, **Not communicated yet**, Not communicated yet.
- Mentz, J., Bram, M., Buchkremer, H., and Stover, D. (2008). Influence of heat treatments on the mechanical properties of high-quality Ni-rich NiTi next term produced by powder metallurgical methods. *Materials Science and Engineering A*, **481-482**, 630–634.
- Michaud, V. (2004). Can shape memory alloy composites be smart? *Scripta Materialia*, **50**, 249–253.
- Miyazaki, S., Imai, T., Otsuka, K., and Suzuki, Y. (1981). Luders-like deformation observed in the transformation pseudoelasticity of a Ti-Ni alloy. *Scripta Metallurgica*, **15**, 853–856.

- Moyne, S., Poilane, C., Kitamura, K., Miyazaki, S., Delobelle, P., and LExcellent, C. (1999). Analysis of the thermomechanical behavior of Ti-Ni shape memory alloy thin films by bulging and nanoindentation procedures. *Materials Science and Engineering*, **A273**-275, 727–732.
- M.Qasmi and Delobelle, P. (2006). Influence of the average roughness Rms on the precision of the young’s modulus and hardness determination using nanoindentation technique with a Berkovich indenter. *Surface & Coatings Technology*, **201**, 1191–1199.
- Ng, K. and Sun, Q. (2006). Stress-induced phase transformation and detwinning in NiTi polycrystalline shape memory alloy tubes. *Mechanics of Materials*, **38**, 41–56.
- Nishikawa, N., Tanaka, H., Kohda, M., Nagaura, T., and Watanabe, K. (1982). Behaviour of welded part of ti-ni shape memory alloys. *Journal de Physique*, **43**, C4, C4-839 – C4-844.
- Ohkata, H. and Tamura, H. (1997). The r-phase transformation in the Ti-Ni shape memory alloy and its application. *MRS Symp Proc*, **459**, 345–352.
- Olivier, W. and Pharr, G. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Material Ressource*, **7**, 1564–1583.
- Orgéas, L. (1997). *Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique d’un alliage à mémoire de forme industriel NiTi*. Ph.D. thesis, Université Joseph Fourier, Grenoble I.
- Orgéas, L. and Favier, D. (1998). Stress-induced martensitic transformation of a NiTi alloy in isothermal shear, tension and compression. *Acta Metalurgica*, **15**, 5579–5591.
- Ortin, J. and Planes, A. (1988). Thermodynamic analysis of thermal measurements in thermoelastic martensitic transformations. *Acta Materialia*, **36**, 1873–1889.
- Otsuka, K. and Ren, X. (2005). Physical metallurgy of TiNi based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*, **50**, 511–678.
- Panas, A., Preiskorn, M., Dabrowski, M., and muda, S. Z. (2007). Validation of hard tooth tissue thermal diffusivity measurements applying an infrared camera. *Infrared Physics & Technology*, **49**, 302–305.
- Pastor, M., Balandraud, X., Grediac, M., and Robert, J. (2008). Applying infrared thermography to study the heating of 2024-T3 aluminium specimens under fatigue loading. *Infrared Physics & Technology*, **51**, 505–515.
- Perkowski, Z. (2011). A thermal diffusivity determination method using thermography : Theoretical background and verification. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, **54**, 2126–2135.
- Peters, W. and Ranson, W. (1981). Digital image techniques in experimental stress analysis. *Opt Eng*, **21**, 427–441.

- Pieczyska, E., Gadaj, R., and Nowacki, W. (2004). Thermomechanical investigation of martensite and reverse transformation in TiNi shape memory alloy. *Bulletin of the polish academy of technical sciences.*, **52**, 165–171.
- Pieczyska, E. A., Gadaj, S. P., Luckner, J., Nowacki, W. K., and Tobushi, H. (2009). Martensite and reverse transformation during complete cycle of simple shear of NiTi shape memory alloy. *Strain*, **45** (1), 93–100.
- Pilch, J., Heller, L., and Sittner, P. (2009a). Final thermomechanical treatment of thin niti filaments for textile applications by electric current. In *ESOMAT 2009 : Applied Research and Applications : Engineering Materials with MT*.
- Pilch, J., Heller, L., and Sittner, P. (Sept. 7, 2009b). Final thermomechanical treatment of thin NiTi filaments for textile applications by electric current. In *published by EDP Sciences (2010)*, Czech Republic. The 8th European Symposium on Martensitic Transformations (ESOMAT 2009), EDP Sciences (2010).
- Poncelet, M. (2007). *Multiaxialité, hétérogénéités intrinsèques et structurales des essais d'auto échauffement et de fatigue à grand nombre de cycles*. Ph.D. thesis, LMT-Cachan.
- Pons, J., Cesari, E., Segui, C., Masdeu, F., and Santamarta, R. (2008). Ferromagnetic shape memory alloys : Alternatives to Ni Mn Ga. *Materials Science and Engineering*, **A 481-482**, 57–65.
- Pottier, T., Moutrille, M., Cam, J. L., Balandraud, X., and Grédiac, M. (2009). Study on the use of motion compensation techniques to determine heat sources. application to large deformations on cracked rubber specimens. *Experimental Mechanics*, **49**, 561–574.
- Pradere, C., Clerjaud, L., Batsale, J. C., and Dilhaire, S. (2011). High speed heterodyne infrared thermography applied to thermal diffusivity identification. *Review of scientific instruments*, **82**, 054901.
- Predki, W., Knopik, A., and Bauer, B. (2008). Engineering applications of NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, **481-482**, 598–601.
- Qiu, S., Clausen, B., II, S. P., Noebe, R., and Vaidyanathan, R. (2011). On elastic moduli and elastic anisotropy in polycrystalline martensitic NiTi. *Acta Materialia*, **59**, 5055–5066.
- Rajagopalan, S., Little, A., Bourke, M., and Vaidyanathan, R. (2005). Elastic modulus of shape-memory NiTi from in situ neutron diffraction during macroscopic loading, instrumented indentation, and extensometry. *Applied Physics Letters*, **86**, **8**, 081901.
- Relyea, H., White, M., McGrath, J., and Beck, J. (1998). Thermal diffusivity measurements of free-standing CVD diamond films using non-contacting, non-destructive techniques. *Diamond and Related Materials*, **7**, 1207–1212.
- Renault, N. (2007). *Etude du couplage thermomécanique du PEHD par essais mécaniques et inversion d'images infrarouges*. Ph.D. thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine.

- Renault, N., Andre, S., Maillet, D., and Cunat, C. (2008). A two-step regularized inverse solution for 2D heat source reconstruction. *International Journal of Thermal Sciences*, **47**, 834–847.
- Rohde, M. and Schüssler, A. (1997). On the response-time behaviour of laser micromachined NiTi shape memory actuators. *Sensors and Actuators A : Physical*, **61**(1-3), 463 – 468. Proceedings of EUROSENSORS X.
- Roya, D., Buravalla, V., Mangalgiri, P., Allegavi, S., and Ramamurtya, U. (2008). Mechanical characterization of NiTi SMA wires using a dynamic mechanical analyzer. *Materials Science and Engineering A*, **494**, 429–435.
- Saai, A., Louche, H., Tabourot, L., and Chang, H. (2010). Experimental and numerical study of the thermo-mechanical behavior of Al bi-crystal in tension using full field measurements and micromechanical modeling. *Mechanics of Materials*, **42**, 275–292.
- Saiter, J., Claro, M. N. P. D. S., Delabarre, P., and Garda, M. (2008). Quantitative and transient DSC measurements. 1. Heat capacity and glass transition. *Journal of Materials Education*, **30**, 1-2, 51–94.
- Schlosser, Louche, Favier, and Orgéas (2007). Image processing to estimate the heat sources related to phase transformations during tensile tests of NiTi tubes. *Strain*, **43**, 260–271.
- Schlosser, P. (2008). *Influence of thermal and mechanical aspects on deformation behaviour of NiTi alloys*. Ph.D. thesis, Grenoble University.
- Schlosser, P., Favier, D., Louche, H., and Orgéas, L. (September, 2008). Experimental characterization of NiTi SMAs thermomechanical behaviour using temperature and strain full-field measurements. *Advances in Science and Technology (Volume 59)*, State-of-the-art Research and Application of SMAs Technologies, 40–49.
- Shaw, J. and Kyriakides, S. (1995). Thermomechanical aspects of NiTi. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **43**, 1243–81.
- Shaw, J. and Kyriakides, S. (1997). On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy. *Acta Materialia*, **45**, 683–700.
- Shaw, J., Grummon, D., and Foltz, J. (2007). Superelastic NiTi honeycombs : fabrication and experiments. *Smart Materials and Structures*, **16**, 170–178.
- Shaw, J., Churchill, C., and Iadicola, M. (2008). Tips and tricks for characterizing shape memory alloy wire : Part 1 - differential scanning calorimetry and basic phenomena. *Experimental Characterization of Active Materials Series*, **1**, 55–62.
- Shaw, J., Churchill, C., and Iadicola, M. (2009). Tips and tricks for characterizing shape memory alloy wire : Part 2 - fundamental isothermal responses. *Experimental Characterization of Active Materials Series*, **1**, 51–62.

- Shaw, J., Churchill, C., and Iadicola, M. (2010). Tips and tricks for characterizing shape memory alloy wire : Part 3 - localization and propagation phenomena. *Experimental Characterization of Active Materials Series*, **1**, 1–9.
- Shearwood, C., Fu, Y., Yu, L., and Khor, K. (2005). Spark plasma sintering of TiNi nano-powder. *Scripta Materialia*, **52**, 455–460.
- Shishkovsky, I., Morozov, Y., and Smurov, I. (2007). Nanofractal surface structure under laser sintering of titanium and nitinol for bone tissue engineering. *Applied Surface Science*, **254**, 1145–1149.
- Smith, J., Lück, R., Jiang, Q., and Predel, B. (1993). The heat capacity of solid NiTi alloys in the temperature range 120 to 800 K. *Journal of Phase Equilibria*, **14**, 494–500.
- Sukhanov, V. and Tsikovin, Y. N. (1967). Temperature dependence of the heat capacity of some titanium alloys. *Metallovedenie i termicheskaya obrbotka metallow (traduction en anglais)*, **6**, 50–51.
- Sun, Q. and Li, Z. (2002). Phase transformation in superelastic NiTi polycrystalline microtubes under tension and torsion from localisation to homogeneous deformation. *International Journal of Solids Structures*, **39**, 3797–3809.
- Sutton, M., Wolters, W., Peters, W., Ranson, W., and McNeill, S. (1983). Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image Vis Comput*, **1**, 133–139.
- Techapiesancharoenkij, R., Kostamo, J., Allen, S., and OHandley, R. (2011). The effect of magnetic stress and stiffness modulus on resonant characteristics of Ni Mn Ga ferromagnetic shape memory alloy actuators. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **323**, 3109– 3116.
- Terada, Y., Ohkubo, K., Nakagawa, K., Mohri, T., and Suzuki, T. (1995). Thermal conductivity of B2-type aluminides and titanides. *Intermetallics*, **3**(5), 347 – 355.
- Tian, Q. and Wu, J. (2000). Characteristic of specific heat capacity of NiTi alloy phases. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **10**, 737–740.
- Vacher, P. (2000). Apport des techniques de corrélation d’images en mécanique : Analyse de déformations et numérisations 3D. Habilitation à diriger des recherches.
- Vacher, P., Dumoulin, S., and Morestin, F. (1999). Bidimensional deformation measurement using digital images. *Proc Instn Mech Engrs*, **213**, 811–817.
- Vannod, J., Bornert, M., Bidaux, J.-E., Bataillard, L., Karimi, A., Drezet, J.-M., Rappaz, M., and Hessler-Wyser, A. (2011). Mechanical and microstructural integrity of nickel-titanium and stainless steel laser joined wires. *Acta Materialia*, **59**, 6538–6546.
- Wada, K. and Liu, Y. (2008). On the two-way shape memory behavior in NiTi alloy an experimental analysis. *Acta Materialia*, **56**, 3266–3277.

- Wagner, M.-X. and Windl, W. (2008). Lattice stability, elastic constants and macroscopic moduli of NiTi martensites from first principles. *Acta Materialia*, **56**, 6232–6245.
- Wang, G., Jiang, X. X., and Nikanpour, D. (2008). Measurement of specific heat, latent heat and phase transformation temperatures of shape memory alloys. *High Temperatures-High Pressures*, **37**, 91–107.
- Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J., and Némot-Gaillard, M. (2001). Kinematic manifestations of localisation phenomena in steels by digital image correlation. *European Journal of Mechanics - A / Solids*, **20**, 189–211.
- Wood, A. M. and Clyne, T. (2006). Measurement and modelling of the nanoindentation response of shape memory alloys. *Acta Materialia*, **54**, 5607–5615.
- Wu, S., Chung, C., Liu, X., Chu, P. K., Ho, J., Chu, C., Chan, Y., Yeung, K., Lu, W., Cheung, K., and Luk, K. (2007). Pore formation mechanism and characterization of porous NiTi shape memory alloys synthesized by capsule-free hot isostatic pressing. *Acta Materialia*, **55**, 3437–3451.
- Wu, S., Liu, X., Yeung, K., Hu, T., Xu, Z., Chung, J., and Chu, P. K. (2011). Hydrogen release from titanium hydride in foaming of orthopedic NiTi scaffolds. *Acta Biomaterialia*, **7**, 1387–1397.
- Wunderlich, B., Boller, A., Okazaki, I., and Ishikiriyama, K. (1997). Heat-capacity determination by temperature-modulated DSC and its separation from transition effects. *Thermochimica Acta*, **304/305**, 125–136.
- Yan, Z., Cui, L., and Zheng, Y. (2007). Microstructure and martensitic transformation behaviours of explosively welded NiTi/NiTi laminates. *Chinese Journal of Aeronautics*, **20**, 168–171.
- Ye, L., Liu, Z., Raviprasad, K., Quan, M., Umemoto, M., and Hu, Z. (1998). Consolidation of amorphous NiTi powders by spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering A*, **241**, 290–293.
- Yi, Z. and Murio, D. A. (2004). Identification of source terms in 2D IHCP. *Computers and Mathematics with Applications*, **47**, 1517–1533.
- Yuan, B., Chung, C., and Zhu, M. (2004). Microstructure and martensitic transformation behavior of porous NiTi shape memory alloy prepared by hot isostatic pressing processing. *Materials Science and Engineering A*, **382**, 181–187.
- Zanotti, C., Giuliani, P., Bassani, P., Zhang, Z., and Chrysanthou, A. (2010). Comparison between the thermal properties of fully dense and porous NiTi SMAs. *Intermetallics*, **18**(1), 14 – 21.
- Zhao, Y., Taya, M., and Izui, H. (2006). Study on energy absorbing composite structure made of concentric NiTi spring and porous NiTi. *International Journal of Solids and Structures*, **43**, 2497–2512.

Zheng, Y., Jiang, F., Li, L., Yang, H., and Liu, Y. (2008). Effect of ageing treatment on the transformation behaviour of Ti-50.9 at.% Ni alloy. *Acta Materialia*, **56**, 736–745.