



HAL
open science

Caractérisation par essais DMA et optimisation du comportement thermomécanique de fils de NiTi - Application à une aiguille médicale déformable

Thierry Alonso

► To cite this version:

Thierry Alonso. Caractérisation par essais DMA et optimisation du comportement thermomécanique de fils de NiTi - Application à une aiguille médicale déformable. Matériaux. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. NNT : 2015GREAI028 . tel-01213466

HAL Id: tel-01213466

<https://theses.hal.science/tel-01213466v1>

Submitted on 8 Oct 2015

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 GRENOBLE ALPES

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

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Thierry ALONSO

Thèse dirigée par **Denis FAVIER** et **Grégory CHAGNON**

préparée au sein du **Laboratoire TIMC-IMAG** dans l'**École Doctorale I-MEP2**

Caractérisation par essais DMA et optimisation du compor- tement thermomécanique de fils de NiTi - Application à une aiguille médicale pilotable.

Thèse soutenue publiquement le **24 Juin 2015**, devant le jury
composé de :

Mr, Jacques-Eric, BIDAUX

Professeur ,Haute Ecole Spécialisée de Suisse Occidentale, Rapporteur

Mr, Thierry, GLORANT

Professeur, INSA Rennes, Rapporteur

Mr, Etienne, PATOOR

Professeur, ENSAM Metz, Président

Mr, François, VILLENEUVE

Professeur, Université Grenoble Alpes, Examineur

Mr, Denis, FAVIER

Professeur, Université Grenoble Alpes, Directeur de thèse

Mr, Grégory, CHAGNON

Maître de conférences HDR, Université Grenoble Alpes, Directeur de thèse





Résumé

De nombreux gestes médicaux utilisent des aiguilles. Il est proposé une solution de principe pour contrôler la trajectoire d'une aiguille lors son insertion. Ce contrôle de trajectoire permet d'éviter des obstacles et atteindre une cible avec plus de précision. La solution de principe proposée repose sur l'utilisation des alliages à mémoires de forme de type Nickel-Titane (NiTi) et des traitements thermiques localisés. Une méthode expérimentale originale pour caractériser les alliages NiTi est développée. Cette méthode repose sur l'utilisation d'un dispositif expérimental permettant de faire des mesures et analyses mécaniques dynamiques (DMA) lors d'un essai de traction ou au cours d'un balayage en température sous contrainte. Ces mesures DMA ont permis de détecter les nombreux phénomènes présents dans ces alliages : élasticité, transformation de phase, réorientation, localisation, plasticité. Les résultats des mesures effectuées sur un fil commercial de NiTi sont présentés et analysés. L'analyse de l'évolution du module de conservation a permis de mettre en évidence les différentes séquences de transformation et de définir les domaines d'existence des phases en fonction de la contrainte et de la température. Des valeurs de modules d'élasticité de l'austénite, de la martensite et de la phase R sont proposées. Enfin, des modèles d'évolution du module de conservation lors d'un essai de traction et d'un balayage en température sous contrainte sont proposés. Une dernière partie concerne l'étude des effets des traitements thermiques sur un fil NiTi étiré à froid. Une gamme de traitements thermiques a été réalisée sur un fil NiTi. Les propriétés thermomécaniques ont été investiguées à la fois par des essais de traction isothermes et des mesures DMA en balayage en température sous contrainte.

Mots Clés : alliage à mémoire de forme, NiTi, DMA, transformation de phase, module d'élasticité, traitement thermique.



Abstract

Many medical procedures use needles. A solution is proposed to control and modify needle trajectory during its insertion. This steerable needle must be able to avoid an obstacle and reach the target with more accuracy. The solution uses Nickel Titanium (NiTi) shape memory alloy. A new experimental method is proposed to characterize NiTi wires. This method is based on experimental device which allows to perform Dynamic Mechanical Analysis (DMA) during a tensile test or during a temperature sweep under stress. DMA measurements can detect many phenomena : elasticity, phase transformation, reorientation, plasticity. Results for a commercial NiTi wire are presented and analyzed. Storage modulus evolution analysis shows multistage phase transformations for which the stress-temperature diagram has been established. Values of elastic modulus are determined for austenite, martensite and R phase. Estimation models are proposed to determine storage modulus evolution during tensile test with DMA and temperature sweep under stress with DMA. The last part of this work studies the effect of heat treatment on a cold worked NiTi wire. A range of heat treatments was performed. Thermomechanical treatment effects were investigated both with tensile tests and temperature sweeps under stress with DMA.

Keywords : shape memory alloy, NiTi, DMA, phase transformation, elastic modulus, heat treatment.



Remerciements

Je souhaite tout d'abord remercier l'ensemble du jury qui a accepté d'évaluer mon travail. Merci au Professeur Etienne Patoor de m'avoir fait l'honneur de présider mon Jury. Merci aux Professeurs Jacques-Eric Bidaux et Thierry Gloriant d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail, vos remarques pertinentes me seront utiles pour le futur. Merci au Professeur François Villeneuve d'avoir examiné mon travail, bien qu'il n'était pas un spécialiste des AMF NiTi, ses remarques ont montré tout l'intérêt qu'il a pu porter à mon travail. Cette thèse a été effectuée en parallèle de mon poste de Professeur Agrégé à l'UFR de Mécanique puis à l'UFR PhITEM (Université Grenoble Alpes), je remercie les directions respectives d'avoir soutenu cette démarche qui m'a permis de bénéficier d'une décharge d'un demi service d'enseignement lors de ma première année de thèse et d'un quart de service lors de ma deuxième année. Je voudrais remercier le laboratoire TIMC-IMAG et en particulier son directeur Philippe Cinquin d'avoir accueilli l'équipe BioMMAt et de nous avoir donné un environnement de travail des plus agréables.

Après ces premiers remerciements, je voudrais faire un peu d'histoire, ou comment expliquer comment on se retrouve en Thèse à étudier les alliages à mémoire de forme alors que l'on a une vie de PRAG de mécanique bien réglée depuis de nombreuses années. A l'origine cela part d'un événement plutôt malheureux avec la fermeture des préparations concours, et en particulier la fermeture de la préparation à l'Agrégation de Mécanique. Cette fermeture a emporté avec elle des enseignements de hauts niveaux et la dynamique de l'équipe pédagogique qui a du trouver rapidement d'autres enseignements. Si il est assez facile de trouver des enseignements, il est plus difficile de trouver des éléments motivants et épanouissants. C'est lors d'une discussion avec Grégory Chagnon et Denis Favier, à propos d'une aiguille à trajectoire modifiable que la première étincelle a eu lieu, et que petit à petit le moteur a démarré avec une inscription en thèse et l'implication dans le projet GAME-D.

Un immense merci à mes deux directeurs de thèse Denis et Grégory de m'avoir fait confiance tout au long de ces années. Merci à Denis de m'avoir contaminé aux AMF NiTi, jamais je n'aurais cru pouvoir m'intéresser à étudier ce matériau en passant des journées à faire des manips sur un "pauvre" fil de NiTi! Mais voilà on se prend au jeu, à l'image

d'une pelote de laine, on commence par tirer un fil (c'est le cas de le dire), et l'on veut toujours aller plus loin pour comprendre...merci d'avoir déroulé ce bout de pelote avec moi, j'espère que l'on pourra la dérouler encore ensemble ces prochaines années. J'espère aussi que l'on continuera à partager des sorties montagne, VTT,... Ce travail n'aurait jamais été finalisé si Grégory ne l'avait pas encadré de manière irréprochable, c'est en partie ce qui m'a permis d'avancer et d'aller jusqu'au bout, merci d'avoir toujours été là quand il le fallait et comme il le fallait. Je garderai longtemps en mémoire tes premières corrections au stylo rouge sang sur les différentes communications et sur mes premières versions de manuscrit. En tant qu'enseignant j'avais perdu l'habitude d'être de ce côté du stylo, mais j'avoue que l'inversion des rôles est particulièrement formatrice.

Je voudrais en profiter pour remercier le Professeur Yinong Liu qui m'a accueilli lors de mon séjour à l'University of Western Australia où j'ai pu apprécier à la fois ses compétences scientifiques et ses qualités humaines exceptionnelles.

Ces années n'auraient pas été aussi agréables sans la présence des jeunes thésards, post doc, stagiaires qui font la vie de l'équipe au quotidien. Merci donc à Marie (la préférée d'Eusebio), Camille (Docteur es science et es gateaux), Estephanie (Brazil team), Thierry (le jeune), Gaby (le magnifique), Chris (le garde du corps, roi de la manchette), Henrique (Brazil team), Angelo (Brazil team), Quentin (Bioresorbable Team), François (le roi du tricot), Léa (fournisseuse officielle de mousse au chocolat). Je n'oublie pas les plus vieux, en particulier Guilherme qui m'a beaucoup aidé lors de mon arrivée (bon vent pour tes nouvelles aventures Marseillaises), et Vincent capable de faire 200 Km de ski de fond le dimanche et d'arriver le lundi matin quasi frais et dispo ! Je me souviendrai longtemps de notre départ à Aussois pour la conférence Mecamat avec tout ton matériel de ski dans la voiture avec juste un petit oubli...le poster que tu devais présenter...

Faire une thèse, avec en parallèle un service d'enseignement, n'est pas toujours un long fleuve tranquille, je remercie les collègues qui m'ont encouragé moralement et concrètement en me déchargeant lorsque j'en avais besoin, merci à tous et en particulier à Armelle, René, et Nathanaël.

Enfin je tiens à remercier ma famille. Mes Parents qui m'ont toujours soutenu ; mon frère Daniel toujours là quoi qu'il arrive ; Sylvie qui a souvent pesté contre moi en pensant que je passais trop de temps au labo...

Table des matières

1	L'aiguille médicale	3
1.1	Introduction	3
1.1.1	Les principaux gestes médicaux nécessitant une aiguille	3
1.1.2	Les aiguilles utilisées	3
1.2	Problématique	4
1.3	Projet GAME-D	5
1.4	Cahier des charges pour le dispositif de correction de trajectoire	7
1.5	Solution technique retenue	8
1.5.1	Aspect Matériaux	8
1.5.2	Quelles solutions pour imposer une trajectoire à l'aiguille?	9
1.5.3	Solution développée et brevet déposé	10
1.6	Quelles sont les difficultés scientifiques et technologiques?	13
2	Les alliages à mémoire de forme à base de Nickel-Titane	15
2.1	Introduction	15
2.1.1	Historique et illustrations des principales propriétés des AMF	15
2.1.2	Quelques applications médicales exploitant les propriétés des AMF	17
2.2	Comportement thermomécanique du NiTi	18
2.2.1	Les mécanismes de transformation et comportement associés	18
2.2.2	La phase R	26
2.3	Aspect thermodynamique des AMF en NiTi	26
2.3.1	Introduction	26
2.3.2	Energies mises en jeu lors d'une transformation martensitique	27
2.3.3	Les séquences de transformation	30
2.4	Méthodes expérimentales classiques de caractérisation	32
2.4.1	Mesure par Differential Scanning Calorimetry (DSC)	32
2.4.2	Mesure par Dynamic Mechanical Analysis (DMA)	32
2.5	Conclusion	33

3	Etude du comportement de fil NiTi par DMA non conventionnelle	37
3.1	Introduction	37
3.2	Dispositif et procédure expérimentale	38
3.2.1	Choix du matériau	38
3.2.2	Description du dispositif expérimental	38
3.2.3	Description de l'essai DMA-BT	40
3.2.4	Description de l'essai DMA-BS	42
3.2.5	Répétabilité et éléments influents	47
3.2.6	Essais effectués	53
3.3	Résultats	55
3.3.1	Résultats des essais DMA-BS sur le fil NiTi SE	55
3.3.2	Résultats des essais DMA-BT sur le fil NiTi SE	64
3.3.3	Résultats des essais DMA-BS et DMA-BT sur le fil NiTi CW	72
3.4	Diagramme de changement de phase par l'analyse de E' et cartographie de E' dans l'espace contrainte-température	72
3.4.1	Etude des changements de phase à partir des essais DMA-BS	73
3.4.2	Etude des changements de phase à partir des essais DMA-BT	78
3.4.3	Bilan des températures de transformation de phase et séquence de transformation	83
3.4.4	Cartographie du module de conservation dans l'espace contrainte-température	88
3.5	Analyse des résultats des essais DMA-BS	93
3.5.1	Analyse d'un essai DMA-BS sur le fil CW	93
3.5.2	Analyse des essais DMA-BS sur le fil FWM#1-SE	94
3.6	Analyse des résultats des essais DMA-BT	115
3.6.1	Analyse de l'essai DMA-BT sur le fil CW	115
3.6.2	Analyse des essais DMA-BT sur le fil FWM#1-SE	115
3.7	Conclusion	126
4	Les traitements thermiques	127
4.1	Introduction	127
4.2	Bibliographie	127
4.2.1	Influence de la composition sur M_S	127
4.2.2	Influence des traitements thermiques sur les températures de transformation et le comportement thermomécanique	128
4.3	Les traitements thermiques effectués en vue de l'application aiguille	134
4.3.1	Choix du matériau	134
4.3.2	Procédure pour les TTH	134
4.4	Analyse des TTH sur le comportement en traction à 37°C	134
4.4.1	Procédure expérimentale	134
4.4.2	Résultats	134
4.4.3	Discussion	135
4.5	Analyse de l'influence des TTH par DMA	141
4.5.1	Procédure expérimentale	141

4.5.2	résultats	141
4.5.3	Analyse des résultats	143
5	Conclusion générale et perspectives	151
5.1	Sur le projet aiguille	151
5.2	Sur la méthode DMA et le NiTi	151
5.3	Sur les traitements thermiques et le NiTi	153
A	Résultats des essais de traction isothermes et des DMA-BT sur fil NiTi CW après TTH	155
B	Essais de traitements thermiques localisés	161
B.1	Les différentes méthodes envisagées	161
B.2	Les TTH locaux par courant électrique et effet Joule	161
B.2.1	Procédure expérimentale pour les essais sur le fil CW	162
B.2.2	Résultats et discussion	164
B.3	les TTH locaux par Laser	167
B.3.1	Descriptions du dispositif expérimental	167
B.3.2	Résultats des TTHL sur les fils NiTi CW	168
B.4	Conclusion	176
C	Articles et conférences	177
	Bibliographie	179

Table des figures

1.1	Aiguille avec insert.	4
1.2	Principe de prélèvement avec une aiguille à "guillotine" : a) mise en place de l'aiguille b) avancée de l'insert c) prélèvement après guillotinage du tissu.	4
1.3	Exemples d'extrémités d'aiguille a) biseau à 45° b) biseau à 22° c) biseau symétrique de type "Franseen".	4
1.4	Efforts générés sur la partie biseautée de l'aiguille lors de l'insertion.	5
1.5	Radiologue utilisant l'imagerie durant l'insertion de l'aiguille.	6
1.6	Exemple d'insertion d'aiguille avec correction de trajectoire.	7

1.7	Analyse fonctionnelle, diagramme pieuvre.	7
1.8	Analyse fonctionnelle, tableau des fonctions et critères associés.	8
1.9	Exemple de configuration pour une aiguille de diamètre 2 mm avec 2 plans de courbure et des rayons de courbure de 10 mm.	8
1.10	Relation entre rayon de courbure ρ , diamètre d , et déformation en traction ε_{tract} admissible par le matériau.	9
1.11	Comparaison des déformations en traction qu'il est possible d'obtenir avec un acier et un NiTi superélastique.	9
1.12	Trajectoire d'une aiguille biseautée à 45° lors de son insertion dans du silicone [Webster, 2006].	10
1.13	Différentes trajectoires de l'extrémité de l'aiguille en fonction de l'angle β du secteur angulaire courbé pour un diamètre d et un rayon de courbure ρ constants [Wedlick et Okamura, 2009].	11
1.14	Principe à base d'une aiguille composée d'une modification de section et d'un insert précurbé.	11
1.15	Exemple de positions relatives insert-aiguille pour obtenir une configuration a) droite b) avec courbure.	12
1.16	Modification de la courbure de l'aiguille par positionnement relatif de l'aiguille et de l'insert : a) insert sorti b) insert rentré c) rotation de l'insert de $\theta = 90^\circ$ d) insert rentré après rotation.	13
1.17	Différents types de comportements d'un alliage de NiTi : (1) loi élastique (2), loi superélastique (3), loi élastoplastique.	14
2.1	Illustration des deux principales caractéristiques des AMF : effet mémoire et superélasticité.	16
2.2	Illustration de l'effet mémoire double sens assisté.	16
2.3	Illustration de l'effet mémoire double sens non assisté.	17
2.4	Agrafe 4-Fusion® pour arthrodeèse des 4 os du carpe [Memometal, 2001].	17
2.5	Applications utilisant des fils superélastiques pour des fils orthodontiques [Furukawa, 2000].	18
2.6	Applications utilisant des tubes superélastiques. a) Stent vasculaire b) Ciseaux endoscopique (Surgical Innovation).	18
2.7	Illustration schématique des configurations atomiques des différentes phases lors des transformations et comportements mécaniques associés.	19
2.8	Diagrammes schématiques résultant d'un essai de traction effectué à une température T_{SE} où apparaît la superélasticité montrant : a) la courbe contrainte σ -déformation ε b) le domaine d'existence de l'austénite et de la martensite dans l'espace contrainte (σ)-température (T).	20
2.9	Effet de la température sur le comportement superélastique d'un fil de NiTi d'après [Liu et Yang, 2007].	21
2.10	Diagrammes schématiques résultant d'un essai de traction effectué à une température T_{EM} où apparaît l'effet mémoire montrant : a) la courbe contrainte σ -déformation ε b) le domaine d'existence de l'austénite et de la martensite dans l'espace contrainte σ -température T.	22

2.11	Effet de la température sur le comportement à effet mémoire d'un fil de NiTi, courbes retracées d'après [Liu, 1990].	23
2.12	Représentation schématique des contraintes provoquant de la réorientation (B), de la plasticité (A), ou de la transformation (C) en fonction de la température [Otsuka et Shimizu, 1986].	23
2.13	Diagrammes schématiques résultant d'un essai de traction effectué à une température où apparaît la plasticité montrant : a) la courbe contrainte σ -déformation ε b) le domaine d'existence de l'austénite et de la martensite dans l'espace contrainte σ -température T.	24
2.14	Comportement élastoplastique d'un fil de NiTi, courbe retracée d'après la figure 45 de [Otsuka et Ren, 2005].	25
2.15	Diagrammes schématiques résultant d'un essai de traction effectué à une température où apparaît la phase R montrant : a) la courbe contrainte (σ)-déformation (ε) b) le domaine d'existence de la phase R dans l'espace contrainte (σ)-température (T).	27
2.16	Influence de la phase R sur un essai de traction d'un fil de NiTi d'après [Olbricht <i>et al.</i> , 2013]. Remarque : l'axe des déformations a été dilaté de 0 à 1,2% afin de mieux visualiser la transformation A-R.	27
2.17	Effet de ΔE_{el} et ΔE_{ir} sur les températures de transformation.	29
2.18	Séquences de transformation selon les phases en présence et les hystérésis a) A-M au refroidissement et M-A au réchauffement sans hystérésis b) A-M au refroidissement et M-A au réchauffement c) A-R-M au refroidissement et M-R-A au réchauffement d) A-R-M au refroidissement et M-A au réchauffement.	31
2.19	Mesures DSC sur deux échantillons issus a) d'une plaque NiTi montrant les transformations A-M et M-A, b) d'un tube NiTi montrant les transformations A-R-M et M-R-A d'après [Schlosser, 2008].	33
2.20	Mesures DMA réalisées en flexion sur une plaque NiTi pendant le refroidissement et le réchauffement (déformation dynamique de 3.10^{-4} et vitesse de refroidissement $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$) d'après [Liu et van Humbeeck, 1997].	34
2.21	Graphe résumant les différents comportements d'un AMF NiTi dans l'espace contrainte-déformation-température d'après [Mahmud, 2008].	35
3.1	Essais de traction effectués à température ambiante sur le fil superélastique FTW NiTi# 1-SE et le fil brut d'étrirage FTW NiTi# 1-CW.	39
3.2	Mesure DSC réalisée entre 100°C et -100°C à une vitesse de refroidissement/chauffage de 10°C par minute.	39
3.3	Description du dispositif expérimental Eplexor® [Gabo, 2014].	40
3.4	Description de l'essai DMA-BT	42
3.5	Essai DMA-BT effectué sur un fil d'acier C90.	43
3.6	Essai DMA-BT sous une contrainte $\sigma_{stat}=300$ MPa sur le fil SE. a) Mesure du module de conservation E' , b) mesure du facteur d'amortissement $\tan \delta$	44
3.7	Description de l'essai DMA-BS.	45
3.8	Essai DMA-BS effectué sur un fil d'acier C90.	45

3.9	Essai DMA-BS sur le fil SE à une température de 40°C. a) mesures du module de conservation E' et de la contrainte σ b) mesure du facteur d'amortissement $\tan \delta$	46
3.10	Répétabilité des mesures DMA sur les courbes a) contrainte-déformation, b) module de conservation-déformation.	48
3.11	Influence du serrage des mors sur les courbes a) courbes "contrainte-déformation", b) courbes module de "conservation-déformation".	48
3.12	Influence du ventilateur sur les courbes, a) "contrainte-déformation b) module de conservation-déformation".	49
3.13	Influence de la fréquence des DMA sur les essais a) courbes "contrainte-déformation", b) courbes "module de conservation-déformation".	50
3.14	Influence de la fréquence sur les essais DMA-BT.	50
3.15	Importance des amplitudes $\Delta\varepsilon_{stat}$ et ε_{dyn} lors d'un essai DMA-BS.	51
3.16	Illustration de l'influence de $\Delta\varepsilon_{stat}$ et ε_{dyn} sur la mesure des contraintes lors d'un essai DMA-BS.	52
3.17	Influence du cyclage a) courbes "contrainte-déformation" b) courbes module de "conservation-déformation".	52
3.18	Chronogramme des essais DMA-BS.	53
3.19	Chronogramme des essais DMA-BT.	55
3.20	Résultats des essais DMA-BS à 60°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 0,74\%$).	57
3.21	Résultats des essais DMA-BS à 40°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 0,7\%$).	58
3.22	Résultats des essais DMA-BS à 80°C a) lors d'une charge-décharge b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 0,7\%$).	58
3.23	Résultats des essais DMA-BS à 100°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 1\%$).	58
3.24	Résultats des essais DMA-BS à 20°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 0,58\%$).	60
3.25	Résultats des essais DMA-BS à 0°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 0,73\%$).	61
3.26	Résultats des essais DMA-BS à -20°C a) lors d'une charge-décharge b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 6,4\%$).	61
3.27	Résultats des essais DMA-BS lors d'une charge-décharge à T=-40°C.	61
3.28	Résultats des essais DMA-BS lors d'une charge-décharge à T=-80°C.	62
3.29	Résultats des essais DMA-BS a) lors d'une charge-décharge à T=-60°C b) lors de la rupture à T=-100°C.	63
3.30	Résultats des essais DMA-BT sous une contrainte de 50 MPa.	65
3.31	Résultats des essais DMA-BT sous une contrainte de 100 MPa.	65
3.32	Essai DMA-BT sous une contrainte de 200 MPa au refroidissement et 300MPa au chauffage.	67
3.33	Essai DMA-BT sous une contrainte de 300 MPa.	67
3.34	Essai DMA-BT sous une contrainte de 390 MPa.	68
3.35	Essai DMA-BT sous une contrainte de 490 MPa.	68

3.36	Essai DMA-BT sous une contrainte de 590 MPa.	69
3.37	Essai DMA-BT sous une contrainte de 790 MPa.	70
3.38	Essai DMA-BT sous une contrainte de 990 MPa.	71
3.39	Essai DMA-BS effectué sur le fil CW à une température de 27°C.	72
3.40	Essai DMA-BT effectué sur le fil CW sous une contrainte de 100 MPa.	73
3.41	Tracé des points caractéristiques lors du chargement a) identification des phases, b) estimation des températures de transformation.	76
3.42	Tracé des points caractéristiques lors du déchargement a) identification des phases, b) estimation des températures de transformation.	77
3.43	a) Tracé des points caractéristiques et identification des changements de phase lors du refroidissement b) Schéma simplifié.	81
3.44	a) Tracé des points caractéristiques et identification des changements de phase lors du chauffage b) Schéma simplifié.	82
3.45	Séquence de transformation au refroidissement sous contrainte nulle déterminée à partir des essais DMA-BT.	86
3.46	Séquence de transformation au chauffage sous contrainte nulle déterminée à partir des essais DMA-BT.	87
3.47	Evolution de E' dans l'espace contrainte-température lors d'un chargement. . .	89
3.48	Evolution de E' dans l'espace contrainte-température lors de la décharge. . . .	90
3.49	Evolution de E' dans l'espace contrainte-température lors du refroidissement. .	91
3.50	Evolution de E' dans l'espace contrainte-température lors du chauffage.	92
3.51	Définition des quatre zones d'évolution du module de conservation pendant un essai DMA-BS tracé en fonction de la déformation ε	95
3.52	Définition des quatre zones d'évolution du module de conservation en fonction de la contrainte σ pendant un essai DMA-BS-60 lors d'un chargement jusqu'à rupture.	95
3.53	Définition des trois zones d'évolution du module de conservation en fonction de la déformation ε pendant un essai DMA-BS-60 jusqu'à 10% de déformation. .	96
3.54	Définition des trois zones d'évolution du module de conservation en fonction de la contrainte σ pendant un essai DMA-BS-60 jusqu'à 10% de déformation. .	96
3.55	Définition des trois zones d'évolution du module de conservation en fonction de la déformation ε pendant un essai DMA-BS-60 lors de la décharge jusqu'à contrainte nulle.	97
3.56	Définition des trois zones d'évolution du module de conservation en fonction de la contrainte σ pendant un essai DMA-BS-60 lors de la décharge jusqu'à contrainte nulle.	98
3.57	Mesures contrainte-déformation globale et déformation locale le long d'un fil NiTi lors d'une charge/décharge avant la fin du plateau - Reproduction auto- risée par Vincent Delobelle.	99
3.58	Illustration d'une déformation uniforme lors d'un essai DMA-BS.	100
3.59	Fonction d'interpolation pour l'évolution de E' en fonction de la contrainte pour la zone (I).	101
3.60	Interpolation du module E' sur les zones (I) et (III) pour l'essai DMA-BS à 60°C lors de la charge.	102

3.61	Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (I) et (III) pour l'essai à 80°C lors de la charge.	102
3.62	Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (I) et (III) pour l'essai à 100°C lors de la charge.	103
3.63	Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (I) et (III) pour l'essai à 40°C lors de la charge.	103
3.64	Fonction d'interpolation pour l'évolution de E' en fonction de la contrainte pour les zones (III) et (IV).	105
3.65	Comparaison du modèle d'évolution de E' sur les zones (III) et (IV) des essais effectués jusqu'à rupture à partir de l'essai effectué à 60°C jusqu'à 10% de déformation.	105
3.66	Illustration du phénomène de localisation lors d'un essai DMA-BS.	106
3.67	Estimation de E' pour les zones (I), (II), (III) pour l'essai DMA-BS-60 lors de la charge jusqu'à 10% de déformation.	107
3.68	Estimation de E' pour les zones (I), (II), (III) pour l'essai DMA-BS-80 lors de la charge jusqu'à 10% de déformation.	108
3.69	Interpolation du module E' sur les zones (Id) et (IIIId) pour l'essai DMA-BS à 60 °C lors de la décharge.	109
3.70	Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (Id) et (IIIId) pour l'essai à 40°C lors de la décharge.	110
3.71	Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (Id) et (IIIId) pour l'essai à 80°C lors de la décharge.	111
3.72	Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (Id) et (IIIId) pour l'essai à 100°C lors de la décharge.	112
3.73	Estimation de E' pour les zones (Id), (IIId), (IIIId) pour l'essai DMA-BS-60 lors de la décharge.	113
3.74	Estimation de E' pour les zones (Id), (IIId), (IIIId) pour l'essai DMA-BS-80 lors de la décharge.	114
3.75	Les cinq zones d'évolution du module de conservation lors du refroidissement pendant un essai DMA-BT.	116
3.76	Résultats des essais DMA-BT sous une contrainte de 200 MPa lors d'un chauffage/refroidissement à haute température.	117
3.77	Evolution du module E' lors d'un essai DMA-BT sous 300 MPa comparaison modèle-expérience.	120
3.78	Evolution du module E' lors d'un essai DMA-BT sous 300 MPa comparaison modèle-expérience lors du chauffage.	120
3.79	Estimation de l'évolution de E' au refroidissement pour l'essai DMA-BT-490 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300M MPa.	122
3.80	Estimation de l'évolution de E' au refroidissement pour l'essai DMA-BT-100 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300 MPa.	123
3.81	Diagramme des changements de phase au refroidissement.	124
3.82	Estimation de l'évolution de E' au refroidissement pour l'essai DMA-BT-990 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300 MPa.	125

4.1	Evolution de M_s en fonction du pourcentage atomique de Ni d'après résultats expérimentaux (points) et par calcul thermodynamique (ligne) d'après [Tang, 1997].	128
4.2	Effet de la température de recuit (annealing) sur les températures de transformation pour un alliage NiTi équiatomique après écrouissage à froid [Liu et McCormick, 1994].	129
4.3	Effet de la température d'essai sur le comportement mécanique d'un alliage NiTi équiatomique après étirage à froid a) recuit à 1273 K puis 673 K, b) recuit à 673 K [Miyazaki et Ohmi, 1982].	130
4.4	Evolution des précipités dans un alliage NiTi riche en Ni durant les traitements de vieillissement [Zheng <i>et al.</i> , 2008].	131
4.5	Evolution des températures de transformation de phase en fonction de la température de traitement pour un alliage TiNi 50,9at% [Jiang <i>et al.</i> , 2009].	131
4.6	Effet de la durée de traitement sur les températures R_s , M_s pour un alliage Ti-51Ni et Ti-52.6Ni d'après [Otsuka et Ren, 2005].	132
4.7	Influence de la durée et de la température de traitement sur a) la température A_f , b) la contrainte plateau, c) la contrainte de rupture d'après [Pelton <i>et al.</i> , 2000]. Les traitements thermiques sont effectués sur un fil brut d'étirage à froid suivi d'un traitement de "straight annealing" entre 450°C et 550°C sous une contrainte de 35-100 MPa.	133
4.8	Identification des données caractéristiques sur les essais de traction.	135
4.9	Evolution des contraintes lors de la première charge-décharge a) σ_c en fonction de la durée de TTH, b) σ_c en fonction de la température de TTH, c) σ_d en fonction de la durée de TTH, d) σ_d en fonction de température de TTH e) σ_c - σ_d en fonction de la durée de TTH, f) σ_c - σ_d en fonction de la température de TTH.	137
4.10	Evolution des déformations lors de la première charge-décharge a) ε_{pl} en fonction de la durée de TTH, b) ε_{pl} en fonction de la température du TTH, c) ε_{res} en fonction de la durée de TTH, d) ε_{res} en fonction de la température du TTH.	138
4.11	Evolution des plateaux entre première et seconde charge a) σ_c - σ_{cr} en fonction de la durée de TTH, b) σ_c - σ_{cr} en fonction de la température de TTH, c) ε_{plr} en fonction de la durée de TTH, d) ε_{pl} - ε_{plr} en fonction de la température de TTH.	139
4.12	Evolution de la contrainte et déformation à la rupture a) σ_r en fonction de la durée de TTH, b) σ_r en fonction de la température de TTH, c) ε_r en fonction de la durée de TTH, d) ε_r en fonction de la température de TTH.	140
4.13	Essais DMA-BT de référence sur le fil CW sous 100MPa et 300MPa.	142
4.14	Essais DMA-BT sous 100MPa et 300MPa pour un TTH effectué à 350°C pendant 30 min.	143
4.15	Essais DMA-BT sous 100 MPa et 300 MPa pour un TTH effectué à 450°C pendant 30 min.	144
4.16	Influence des TTH sur les températures de transformation sous contrainte.	147
4.17	Influence des TTH sur les températures de transformation au refroidissement sous contrainte nulle.	148

4.18	Influence des TTH sur les températures de transformation au chauffage sous contrainte nulle.	148
4.19	Influence des TTH sur les températures de transformation.	149
4.20	Gamme de comportement en traction atteignable en fonction des traitements thermiques.	150
5.1	Evolution de la courbure de l'extrémité de l'aiguille en fonction des TTH appliqués à l'insert.	152
A.1	TTH 350-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	155
A.2	TTH 350-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	156
A.3	TTH 350-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	156
A.4	TTH 400-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	156
A.5	TTH 400-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	157
A.6	TTH 400-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	157
A.7	TTH 450-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	157
A.8	TTH 450-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	158
A.9	TTH 450-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	158
A.10	TTH 500-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	158
A.11	TTH 500-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	159
A.12	TTH 500-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	159

A.13 TTH 550-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	159
A.14 TTH 550-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	160
A.15 TTH 550-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.	160
B.1 Principe du chauffage par induction figure extraite du site de la société Ambrell spécialiste du chauffage par induction de précision - http://www.ambrell.fr/	162
B.2 Principe du chauffage par courant électrique et effet Joule.	162
B.3 Dispositif utilisé pour les TTH par effet Joule.	163
B.4 Résultats en contrainte-déformation des TTH par courant électrique et effet Joule.	165
B.5 Module d'Young des zones élastiques linéarisées entre 0 et 0,5% de déformation.	166
B.6 Principes physiques en jeu lors d'un traitement thermique aux laser [Steen et Mazunder, 2010].	167
B.7 Laser de soudure Select de la marque Rofin®.	169
B.8 Dispositif pour la réalisation des TTH laser a) angle d'incidence du faisceau avec la génératrice supérieure du fil b) montage hexagonal pour le traitement suivant 6 génératrices c) trajectoire imposée le long du fil.	169
B.9 Aspect des fils CW après les TTH Laser.	170
B.10 Aspect des fils CW après les TTH Laser.	171
B.11 Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL6 effectué sur la zone centrale L_{TTH}	172
B.12 Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL6 effectué sur la zone centrale L_{TTH}	173
B.13 Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL2 effectué sur la zone centrale L_{TTH}	174
B.14 Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL2 effectué sur la zone centrale L_{TTH}	174
B.15 Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL3 effectué sur la zone centrale L_{TTH}	175
B.16 Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL3 effectué sur la zone centrale L_{TTH}	175

Liste des Symboles et Abréviations

Abréviation	Description	Définition
A	Austénite	page 15
M	Martensite	page 15
R	Phase R	page 26
A_s	Température de début de transformation M-A	page 21
A_f	Température de fin de transformation M-A	page 19
AMF	Alliage à Mémoire de Forme	page 8
δ	Déphasage	page 41
ΔE_{el}	Energie élastique de déformation	page 28
$\Delta \varepsilon_{stat}$	Pas de déformation statique	page 42
ΔE_{ir}	Energie irréversible dissipée	page 28
ΔG	Variation d'énergie libre	page 28
ΔS	Variation d'entropie	page 28
DIC	Digital Image Correlation	page 170
DMA	Dynamic Mechanical Analysis	page 32
DMA-BS	Essai de DMA avec balayage statique isotherme	page 40
DMA-BT	Essai de DMA avec balayage en température sous contrainte	page 40
d_s	Diamètre du spot laser	page 168
DSC	Differential Scanning calorimetry	page 32
E'	Module de conservation	page 41
E_A	Module d'élasticité de l'austénite	page 20
E_M	Module d'élasticité de la martensite	page 20
ε_{tr}	Déformation de transformation	page 20
ε_{dyn}	Amplitude des oscillations dynamiques	page 40
ε_{stat}	Déformation statique	page 40
f	fréquence du cycle dynamique	page 40
f_l	fréquence du pulse laser	page 168
F_{dyn}	Force dynamique	page 42
f_m	Fraction de martensite	page 28
F_{stat}	Force statique	page 42
J	Densité d'énergie du faisceau laser	page 168

Abréviation	Description	Définition
M_s	Température de début de transformation A-M	page 21
M_f	Température de fin de transformation A-M	page 18
NiTi	Alliage de Nickel Titane	page 8
P	Puissance du tir laser	page 168
R_s	Température de début de transformation A-R	page 21
R_f	Température de fin de transformation A-R	page 18
$\sigma_{s(RMV)}$	Contrainte de début de réorientation des variantes de martensite	page 22
$\sigma_{f(RMV)}$	Contrainte de fin de réorientation des variantes de martensite	page 22
$\sigma_{s(SIMT)}$	Contrainte de début de plateau au chargement	page 20
$\sigma_{f(SIMT)}$	Contrainte de fin de plateau au chargement	page 20
$\sigma_{s(RSIMT)}$	Contrainte début de plateau au déchargement	page 20
$\sigma_{f(RSIMT)}$	Contrainte de début de plateau au chargement	page 20
SIMT	Stress Induced Martensite Transformation	page 20
$\tan \delta$	facteur d'amortissement	page 41
T_{A-M}	Température de transformation d'austénite vers martensite	page 26
T_{A-R}	Température de transformation d'austénite vers phase R	page 26
T_{M-A}	Température de transformation de martensite vers austénite	page 26
T_{M-R}	Température de transformation de martensite vers phase R	page 26
T_{R-A}	Température de transformation de phase R vers austénite	page 26
T_{R-M}	Température de transformation de phase R vers martensite	page 26
T_{pl}	Temps du pulse laser	page 168
TTH	Traitement thermique	page 12
TTHE	Traitement thermique électrique par effet Joule	page 162
TTHL	Traitement thermique par Laser	page 167



Introduction générale

De nombreux gestes médicaux utilisent des aiguilles pour des injections ou des prélèvements de type ponction ou biopsie. Ces aiguilles peuvent atteindre 20 cm de longueur et 2,5 mm de diamètre. Actuellement, les médecins sont souvent confrontés à un problème de contrôle de trajectoire pour atteindre leur cible en évitant des obstacles. A l'instar des endoscopes souples qui empruntent généralement les voies naturelles, les médecins sont à la recherche d'une aiguille déformable à trajectoire modifiable lors de la traversée des différents tissus.

Le chapitre 1 présente le contexte et la problématique de cette aiguille, puis à partir du cahier des charges défini par les médecins une solution de principe est proposée. Cette solution a fait l'objet d'un brevet, elle repose sur l'activation de l'extrémité de l'aiguille par un insert précourbé et des variations de rigidités locales sur l'insert et/ou l'aiguille. Plusieurs configurations sont proposées et expliquées. Du point de vue réalisation, les nombreuses contraintes flexibilité, résistance, bio-compatibilité ont fait apparaître que les alliages à mémoires de forme de type Nickel-Titane étaient particulièrement adaptés. Ces alliages à mémoire de forme sont des alliages à transformation de phase, ils ont des propriétés très intéressantes dont la superélasticité et la biocompatibilité, mais ont un comportement thermomécanique plus complexe que les alliages métalliques classiques.

Le chapitre 2 est consacré à l'étude bibliographique des alliages Nickel-Titane. Les mécanismes de transformations entre les différentes phases (Austénite, Martensite, Phase R) sont présentés ainsi que les comportements thermomécaniques associés. Finalement, les méthodes expérimentales classiques permettant de caractériser le comportement thermomécanique d'un alliage de type Nickel-Titane sont présentés.

Le chapitre 3 propose une méthode expérimentale originale pour caractériser les alliages à mémoire de forme. Cette méthode repose sur l'utilisation d'un dispositif expérimental non conventionnel composé d'une machine de traction classique associée à un module permettant de faire des mesures et analyses mécaniques dynamiques (DMA ou viscoanalyseur). L'association de ces deux machines d'essais permet de faire des analyses dynamiques au cours d'un essai de traction et au cours d'un balayage en température sous contrainte. Bien que ce dispositif ne soit pas dédié à l'étude des alliages à mémoire de forme,

il est très adapté à ces alliages car il est possible de détecter les nombreux phénomènes présents dans ces alliages : élasticité, transformation de phase, réorientation, localisation, plasticité. Après avoir validé le dispositif expérimental, les résultats des mesures effectués sur un fil commercial de NiTi sont présentés et analysés. L'analyse de l'évolution du module de conservation permet de définir les domaines d'existence des phases en fonction de la contrainte et de la température. A partir des températures de transformation de phases sous contrainte, les dépendances des contraintes de transformation ainsi que les températures de transformation de phase à contrainte nulle sont déduites, puis une étude thermodynamique permet d'en déduire les séquences de transformations à contrainte nulle.

Des valeurs de modules d'élasticité de l'austénite, de la martensite et de la phase R sont proposées et comparées aux données de la littérature. Enfin, des modèles d'évolution du module de conservation lors d'un essai de traction et d'un balayage en température ont été proposés. A partir d'un essai de traction isotherme avec DMA, le modèle permet de prédire l'évolution du module élastique en fonction de la déformation et/ou contrainte pour d'autres températures.

L'application aiguille nécessite de modifier localement les caractéristiques mécaniques des éléments constitutifs. Il est envisagé de les modifier par des traitements thermiques localisés. **Le chapitre 4** aborde l'étude des effets des traitements thermiques de type vieillissement sur un fil NiTi étiré à froid par mesures DMA. Après une courte bibliographie sur les traitements thermiques des alliages de NiTi, une gamme de traitements thermiques (temps/températures) a été réalisée sur un fil NiTi de 0,5 mm de diamètre. Les propriétés thermomécaniques ont été investiguées à la fois par des essais de traction isothermes et des mesures dynamiques avec balayage en température sous contrainte. Enfin, des essais exploratoires de traitements thermiques localisés par effet joule et laser sont présentés.

L'aiguille médicale

1.1 Introduction

1.1.1 Les principaux gestes médicaux nécessitant une aiguille

De nombreuses procédures médicales percutanées nécessitent l'utilisation d'aiguilles soit pour des prélèvements, soit pour des injections de produit. De manière générale, cela consiste à insérer une aiguille en visant une cible préalablement identifiée par imagerie ou palpation. Lors de son insertion, l'aiguille traverse la peau et différents tissus avant d'atteindre la cible. Pour les prélèvements, on différencie les cyto-ponctions et les biopsies.

- Les cyto-ponctions consistent à prélever par aspiration à l'aide d'une aiguille fine des cellules contenues dans un organe, le plus souvent en profondeur. L'aiguille étant fine, la cyto-ponction se réalise sans anesthésie. Un nombre limité de cellules peut être prélevé, mais plusieurs prélèvements au même endroit peuvent être réalisés à condition de diriger différemment l'aiguille.
- Les biopsies sont des prélèvements qui se réalisent avec une aiguille de gros diamètre sous anesthésie locale ou générale. On prélève un fragment de tissu (une carotte). Un nombre plus important de cellules peut être prélevé par cette méthode.

Ces gestes permettent de réaliser des diagnostics positifs (tumeurs, infection, inflammation) ou des caractérisations histologiques (bénignité ou malinité, grade tumoral, éléments pronostiques).

1.1.2 Les aiguilles utilisées

Selon la dureté des tissus à traverser, les diamètres des aiguilles peuvent varier de 0,3 mm à 2,5 mm. Selon la profondeur de la cible à atteindre, les longueurs peuvent varier de 2 cm à 30 cm. La figure 1.1 montre une aiguille comportant un pieu (ou insert) à l'intérieur afin d'être rigidifiée et/ou d'éviter le carottage des tissus lors de l'insertion. D'autres aiguilles, comme les aiguilles pour biopsie sont composées d'un insert avec un mécanisme de guillotine permettant de prélever les tissus. Son principe est décrit figure 1.2. Lorsque la cible est atteinte, l'insert sort de l'aiguille laissant apparaître une encoche

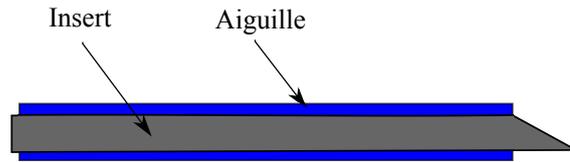


FIGURE 1.1: Aiguille avec insert.

qui sera comblée par les tissus à prélever, puis l'insert est rentré à nouveau à la manière d'une guillotine afin que le prélèvement reste stocké à l'intérieur de l'aiguille.

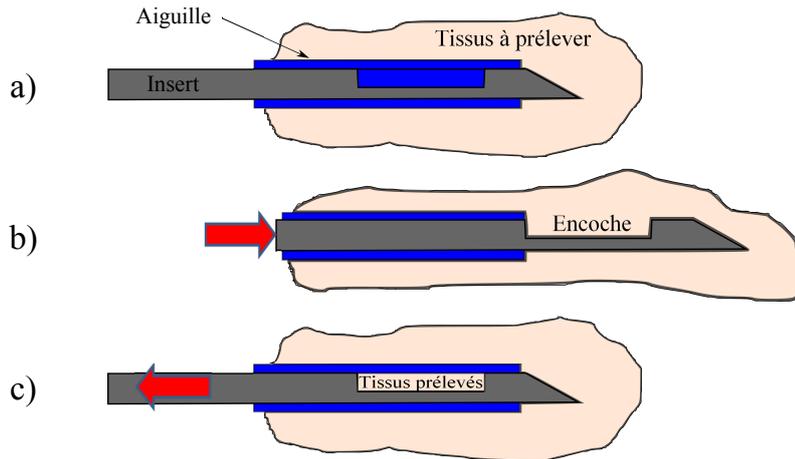


FIGURE 1.2: Principe de prélèvement avec une aiguille à "guillotine" : a) mise en place de l'aiguille b) avancée de l'insert c) prélèvement après guillotinage du tissu.

Les aiguilles sont généralement biseautées à leur extrémité pour faciliter l'insertion, il existe différents types de biseaux la plupart asymétriques. La figure 1.3 montre les principaux types.

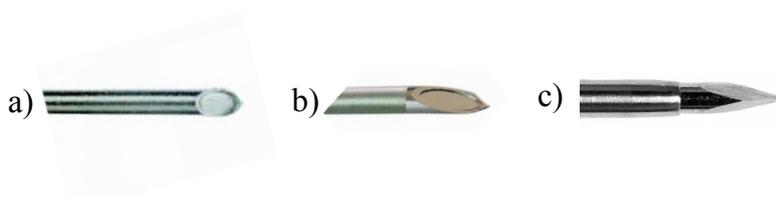


FIGURE 1.3: Exemples d'extrémités d'aiguille a) biseau à 45° b) biseau à 22° c) biseau symétrique de type "Franseen".

1.2 Problématique

Ces procédures médicales percutanées, nécessitent de connaître la trajectoire et la position de l'extrémité de l'aiguille lors de son insertion. La connaissance de la trajectoire est primordiale pour éventuellement éviter des organes/obstacles avant d'atteindre la cible. Des outils de navigation utilisant des modalités d'imagerie variées (Scanner, IRM,

échographie) sont à la disposition des radiologues. Ces outils reposent sur l'hypothèse d'indéformabilité de l'aiguille lors de son insertion, cette hypothèse est loin d'être vérifiée. La déviation peut être provoquée par le profil asymétrique de certaines aiguilles, et/ou les tissus traversés. De nombreuses études sont en cours pour étudier les efforts d'interaction entre aiguille et tissus traversés lors des procédures percutanées [Abolhassani *et al.*, 2007; Robert, 2013; Robert *et al.*, 2013]. Les efforts exercés par les tissus traversés sur les aiguilles aux biseaux asymétriques font fléchir l'aiguille et peuvent modifier sa trajectoire comme décrit sur la figure 1.4 et sont à prendre en compte pour le guidage [Alterovitz *et al.*, 2005; Kataoka *et al.*, 2001]. Parfois le médecin utilise la déformation de l'aiguille

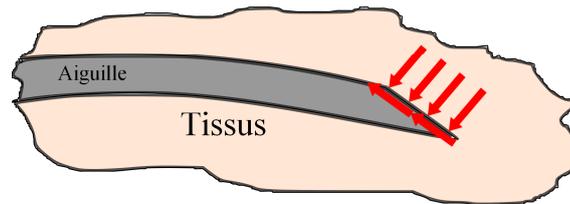


FIGURE 1.4: Efforts générés sur la partie biseautée de l'aiguille lors de l'insertion.

pour éviter des zones à risque et choisir une trajectoire optimale. Il peut par exemple déformer l'aiguille de manière permanente (en dépassant sa limite élastique), afin qu'elle soit courbée avant son insertion. Dans d'autres cas il utilise le fait que l'aiguille se déforme lors de son insertion (asymétrie du biseau, hétérogénéité des tissus,...) pour prévoir une trajectoire non rectiligne. Le médecin radiologue doit utiliser des dispositifs d'imageries pour visualiser la position de l'aiguille à intervalles réguliers jusqu'à atteindre la cible comme illustré sur la figure 1.5. Même si les dispositifs d'imagerie ont fortement progressé ces dernières années, il est difficile de localiser complètement l'aiguille, voire d'identifier l'extrémité de l'aiguille en particulier lors de l'utilisation de l'échographie. Notamment, il peut y avoir une confusion si le plan de coupe échographique ne contient pas l'extrémité de l'aiguille. Lors de l'utilisation du scanner, la mauvaise visualisation ou un changement de trajectoire nécessitera une augmentation du nombre de clichés, ce qui exposera le patient et le radiologue à des radiations supplémentaires. Enfin, en cas de mauvaise trajectoire, il est impossible de la corriger et une nouvelle insertion est alors nécessaire.

1.3 Projet GAME-D

Afin de résoudre cette problématique un projet a été déposé en 2011 à l'Agence Nationale de la Recherche dans le domaine TEChnologie pour la SANté et l'autonomie (TEC-SAN). Ce projet nommé **GAME-D** (**G**uidage d'une **A**iguille **M**édicale instrumentée - **D**éformable) et coordonné par Alexandre Moreau-Gaudry (PU-PH-Laboratoire TIMC-IMAG) a été accepté en 2012 et a débuté le 1^{er} février 2013.

Ce projet a pour premier objectif de concevoir une aiguille instrumentée à base de jauges de déformation micro gravées sur la surface de l'aiguille [Yang, 2011]. A partir de l'analyse de ces mesures il est envisageable de reconstruire la forme réelle de l'aiguille et de positionner virtuellement sa forme sur les images du patient. On pourra ainsi localiser

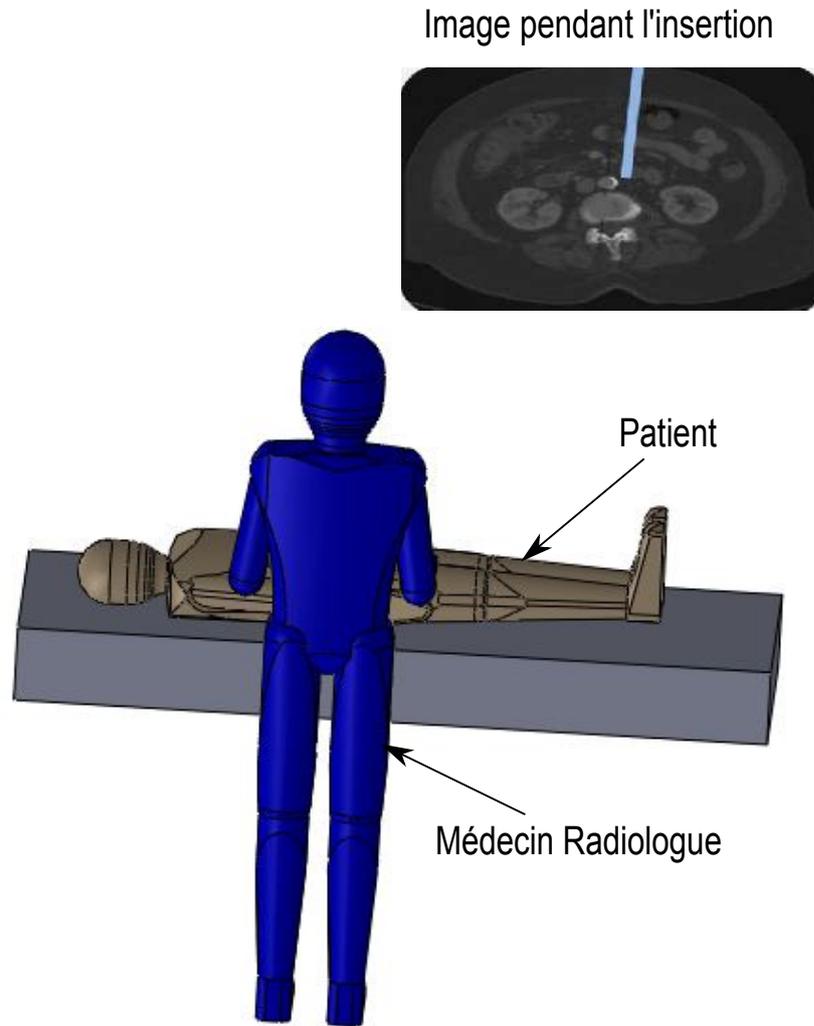


FIGURE 1.5: Radiologue utilisant l'imagerie durant l'insertion de l'aiguille.

l'aiguille toute entière et en particulier son extrémité par rapport à des organes à éviter ou la cible à atteindre.

Le second objectif est de rendre active l'aiguille au cours de l'insertion, et de la piloter en temps réel afin de corriger une trajectoire ou d'éviter des obstacles. Un exemple est présenté sur la figure 1.6. Des dispositifs pilotables comme les endoscopes souples sont déjà utilisés en imagerie médicale et font l'objet de développements [Abadie *et al.*, 2009; Fischer *et al.*, 1999; Sars *et al.*, 2010], mais ils sont réservés aux voies naturelles, alors que les aiguilles médicales doivent naviguer dans les différents tissus. Les endoscopes souples ou flexoscopes ont des diamètres de 3 mm à 13 mm alors que les aiguilles ont des diamètres de 0,3 mm à 2,5 mm. Ces différences font que les solutions constructives adoptées pour les endoscopes ne sont pas transposables aux aiguilles médicales.

Pour trouver une solution de principe adaptée aux aiguilles médicales, une étude fonctionnelle et un cahier des charges ont été établis avec les médecins radiologues.

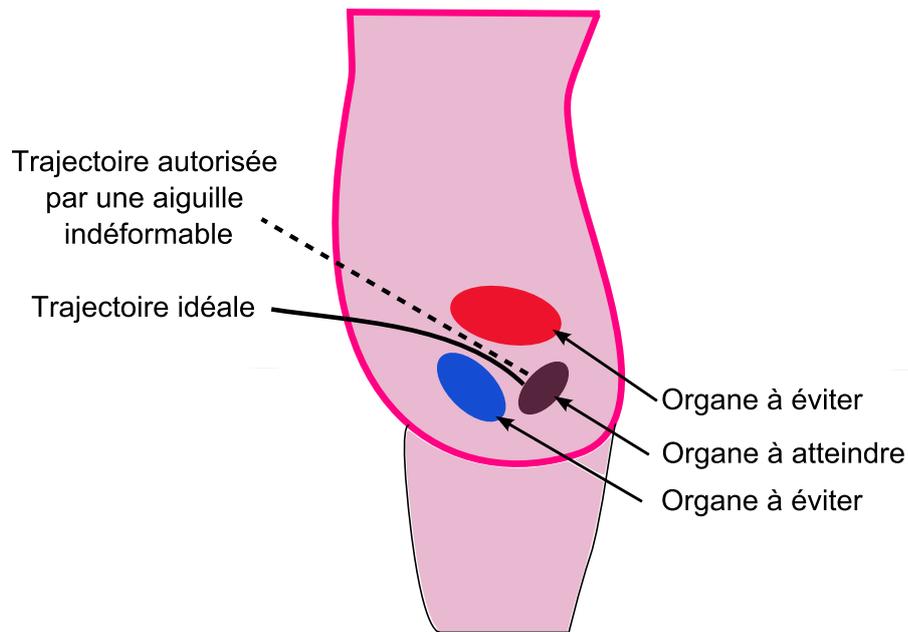


FIGURE 1.6: Exemple d'insertion d'aiguille avec correction de trajectoire.

1.4 Cahier des charges pour le dispositif de correction de trajectoire

Afin de définir le cadre d'étude pour concevoir une aiguille pilotable, une analyse fonctionnelle a été effectuée en concertation avec les médecins radiologues. L'utilisation d'un diagramme pieuvre illustré sur la figure 1.7 a permis de déterminer les fonctions essentielles à assurer. Ces fonctions sont classées en deux types, les fonctions dites principales (Fp) et les fonctions dites d'adaptation (Fa). Pour chacune de ces fonctions, des critères et des niveaux chiffrés ont été définis, ils sont listés sur la figure 1.8. Il faut noter que les rayons de courbure et le nombre de plans de courbure illustrés sur la figure 1.9, sont les valeurs minimales exigées par les médecins pour couvrir la majorité des besoins, mais des rayons de courbure plus petits et des plans de courbure plus nombreux sont envisageables pour des cas encore plus extrêmes.

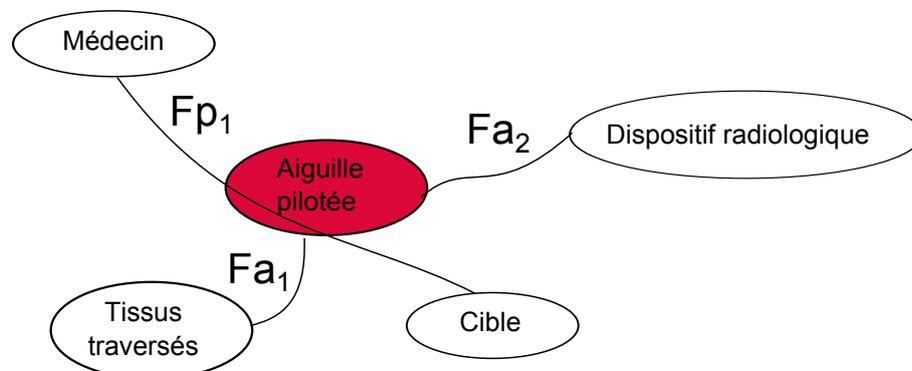


FIGURE 1.7: Analyse fonctionnelle, diagramme pieuvre.

Fonction	Nom	Critères et Niveaux
Fp₁	Permettre au médecin d'atteindre une cible en pilotant une aiguille	Diamètre aiguille < 2 mm Longueur aiguille de 3 à 25 cm Taille cible >1 mm Profondeur cible < 20 cm Jusqu'à 2 plans de courbure Rayon de courbure > 10 mm Précision de positionnement de la pointe ≈ 1 mm
Fa₁	S'adapter aux tissus traversés	Biocompatibilité Rigidité des tissus de l'ordre du kPa
Fa₂	Ne pas perturber les dispositifs radiologiques	Norme CE 60601-1 et 2 concernant les champs magnétiques et électriques

FIGURE 1.8: Analyse fonctionnelle, tableau des fonctions et critères associés.

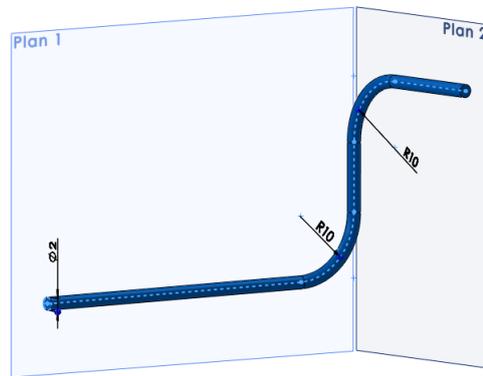


FIGURE 1.9: Exemple de configuration pour une aiguille de diamètre 2 mm avec 2 plans de courbure et des rayons de courbure de 10 mm.

1.5 Solution technique retenue

1.5.1 Aspect Matériaux

Le choix du matériau pour l'aiguille est fortement contraint. Comme le montre la figure 1.10, les rayons de courbure ρ souhaités et les diamètres d des aiguilles imposent une déformation de traction ε_{tract} qui vérifie l'équation :

$$\varepsilon_{tract} = \frac{d}{2\rho} \quad (1.1)$$

Les rayons de courbure et les diamètres imposés par le cahier des charges conduisent à une déformation de traction pouvant atteindre 10% pour $d=2$ mm et $\rho=10$ mm. La figure 1.11 montre les déformations élastiques classiques que l'on peut envisager atteindre avec un acier et un alliage de type Nickel-Titane (NiTi). Seul un alliage NiTi de type superélastique peut approcher cette valeur.

La biocompatibilité et la rigidité nécessaire pour traverser les tissus font que les alliages à mémoire de forme (AMF) de type NiTi présentent toutes les caractéristiques nécessaires pour proposer des solutions.

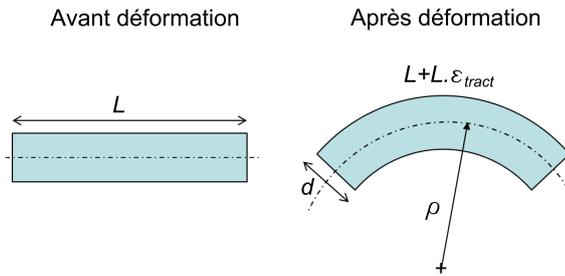


FIGURE 1.10: Relation entre rayon de courbure ρ , diamètre d , et déformation en traction ε_{tract} admissible par le matériau.

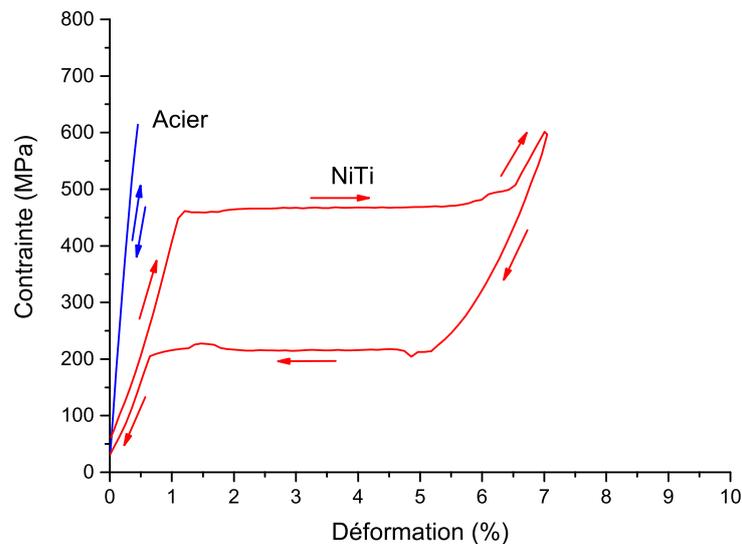


FIGURE 1.11: Comparaison des déformations en traction qu'il est possible d'obtenir avec un acier et un NiTi superélastique.

1.5.2 Quelles solutions pour imposer une trajectoire à l'aiguille ?

- On peut imaginer deux solutions pour déformer l'aiguille et influencer sa trajectoire :
- la première en disposant de mini-actionneurs le long de l'aiguille afin de la déformer au cours de l'insertion. Cette solution simple sur le principe est en réalité assez difficile à mettre en œuvre vis à vis de la taille d'une aiguille et des efforts à exercer.
 - la seconde solution consiste à actionner uniquement l'extrémité de l'aiguille. A l'image d'un vélo, il suffit de tourner la roue avant pour que le reste suive. Cela peut être réalisé par un biseau asymétrique [Webster, 2006] ou par une légère courbure [Wedlick et Okamura, 2009]. Le biseau est déjà parfois utilisé par les médecins, mais son orientation étant fixe, il n'est pas possible d'obtenir différentes trajectoires sauf en agissant sur la rotation de l'aiguille. Dans certaines procédures robotisées une rotation rapide de l'aiguille biseauté sur elle même lors de son insertion peut-être envisagée pour obtenir une trajectoire rectiligne [Dombre *et al.*, 2012].

La figure 1.12 représente la trajectoire d'une aiguille biseautée à 45° dans un échantillon de silicone. L'aiguille est d'abord insérée en translation horizontalement de 8,3 cm biseau vers le haut, puis tournée de 180° autour de l'axe x, et ensuite insérée jusqu'à 25 cm biseau vers le bas. Sur la première partie de l'insertion malgré le mouvement de translation imposé, l'aiguille suit une première courbure puis la courbure s'inverse lorsque le biseau a été tourné de 180° .

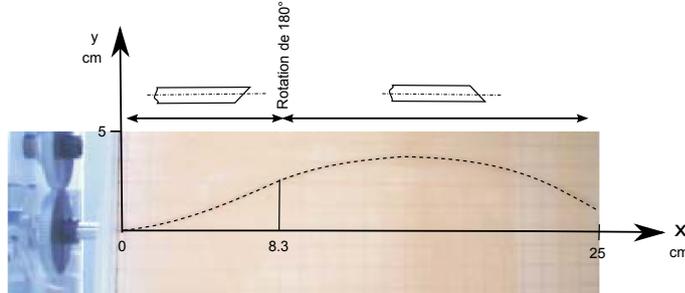


FIGURE 1.12: Trajectoire d'une aiguille biseautée à 45° lors de son insertion dans du silicone [Webster, 2006].

En courbant uniquement l'extrémité de l'aiguille, il est possible de la même manière d'influencer sa trajectoire, qui dépendra entre autres du rayon de courbure et de l'angle d'enroulement [Wedlick et Okamura, 2009]. La figure 1.13 montre les résultats d'essais d'insertion dans un Plastisol transparent, avec une aiguille en NiTi de diamètre 0,48 mm, et courbée avec un rayon de 15 mm selon un secteur angulaire d'angle β variant de 10° à 90° . On peut donc imaginer que si on est capable de faire varier la dimension du secteur angulaire présentant une courbure, il sera possible de faire varier la trajectoire de l'aiguille au cours de son insertion.

Bien évidemment les différents essais d'insertion décrits ci-dessus ont tous été réalisés avec des matériaux modèles homogènes de rigidité semblables aux tissus généralement traversés, mais ne peuvent retranscrire la complexité des tissus du vivant (hétérogénéité, anisotropie,...) qui influenceront la trajectoire.

1.5.3 Solution développée et brevet déposé

1.5.3.1 Le principe et les différentes configurations envisagées

Nous avons vu au paragraphe 1.1.2 que la plupart des aiguilles sont munies d'un insert rectiligne à l'intérieur afin d'éviter le carottage lors de l'insertion. La solution que l'on souhaite développer pour obtenir une aiguille active, consiste à courber plus ou moins l'extrémité de l'aiguille. La courbure sera réalisée par un insert pré courbé à son extrémité en le couissant à l'intérieur d'un tube faisant office d'aiguille. Selon le positionnement relatif de l'insert et du tube on souhaite réaliser des courbures plus ou moins importantes avec une configuration particulière où l'on aura une aiguille rectiligne. La première solution technique envisagée est décrite sur la figure 1.14. Cette solution est composée :

- d'une aiguille comportant une zone souple et d'une zone rigide de même longueur à l'extrémité. **La zone souple est obtenue par une réduction locale de la section du tube.**

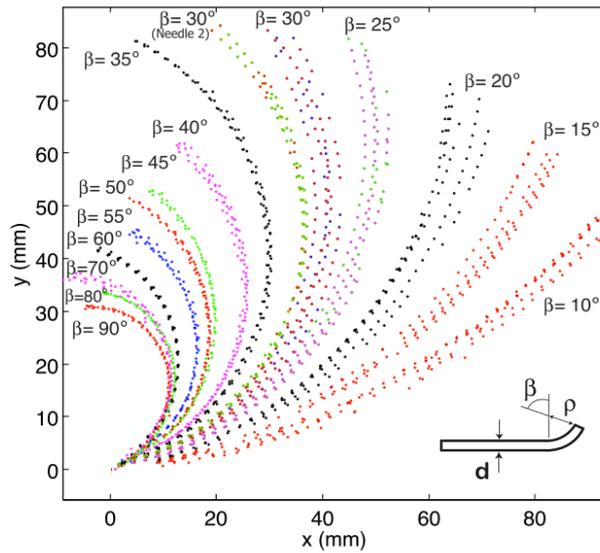


FIGURE 1.13: Différentes trajectoires de l'extrémité de l'aiguille en fonction de l'angle β du secteur angulaire courbé pour un diamètre d et un rayon de courbure ρ constants [Wedlick et Okamura, 2009].

- d'un insert comportant une zone courbée de longueur identique aux 2 zones de l'aiguille,

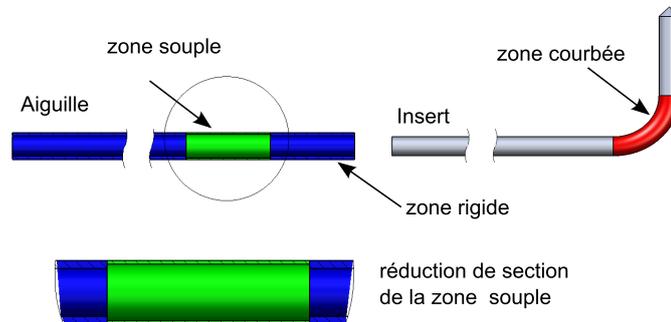


FIGURE 1.14: Principe à base d'une aiguille composée d'une modification de section et d'un insert précourbé.

La figure 1.15a montre une configuration où l'aiguille est droite grâce à la zone rigide de l'aiguille recevant la zone courbée de l'insert. La figure 1.15b montre une configuration où l'aiguille est courbée grâce à la zone souple de l'aiguille recevant la zone courbée de l'insert.

Cette solution reposant sur un changement local de rigidité en flexion de l'aiguille par un changement de section rencontre des problèmes d'ordre de fabrication et de fiabilité que l'on peut lister ci-dessous :

- difficulté de réaliser un changement de section à l'intérieur/extérieur de l'aiguille de manière industrielle,

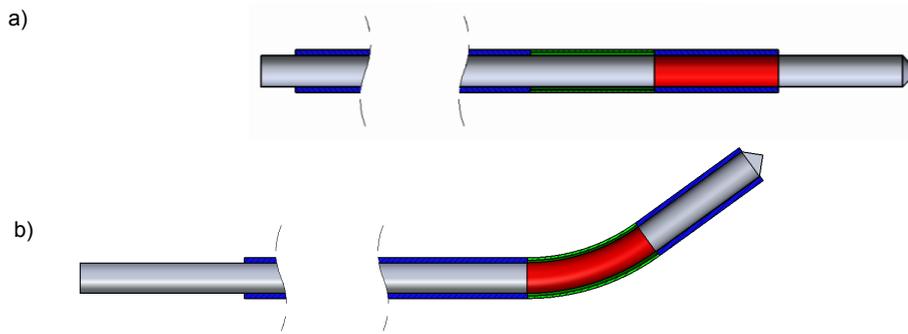


FIGURE 1.15: Exemple de positions relatives insert-aiguille pour obtenir une configuration a) droite b) avec courbure.

- un changement de section à l'intérieur peut provoquer un obstacle à l'insertion de l'insert,
- un changement de matériau imposerait une aiguille en plusieurs parties avec des soudures,

L'idée qui fait l'objet d'un brevet [Favier *et al.*, 2011] consiste à adapter les rigidités relatives des différentes zones de l'aiguille et de l'insert sans avoir à changer ni la section, ni le matériau, mais uniquement en changeant les propriétés locales des matériaux.

De nombreuses configurations sont envisagées. Une première configuration correspond à celle présentée sur la figure 1.15 en remplaçant la zone affaiblie par un changement de section par un traitement particulier sur le matériau affaiblissant sa rigidité.

Une deuxième configuration est détaillée sur la figure 1.16, elle repose sur des rigidités relatives qui concernent maintenant des portions cylindriques et non uniquement des parties annulaires. Comme précédemment, cette configuration permet de changer la courbure selon la position axiale de l'insert dans l'aiguille, mais la position angulaire relative provoquera aussi des courbures différentes. Avec cette configuration et selon les rigidités choisies, il sera possible d'obtenir soit une aiguille courbée, soit une aiguille rectiligne.

1.5.3.2 Comment obtenir des rigidités différentes ?

L'obtention de rigidités différentes sur des portions de l'aiguille/insert doit être compatible avec une production industrielle à un coût réduit, cela exclut les procédés de soudure de différents matériaux aux propriétés différentes. En revanche il est possible de modifier le comportement local de l'insert et/ou de l'aiguille en réalisant des traitements thermomécaniques locaux.

Les AMF à base de NiTi étudiés en détail aux chapitres 2,3 et 4 sont particulièrement adaptés comme illustré par la figure 1.17 qui montre les trois grands types de comportement qu'il est possible d'obtenir à partir d'un matériau à mémoire de forme. La courbe (1) correspond à un essai de traction d'un fil de NiTi brut d'étirage, avec un comportement élastique assez classique, avec cependant une très haute limite élastique en contrainte correspondant à des déformations entre 1% et 2%. La courbe (2) correspond au même fil ayant subi un Traitement THERmique (TTH) afin d'obtenir un comportement superélas-

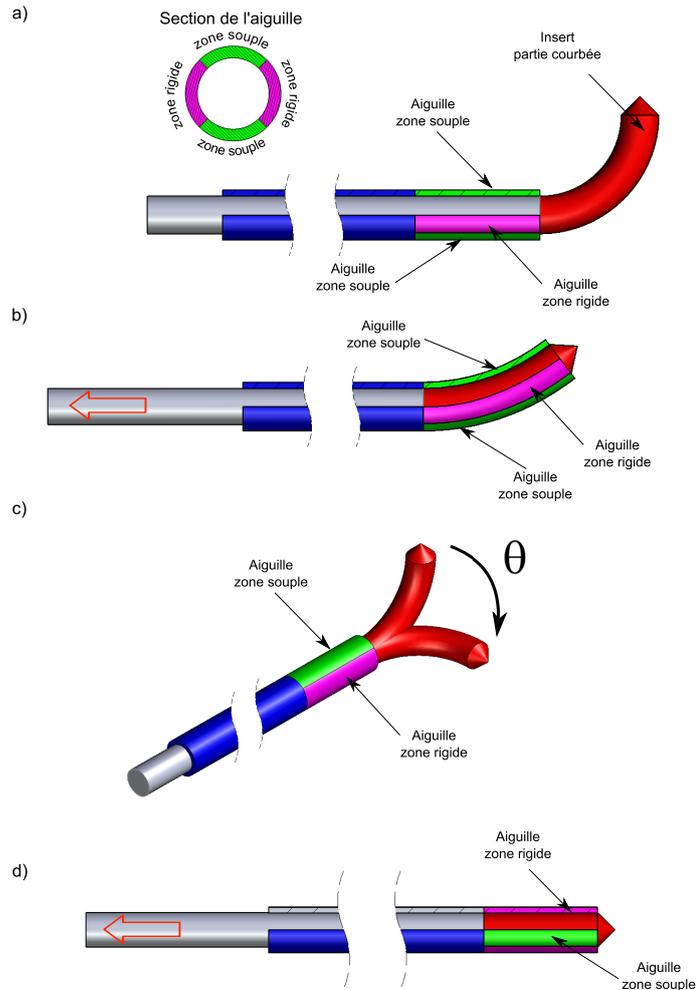


FIGURE 1.16: Modification de la courbure de l'aiguille par positionnement relatif de l'aiguille et de l'insert : a) insert sorti b) insert rentré c) rotation de l'insert de $\theta = 90^\circ$ d) insert rentré après rotation.

tique typique d'un AMF, dans ce cas un comportement réversible peut être obtenu jusqu'à 10% de déformation. La courbe (3) correspondant à un comportement de type élastoplastique, il peut être obtenu en appliquant un TTH différent. En appliquant le TTH adéquate uniquement dans la zone désirée il sera possible d'obtenir des comportements différents localement à la surface de l'aiguille.

1.6 Quelles sont les difficultés scientifiques et technologiques ?

Le développement de la solution de guidage proposée dans le brevet, assez simple dans le principe est en réalité confronté à des difficultés scientifiques et technologiques importantes. On peut lister en particulier les points suivants :

1. les comportements thermomécaniques complexes des AMF à base de NiTi,
2. les traitements thermomécaniques locaux sur des tubes/fils de faibles dimensions (effets de bords, technologie employée),

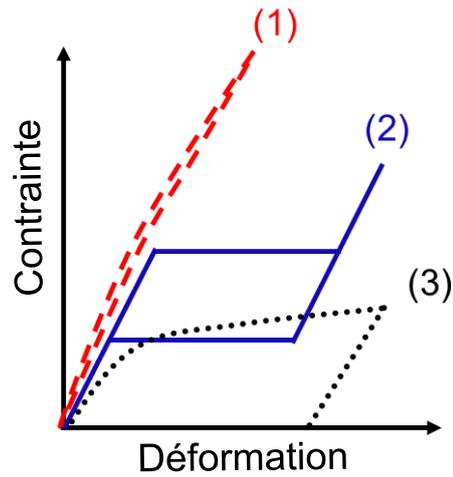


FIGURE 1.17: Différents types de comportements d'un alliage de NiTi : (1) loi élastique (2), loi superélastique (3), loi élastoplastique.

3. l'influence du frottement insert/aiguille et les efforts nécessaires, lors du guidage
4. l'interaction des tissus humains lors du déplacement de l'extrémité

Toutes ces difficultés font qu'il est impossible, à ce jour, de valider la solution de principe uniquement par des simulations sans des études expérimentales sur ces différents points. Dans ce manuscrit, seuls les trois premiers points seront abordés et font l'objet des chapitres suivants.

Les alliages à mémoire de forme à base de Nickel-Titane

2.1 Introduction

2.1.1 Historique et illustrations des principales propriétés des AMF

Historiquement, c'est en Suède, en 1932 que le premier alliage à mémoire de forme a été découvert grâce aux travaux du chimiste Arne Olander. C'était un alliage à base d'or-cadmium (Au-Cd) qui après avoir été déformé de manière apparemment permanente, avait la propriété de retrouver sa forme initiale s'il était chauffé au dessus d'une certaine température. Plus tard ce même effet fut observé dans les alliages à base de cuivre (Cu-Zn, Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni, Cu-Sn,...) et c'est en 1958 que le Nitinol [Kauffman, 1997] premier alliage à base de Nickel-Titane (NiTi) fut découvert et que les premières applications utilisant les propriétés des AMF ont vu le jour. Les deux principales propriétés de ces alliages par rapport aux métaux usuels sont l'effet mémoire mais aussi la superélasticité.

Le principe d'un AMF repose sur le fait que le matériau possède deux phases solides stables : l'austénite (A) stable au dessus d'une température caractéristique (T_c) et la martensite (M) stable en dessous de cette température. Cette température caractéristique peut être ajustée en fonction de la composition et/ou à l'aide de traitements thermiques.

Le matériau peut selon les conditions de température et de contrainte se transformer de (A) vers (M) ou de (M) vers (A). Ce sont ces transformations qui donnent lieu aux deux principales propriétés que sont l'effet mémoire et la superélasticité (ou pseudoélasticité). La figure 2.1 illustre ces deux propriétés.

L'effet mémoire est obtenu lorsque le matériau est en phase martensitique, c'est à dire en dessous de T_c , état noté (a) sur la figure 2.1. Si on le déforme en flexion jusqu'à un état (b) correspondant à une déformation en traction faible (bien inférieure à 1%) de la fibre supérieure et qu'on relâche il revient à son état initial (a). Si on continue de le déformer jusqu'à un état (c) correspondant environ à 6% de déformation, si la sollicitation est relâchée, il conserve une déformation permanente et reste dans l'état (d). Si on le chauffe au dessus de la température caractéristique T_c , il passe à l'état (h) en reprenant sa forme initiale et devient austénitique.

La superélasticité est obtenue lorsque le matériau est en phase austénitique, c'est à dire

au dessus d'une température T_c , état noté (e) sur la figure 2.1. Dans ce cas, le matériau peut être déformé jusqu'à environ 8-10% ce qui correspond à l'état (g) et reprendre sa forme initiale sans déformation permanente, alors qu'un métal classique ne peut prétendre à être déformé à plus de 0,5% sans déformation permanente ce qui correspond à l'état (f).

Une troisième propriété appelée effet mémoire à double sens peut apparaître à certaines conditions et correspond à l'aptitude à posséder une forme à haute température (en phase austénitique) et une autre forme à basse température (en phase martensitique). Le passage d'une forme à l'autre a de manière lieu réversible uniquement en changeant la température. On distingue deux types d'effets mémoire double sens :

- Effet mémoire double sens assisté décrit figure 2.2. Cela consiste à solliciter de manière élastique le matériau lorsqu'il est à haute température ($T > T_c$) pour obtenir une première forme (b), puis à le refroidir tout en gardant la même sollicitation (l'assistance). Une deuxième forme (c) sera obtenue lorsque le matériau sera à basse température ($T < T_c$).
- Effet mémoire double sens non assisté décrit sur la figure 2.3. Cela consiste à éduquer le matériau lorsqu'il est à haute température ($T > T_c$) dans l'état (a) en effectuant un ensemble de cycles thermomécaniques (b). A haute température il retrouve sa forme initiale (c) et prendra la forme (d) à basse température ($T < T_c$) la forme qu'on lui a "apprise", et ceci sans aucune assistance. Si on le réchauffe ($T > T_c$) il reprendra sa forme initiale (c).

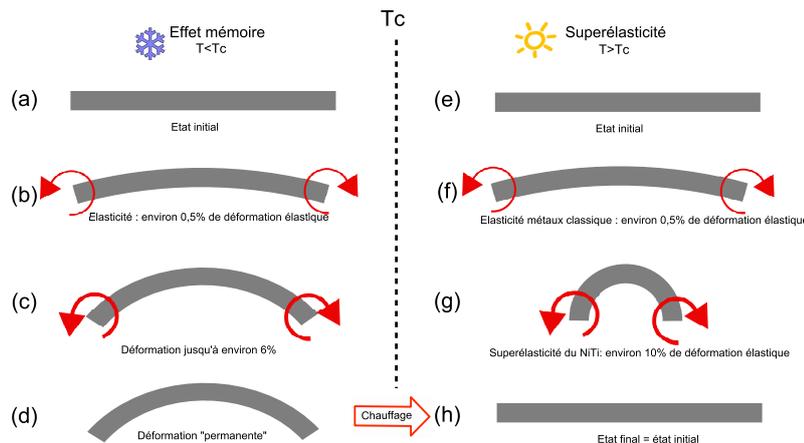


FIGURE 2.1: Illustration des deux principales caractéristiques des AMF : effet mémoire et superélasticité.

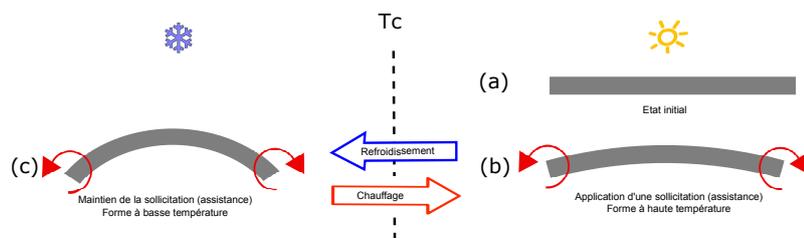


FIGURE 2.2: Illustration de l'effet mémoire double sens assisté.

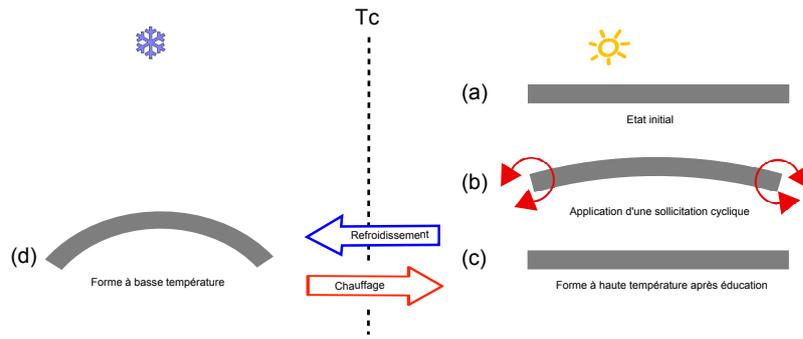


FIGURE 2.3: Illustration de l'effet mémoire double sens non assisté.

2.1.2 Quelques applications médicales exploitant les propriétés des AMF

2.1.2.1 Effet mémoire

Parmi les applications médicales utilisant la propriété "mémoire de forme", on peut citer les agrafes pour la chirurgie orthopédique [Memometal, 2001]. La figure 2.4 montre une agrafe qui permet une stabilisation progressive des 4 os du carpe. L'agrafe est stockée à 0°C, et c'est la température corporelle qui lui fera reprendre sa forme afin de solidariser les os. A la différence d'une agrafe en acier chirurgical classique on profite d'une plus grande déformation grâce à la transformation de phase.

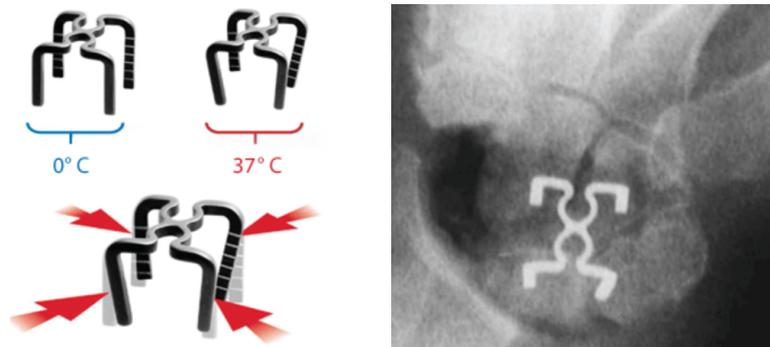


FIGURE 2.4: Agrafe 4-Fusion® pour arthrodèse des 4 os du carpe [Memometal, 2001].

2.1.2.2 Superélasticité

Les applications utilisant la superélasticité des AMF dans le domaine médical sont très nombreuses, elles vont des classiques fils orthodontiques (cf. fig. 2.5) à des applications plus élaborées avec des structures complexes comme les stents vasculaires et les endoscopes (cf. fig. 2.6). Pour les fils orthodontiques, la superélasticité permet d'appliquer des efforts quasi constants sur une grande plage de déformation (0-5%) ce qui évite des réglages trop fréquents. Pour les stents et les endoscopes cela permet d'atteindre des courbures très importantes. Certains stent autoexpansifs (MemoTherm®) utilisent aussi l'effet mémoire à basse température pour simplifier leur mise en place.



FIGURE 2.5: Applications utilisant des fils superélastiques pour des fils orthodontiques [Furukawa, 2000].

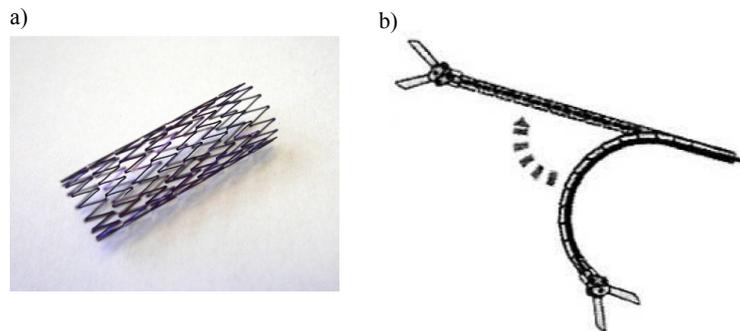


FIGURE 2.6: Applications utilisant des tubes superélastiques. a) Stent vasculaire b) Ciseaux endoscopique (Surgical Innovation).

2.2 Comportement thermomécanique du NiTi

2.2.1 Les mécanismes de transformation et comportement associés

Le comportement thermomécanique d'un alliage de NiTi dépend de relations complexes entre les températures de transformation de phase martensitique, de la température ambiante, et des contraintes appliquées. L'objectif de ce paragraphe est de présenter de manière simplifiée les mécanismes qui expliquent les différents comportements (ferroélasticité avec effet mémoire, superélasticité, elastoplasticité) et d'introduire l'ensemble des notations utilisées pour caractériser un AMF. Ce travail de simplification a été particulièrement bien traité dans un ouvrage dédié aux applications biomédicales des alliages à mémoire de forme [Yoneyama et Miyasaki, 2008].

La figure 2.7 montre une vue d'ensemble des différents phénomènes de manière simplifiée. Le graphique supérieur montre schématiquement les différentes configurations atomiques du matériau -identifiées de (a) à (h)- et les conditions d'existence des phases austénitique et martensitique en fonction de la contrainte et de la température. La partie inférieure montre l'allure des courbes contraintes-déformations -identifiées de (i) à (iii)- que l'on obtiendrait pour un essai de traction effectué dans la plage de température considérée.

La température notée M_f est la température de fin de transformation d'austénite vers martensite lorsque l'on refroidit le matériau. En dessous de cette température on aura un

comportement ferroélastique avec de l'effet mémoire.

La température notée A_f est la température de fin de transformation de martensite vers l'austénite lorsque l'on chauffe le matériau.

La température notée T_p est la température au dessus de laquelle la déformation plastique des métaux a lieu à des contraintes inférieures à celle nécessaire à la transformation A-M. Entre les températures A_f et T_p on aura un comportement superélastique alors qu'au dessus de T_p on aura un comportement de type élastoplastique.

Les trois types de comportement que l'on peut obtenir superélasticité, ferroélasticité, élastoplasticité sont décrits respectivement aux paragraphes 2.2.1.1, 2.2.1.2, 2.2.1.3.

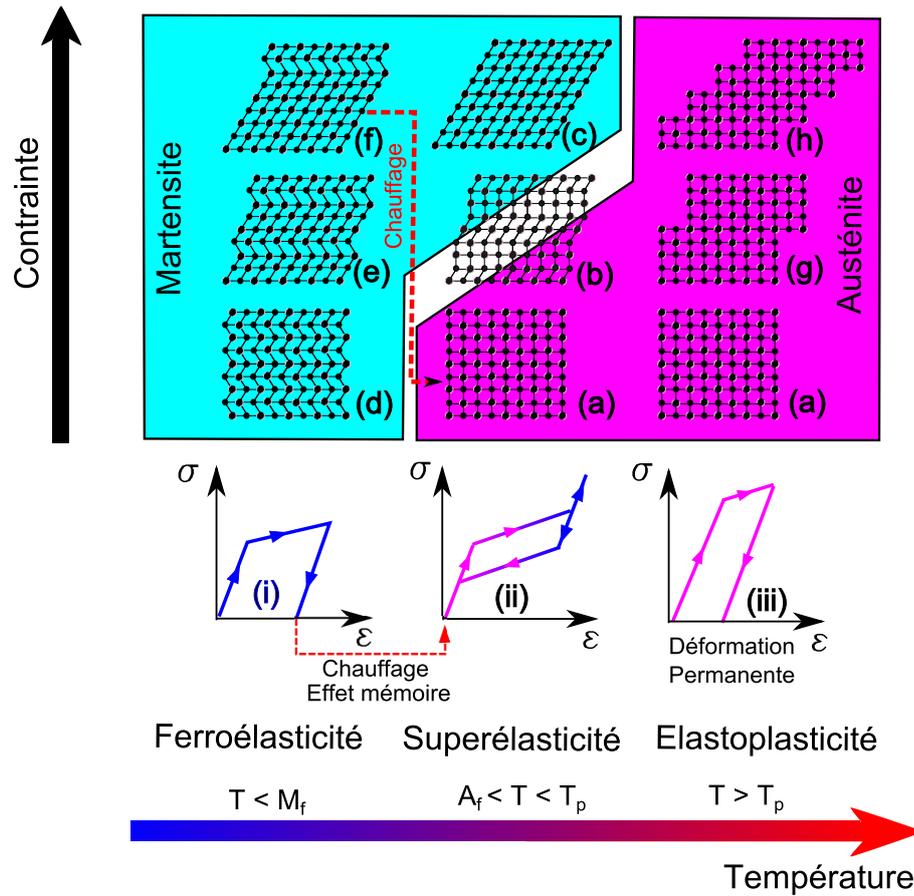


FIGURE 2.7: Illustration schématique des configurations atomiques des différentes phases lors des transformations et comportements mécaniques associés.

2.2.1.1 La superélasticité

Lorsque le NiTi est à une température comprise entre A_f et T_p , et sans contrainte appliquée, le matériau est en phase austénitique. Sa structure cristallographique est de type cubique centrée (B2) identifiée (a) sur la figure 2.7.

La figure 2.8 décrit un essai effectué à une température T_{SE} comprise entre A_f et T_p où apparaît la superélasticité. La figure 2.8a représente de manière schématique le résultat d'un essai de traction en contrainte-déformation et la figure 2.8b les domaines d'existence de l'austénite et de la martensite dans l'espace contrainte-température.

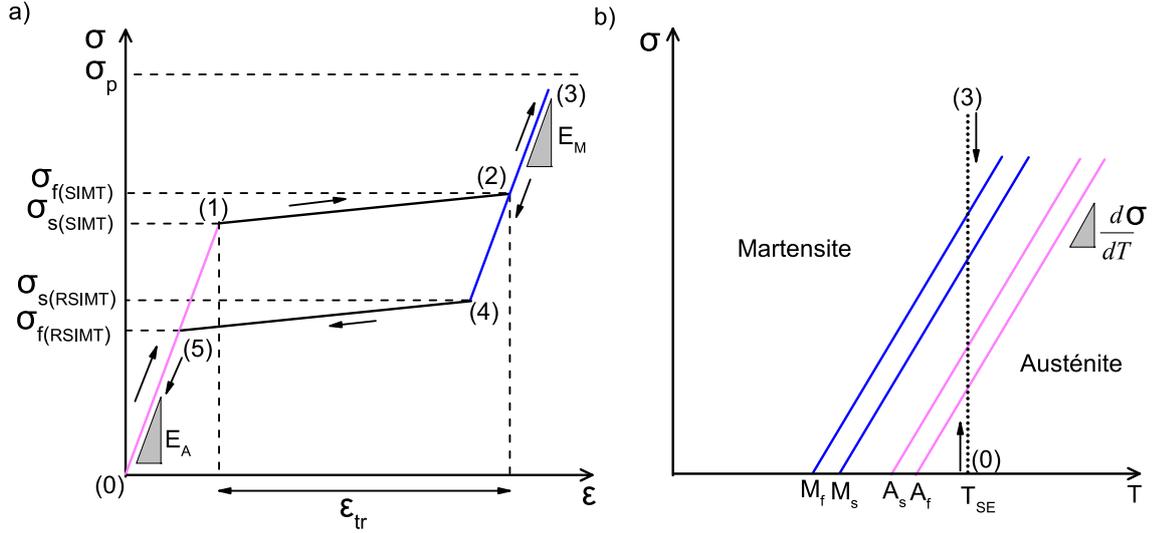


FIGURE 2.8: Diagrammes schématiques résultant d'un essai de traction effectué à une température T_{SE} où apparaît la superélasticité montrant : a) la courbe contrainte σ -déformation ϵ b) le domaine d'existence de l'austénite et de la martensite dans l'espace contrainte (σ)-température (T).

Sur la figure 2.8a), on observe que lorsque la contrainte augmente, l'austénite se déforme de manière élastique (avec un module d'élasticité E_A) du point (0) au point (1) où l'on peut définir une contrainte communément appelée $\sigma_{s(SIMT)}$. Cette contrainte correspond au début de transformation martensitique (SIMT : Stress Induced Martensite Transformation). Pendant la transformation la structure correspond à l'état (b) sur la figure 2.7. Cette transformation se termine au point (2) pour une contrainte $\sigma_{f(SIMT)}$.

La transformation martensitique est une transformation displacive de premier ordre. A contrario d'une transformation diffusive, les atomes de Nickel et de Titane ne migrent pas dans le matériau, mais une réorganisation des atomes permet d'obtenir une structure cristallographique de type monoclinique (B19'). Cette réorganisation durant la transformation, provoque une déformation de transformation ϵ_{tr} importante (3-5%) qui correspond au plateau supérieur de la courbe contrainte-déformation entre les points (1) et (2).

Lorsque la transformation est terminée le matériau est en phase martensitique. Si la contrainte normale augmente, la martensite se déforme de manière élastique (avec un module d'élasticité E_M) jusqu'au point (3) à la condition que la contrainte limite de plasticité σ_P ne soit pas dépassée. Cette déformation élastique peut être accompagnée d'une réorientation des variantes de martensite pour se retrouver totalement orientée au point (3). Cette structure orientée est identifiée (c) sur la figure 2.7.

Lors de la décharge la martensite se déforme élastiquement jusqu'au point (4) où la transformation inverse (Martensite vers Austénite) apparaît pour une contrainte $\sigma_{s(RSIMT)}$. Cette transformation inverse se termine au point (5) pour $\sigma_{f(RSIMT)}$, le matériau revient en phase austénitique et reprend sa forme initiale sans déformation résiduelle. La transformation d'austénite vers martensite (et inversement) est une transformation de premier ordre [Ortin et Planes, 1989] qui obéit à l'équation de Clausius-Clapeyron :

$$\frac{d\sigma_{(SIMT)}}{dT} = -\frac{\Delta H}{T\varepsilon_{tr}} = -\frac{\rho\Delta S}{\varepsilon_{tr}} \quad (2.1)$$

Avec ΔH la chaleur latente volumique (J/m^3) de transformation et T la température à laquelle est effectué l'essai. La variation d'entropie ΔS et la déformation de transformation ε_{tr} dépendent des paramètres cristallographiques de la transformation et peuvent être considérées comme constantes. De ce fait, la variation du plateau en fonction de la température est linéaire, ce qui permet d'en déduire (dans une première approche) les lignes de transformation issues de A_f , A_s , M_s , M_f comme illustré sur la figure 2.8.

Les courbes schématiques de la figure 2.8 ne traduisent pas l'ensemble des phénomènes, notamment la localisation de la transformation [Shaw et Kyriakides, 1997; Tan *et al.*, 2004; Sittner *et al.*, 2005]. Le phénomène de localisation apparaît lors d'une sollicitation en traction [Orgeas et Favier, 1998], et se traduit par le fait que pendant le plateau l'éprouvette ne se transforme pas de manière uniforme. La fin du plateau ne signifie pas que la transformation est achevée et il peut rester une partie d'austénite non transformée.

La figure 2.9 montre les résultats d'un essai de traction sur un fil de NiTi réalisé à plusieurs températures dans le domaine superélastique. Les effets dus à la localisation sont visibles sur l'essai de traction.

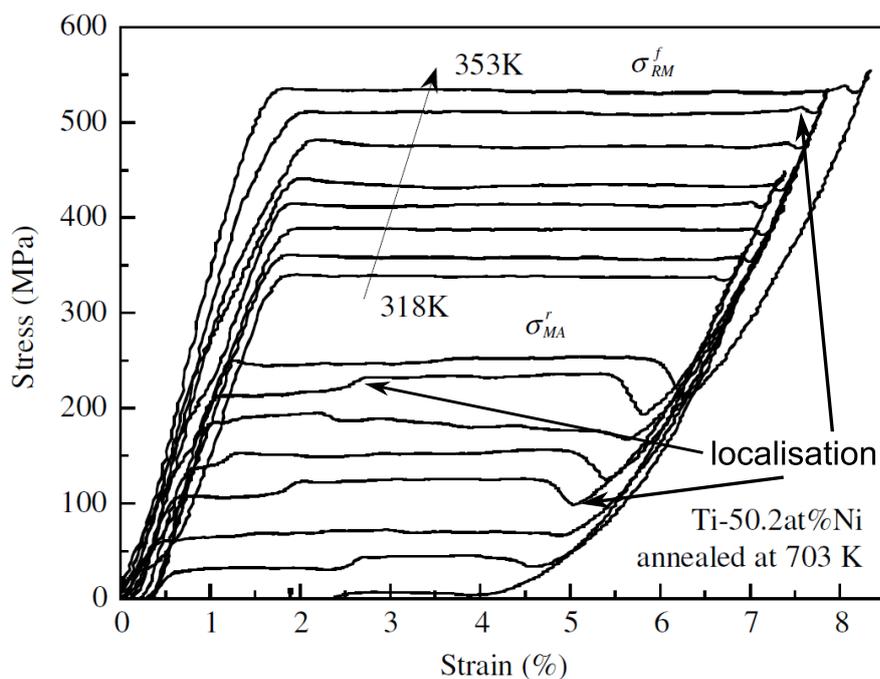


FIGURE 2.9: Effet de la température sur le comportement superélastique d'un fil de NiTi d'après [Liu et Yang, 2007].

2.2.1.2 L'effet mémoire

Lorsque le NiTi est à une température inférieure à M_f , et sans contrainte, le matériau est en phase martensitique. Dans le cas du NiTi c'est une structure cristallographique monoclinique ($B19'$) identifiée (d) sur la figure 2.7.

A la différence de la martensite obtenue par augmentation de contrainte qui est orientée, cette martensite est autoaccommodée, c'est à dire qu'il n'y a pas de variantes privilégiées; cela se traduit par le fait que cette transformation ne s'accompagne pas d'une déformation macroscopique. La figure 2.10 décrit un essai effectué à une température T_{EM} inférieure à M_f où apparaît l'effet mémoire.

La figure 2.10a représente de manière schématique le résultat d'un essai de traction en contrainte-déformation lorsque la température est inférieure à M_f et la figure 2.10b les domaines d'existence de l'austénite et de la martensite dans l'espace contrainte-température.

Sur la figure 2.10a, on observe que lorsque la contrainte augmente, la martensite se déforme de manière élastique (avec un module d'élasticité E_M) du point (0) au point (1) où l'on peut définir une contrainte communément appelée $\sigma_{s(RMV)}$ qui correspond au début d'une réorientation de la martensite autoaccommodée. Cette réorientation se termine au point (2) pour une contrainte $\sigma_{f(RMV)}$. Entre le point (1) et (2), la martensite est partiellement orientée, état noté (e) sur la figure 2.7. Au point (2), la martensite est presque totalement orientée et correspond à l'état (f) sur la figure 2.7.

Ce plateau de réorientation ne doit pas être confondu avec le plateau de la figure 2.8a qui est provoqué par la transformation d'austénite en martensite. Si la contrainte est relâchée, le matériau est toujours en phase martensitique, mais une déformation résiduelle subsiste. Si on réchauffe le matériau à une température supérieure à A_f , le matériau se transforme en austénite et cette déformation disparaît. C'est l'effet mémoire.

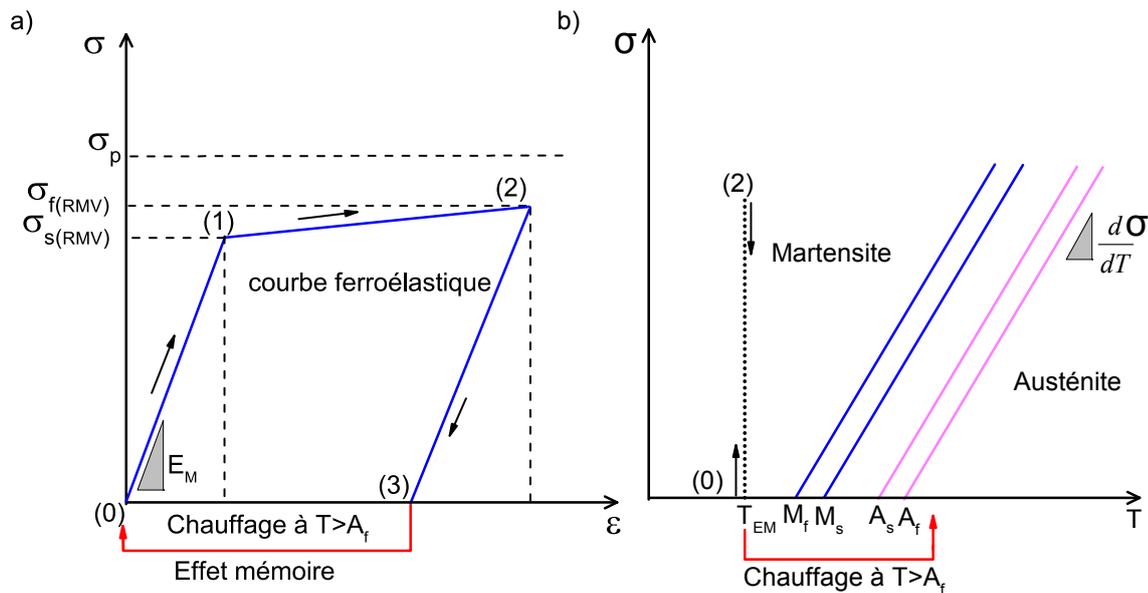


FIGURE 2.10: Diagrammes schématiques résultant d'un essai de traction effectué à une température T_{EM} où apparaît l'effet mémoire montrant : a) la courbe contrainte σ -déformation ϵ b) le domaine d'existence de l'austénite et de la martensite dans l'espace contrainte σ -température T .

La figure 2.11, montre les courbes réelles et l'influence de la température sur l'effet mémoire. Par rapport aux courbes théoriques la transition entre la partie élasticité de la martensite autoaccommodée et le plateau de réorientation est beaucoup moins franche. On peut remarquer que le plateau de réorientation $\sigma_{s(RMV)}$ diminue lorsque que la tem-

pérature de l'essai augmente, contrairement à la figure 2.9 où le plateau de transformation induite par la contrainte $\sigma_s(SIMT)$ augmente avec la température du test.

La figure 2.12 montre l'évolution avec la température des contraintes qui engendrent :

- de la réorientation $\sigma_s(RMV)$ représentée par la droite (B),
- de la plasticité σ_p représentée par la droite (A),
- de la transformation martensitique $\sigma_s(SIMT)$ représentée par la droite (C),

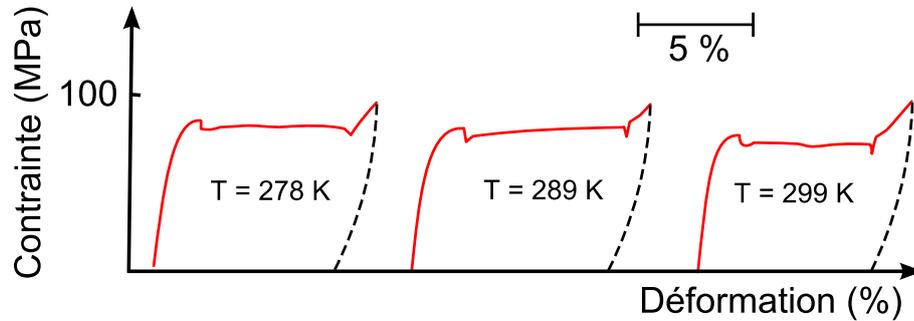


FIGURE 2.11: Effet de la température sur le comportement à effet mémoire d'un fil de NiTi, courbes retracées d'après [Liu, 1990].

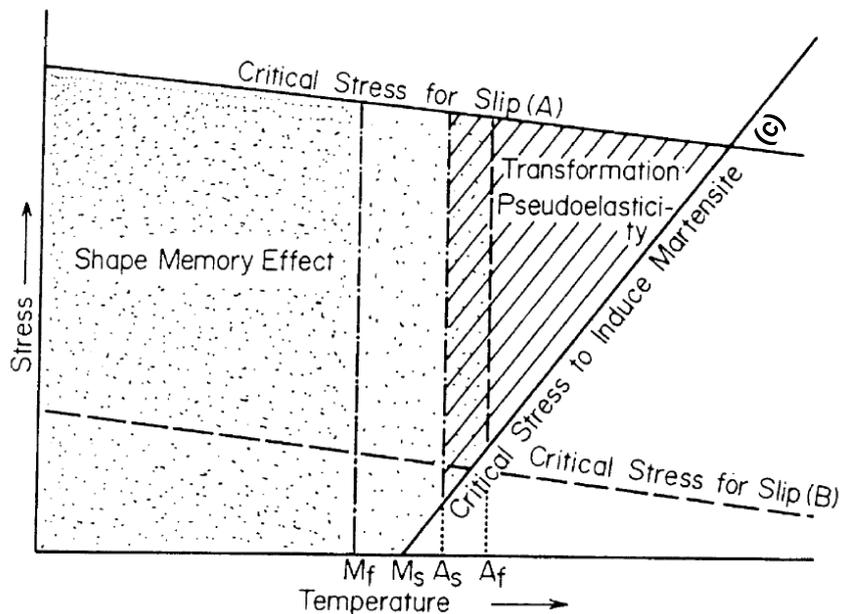


FIGURE 2.12: Représentation schématique des contraintes provoquant de la réorientation (B), de la plasticité (A), ou de la transformation (C) en fonction de la température [Otsuka et Shimizu, 1986].

2.2.1.3 L'élastoplasticité

Lorsque le NiTi est à une température supérieure à T_p , le matériau est en phase austénitique. La figure 2.13a représente de manière schématique le résultat d'un essai de traction en contrainte-déformation et la figure 2.13b les domaines d'existence de l'austénite

et de la martensite dans l'espace contrainte-température. Sur la figure 2.13a, on observe que lorsque la contrainte normale augmente, l'austénite se déforme de manière élastique jusqu'à une contrainte communément appelée σ_p qui correspond au début de plasticité. Aucun changement de phase n'apparaît on obtient alors avec un comportement élasto-plastique classique. Lors de la décharge complète la déformation résiduelle est permanente même si le matériau est chauffé.

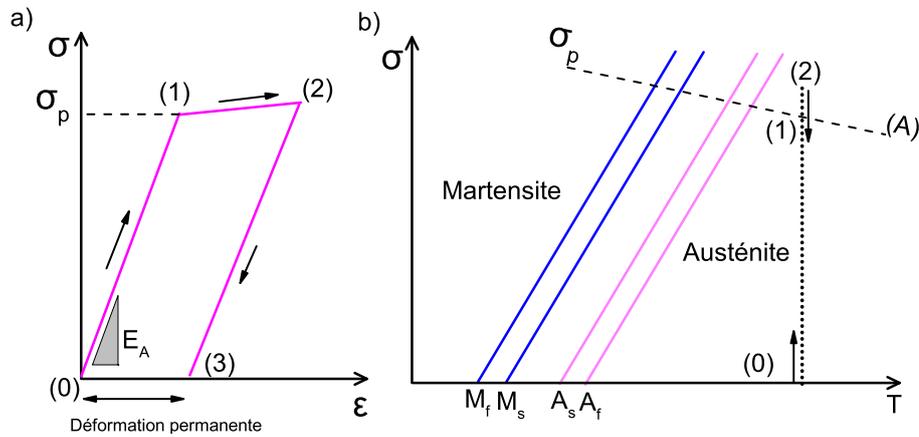


FIGURE 2.13: Diagrammes schématiques résultant d'un essai de traction effectué à une température où apparaît la plasticité montrant : a) la courbe contrainte σ -déformation ϵ b) le domaine d'existence de l'austénite et de la martensite dans l'espace contrainte σ -température T.

La figure 2.14, montre une courbe de traction réelle effectuée à une température de 283,7 K pour un fil dont $A_f=221$ K. La déformation résiduelle due à la plasticité est de 1,2% pour une déformation maximale de 5,2%.

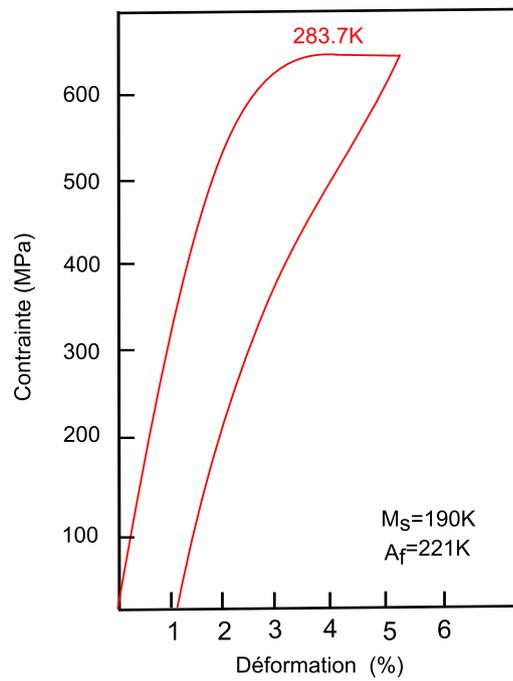


FIGURE 2.14: Comportement élastoplastique d'un fil de NiTi, courbe retracée d'après la figure 45 de [Otsuka et Ren, 2005].

2.2.2 La phase R

Dans le paragraphe 2.2.1 les mécanismes de transformations ont volontairement été simplifiés, en réalité sous certaines conditions peuvent apparaître des phénomènes pré-martensitiques [Miyazaki et Otsuka, 1984; Salamon *et al.*, 1985], c'est en réalité une troisième phase qui s'intercale entre l'austénite et la martensite, cette phase est appelée phase R. Historiquement appelée phase R car sa structure cristallographique était supposée rhomboédrique, c'est en fait une structure triclinique qui s'obtient par une distorsion de la phase cubique de l'austénite sur une diagonale.

La figure 2.15a représente de manière schématique le résultat d'un essai de traction en contrainte-déformation et la figure 2.15b le domaine d'existence de la phase R dans l'espace contrainte-température. La figure 2.15b a été simplifiée en ne représentant qu'une seule ligne pour les débuts et fin de transformation ; ainsi les températures de changement de phase A_s et A_f , respectivement M_s et M_f puis R_s et R_f (températures de transformation de la phase R) sont confondues. La présence de la phase R implique plusieurs séquences possibles pour les transformations qui seront détaillées au paragraphe 2.3.3. Les lignes correspondantes aux différentes transformations possibles entre austénite, phase R et martensite sont notées T_{A-R} , T_{A-M} , T_{R-M} . Pour plus de clarté, les transformations inverses T_{R-A} , T_{M-A} , T_{M-R} ne sont pas représentées sur la figure 2.15b.

Sur la figure 2.15a, on observe que lorsque la contrainte augmente, l'austénite se déforme de manière élastique de (0) à (1) puis rapidement un palier apparaît qui correspond à la déformation de transformation de l'austénite en phase R de (1) à (2). Si la contrainte augmente encore le matériau se déforme élastiquement (module d'élasticité E_R) jusqu'au point (3) où il atteint la contrainte $\sigma_{s(SIMT)}$. La transformation de la phase R en martensite se termine au point (4). Entre les points (4) et (5), la martensite se déforme de manière élastique, tout en se réorientant.

Dans ce cas, la séquence de transformation est du type : A-R-M. A noter que l'apparition de la phase R n'empêche pas le comportement superélastique.

Sur la figure 2.15b on peut remarquer que si le même essai avait été effectué à une température légèrement plus élevée, la phase R ne serait pas apparue et la séquence de transformation aurait été A-M déjà présentée au paragraphe 2.2.1.1.

La figure 2.16, montre une courbe de traction réelle effectuée sur un fil de NiTi à une température de 28°C. Cette température est dans la plage où le fil a un comportement superélastique. La rupture de pente qui intervient pour une contrainte de 250 MPa correspond à la transformation A-R. A noter qu'il est parfois difficile de visualiser cette rupture de pente sur certains essais malgré la présence de la phase R. Sur la figure 2.16 l'axe des déformations a été volontairement dilaté pour les déformations inférieures à 1,2%.

2.3 Aspect thermodynamique des AMF en NiTi

2.3.1 Introduction

Le paragraphe 2.2 met en évidence les effets de la température et des contraintes sur les différents comportements liés à la transformation martensitique. L'étude thermodynamique permet de faire le lien entre les différentes énergies mises en jeu lors des transfor-

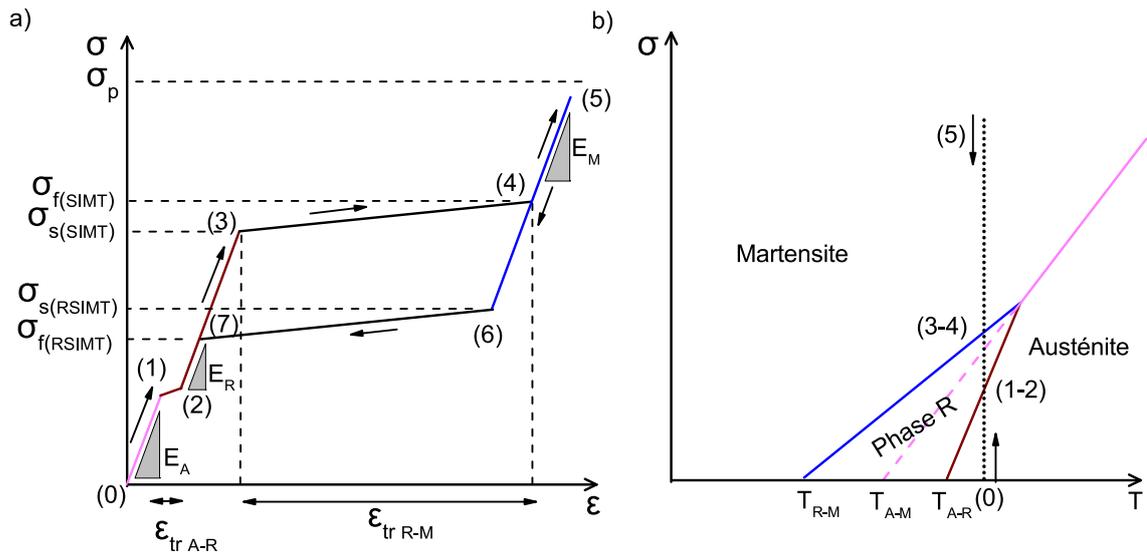


FIGURE 2.15: Diagrammes schématiques résultant d'un essai de traction effectué à une température où apparaît la phase R montrant : a) la courbe contrainte (σ)-déformation (ε) b) le domaine d'existence de la phase R dans l'espace contrainte (σ)-température (T).

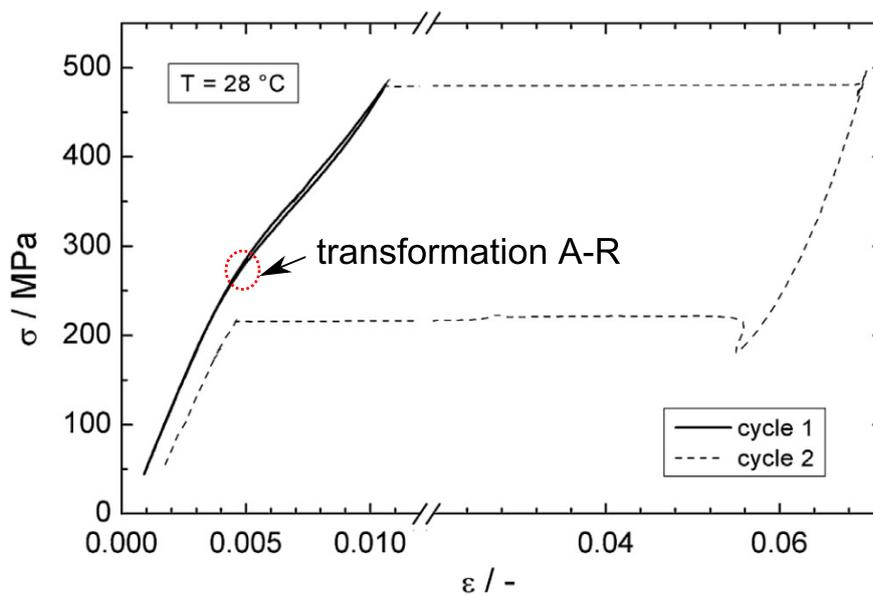


FIGURE 2.16: Influence de la phase R sur un essai de traction d'un fil de NiTi d'après [Olbricht *et al.*, 2013]. Remarque : l'axe des déformations a été dilaté de 0 à 1,2% afin de mieux visualiser la transformation A-R.

mations et sera abordé du point de vue macroscopique [Patel et Cohen, 1953; Ortin et Planes, 1989; Wollants *et al.*, 1993; Orgeas et Favier, 1998; Yoneyama et Miyasaki, 2008].

2.3.2 Energies mises en jeu lors d'une transformation martensitique

Lors d'une transformation martensitique plusieurs énergies sont en jeu :

- l'énergie chimique,

- l'énergie mécanique élastique qui s'oppose à la transformation mais qui est restituée lors de la transformation inverse,
- énergie mécanique irréversible qui s'oppose à la transformation directe et inverse.

Le bilan de ces énergies est caractérisé par la variation énergie libre ΔG donnée par l'équation suivante [Ortin et Planes, 1989] :

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S + \Delta E_{el} + \Delta E_{ir} \quad (2.2)$$

Avec :

- ΔH variation d'enthalpie entre les deux phases en jeu,
- T température,
- ΔS variation d'entropie entre les deux phases en jeu, et dépendant des structures cristallines,
- ΔE_{el} énergie élastique de déformation lors de la transformation due à l'apparition de variantes de martensite dans la matrice austénitique,
- ΔE_{ir} énergie irréversible dissipée due aux frottements internes.

Pour que la transformation ait lieu il faut $\Delta G = 0$

La figure 2.17 montre schématiquement les effets des différents termes sur les températures de transformation. La transformation est caractérisée par la fraction de martensite notée f_M qui vaut 0 en début de transformation et 1 en fin de transformation. Dans le cas d'une transformation purement chimique représentée sur la figure 2.17a, les températures de début et de fin de transformation sont identiques et notées T_0 , ceci au refroidissement comme au réchauffement.

Pour une transformation mettant en jeu une énergie élastique ΔE_{el} représentée sur la figure 2.17b, la transformation au refroidissement débute à une température T_0 pour finir à T_1 et inversement lors du réchauffement.

Pour une transformation mettant en jeu une énergie irréversible ΔE_{ir} représentée sur la figure 2.17c, le début et la fin de transformation au refroidissement a lieu à une température M_s . Lors du réchauffement la transformation inverse aura lieu à une température A_f supérieure M_s .

Une transformation mettant en jeu une énergie élastique ΔE_{el} et irréversible ΔE_{ir} est représentée sur la figure 2.17d. Au refroidissement, la transformation débute à une température M_s pour finir à une température inférieure M_f . Lors du réchauffement la transformation inverse débutera à une température A_s supérieure à M_f et finira à une température A_f supérieure à M_s . Cette dernière transformation correspond à la transformation martensitique qui a lieu au sein d'un alliage de NiTi.

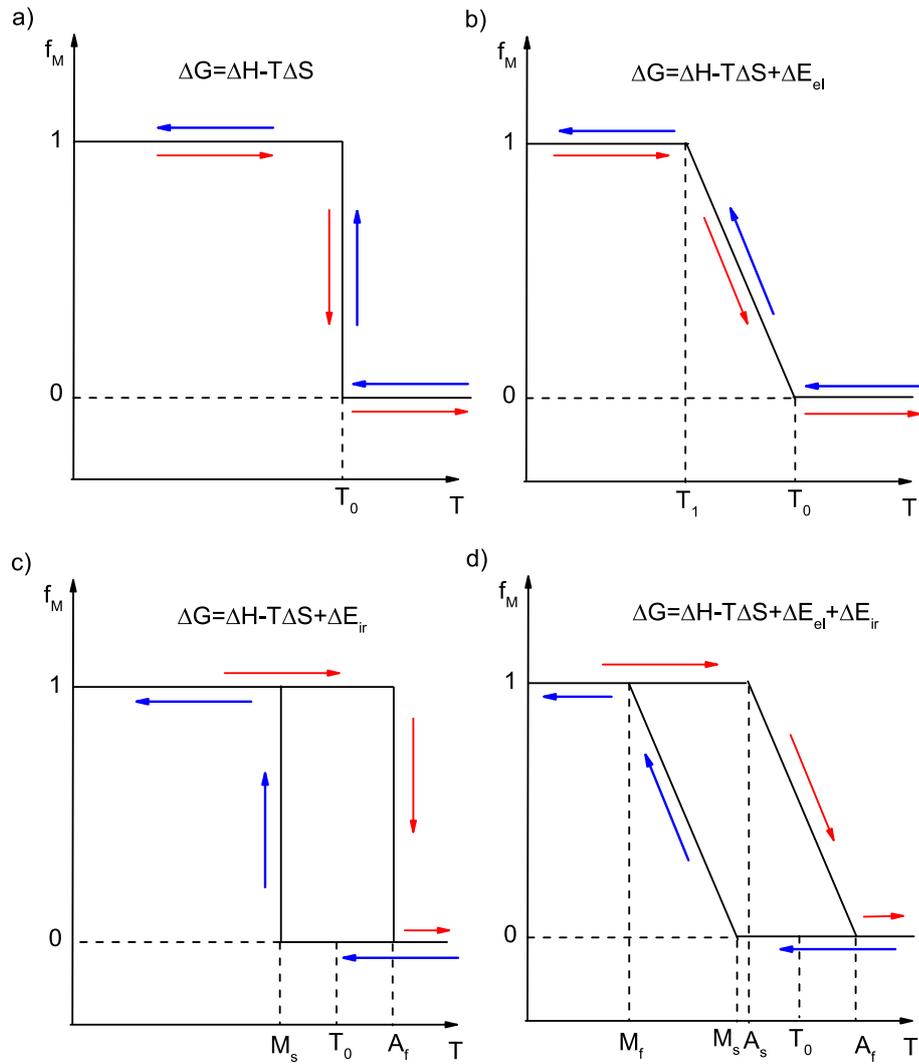


FIGURE 2.17: Effet de ΔE_{el} et ΔE_{ir} sur les températures de transformation.

2.3.3 Les séquences de transformation

Les changements d'enthalpie ΔH , d'entropie ΔS , les élastiques ΔE_{el} énergies irréversibles ΔE_{ir} sont présentes lors des transformations d'austénite en martensite ou d'austénite en phase R et sont à l'origine de différences des températures de transformation lors du refroidissement et du réchauffement mais peuvent aussi avoir une influence sur les séquences de transformation. Pour le comprendre on peut utiliser les schémas présentés sur la figure 2.18.

La figure 2.18a représente une transformation simplifiée sans hystérésis pour la transformation martensitique entre le refroidissement et le réchauffement.

La figure 2.18b schématise l'influence de ΔE_{ir} sur une transformation de type A-M et M-A. La ligne G_{M-} représente l'énergie libre de la martensite lors du refroidissement et la ligne G_{M+} lors du réchauffement. L'intersection entre les lignes G_A et G_{M-} indique la température de transformation au refroidissement. L'intersection entre les lignes G_A et G_{M+} indique la température de transformation au réchauffement. Dans ce cas la séquence est A-M au refroidissement et M-A au réchauffement.

La figure 2.18c décrit une séquence en présence de phase R où la ligne G_{R-} représente l'enthalpie libre de la phase R lors du refroidissement et la ligne G_{R+} lors du réchauffement. L'intersection entre les lignes G_A et G_{R-} indique la température de transformation au refroidissement d'austénite en phase R notée T_{A-R} . L'intersection entre les lignes G_{R-} et G_{M-} indique la température de transformation au refroidissement de phase R en martensite notée T_{R-M} . Lors du réchauffement, l'intersection entre les lignes G_{M+} et G_{R+} indique la température de transformation de martensite en phase R notée T_{M-R} . L'intersection entre les lignes G_{R+} et G_A indique la température de transformation au refroidissement de phase R en austénite notée T_{R-A} . Dans ce cas, la séquence est A-M-R au refroidissement et M-R-A au réchauffement. Selon les valeurs relatives des hystérésis de la phase R et de la martensite, on peut assister à une autre séquence. Cette possibilité est décrite sur la figure 2.18d. Au refroidissement on assiste à la séquence A-R-M déjà décrite précédemment sur figure 2.18c. Au réchauffement la ligne G_{M+} croise la ligne G_A avant G_{R+} , la séquence de transformation est M-A (sans passer par la phase R).

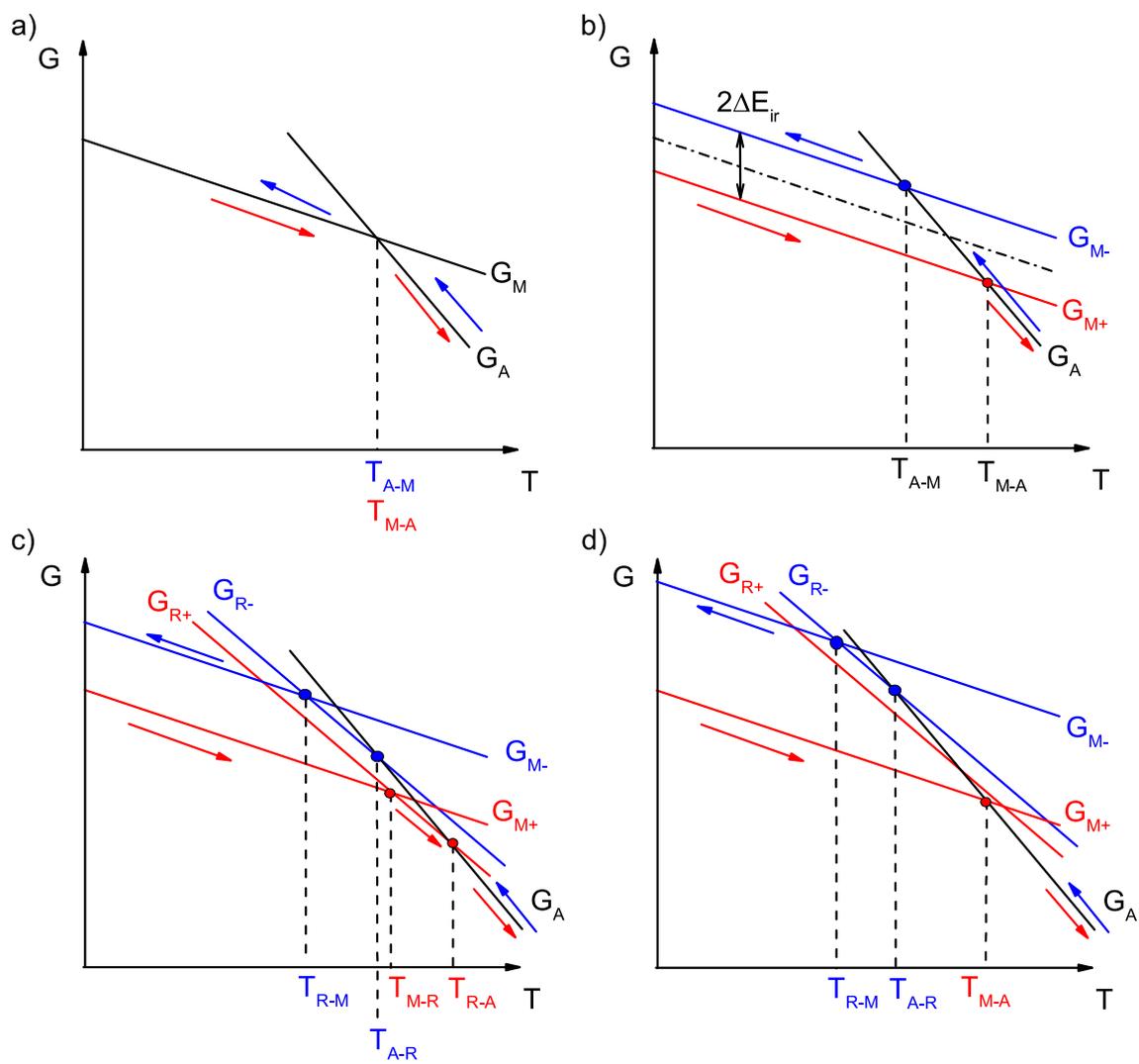


FIGURE 2.18: Séquences de transformation selon les phases en présence et les hystérésis a) A-M au refroidissement et M-A au réchauffement sans hystérésis b) A-M au refroidissement et M-A au réchauffement c) A-R-M au refroidissement et M-R-A au réchauffement d) A-R-M au refroidissement et M-A au réchauffement.

2.4 Méthodes expérimentales classiques de caractérisation

Le paragraphe 2.2 bien que simplifié montre le nombre de paramètres nécessaires (et souvent non suffisant dans la réalité) à la modélisation du comportement thermomécanique du NiTi. De nombreux modèles existent qui ont souvent leur propre domaine de validité et il est difficile d'en faire une revue exhaustive même si il existe quelques tentatives incomplètes [Patoor *et al.*, 2006; Lagoudas *et al.*, 2006; Khandelwal et Buravalla, 2009]. Les paramètres essentiels sont les températures de changement de phase (A_s , A_f , M_s , M_f , R_s , R_f), les modules d'élasticité des différentes phases (E_A , E_M , E_R), les pentes des lignes de transformations ($\frac{d\sigma_{A-M}}{dT}$, $\frac{d\sigma_{R-M}}{dT}$, $\frac{d\sigma_{A-R}}{dT}$), longueur du plateau de transformation ε_{tr} .

Pour déterminer ces paramètres de nombreuses techniques existent. En premier lieu, des essais classiques de traction isotherme permettent de déterminer les modules d'élasticité macroscopiques (avec difficulté pour l'austénite en présence de la phase R) mais si l'on veut déterminer les transformations de phases sans contrainte et les modules d'élasticité locaux, il est possible de faire appel à deux autres techniques répandues que sont la mesure par mesure calorimétrique différentielle à balayage (DSC) [Yu, 1992; Marquez *et al.*, 1997; Shaw *et al.*, 2008] et l'analyse mécanique dynamique et thermique (DMA) [Besseghini *et al.*, 2006; Roy *et al.*, 2008; Liu et van Humbeeck, 1997].

2.4.1 Mesure par Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Cette technique se base sur le fait que lors d'une transformation de phase, une certaine quantité de chaleur est échangée avec l'échantillon pour être maintenu à la même température que la référence. Le sens de cet échange de chaleur entre l'échantillon et l'équipement dépend de la nature endothermique ou exothermique du processus de transition. Cette technique est utilisée pour déterminer les températures de transformations de phases et les flux de chaleur engendrés par ces transformations lors du refroidissement/chauffage. Un échantillon (25-100 mg) doit être prélevé, les températures de transformation de phase sont donc déterminées sans contrainte appliquée. La figure 2.19a montre les résultats d'une DSC effectuée à partir d'un échantillon d'une plaque de NiTi. L'échantillon est chauffé à une température de 350 K puis refroidi à 200 K à une vitesse de 10 K par minute. Durant ce refroidissement on observe un pic qui correspond à la transformation exothermique de l'austénite vers la martensite. La quantité de chaleur échangée pendant la transformation correspond à l'aire coloriée sous le pic, les températures de début et de fin de transformation peuvent être déterminées par le prolongement des tangentes au pic jusqu'à ligne de base (d'autres méthodes peuvent être utilisées). L'échantillon est ensuite réchauffé, ce qui permet de détecter la transformation inverse. La figure 2.19b montre les résultats d'une DSC effectuée à partir d'un échantillon de tube NiTi. La présence de deux pics au refroidissement montre la présence de la phase R entre l'austénite et la martensite.

2.4.2 Mesure par Dynamic Mechanical Analysis (DMA)

L'analyse mécanique dynamique et thermique (DMA) permet de mesurer les propriétés viscoélastiques en fonction de la température en appliquant une force/déformation cyclique (modifiable) à une fréquence donnée (modifiable) sur l'échantillon [Menard, 2008]. L'essai

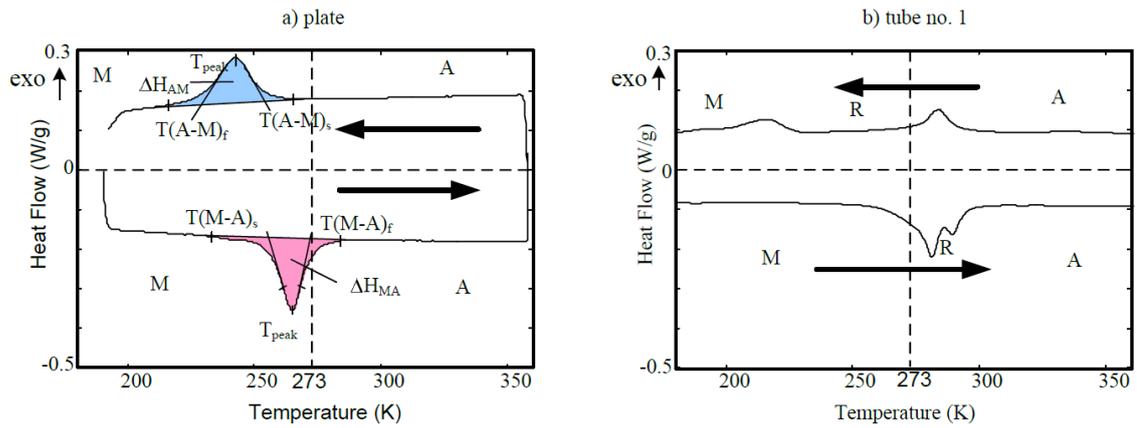


FIGURE 2.19: Mesures DSC sur deux échantillons issus a) d'une plaque NiTi montrant les transformations A-M et M-A, b) d'un tube NiTi montrant les transformations A-R-M et M-R-A d'après [Schlosser, 2008].

permet de déterminer le module de conservation (E') qui caractérise la partie élastique du matériau et le facteur d'amortissement ($\tan \delta$) qui caractérise la partie visqueuse. Plusieurs modes de sollicitations peuvent être utilisés (traction/compression, flexion simple, flexion trois points, cisaillement, torsion). Lors d'une transformation de phase on observe une chute du module de conservation (E') et une augmentation du facteur d'amortissement ($\tan \delta$) dues aux phénomènes de réorientation qui sont des processus inélastiques [Liu et van Humbeeck, 1997; Liu *et al.*, 1997]. La figure 2.20 montre le résultat d'un essai de flexion réalisé sur une plaque de NiTi. Au refroidissement, le pic PC2 correspond à la transformation d'austénite vers phase R, le pic PC1 correspond à la transformation de phase R en martensite. Au réchauffement un seul pic PH1 est significatif qui correspond à la transformation inverse vers l'austénite. A noter que de par leur conception, les dispositifs de DMA conventionnels ont des résolutions très précises mais des amplitudes d'effort (classiquement 5-35N) et de déplacement faibles (quelques millimètres) et ne permettent pas d'appliquer des contraintes importantes pendant le cycle de refroidissement/réchauffement. Seule une précontrainte est appliquée et il impossible d'effectuer des mesures pendant un essai de traction. La mesure des modules d'élasticité de conservation et des facteurs d'amortissement des différentes phases, s'effectue essentiellement par des balayages en température.

2.5 Conclusion

Sur le principe, les applications des AMF à base de NiTi sont très nombreuses mais reposent sur une bonne connaissance des phénomènes et des mécanismes en jeu qui peuvent être résumés sur la figure 2.21 [Mahmud, 2008]. Cette figure superpose les essais de traction dans l'espace contrainte-déformation-température ainsi que la DSC correspondante. La courbe (a) correspond à la superélasticité obtenue à une température T_1 au dessus de A_f . La courbe (b) correspond au comportement obtenu à une température T_2 comprise entre M_s et A_s avec un début de chargement où le matériau est austénitique. L'effet mémoire

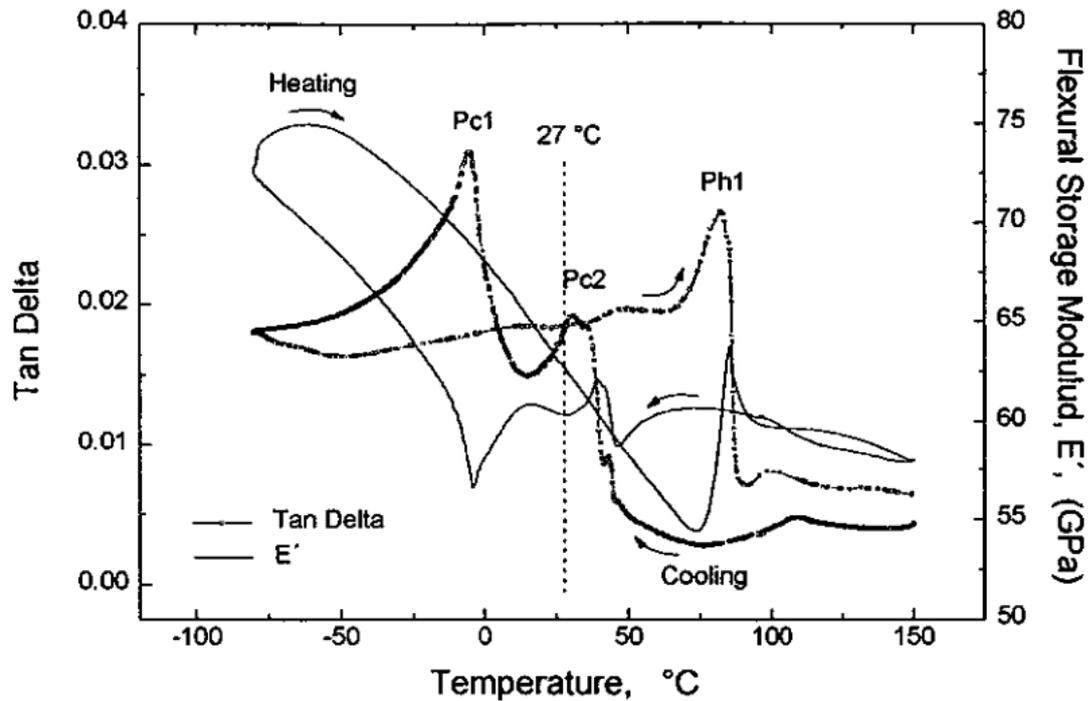


FIGURE 2.20: Mesures DMA réalisées en flexion sur une plaque NiTi pendant le refroidissement et le réchauffement (déformation dynamique de $3 \cdot 10^{-4}$ et vitesse de refroidissement $5^\circ\text{C}/\text{min}$) d'après [Liu et van Humbeeck, 1997].

est obtenu en réchauffant le matériau à une température supérieure à A_f . La courbe (c) correspond à la ferroélasticité mais obtenue à une température T_3 inférieure à M_f où le matériau est d'abord en martensite autoaccommodée puis réorientée en fin de chargement. L'effet mémoire est obtenu en réchauffant le matériau à une température supérieure à A_f . La courbe (d) représente la déformation de martensite orientée vers l'austénite lors de l'effet mémoire obtenu par chauffage.

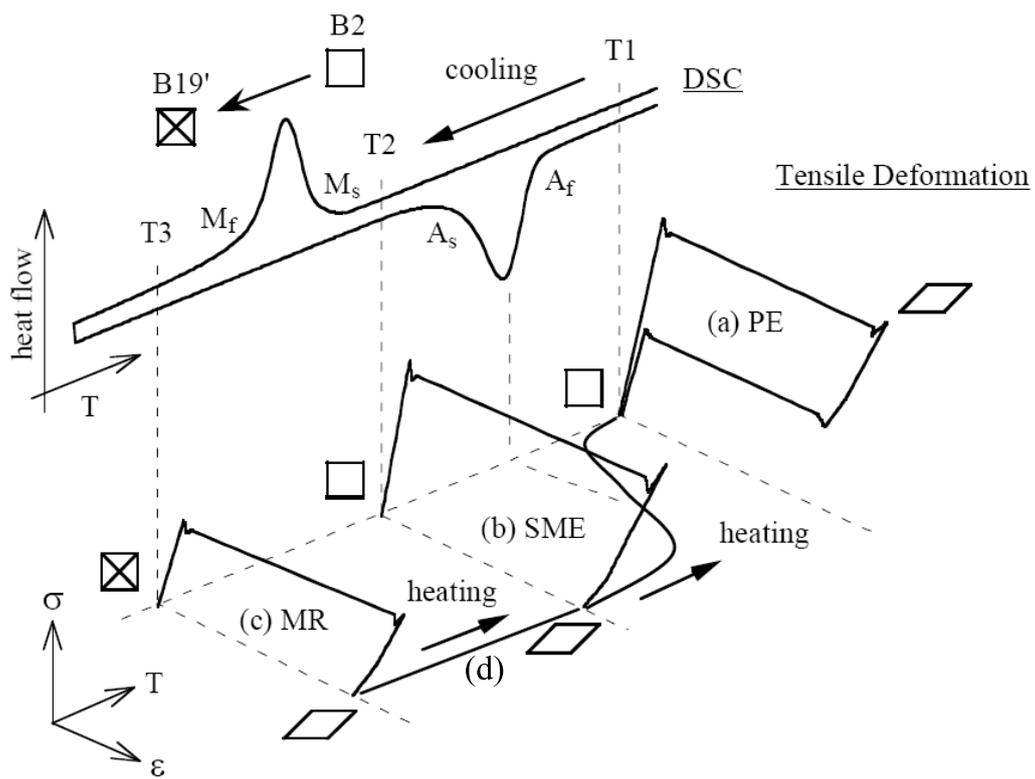


FIGURE 2.21: Graphe résumant les différents comportements d'un AMF NiTi dans l'espace contrainte-déformation-température d'après [Mahmud, 2008].

Etude du comportement de fil NiTi par DMA non conventionnelle

3.1 Introduction

Le chapitre précédent a décrit de manière simplifiée le comportement thermomécanique d'un AMF à base de NiTi. Dans la réalité, les mécanismes sont souvent beaucoup plus complexes :

- débuts et fins de transformations déterminées par DSC pas franches et dépendantes des vitesses de refroidissement/chauffage [Meng *et al.*, 2010], avec impossibilité d'étudier l'influence de la contrainte appliquée,
- phénomènes de réorientation et/ou transformation d'une phase,
- présence de la phase R, souvent négligée dans les applications, qui complexifie la détermination des températures de transformation.

De même, la détermination des modules d'élasticité macroscopiques des différentes phases à partir des essais de traction est souvent délicate :

- plusieurs phases peuvent coexister notamment dues aux phénomènes de localisation [Favier *et al.*, 2007; Young *et al.*, 2010],
- présence de la phase R,
- phénomène de réorientation des phases.

D'un point de vue macroscopique, pour une même phase, la littérature donne des valeurs de module d'élasticité très variables entre 41-75 GPa pour l'austénite et entre 28-68 GPa pour la martensite [Nitinol, 2004; Liu et Xiang, 1998; Rajagopalan *et al.*, 2005; Gall *et al.*, 2005]. La dépendance de ces valeurs en fonction des contraintes ou de la température a déjà été abordée [Liu et Xiang, 1998], mais est assez peu étudiée. Du point de vue théorique la valeur macroscopique du module d'Young déterminée à partir de calculs *ab initio* est de 122 GPa pour la martensite [Wagner et Windl, 2008], soit très supérieure aux valeurs macroscopiques déterminées de manière expérimentale. Quant à la phase R, son module d'élasticité a été estimé expérimentalement à 20 GPa [Sittner *et al.*, 2006], mais on trouve peu de valeurs dans la littérature. Pourtant la présence de la phase R influence de manière importante le comportement.

Dans ce chapitre on propose une méthode expérimentale originale reposant sur des mesures de type DMA et permettant :

1. d'identifier les phénomènes de réorientation/transformation,
2. de détecter les températures de transformation de phase sous contrainte,
3. de déterminer les modules d'élasticité des différents phases,
4. de déterminer l'influence éventuelle de la température et de la contrainte appliquée sur les propriétés élastiques d'une même phase mesurées par DMA.

3.2 Dispositif et procédure expérimentale

3.2.1 Choix du matériau

3.2.1.1 Matériau étudié

Pour cette étude seront utilisés deux fils commercialisés par la société Fort Wayne Metals [Metals, 2014]. Ces deux fils sont de même composition Ti-50,8at% Ni et de même diamètre 0,1 mm. Un des fils a subi un traitement thermique (straight annealed) qui le rend superélastique à température ambiante (référence : FWM NiTi# 1-SE) alors que l'autre est brut d'étirage à froid (référence : FWM NiTi# 1-CW). La longueur utile testée des échantillons est $L_0=20$ mm pour l'ensemble des essais.

Le fil FWM NiTi# 1-SE possède d'excellentes caractéristiques mécaniques, une bonne superélasticité à température ambiante avec 0,5% de déformation résiduelle après un essai de traction à 10% comme le montre la courbe contrainte-déformation sur la figure 3.1. De par sa faible plasticité, ce fil est bien adapté à l'étude des modules d'élasticité des différentes phases ainsi qu'aux différentes transformations de phase.

La figure 3.1 représente un deuxième essai de référence sur le fil brut d'étirage FWM NiTi# 1-CW. Ce fil ne présente pas de changement de phase apparent et possède un comportement de type élastoplastique. Ce fil ne fait pas l'objet de l'étude mais permettra d'avoir des éléments de comparaison pour les essais effectués par DMA. Ce fil sera nommé CW (Cold Worked) pour le différencier du fil de l'étude nommé SE pour son comportement superélastique à température ambiante.

3.2.1.2 DSC du matériau

La figure 3.2 montre les résultats d'une mesure DSC effectuée sur le fil FWM NiTi# 1-SE. Au refroidissement on observe une transformation A→R avec un pic à 9,2°C. La transformation R→M n'a pas pu être atteinte et devrait se situer en dessous de -100°C (limite de la DSC utilisée). Au réchauffement on observe la transformation inverse R→A avec un pic à 16°C et une température $A_f=26^\circ\text{C}$.

3.2.2 Description du dispositif expérimental

Le dispositif utilisé est un spectromètre dynamique mécanique et thermique (DMA) Eplexor® [Gabo, 2014]. A la différence d'un dispositif classique de DMA il combine une machine de traction à une DMA. La figure 3.3 décrit le dispositif qui est composé :

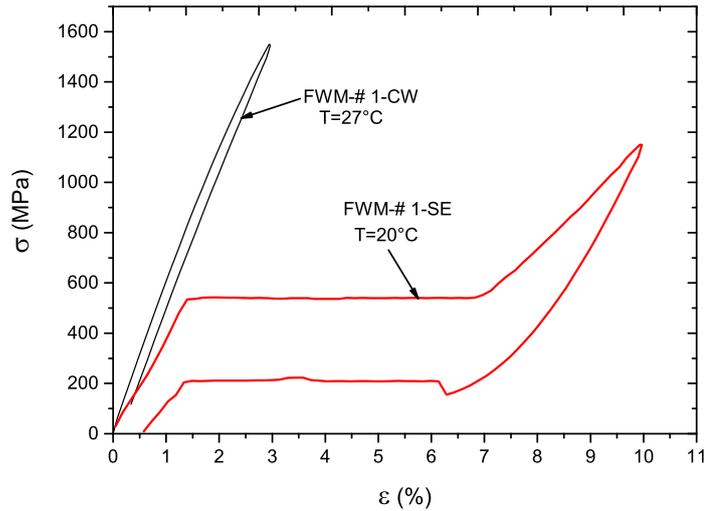


FIGURE 3.1: Essais de traction effectués à température ambiante sur le fil superélastique FTW NiTi# 1-SE et le fil brut d'étirage FTW NiTi# 1-CW.

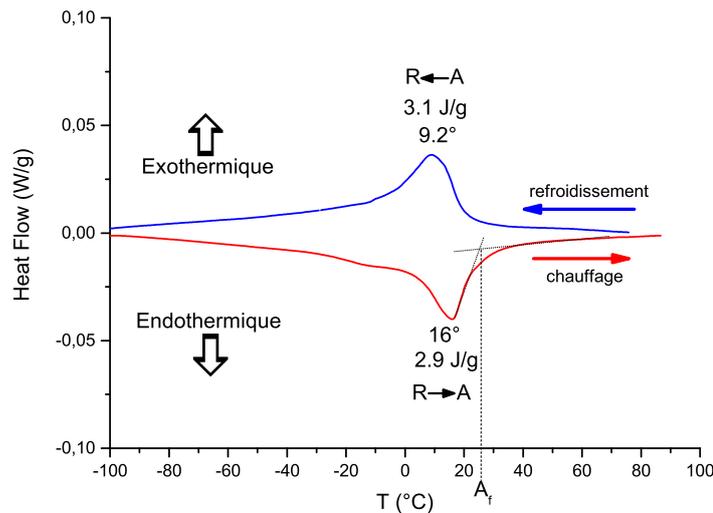


FIGURE 3.2: Mesure DSC réalisée entre 100°C et -100°C à une vitesse de refroidissement/chauffage de 10°C par minute.

1. d'une unité supérieure qui permet d'appliquer une charge dite statique, en étant pilotée en déplacement/déformation ou en force/contrainte,
2. d'une unité inférieure qui permet d'appliquer les paramètres dynamiques avec une fréquence de 1 Hz à 100 Hz, en étant pilotée en déplacement/déformation ou en force/contrainte,
3. d'une chambre thermique avec ventilateur permettant de faire des essais à températures contrôlées de -150°C à +500°C.

Cette association d'une machine de traction classique à une DMA permet de combiner de nombreux essais, en particulier des mesures de DMA lors d'un essai de traction isotherme (DMA-BS) et des mesures de DMA sous contrainte lors d'un balayage en température (DMA-BT). Ces deux essais sont détaillés dans les paragraphes 3.2.3 et 3.2.4.

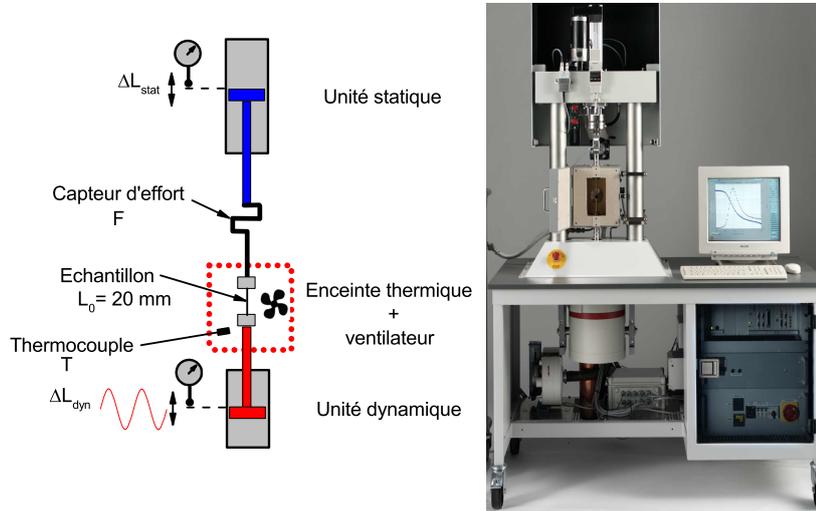


FIGURE 3.3: Description du dispositif expérimental Eplexor® [Gabo, 2014].

3.2.3 Description de l'essai DMA-BT

3.2.3.1 Mesures lors de l'essai

Cet essai consiste à faire une mesure DMA lors d'un Balayage en Température sous une force/contrainte statique constante. A la différence d'une DMA classique, la contrainte peut être très importante (uniquement limitée par la capacité de la cellule de force). Cet essai est représenté sur la figure 3.4. L'échantillon est préalablement chauffé et mis sous contrainte avec une force F_{stat} qui provoque une déformation mesurée ε_{stat} . La contrainte statique est maintenue durant le refroidissement, et à chaque pas de température ΔT , un cycle dynamique est réalisé. Ce cycle consiste à appliquer une déformation dynamique sinusoïdale centrée sur ε_{stat} , d'amplitude ε_{dyn} , avec une fréquence f . La déformation appliquée est donc composée d'une partie statique et d'une partie dynamique donnée par l'équation :

$$\varepsilon = \varepsilon_{stat} + \varepsilon_{dyn} \sin(2\pi ft) = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.1)$$

où ΔL est la variation de longueur de l'éprouvette de longueur initiale L_0 . La mesure des variations de longueur s'effectue par une mesure différentielle entre le capteur de déplacement dynamique ΔL_{dyn} , et le capteur de déplacement statique ΔL_{stat} . Comme indiqué sur la figure 3.3, ces deux capteurs sont assez loin de l'échantillon et à l'extérieur de l'enceinte thermique ; les phénomènes de dilatation thermique lors des balayages en température influencent donc la mesure. Malgré la présence d'une vitre sur l'enceinte thermique, la

buée et le givre provoqués empêchent la mise en oeuvre d'un extensomètre optique. Afin de limiter les erreurs, un calibrage a été effectué en comparant la mesure de l'allongement d'un fil d'acier pendant un cycle refroidissement/chauffage donnée par le dispositif avec la dilatation théorique (reposant sur le coefficient de dilatation) que le fil aurait dû subir. Ce calibrage, limite partiellement les erreurs de mesure, mais l'exploitation quantitative des mesures de déformation reste délicate. Seule une exploitation des variations des déformations mesurées sera réalisée.

Durant ce cycle dynamique, la force est mesurée ; cette force est composée d'une partie statique F_{stat} et d'une partie dynamique F_{dyn} donnée par l'équation :

$$F = F_{stat} + F_{dyn} \sin(2\pi f(t - t_\delta)) \quad (3.2)$$

avec t_δ le déphasage temporel mesuré entre ε_{dyn} et F_{dyn} .

La contrainte σ , la contrainte statique σ_{stat} et la contrainte dynamique σ_{dyn} sont calculées selon :

$$\sigma = \frac{F}{S_0}; \quad \sigma_{stat} = \frac{F_{stat}}{S_0}; \quad \sigma_{dyn} = \frac{F_{dyn}}{S_0} \quad (3.3)$$

avec S_0 la section initiale de l'éprouvette.

A chaque cycle dynamique, les propriétés viscoélastiques peuvent être déterminées en particulier :

- Le module de conservation E' caractérisant la partie élastique :

$$E' = \frac{\sigma_{dyn}}{\varepsilon_{dyn}} \quad (3.4)$$

- Le facteur d'amortissement (ou module de perte) $\tan \delta$ qui caractérise la partie visqueuse du matériau, avec δ l'angle de déphasage donné par :

$$\delta = 2\pi f t_\delta \quad (3.5)$$

Les mêmes mesures sont effectuées durant le réchauffement de l'échantillon.

3.2.3.2 Essai DMA-BT de référence sur un fil d'acier C90

La figure 3.5 représente le résultat d'un essai DMA-BT effectué sur un fil d'acier C90 (corde à piano) sous une contrainte de 250 MPa. Cet acier a un comportement élastoplastique à l'ambiante, avec une limite élastique supérieure à 800 MPa. Le module de conservation vaut 200 GPa à -100°C. Il diminue faiblement avec l'augmentation de la température de manière quasi linéaire avec la température avec une pente de 0,08 GPa/°C. Ces résultats sont conformes aux mesures de module d'Young qui peuvent être effectuées par d'autres méthodes [Bates *et al.*, 1999]. Cet essai servira en partie de référence pour comprendre les évolutions du module de conservation pour le fil NiTi lors des essais DMA-BT.

3.2.3.3 Un essai type sur le fil FWM# 1-SE

La figure 3.6 représente un résultat de mesures du module de conservation E' (cf. fig. 3.6a) et du facteur d'amortissement $\tan \delta$ (cf. fig. 3.6b) sur le fil SE pour un essai effectué

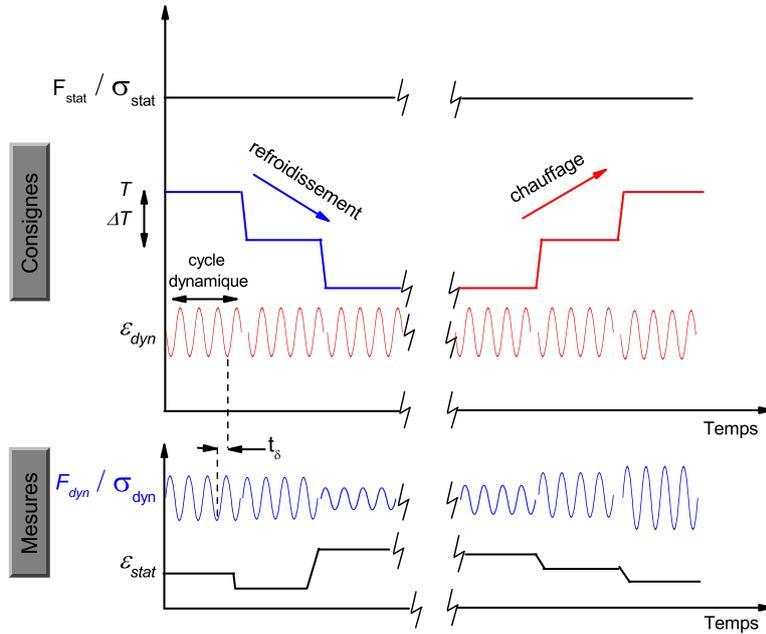


FIGURE 3.4: Description de l'essai DMA-BT

entre 100 et -100°C sous une contrainte de $\sigma = 300 \text{ MPa}$. On peut noter que pour E' on obtient des valeurs exploitables ainsi que de fortes évolutions, qui seront analysées et discutées au paragraphe 3.6. On peut remarquer que pour la mesure de $\tan \delta$ on obtient des valeurs très bruitées que l'on choisira de ne pas exploiter par la suite.

3.2.4 Description de l'essai DMA-BS

Cet essai, représenté sur la figure 3.7, consiste à faire des mesures de DMA tout au long d'un essai de traction isotherme. L'essai de traction est contrôlé en déformation dite statique. Après chaque incrément de déformation statique de pas $\Delta \epsilon_{stat}$, l'effort statique correspondant F_{stat} est mesuré. Puis un cycle dynamique est réalisé de la même manière qu'au paragraphe 3.2.3, ce qui permet de mesurer l'effort dynamique F_{dyn} ainsi que le déphasage t_{δ} pour en déduire le module de conservation E' et le facteur d'amortissement $\tan \delta$.

3.2.4.1 Essai DMA-BS de référence sur un fil d'acier C90

La figure 3.8 montre le résultat d'un essai DMA-BS effectué sur un fil d'acier C90 réalisé jusqu'à rupture. Le module de conservation E' est constant au cours de la déformation y compris sur la zone correspondant à la plasticité. La zone grisée ($\epsilon < 0,25\%$) indique la zone où les mesures dynamiques ne sont pas exploitables. En effet la superposition de la déformation dynamique $\epsilon_{dyn} = 0,1\%$ lorsque la déformation statique ϵ_{stat} est trop faible ne suffit pas à obtenir un effort dynamique F_{dyn} mesurable avec suffisamment de précision.

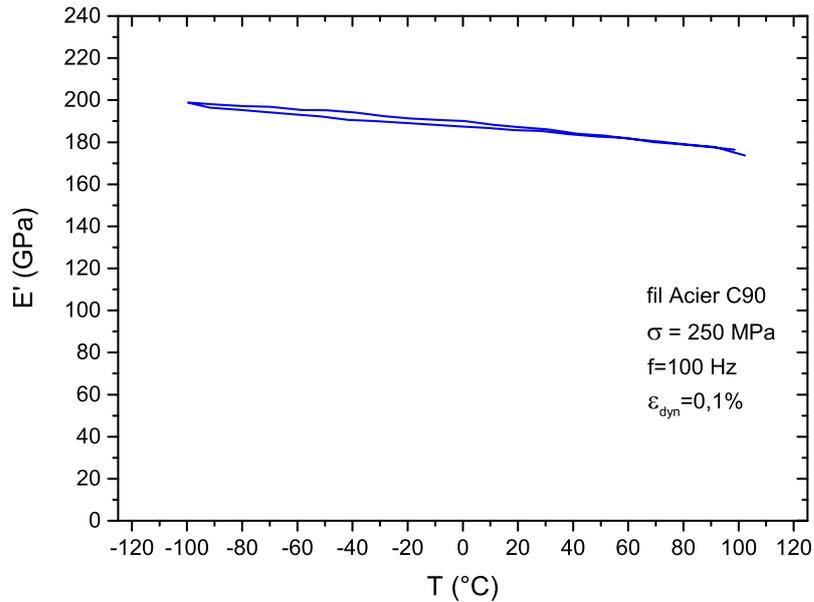


FIGURE 3.5: Essai DMA-BT effectué sur un fil d'acier C90.

Cet essai servira en partie de référence pour comprendre les évolutions du module de conservation pour le fil NiTi lors des essais DMA-BS.

3.2.4.2 Un essai type sur le fil FWM#1-SE

La figure 3.9 représente un résultat de mesures du module de conservation E' et de la contrainte σ (fig. 3.9a) ainsi que du facteur d'amortissement $\tan \delta$ (cf. fig. 3.9b) sur un fil SE pour un essai effectué lors d'une charge-décharge à une température 40°C. Comme pour l'essai DMA-BT, on peut noter que pour E' on obtient des valeurs exploitables ainsi que de fortes évolutions, alors que pour $\tan \delta$ on obtient toujours des valeurs faibles et bruitées (toujours inférieures à 0,05) que l'on choisira de ne pas exploiter par la suite.

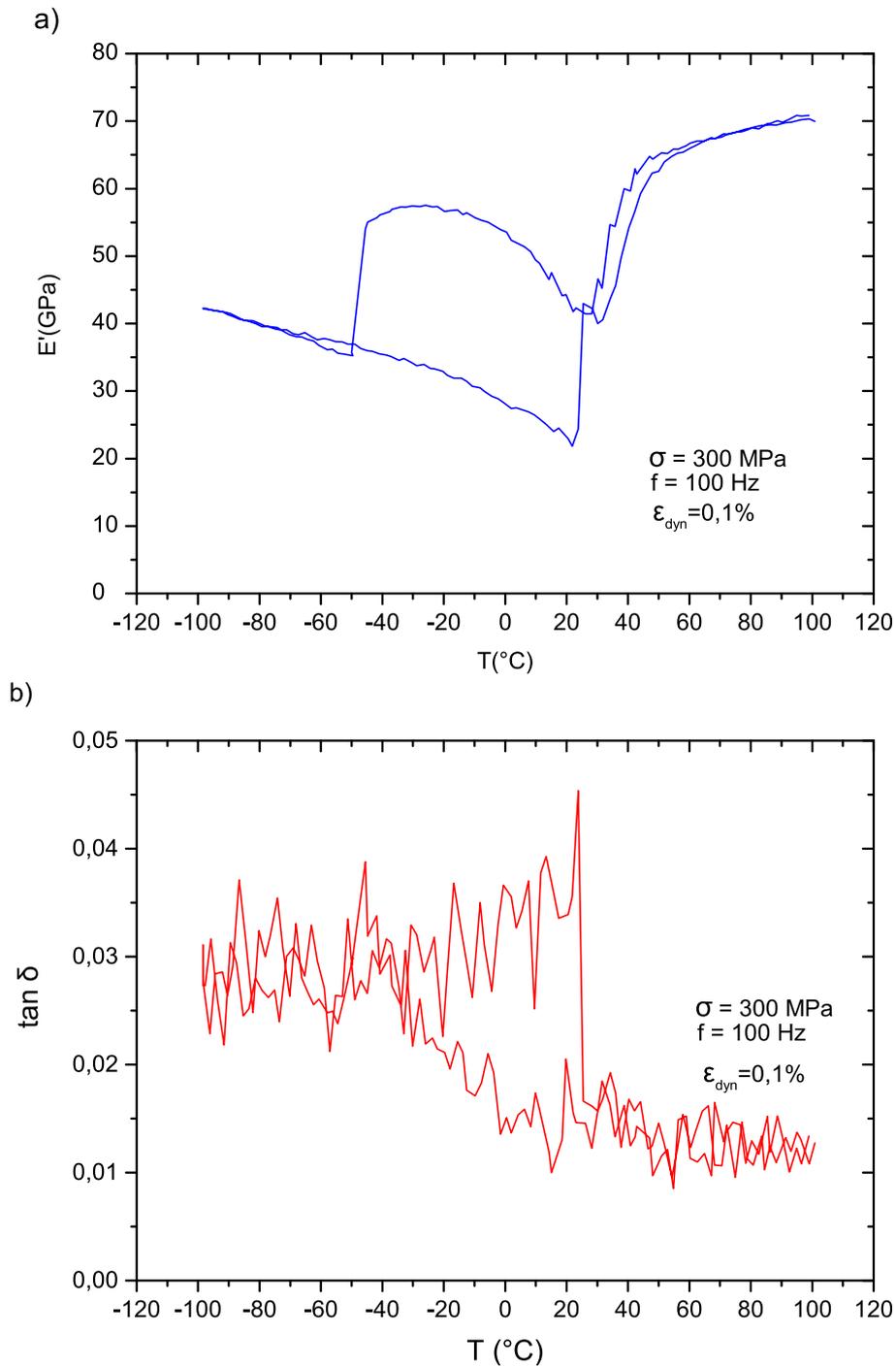


FIGURE 3.6: Essai DMA-BT sous une contrainte $\sigma_{stat}=300 \text{ MPa}$ sur le fil SE. a) Mesure du module de conservation E' , b) mesure du facteur d'amortissement $\tan \delta$.

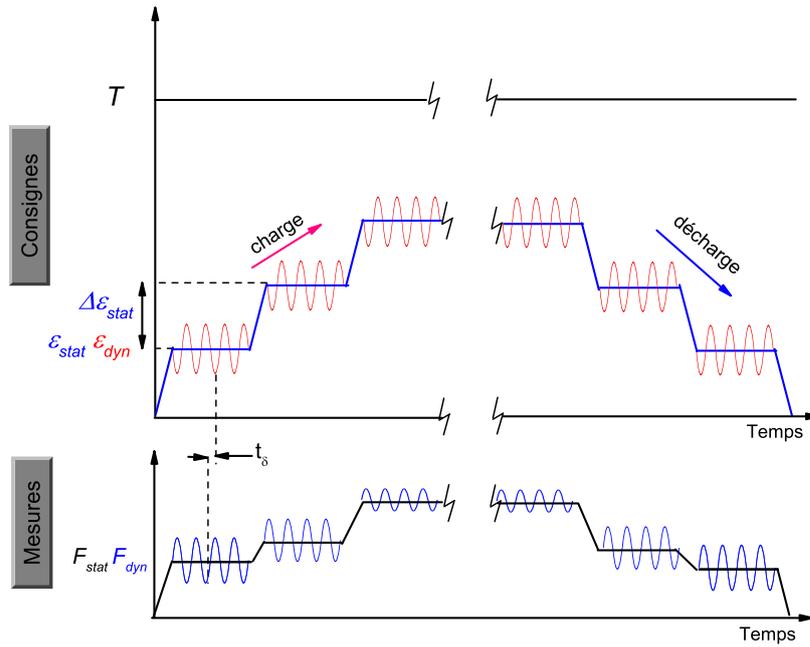


FIGURE 3.7: Description de l'essai DMA-BS.

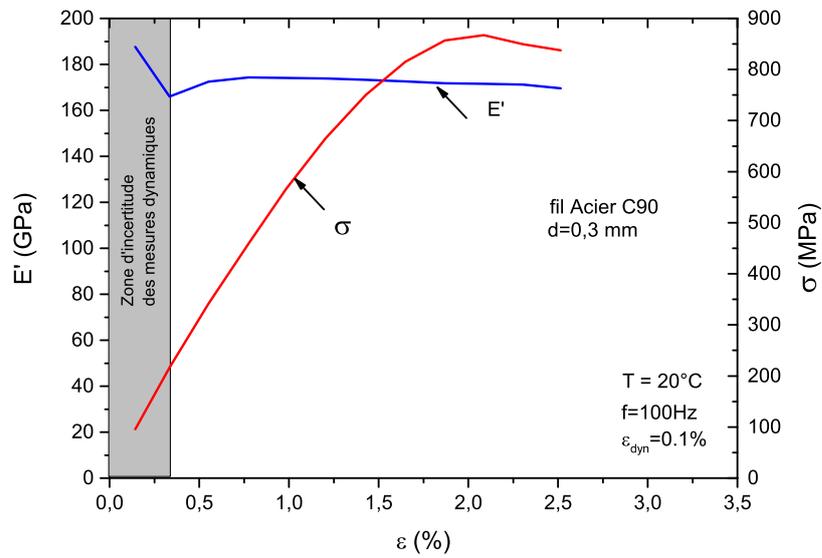


FIGURE 3.8: Essai DMA-BS effectué sur un fil d'acier C90.

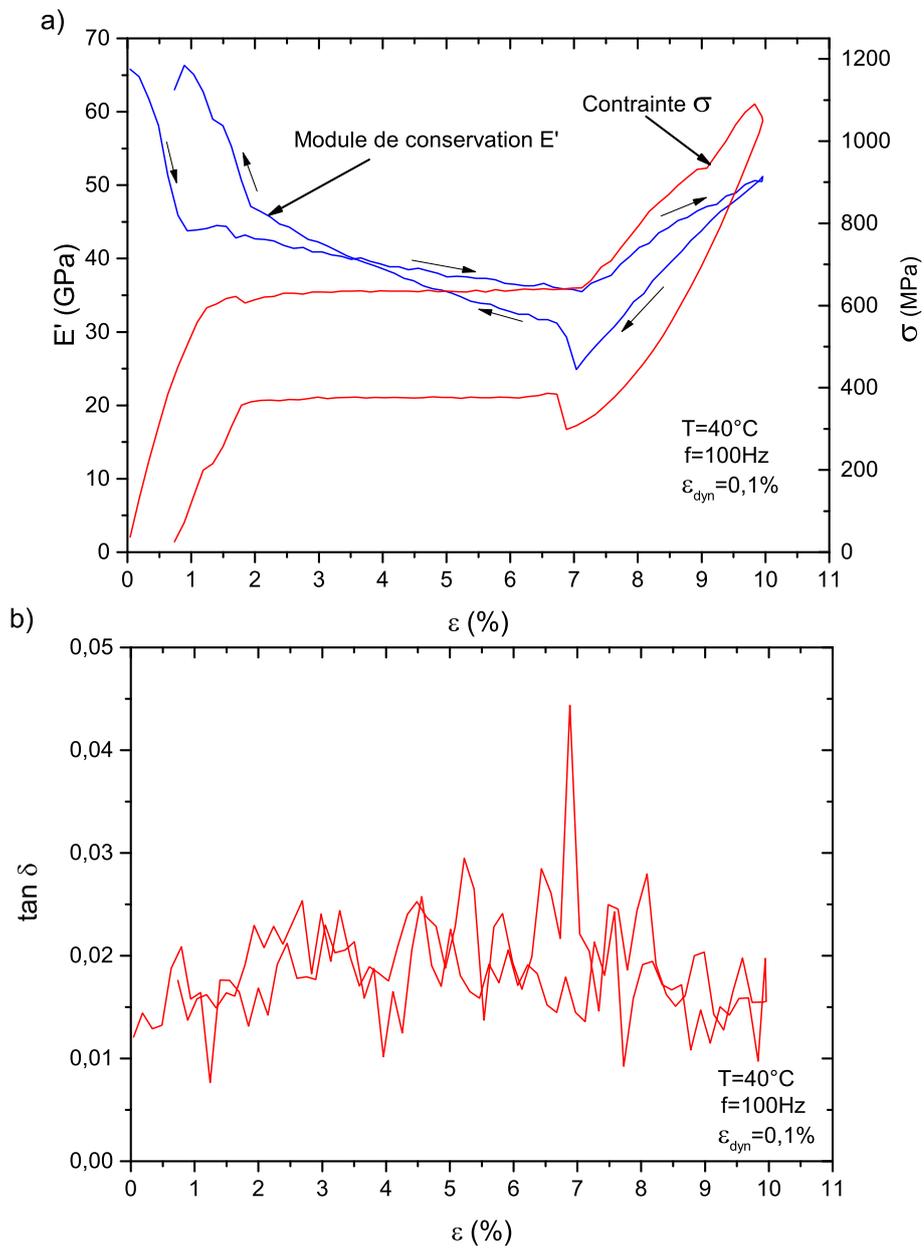


FIGURE 3.9: Essai DMA-BS sur le fil SE à une température de 40°C. a) mesures du module de conservation E' et de la contrainte σ b) mesure du facteur d'amortissement $\tan \delta$.

3.2.5 Répétabilité et éléments influents

Avant de réaliser l'ensemble des essais, différentes mesures ont été effectuées pour déterminer à la fois la répétabilité des mesures et l'influence éventuelle des différents paramètres sur les résultats. A l'issue de cette étude préliminaire l'ensemble des paramètres dynamiques seront choisis.

Les alliages NiTi sont sensibles aux couplages thermomécaniques, les vitesses de déformation pour des essais quasi statiques ont des influences sur les résultats [Shaw et Kyriakides, 1995; Favier *et al.*, 2007; Churchill *et al.*, 2010]. On peut se demander dans quelle mesure la réalisation d'un cycle DMA lors d'un essai peut influencer les résultats et quels paramètres choisir.

Les essais en température nécessitent l'utilisation d'un ventilateur pour homogénéiser la température dans l'enceinte thermique. On peut se demander si la présence du ventilateur a une influence sur les mesures.

En traction, le phénomène de localisation lors des transformations peut influencer les courbes, des augmentations ou diminutions brusques aux alentours des plateaux de transformation peuvent ainsi apparaître. La méthode de fixation de l'échantillon peut avoir une influence sur les résultats contraintes déformation [Churchill *et al.*, 2009b, a]. Dans notre cas, les fils ont été serrés sur des mors standards plats et l'on peut se demander si l'effort de serrage influence la mesure du module de conservation E' .

Notre étude concerne finalement :

- la répétabilité,
- l'influence du serrage des mors,
- l'influence du ventilateur,
- l'influence de la fréquence f ,
- l'influence de l'amplitude des déformations dynamiques ε_{dyn} ,
- l'influence du cyclage.

3.2.5.1 Répétabilité des mesures

Afin de vérifier la répétabilité des mesures, trois essais successifs DMA-BS ont été réalisés dans les mêmes conditions sur trois échantillons différents. La figure 3.10a montre les trois courbes "contrainte-déformation" correspondantes. Les deux premières courbes sont parfaitement superposées, la troisième est très légèrement décalée avec au chargement un plateau au même niveau mais plus court d'environ 0,2% de déformation. A la décharge le plateau du troisième essai est à un niveau inférieur de 30 MPa (soit une variation de 10%).

La figure 3.10b montre les trois courbes "module de conservation-déformation" correspondantes. Les trois courbes ont les mêmes formes, mais on peut observer un décalage qui peut atteindre 4,5 GPa (soit une variation de 10%). Pour la suite on considérera que les mesures du module de conservation seront données avec un intervalle de tolérance de 5 GPa.

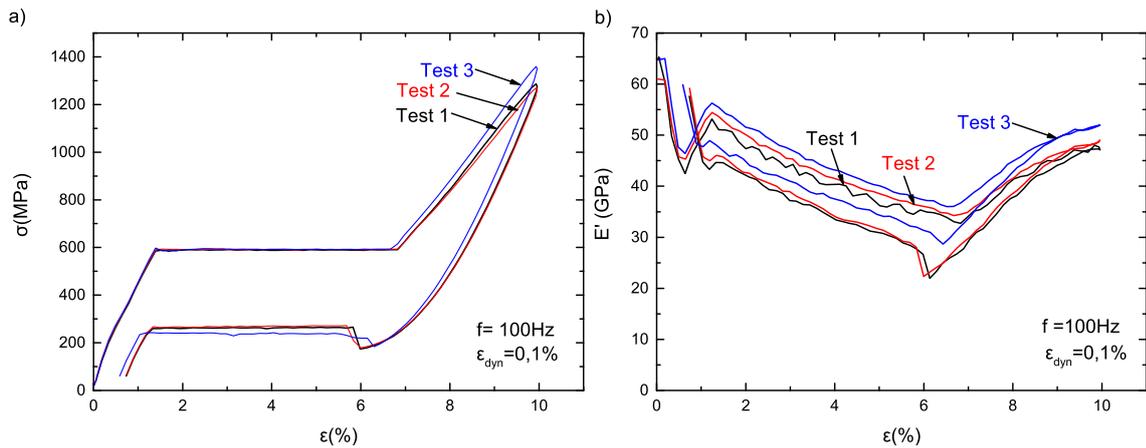


FIGURE 3.10: Répétabilité des mesures DMA sur les courbes a) contrainte-déformation, b) module de conservation-déformation.

3.2.5.2 Influence du serrage des mors

Lors des essais, les fils sont serrés dans des mors standards de type étou. Afin de garantir le non glissement lors des essais de traction, cela nécessite de serrer suffisamment les mors. Il est connu que cela peut avoir une influence sur le phénomène de localisation et sur les courbes "contrainte-déformation" [Churchill *et al.*, 2009a], mais il reste à déterminer l'influence sur la mesure du module de conservation. Deux essais ont été réalisés : un essai avec un serrage modéré mais qui limite le glissement, un autre essai avec un serrage très important.

La figure 3.11a représente les courbes "contrainte-déformation" et ne montre pas de différences significatives sur les niveaux de contrainte. La figure 3.11b représente les courbes "module de conservation-déformation" et ne montre pas de différences significatives qui restent dans le domaine de tolérance des 5 GPa.

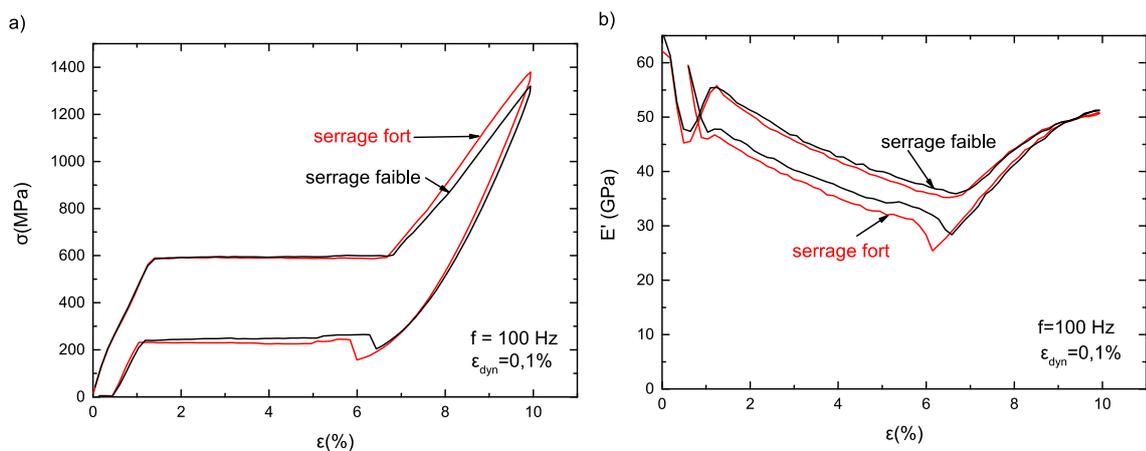


FIGURE 3.11: Influence du serrage des mors sur les courbes a) courbes "contrainte-déformation", b) courbes module de "conservation-déformation".

3.2.5.3 Influence du ventilateur

Les essais sont effectués dans une enceinte thermique, un ventilateur est utilisé afin d'homogénéiser la température. Les alliages NiTi étant sensibles aux phénomènes de couplages thermomécaniques, deux essais ont été réalisés à la température ambiante avec et sans ventilation. La figure 3.12a représente les courbes "contrainte-déformation" pour les deux essais et ne montre pas de différences significatives sur les niveaux de contrainte.

La figure 3.12b représente les courbes du "module de conservation-déformation" pour les deux essais et ne montre pas de différences significatives sur les valeurs du module de conservation qui restent dans l'intervalle de tolérance des 5 GPa.

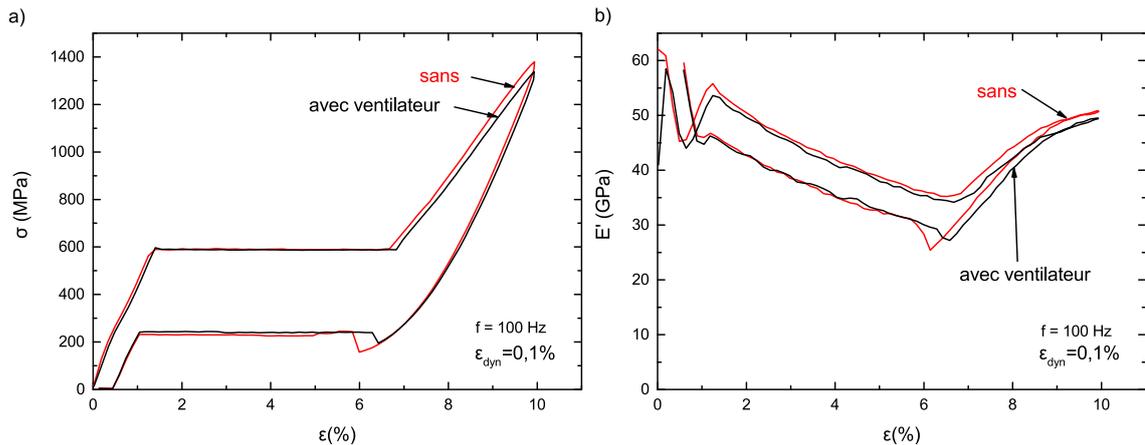


FIGURE 3.12: Influence du ventilateur sur les courbes, a) "contrainte-déformation b) "module de conservation-déformation".

3.2.5.4 Influence de la fréquence

Des essais préliminaires ont été effectués pour voir l'influence de la fréquence des mesures dynamiques sur la mesure des contraintes et du module de conservation pour les essais DMA-BS et DMA-BT.

La figure 3.13 montre les résultats pour des essais DM-BS effectués à 1 Hz, 50 Hz, 100 Hz à la température ambiante $T=27^\circ\text{C}$. A noter que la température A_f mesurée par la DSC étant de 26°C , c'est à dire proche de la température ambiante des essais, les échantillons ont tous été chauffés préalablement à 100°C . La figure 3.13a montre la courbe contrainte-déformation pour les 3 fréquences. Les essais effectués à 50 et 100 Hz montrent des courbes contrainte-déformation parfaitement confondues. L'essai effectué à une fréquence de 1 Hz montre une courbe contrainte-déformation confondue avec les essais à 50 Hz et 100 Hz sur le début de l'essai mais avec un plateau de transformation qui atteint $\epsilon_{tr}=7,3\%$ contre $6,7\%$. Cependant lors des essais de répétabilité, des différences du même ordre ont été obtenues.

La figure 3.13b montre les évolutions du module de conservation E' en fonction de la déformation. La forme des courbes sera discutée aux paragraphes 3.5.2 et 3.6.2. La fréquence des essais n'influence pas la forme des courbes mais elles subissent un léger décalage qui n'excède pas l'intervalle de tolérance des 5 GPa.

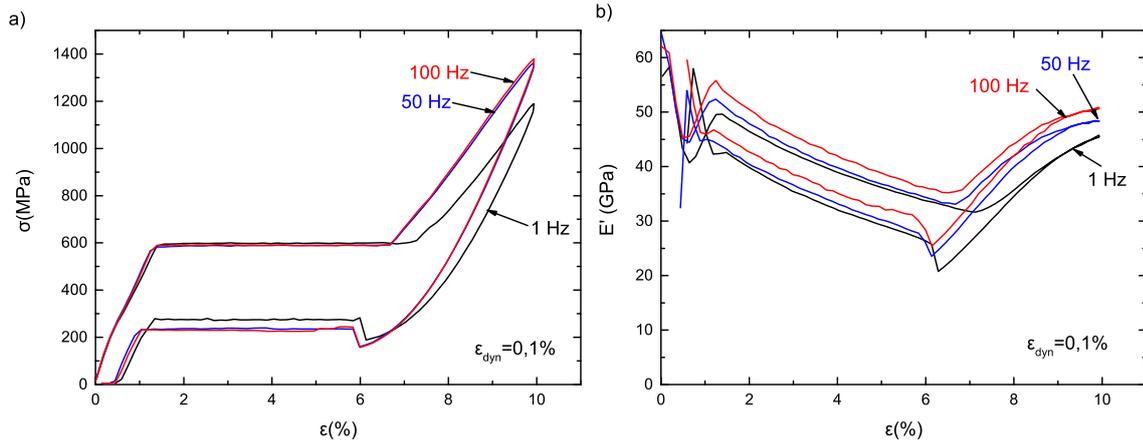


FIGURE 3.13: Influence de la fréquence des DMA sur les essais a) courbes "contrainte-déformation" , b) courbes "module de conservation-déformation".

La figure 3.14 montre les résultats pour des essais DMA-BT effectués à 10 Hz, 50 Hz, 100 Hz sous une contrainte de 100 MPa. La fréquence a très peu d'influence sur le module de conservation (moins de 2 GPa), qui est dans l'intervalle de tolérance des mesures effectuées au paragraphe 3.2.5.1.

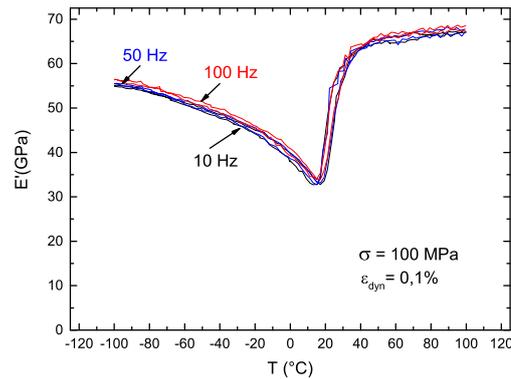


FIGURE 3.14: Influence de la fréquence sur les essais DMA-BT.

La durée moyenne d'un essai DMA-BS à 1 Hz est de 82 minutes contre 13 minutes pour un essai effectué à 100 Hz. Etant donné le nombre d'essais important à réaliser et la faible influence de la fréquence, il a été décidé de faire l'ensemble des essais à une fréquence de 100 Hz.

3.2.5.5 Influence et choix de l'amplitude de la déformation dynamique

Lors d'un essai DMA-BS (cf figure 3.7) ou d'un essai DMA-BT (cf figure 3.4), il faut que l'éprouvette soit toujours en traction (les sollicitations alternées sont impossibles). Cela impose une première condition donnée par l'inéquation :

$$\varepsilon_{dyn} < \varepsilon_{stat} \quad (3.6)$$

Si l'on souhaite faire des mesures dynamiques dès la mise en charge lors d'un essai de DMA-BS, cela impose un ε_{dyn} faible. De même, lors d'un essai de DMA-BT, il faut que cette dernière soit choisie de telle sorte que l'éprouvette reste en traction lors de la mesure dynamique. L'ensemble des essais sera effectué avec $\varepsilon_{dyn} = 0,1\%$.

Une deuxième condition est nécessaire sur le pas de mesure $\Delta\varepsilon_{stat}$ d'un essai DMA-BS, un mauvais choix peut engendrer une erreur sur les valeurs de contraintes mesurées au cours de l'essai. La figure 3.15 montre l'effet d'un mauvais choix. Un premier essai de traction (stat) sans mesure dynamique a été effectué, puis deux essais successifs (dyn 1 et dyn 2) avec dans le premier cas $\Delta\varepsilon_{stat} > \varepsilon_{dyn}$ et $\Delta\varepsilon_{stat} < \varepsilon_{dyn}$ dans le deuxième cas. Dans le premier cas (dyn 1) on observe que le plateau de transformation est confondu avec le plateau obtenu sans DMA, dans le second cas (dyn 2) on observe un plateau plus bas et une aire d'hystérésis beaucoup plus faible. La figure 3.16 explique schématiquement la raison de cette différence. Sur la figure 3.16a, avec $\Delta\varepsilon_{stat} > \varepsilon_{dyn}$, le cycle est complet et la mesure au point O' (fin du cycle) est au même niveau que la mesure au point O (début du cycle). Sur la figure 3.16b, avec $\Delta\varepsilon_{stat} < \varepsilon_{dyn}$, le cycle est "incomplet" et la mesure au point O' (fin du cycle) est à un niveau inférieur que la mesure au point O (début du cycle). Afin que les mesures de contraintes soient comparables entre des essais avec et sans DMA, il faudra donc que l'inéquation suivante soit vérifiée :

$$\varepsilon_{dyn} < \Delta\varepsilon_{stat} \quad (3.7)$$

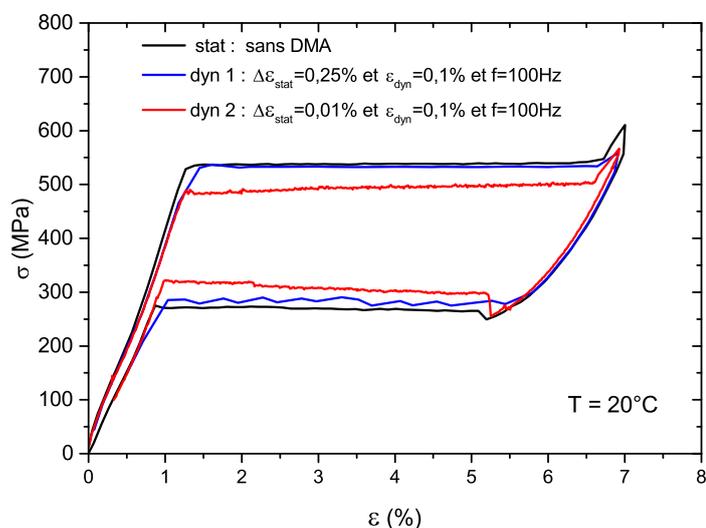


FIGURE 3.15: Importance des amplitudes $\Delta\varepsilon_{stat}$ et ε_{dyn} lors d'un essai DMA-BS.

3.2.5.6 Influence du cyclage

Les effets du cyclage sur le comportement des fils de NiTi sont bien connus, cela se traduit notamment par une baisse du plateau (contrainte notée $\sigma_s(SIMT)$) au cours des cent premiers cycles [Miyazaki *et al.*, 1986]. Les "micros" cycles des mesures DMA peuvent

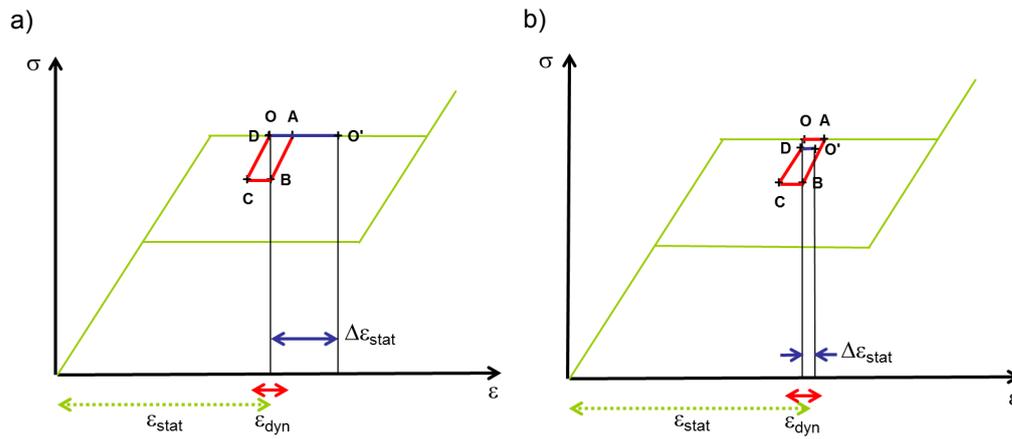


FIGURE 3.16: Illustration de l'influence de $\Delta\epsilon_{stat}$ et ϵ_{dyn} sur la mesure des contraintes lors d'un essai DMA-BS.

avoir une influence sur le cyclage macroscopique. Deux cycles de traction (déformation de 10%) sans mesure dynamique ont été effectués sur un fil. Deux autres cycles de traction avec des mesures dynamiques ont été réalisés sur un nouveau fil. La figure 3.17a représente les courbes contrainte-déformation des 4 essais. Pour les essais avec mesures dynamiques, le plateau diminue de 37 MPa (614 MPa à 577 MPa) entre les deux cycles. Pour les essais sans mesures dynamiques, le plateau diminue de 55 MPa (588 MPa à 533 MPa) entre les deux cycles. Les mesures dynamiques ont un effet sur le plateau en accentuant l'effet de cyclage. La figure 3.17b représente les courbes module de conservation-déformation des deux cycles réalisés avec des mesures dynamiques. Les valeurs du module de conservation sont proches avec une différence qui peut atteindre 3 GPa, comprise dans l'intervalle de tolérance des 5 GPa.

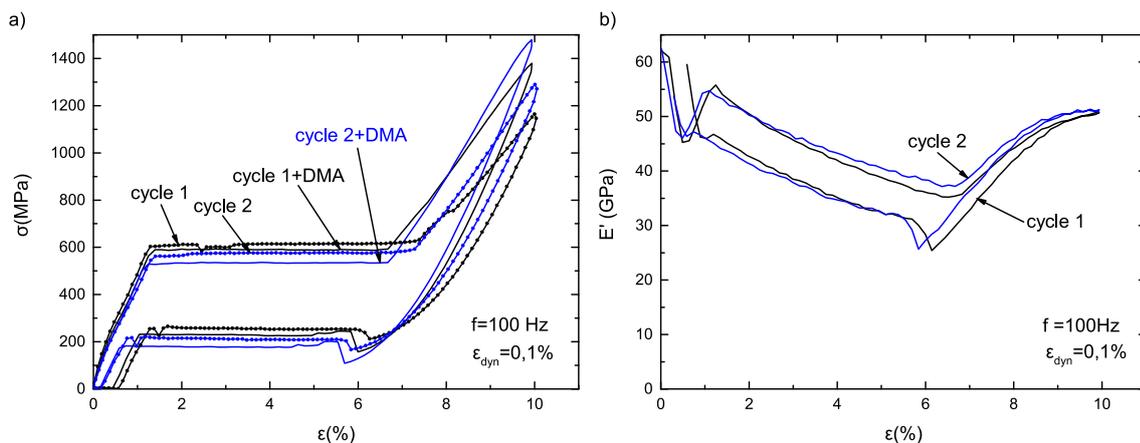


FIGURE 3.17: Influence du cyclage a) courbes "contrainte-déformation" b) courbes module de "conservation-déformation".

3.2.6 Essais effectués

Les essais doivent permettre d'étudier sur un fil superélastique les différents phénomènes en jeu lors des transformations de phase à partir d'une analyse des mesures DMA. Cela passe entre autres par la détermination des températures de transformation sous différentes contraintes et par l'analyse de l'évolution des mesures dans un premier temps, puis par la détermination des modules d'élasticité des différentes phases dans un deuxième temps. Pour ce faire, nous utiliserons plusieurs essais de DMA-BS et de DMA-BT sur le fil superélastique.

Afin d'avoir des éléments de comparaison, deux essais complémentaires ont été effectués sur le fil brut d'étirage FWM#1-CW.

Les paramètres des mesures dynamiques sont les mêmes pour l'ensemble des essais afin de pouvoir comparer les résultats issus des deux types d'essai : $\varepsilon_{dyn} = 0,1\%$ et $f = 100Hz$.

3.2.6.1 Essais DMA-BS

La figure 3.18 représente le chronogramme des essais effectués. Les essais ont été effectués tous les $20^\circ C$, pour des températures allant de $-100^\circ C$ à $+100^\circ C$. Un échantillon est utilisé pour chaque température. L'échantillon est maintenu pendant environ 5 minutes à la température de l'essai, puis un premier chargement est effectué jusqu'à une déformation $\varepsilon_{max} = 10\%$. Ensuite une décharge est effectuée jusqu'à une charge nulle $F = 0$, puis l'échantillon est rechargé jusqu'à la rupture.

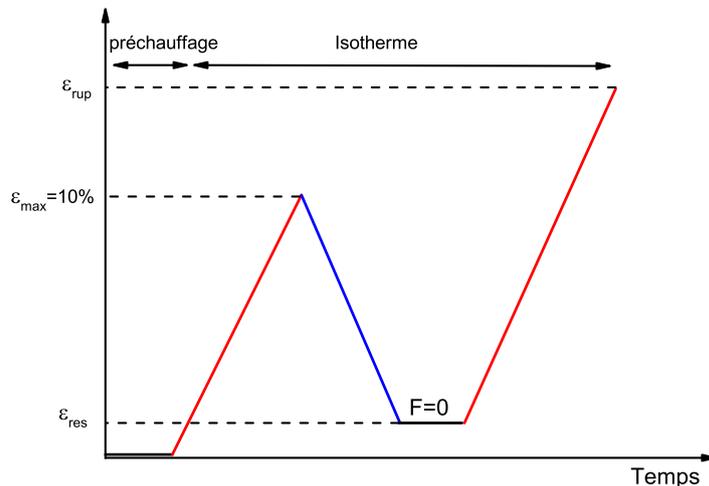


FIGURE 3.18: Chronogramme des essais DMA-BS.

L'ensemble des essais DMA-BS réalisés sur le fil superélastique sont référencés dans le tableau 3.1.

Essai	T (°C)	Charge	Décharge	Rupture
DMA-BS-1	100	X	X	
DMA-BS-2	100			X
DMA-BS-3	80	X	X	
DMA-BS-4	80			X
DMA-BS-5	60	X	X	
DMA-BS-6	60			X
DMA-BS-7	40	X	X	
DMA-BS-8	40			X
DMA-BS-9	20	X	X	
DMA-BS-10	20			X
DMA-BS-11	0	X	X	
DMA-BS-12	0			X
DMA-BS-13	-20	X	X	
DMA-BS-14	-20			X
DMA-BS-15	-40	X	X	
DMA-BS-16	-60	X	X	
DMA-BS-17	-80	X	X	
DMA-BS-18	-100	X		X

Tableau 3.1: Liste des essais DMA-BS effectués sur le fil superélastique.

3.2.6.2 Essais DMA-BT

La figure 3.19 représente le chronogramme des essais effectués. Les essais ont été réalisés sous des contraintes allant de 50 MPa à 990 MPa pour des températures pouvant aller de -140°C à 450 °C. Le fil est préchauffé à la température T_1 , les mesures DMA sont effectuées lors du refroidissement jusqu'à la température T_2 , puis lors du réchauffement jusqu'à la température T_3 .

L'ensemble des essais DMA-BT réalisés sur le fil superélastique sont référencés dans le tableau 3.2.

Essai	Contrainte (MPa)	T_1 (°C)	T_2 (°C)	T_3 (°C)
DMA-BT-1	50	100	-100	100
DMA-BT-2	100	100	-100	100
DMA-BT-3	200-300	100	-100	100
DMA-BT-4	300	100	-100	100
DMA-BT-5	390	100	-100	100
DMA-BT-6	490	100	-100	200
DMA-BT-7	590	100	-100	200
DMA-BT-8	790	100	-100	200
DMA-BT-9	990	200	-140	200
DMA-BT-10	200	22	450	22

Tableau 3.2: Liste des essais DMA-BT effectués sur le fil superélastique.

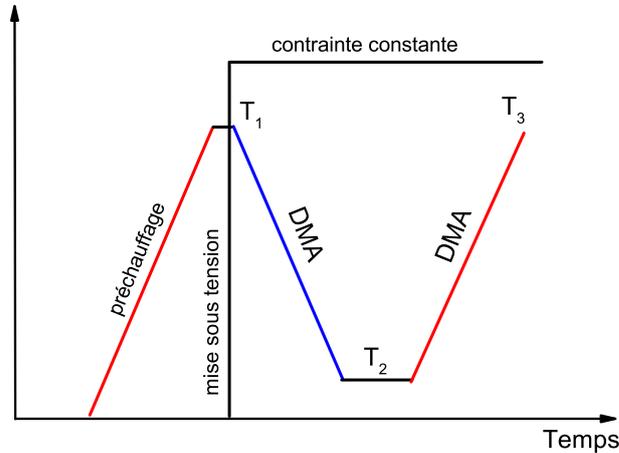


FIGURE 3.19: Chronogramme des essais DMA-BT.

3.2.6.3 Essais DMA sur le fil NiTi brut d'étirage

Le fil brut d'étirage a un comportement de type élastoplastique et avec pas ou peu de transformation de phase [Delville *et al.*, 2010]. Seuls deux essais seront effectués, un essai DMA-BS lors d'un chargement/déchargement à une température de 27°C ainsi qu'un essai DMA-BT entre +100°C et -100°C sous une contrainte de 100 MPa.

3.3 Résultats

3.3.1 Résultats des essais DMA-BS sur le fil NiTi SE

Pour chaque essai, les courbes contrainte-déformation et module de conservation-déformation sont tracées. Les figures a) représentent les essais charge-décharge. Les figures b) représentent l'essai à rupture consécutif à l'essai de charge décharge, à l'issue duquel subsiste une déformation résiduelle notée ε_{res} . La déformation tracée sur les figures b), est celle mesurée à partir de la fin de la décharge, $\varepsilon - \varepsilon_{res}$.

L'observation de l'évolution du module de conservation E' permet d'identifier trois grands types de courbe en fonction des températures des essais :

- Le premier type (type A) concerne les essais effectués à "haute" température c'est à dire entre +40 et +100°C. Ces essais sont représentés sur les figures 3.21, 3.20, 3.22, 3.23,
- Le deuxième type (type B) concerne les essais effectués à des températures intermédiaires entre -40 et +20°C. Ces essais sont représentés sur les figures 3.24, 3.25,

3.26, 3.27,

- Le dernier type (type C) concerne les essais effectués à "basse" température entre -100 et -60°C. Trois essais sont représentés sur les figures 3.28, 3.29,

3.3.1.1 Essais de type A effectués de +40°C à +100°C

L'essai réalisé à 60°C est représenté figure 3.20. La figure 3.20a résulte d'un chargement jusqu'à 10% de déformation, puis d'un déchargement jusqu'à force nulle.

La courbe contrainte-déformation, est classique pour un comportement proche d'un comportement superélastique avec un plateau à 770 MPa qui apparaît à 1,4% de déformation pour finir à 7,9%. Lors du déchargement le plateau apparaît pour une contrainte de 380 MPa. La déformation résiduelle ε_{res} lors de ce premier cycle est de 0,6%.

La courbe module de conservation-déformation, montre l'évolution de E' lors de la charge/décharge. Lors de la charge, E' débute à une valeur élevée, pour décroître rapidement jusqu'au point (2). Ensuite E' diminue régulièrement jusqu'au point (3) correspondant à la fin du plateau supérieur. Entre les points (3) et (4), E' augmente à nouveau.

Lors de la décharge, E' diminue et atteint un minimum au point (5) qui précède le plateau inférieur. Entre les points (5) et (6) qui correspondent à la singularité du plateau inférieur, E' augmente. Entre les points (6) et (7) correspondants au plateau, E' augmente régulièrement. Après le point (7), E' augmente pour atteindre un maximum au point (8). La figure 3.20b, montre le deuxième chargement effectué sur le même échantillon jusqu'à la rupture. Il est possible d'identifier les mêmes points singuliers que lors du premier chargement. Le point (4b) correspond à la rupture atteinte pour une contrainte de 1570 MPa et une déformation de 13,8% ($13,2\% + \varepsilon_{res} = 0,6\%$).

Les mêmes points singuliers peuvent être identifiés sur les essais effectués à 60°C, 80°C, 100°C représentés respectivement sur les figures 3.21, 3.22, et 3.23.

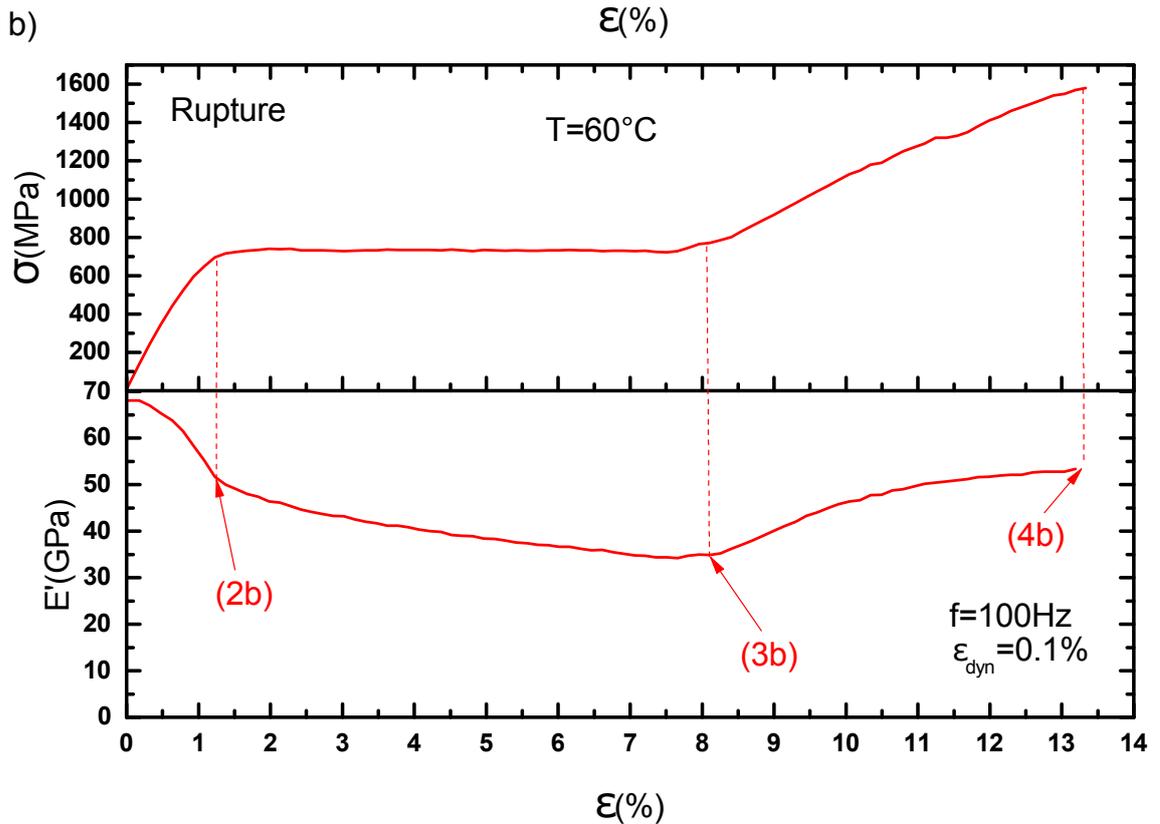
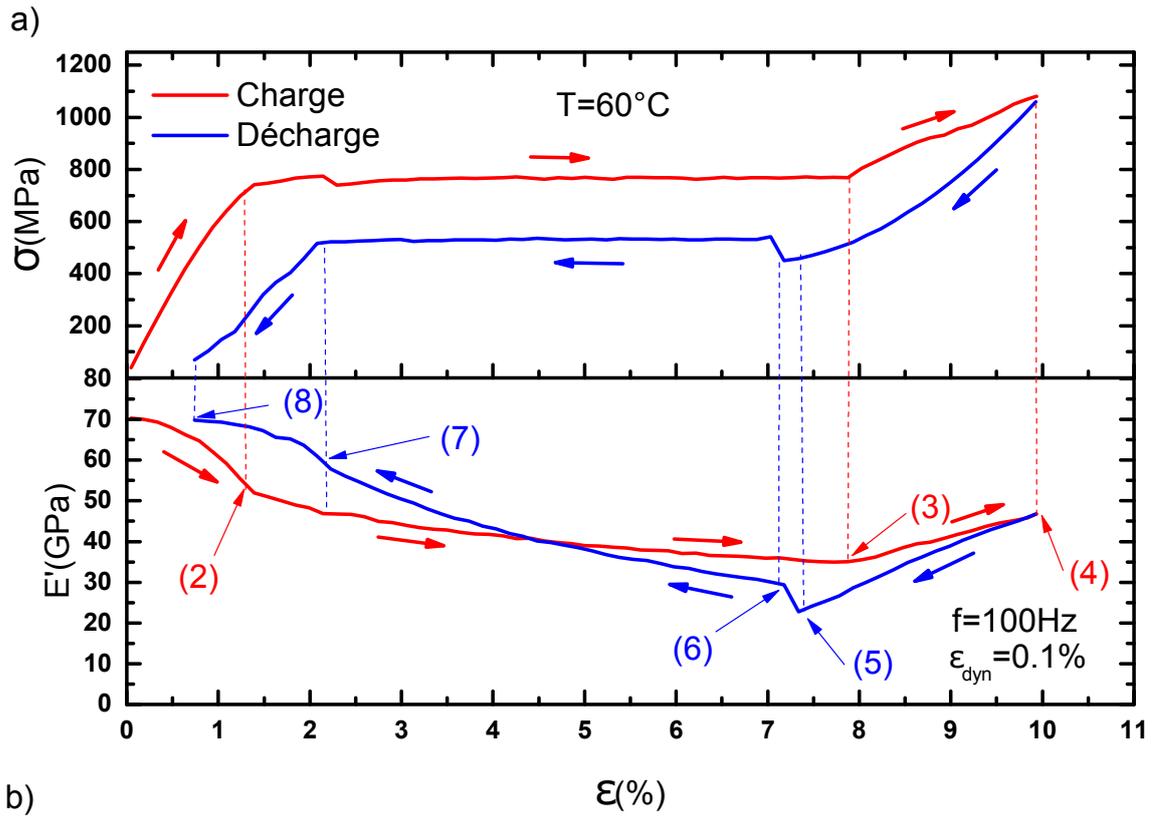


FIGURE 3.20: Résultats des essais DMA-BS à 60°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\epsilon_{\text{res}} = 0,74\%$.)

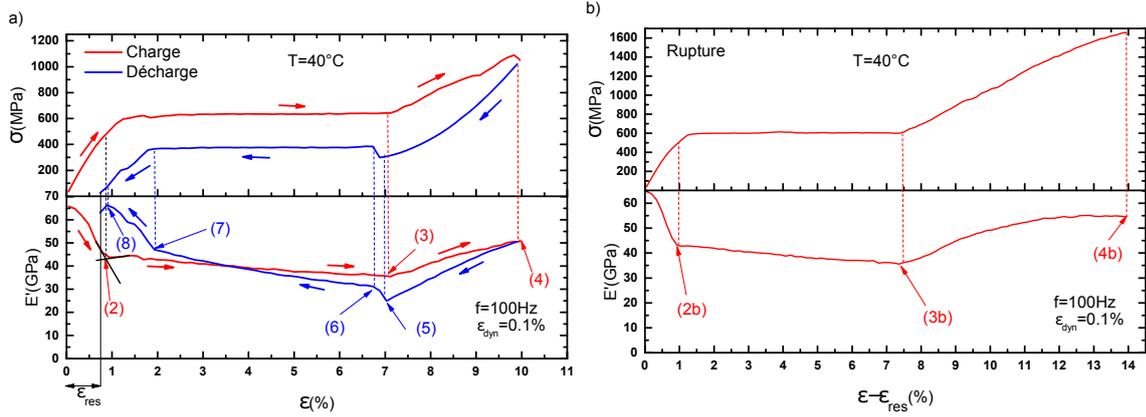


FIGURE 3.21: Résultats des essais DMA-BS à 40°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 0,7\%$).

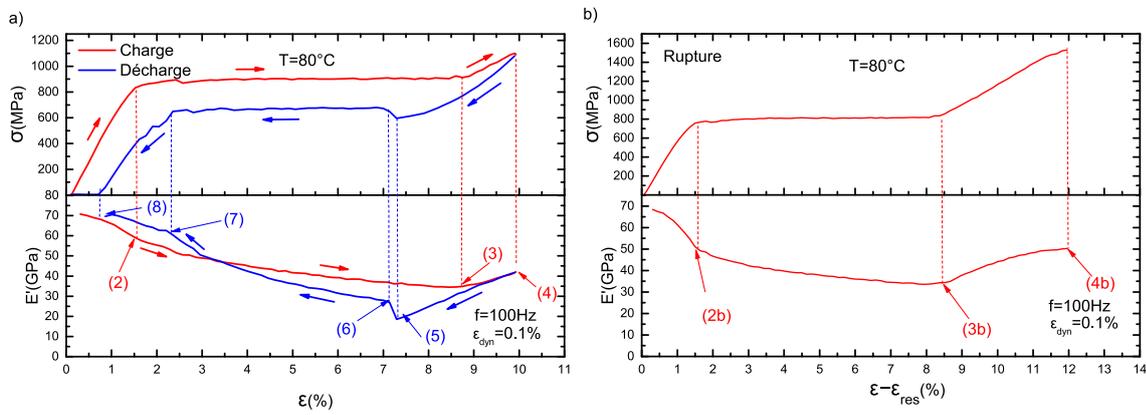


FIGURE 3.22: Résultats des essais DMA-BS à 80°C a) lors d'une charge-décharge b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 0,7\%$).

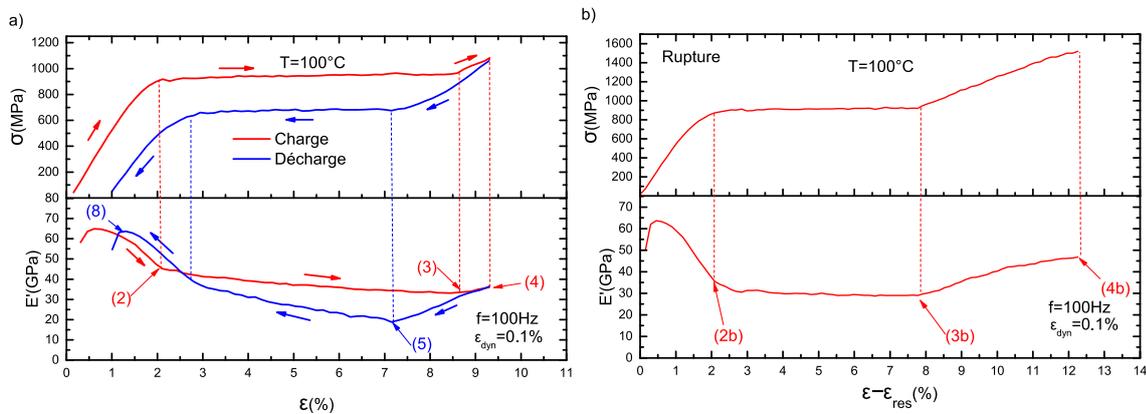


FIGURE 3.23: Résultats des essais DMA-BS à 100°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\varepsilon_{res} = 1\%$).

3.3.1.2 Essais de type B effectués de -40°C à +20°C

L'essai réalisé à 20°C est représenté sur figure 3.24. La figure 3.24a résulte d'un chargement jusqu'à 10% de déformation, puis d'un déchargement jusqu'à force nulle.

La courbe contrainte-déformation, est classique pour un comportement proche d'un comportement superélastique avec un plateau à 540 MPa qui apparaît à 1,4% de déformation pour finir à 6,9%. Lors du déchargement le plateau apparaît pour une contrainte de 214 MPa. La déformation résiduelle ε_{res} lors de ce premier cycle est de 0,58%.

La courbe module de conservation-déformation montre l'évolution de E' lors de la charge-décharge. Lors de la charge, E' diminue rapidement jusqu'au point (1) puis augmente jusqu'au point (2). **C'est cette diminution, puis réaugmentation de E' avant le plateau qui différencie les essais de type B des essais de type A réalisés à plus haute température.**

Entre les points (2) et (3) correspondant au plateau, E' diminue régulièrement. Entre les points (3) et (4), E' augmente à nouveau jusqu'au point (4).

Lors de la décharge, E' diminue jusqu'au point (5) qui précède le plateau inférieur. Entre les points (5) et (6), qui correspondent à la singularité du plateau inférieur, E' augmente. Entre les points (6) et (7) correspondants au plateau, E' augmente régulièrement. Après le point (7), E' diminue brusquement pour atteindre un minimum au point (8) pour finalement augmenter à nouveau.

La figure 3.24b, montre un deuxième cycle effectué sur le même échantillon mais jusqu'à la rupture. Il est possible d'identifier les mêmes points singuliers que lors du premier chargement. Le point (4b) correspond à la rupture atteinte pour une contrainte de 1530 MPa et une déformation de 12%. Au chargement, les mêmes points singuliers peuvent être identifiés sur les essais à 0 °C, -20°C, -40°C, représentés respectivement sur les figures 3.25, 3.26, 3.27. En revanche lors de la décharge, les points (5) à (8) ne sont pas présents sur les essais à -40°C et -20°C, car la charge nulle est atteinte avant l'apparition du plateau inférieur.

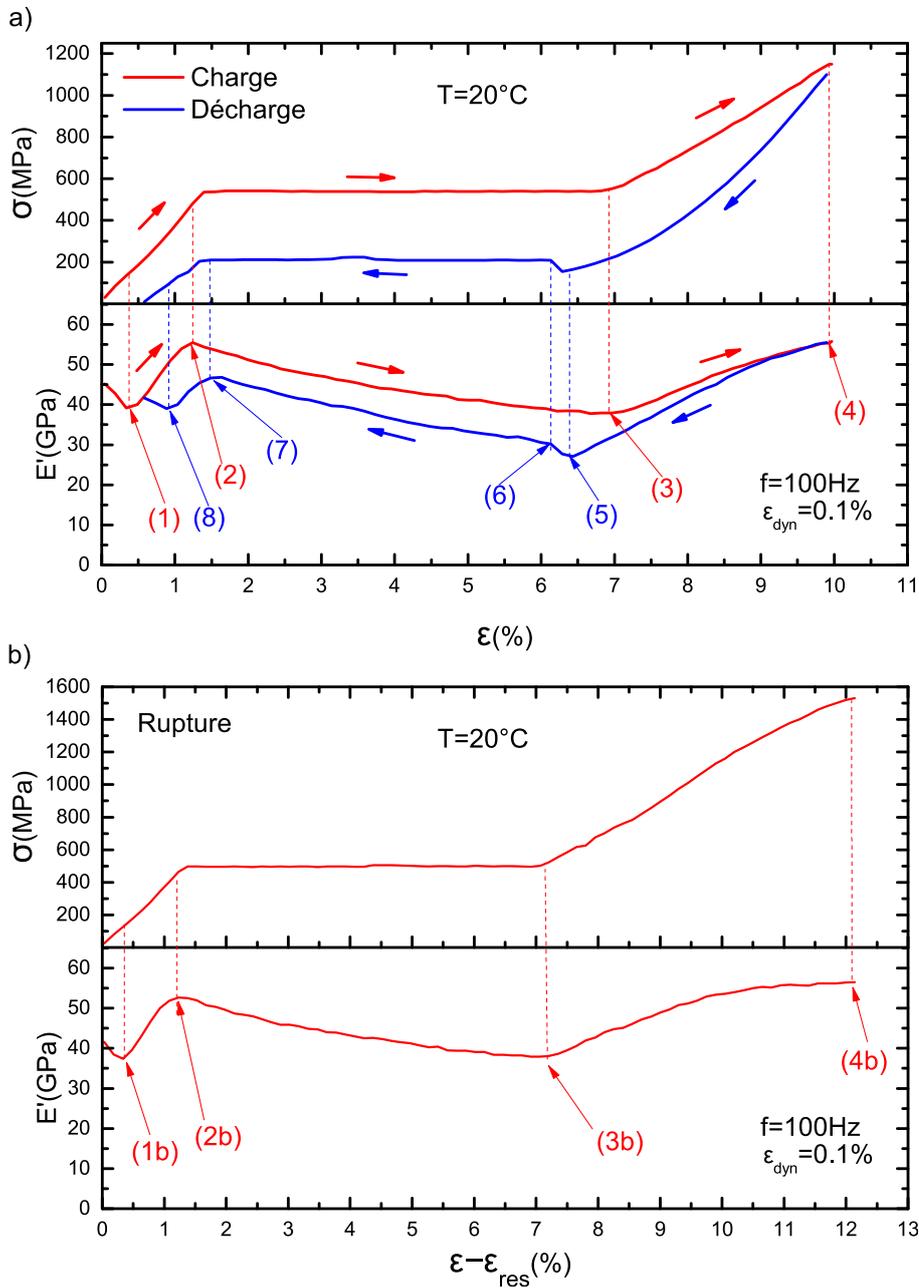


FIGURE 3.24: Résultats des essais DMA-BS à 20°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\epsilon_{\text{res}} = 0,58\%$).

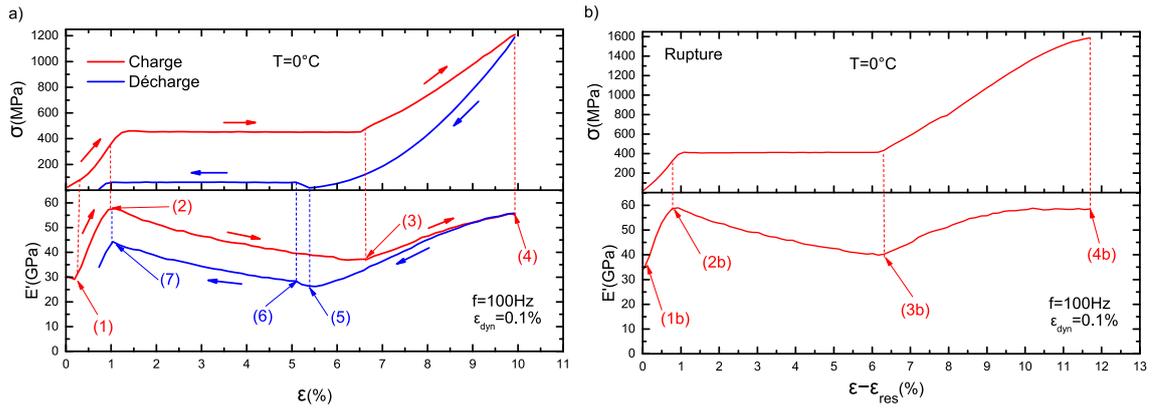


FIGURE 3.25: Résultats des essais DMA-BS à 0°C a) lors d'une charge-décharge, b) lors de la rupture (avec $\epsilon_{res} = 0,73\%$).

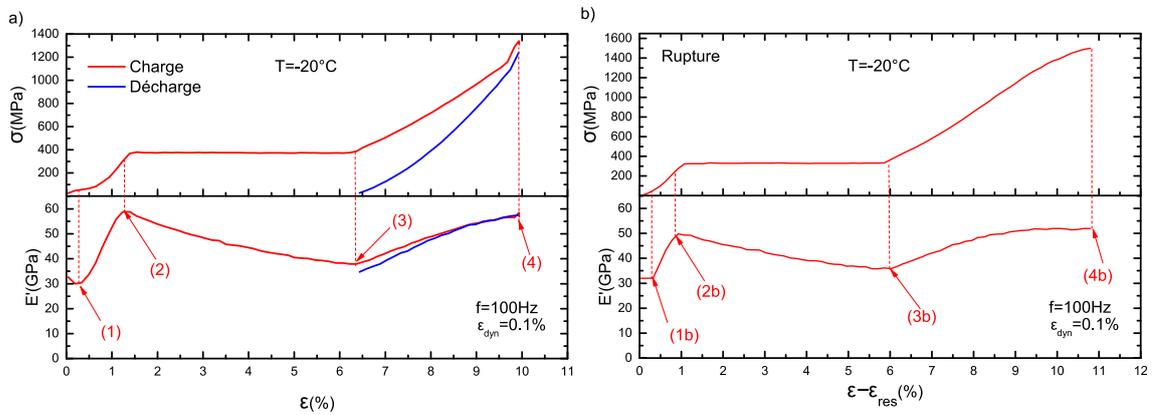


FIGURE 3.26: Résultats des essais DMA-BS à -20°C a) lors d'une charge-décharge b) lors de la rupture (avec $\epsilon_{res} = 6,4\%$).

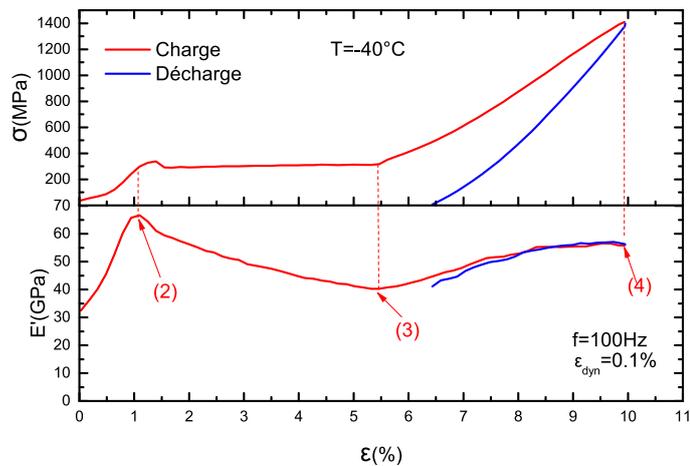


FIGURE 3.27: Résultats des essais DMA-BS lors d'une charge-décharge à $T=-40^{\circ}\text{C}$.

3.3.1.3 Essais de type C effectués de -100 °C à -60 °C

L'essai réalisé à -80°C est représenté figure 3.28 qui résulte d'un chargement jusqu'à 10% de déformation, puis un déchargement jusqu'à force nulle.

La courbe contrainte-déformation, se rapproche d'un comportement ferroélastique avec un plateau très bas à 200 MPa et une déformation résiduelle importante de 7%.

La courbe module de conservation-déformation montre l'évolution de E' lors de la charge-décharge. Lors de la charge, E' débute à une valeur très faible pour augmenter rapidement jusqu'au point (0). On observe un premier palier entre les points (0) et (1) puis une augmentation de E' jusqu'au point (2). **C'est l'apparition de ce palier entre (0) et (1) qui différencie les essais de type C des essais à plus haute température de type B.**

Le point (2) correspond au début du plateau. Pendant le plateau, E' diminue régulièrement jusqu'au point (3) pour ensuite augmenter jusqu'au point (4). Lors de la décharge jusqu'à contrainte nulle, E' suit la même évolution. L'essai réalisé à -60°C, représenté figure 3.29a, est du même type que l'essai décrit à -60°C.

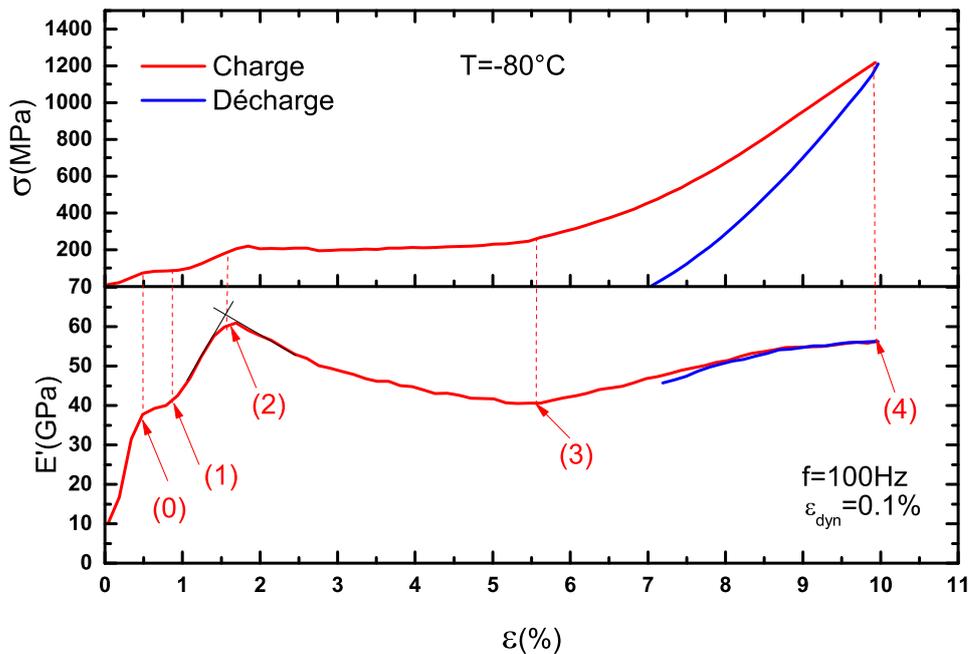


FIGURE 3.28: Résultats des essais DMA-BS lors d'une charge-décharge à T=-80°C.

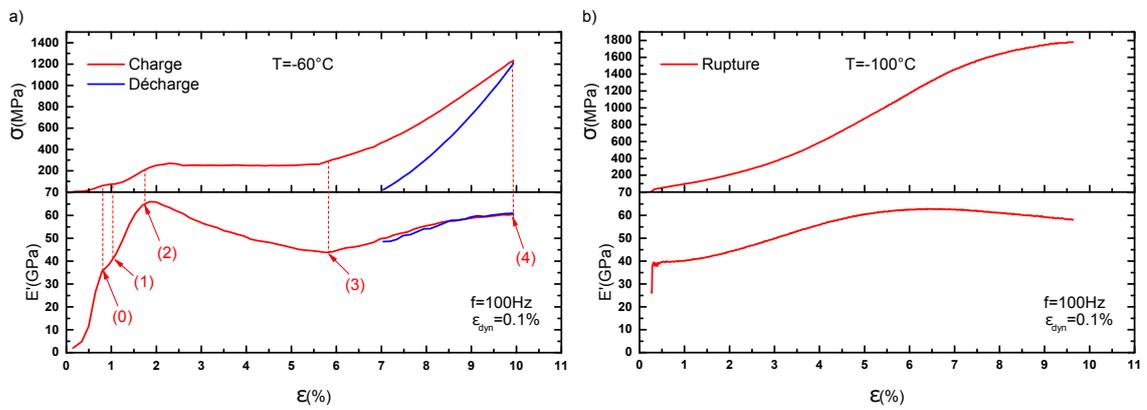


FIGURE 3.29: Résultats des essais DMA-BS a) lors d'une charge-décharge à $T = -60^\circ\text{C}$ b) lors de la rupture à $T = -100^\circ\text{C}$.

3.3.2 Résultats des essais DMA-BT sur le fil NiTi SE

Pour chaque essai, sont tracées les courbes déformation-température et module de conservation-température. L'observation de l'évolution du module de conservation E' permet d'identifier trois grands types de courbes en fonction des contraintes des essais :

- Le premier type (type I) concerne les deux essais effectués sous des contraintes de 50 MPa et 100 MPa. Ces deux essais sont représentés sur les figures 3.30 et 3.31,
- Le deuxième type (type II) concerne les essais effectués sous des contraintes comprises entre 200 MPa et 590 MPa. Ces essais sont représentés sur les figures 3.32, 3.33, 3.34, et 3.35
- Le dernier type (type III) concerne les essais effectués sous des contraintes de 790 MPa et 990 MPa. Ces deux essais sont représentés sur les figures 3.37 et 3.38.

3.3.2.1 Essais de type I effectués sous 50 MPa et 100 MPa

L'essai réalisé à 50 MPa est représenté sur la figure 3.30. Le fil est chauffé à une température de 100°C, une contrainte constante de 50 MPa est appliquée. Les mesures DMA sont effectuées pendant le refroidissement jusqu'à -100°C, puis pendant le chauffage jusqu'à +100°C. La courbe déformation-température ne montre pas de grande variation hormis une légère augmentation de déformation lors du refroidissement aux alentours de 20°C. La courbe du module de conservation-température montre l'évolution E' lors du refroidissement puis du réchauffage. Comme évoqué lors de la description du dispositif expérimental et le principe de mesure, la mesure du niveau de déformation n'est pas représentatif lors des balayages en température, et seules les variations seront discutées. Lors du refroidissement, E' débute à 77 GPa au point (1'), pour décroître régulièrement jusqu'au point (2') égal à 65 GPa pour une température de 27°C. La rupture de pente n'étant pas franche la détermination du point (2') se fait en traçant les tangentes aux courbes. Cette méthode sera utilisée pour l'ensemble des points singuliers. Après le point (2'), E' chute de manière importante jusqu'au point (3') où il atteint un minimum de 30 GPa pour une température de 11°C. Ensuite E' augmente régulièrement jusqu'au point (4') pour atteindre 55 GPa à -100°C.

Lors du chauffage, E' suit l'évolution inverse, le point (5') est confondu au point (3'). Le point (6') est localisé à une température de 30°C pour un E' de 62 GPa légèrement décalé par rapport au point (2').

Les mêmes points caractéristiques peuvent être identifiés sur la figure 3.31 pour l'essai effectué sous une contrainte de 100 MPa.

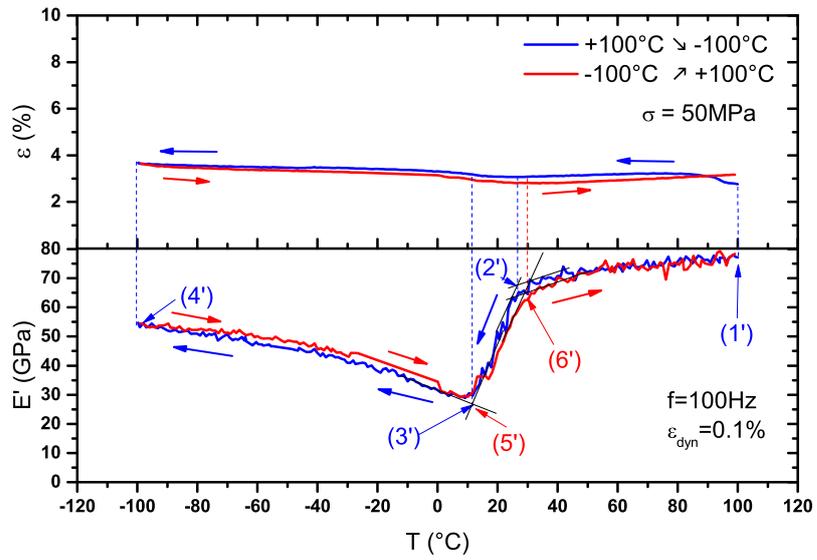


FIGURE 3.30: Résultats des essais DMA-BT sous une contrainte de 50 MPa.

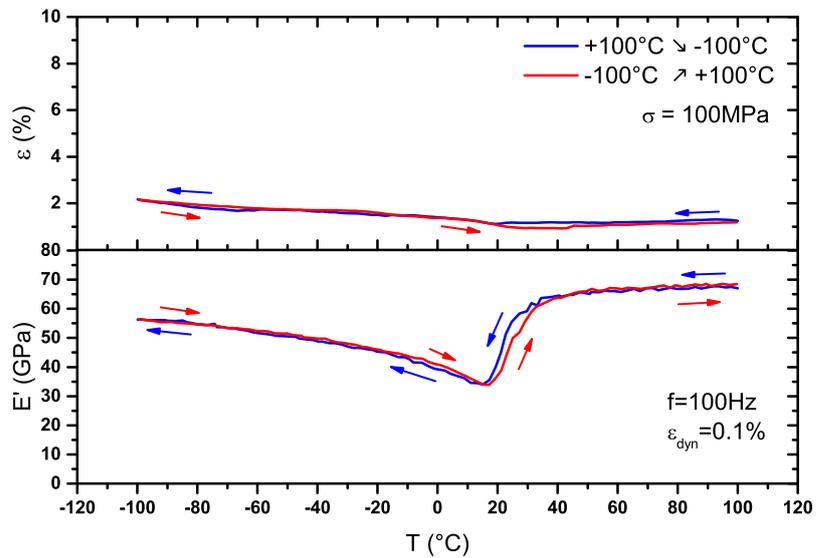


FIGURE 3.31: Résultats des essais DMA-BT sous une contrainte de 100 MPa.

3.3.2.2 Essais de type II effectués entre 200 MPa et 590 MPa

L'essai réalisé à 300 MPa est représenté sur figure 3.33. Le fil est chauffé à une température de 100°C, une contrainte de constante de 300 MPa est appliquée. Les mesures DMA sont effectuées pendant le refroidissement jusqu'à -100°C, puis pendant le réchauffement jusqu'à +100°C.

Au refroidissement, la courbe déformation-température montre deux variations. Une première faible et étalée à environ 20°C et une seconde brutale avec une augmentation de déformation qui apparaît à -45°C. Au chauffage, on observe une variation brutale de déformation à 22°C.

La courbe inférieure montre l'évolution du module de conservation E' lors du refroidissement puis du réchauffage. Lors du refroidissement E' débute à 71 GPa au point (1'), pour décroître régulièrement jusqu'au point (2') où il atteint 60 GPa pour une température de 41°C. Après le point (2'), E' chute de manière importante jusqu'au point (3') où il atteint un minimum de 41 GPa pour une température de 28°C. Ensuite E' augmente régulièrement pour atteindre un maximum en (4') pour atteindre 57 GPa à -28°C. A partir du point (5'), E' chute rapidement pour une température de -45.5°C où il passe de 54 GPa à 36 GPa au point (6') à une température de -50°C. **C'est cette chute brutale qui différencie les essais de type (I) et (II)**. Entre les points (5') et (6'), seuls 2 ou 3 points de mesure sont disponibles, car l'essai étant asservi en contrainte (effort), il ne peut pas suivre la brusque variation de déformation après le point (5').

Du point (6') au point (7'), E' augmente de manière régulière et atteint 42 GPa à une température de -98°C.

Lors du réchauffement, E' diminue régulièrement jusqu'au point (8') où il atteint 22 GPa pour 22°C puis augmente brusquement à 43 GPa au point (9') pour 25,4 °C. Une seconde chute de E' apparaît à 30°C où il atteint 40 GPa au point (10'). E' augmente à nouveau jusqu'au point (11') où il atteint 62 GPa pour 48°C. Ensuite E' retrouve sa valeur initiale du point (1').

Les mêmes points principaux sont identifiables pour les autres essais représentés sur les figures 3.32, 3.34, 3.35, 3.36. Il faut noter que lorsque la contrainte augmente (cf. fig. 3.34, fig. 3.35, fig. 3.36) la chute de E' au niveau de (3') et (10') est moins présente.

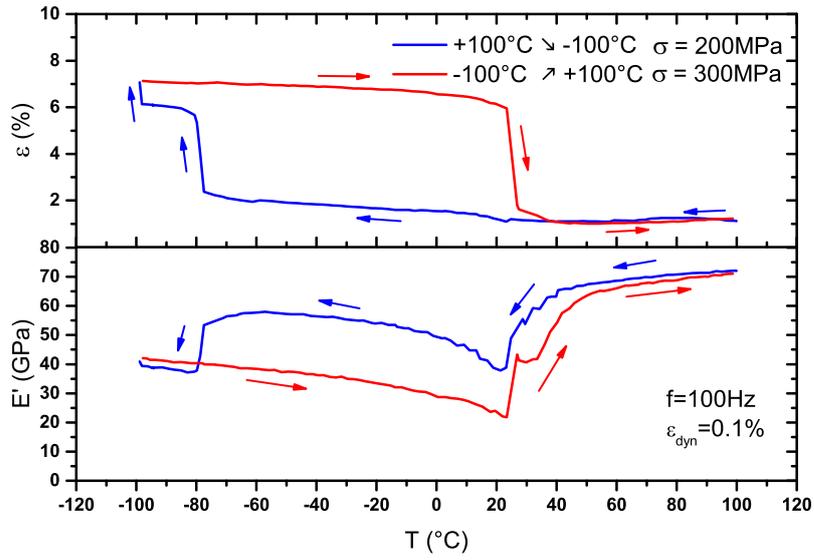


FIGURE 3.32: Essai DMA-BT sous une contrainte de 200 MPa au refroidissement et 300MPa au chauffage.

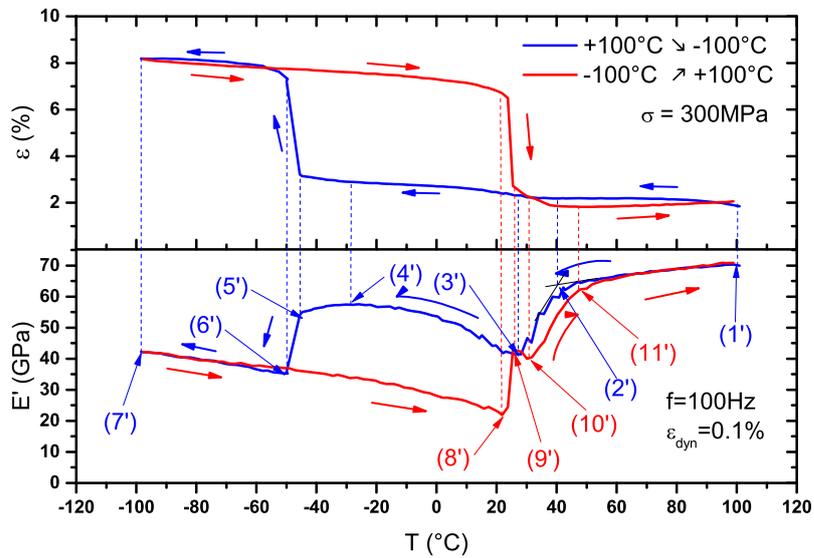


FIGURE 3.33: Essai DMA-BT sous une contrainte de 300 MPa.

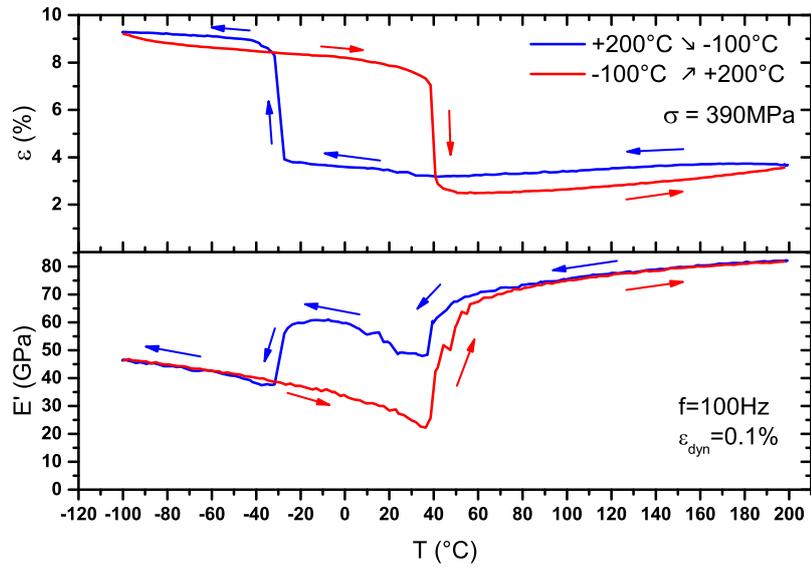


FIGURE 3.34: Essai DMA-BT sous une contrainte de 390 MPa.

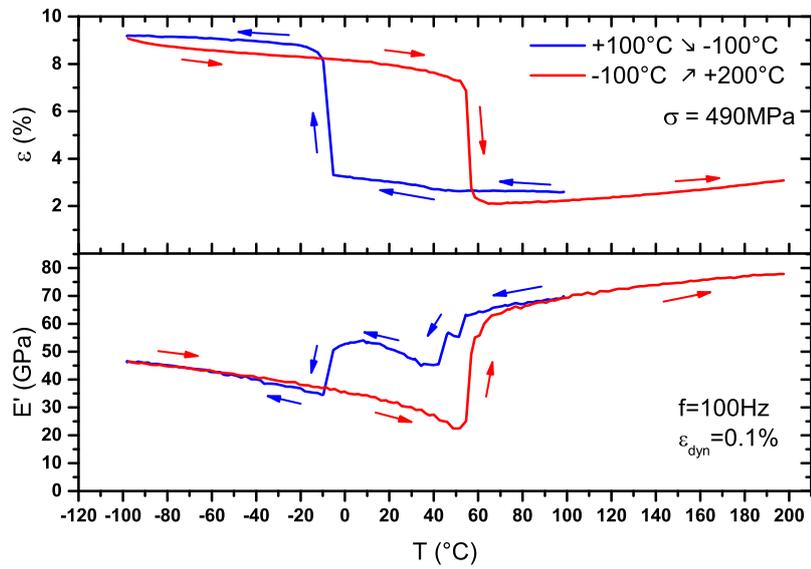


FIGURE 3.35: Essai DMA-BT sous une contrainte de 490 MPa.

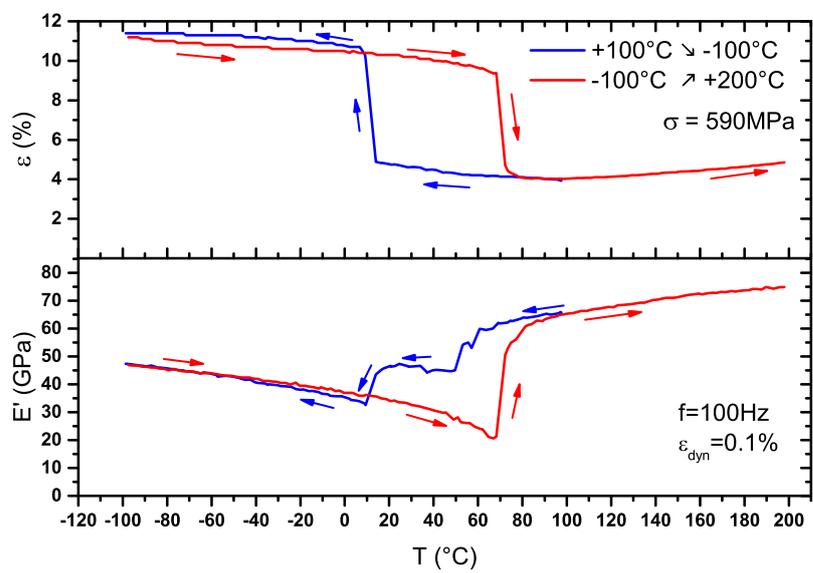


FIGURE 3.36: Essai DMA-BT sous une contrainte de 590 MPa.

3.3.2.3 Essais de type III effectués sous 790 MPa et 990 MPa

L'essai réalisé à 990 MPa est représenté figure 3.38. Le fil est chauffé à une température de 200°C, une contrainte de constante de 990 MPa est appliquée. Les mesures DMA sont effectuées pendant le refroidissement jusqu'à -140°C, puis pendant le réchauffement jusqu'à +200°C.

La courbe déformation-température montre deux variations brutales. Une augmentation qui apparaît lors du refroidissement à -82°C et une diminution plus faible qui apparaît à 135°C au réchauffement. A la fin du chauffage une déformation résiduelle subsiste.

Lors du refroidissement E' débute à 70 GPa au point (1'), pour décroître régulièrement jusqu'au point (5') où il atteint 51 GPa pour une température de 94°C. A noter que les points (2') et (3'), identifiés sur les essais de type I et II ne sont plus présents. **C'est l'absence des points (2') et (3') qui différencie les essais de type (III) des essais de type (I) et (II).** Après le point (5'), E' chute brusquement pour atteindre 72 GPa au point (6') à une température de 72°C. Ensuite E' augmente de manière régulière jusqu'au point (7') où il atteint 52 GPa.

Lors du chauffage, E' diminue régulièrement jusqu'au point (8') où il atteint 16 GPa pour 136°C puis augmente brusquement à 28 GPa au point (9') pour 140°C. A noter que la seconde chute et les points (10') présents sur les essais de type II ne sont plus présents. E' augmente de manière continue jusqu'à la fin du réchauffement à 200°C où il atteint 59 GPa.

Les mêmes points caractéristiques sont identifiables sur l'essai effectué sous une contrainte de 790 MPa représenté sur la figure 3.37.

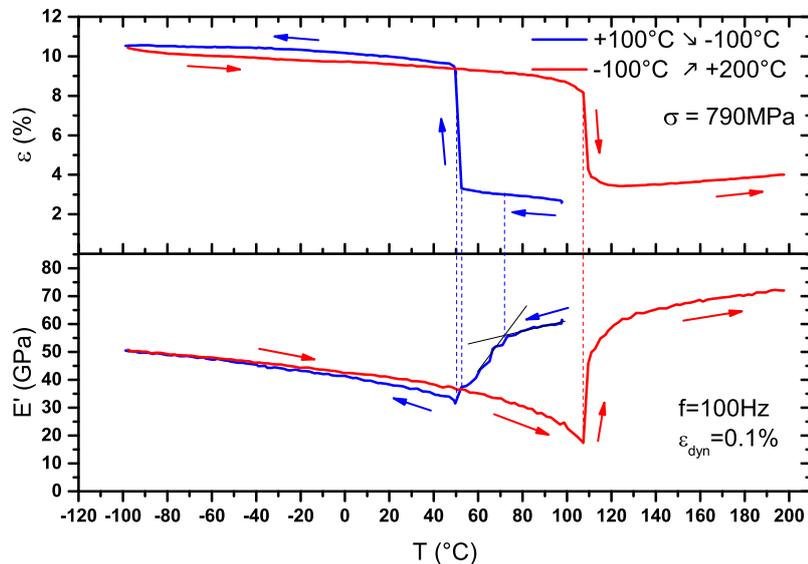


FIGURE 3.37: Essai DMA-BT sous une contrainte de 790 MPa.

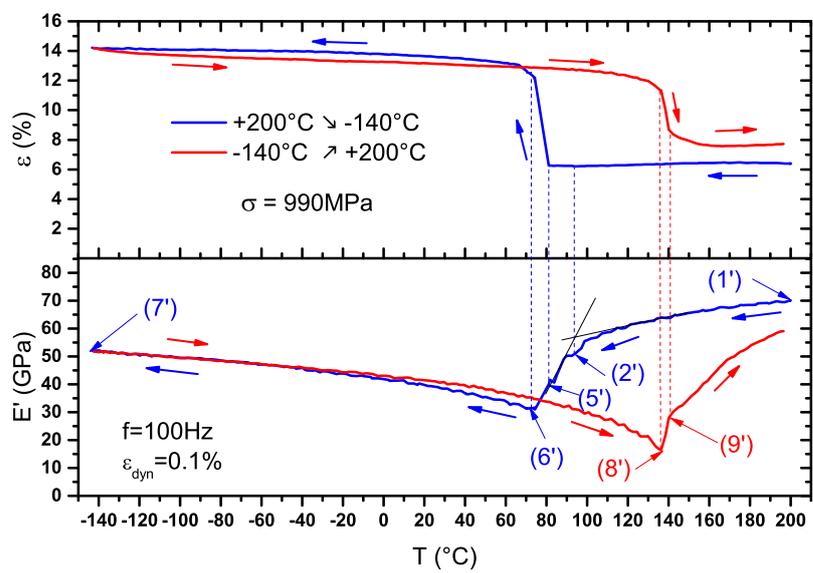


FIGURE 3.38: Essai DMA-BT sous une contrainte de 990 MPa.

3.3.3 Résultats des essais DMA-BS et DMA-BT sur le fil NiTi CW

La figure 3.39 représente les résultats de l'essai DMA-BS effectué lors d'une charge jusqu'à 3% de déformation et d'une décharge jusqu'à force nulle. Le module de conservation E' passe de 60 GPa en début de charge à 50 GPa en fin de charge, soit une diminution de 16%. On observe l'évolution inverse lors de la décharge. La figure 3.40 représente les résultats de l'essai DMA-BT sous une contrainte de 100 MPa. Le module de conservation E' augmente lors du refroidissement avec une faible pente de 0,02 GPa/°C. On observe l'évolution inverse lors du chauffage.

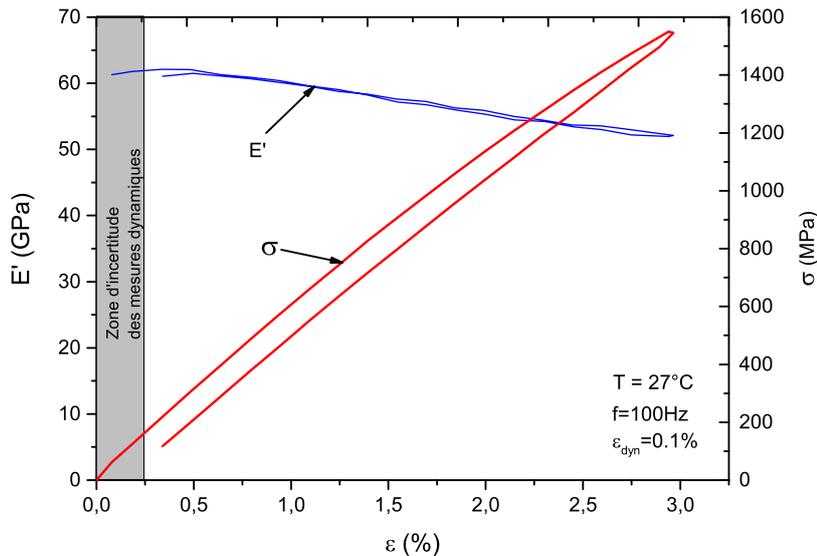


FIGURE 3.39: Essai DMA-BS effectué sur le fil CW à une température de 27°C.

3.4 Diagramme de changement de phase par l'analyse de E' et cartographie de E' dans l'espace contrainte-température

Dans un premier temps, l'objectif est de déterminer expérimentalement le domaine d'existence des différentes phases A, R, M en fonction de la contrainte et de la température. Dans l'espace contrainte-température, ce diagramme a déjà été représenté schématiquement sur la figure 2.15b, il est généralement construit à partir d'essais de traction isotherme. Dans cette partie, il est proposé d'utiliser les variations du module de conservation E' pour détecter les températures de transformations de phases et ainsi reconstruire le diagramme.

L'analyse sera confrontée aux résultats expérimentaux de la DSC du matériau (paragraphe 2.4.1) ainsi qu'aux données de la littérature sur les pentes des lignes de transformation. En effet, les pentes des lignes de transformation devraient vérifier la relation de Clausius-Clapeyron Eq. (2.1). Dans le cas du NiTi, la littérature donne des valeurs [Melton et Mercier, 1981; Stachowiak et McCormick, 1987, 1988; Liu *et al.*, 2008; Yoneyama

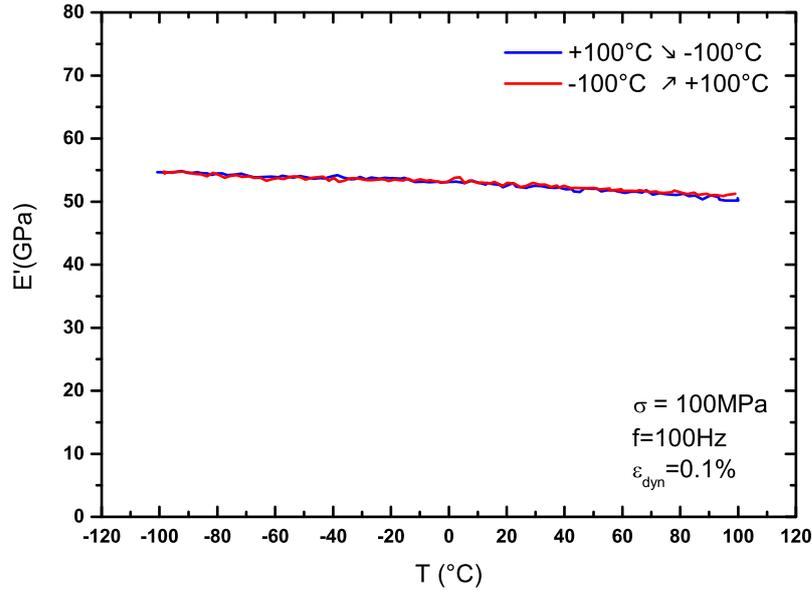


FIGURE 3.40: Essai DMA-BT effectué sur le fil CW sous une contrainte de 100 MPa.

et Miyasaki, 2008] :

$$\left. \frac{d\sigma}{dT} \right|_{A-M} = 5-8 \text{ MPa}/^\circ\text{C} \quad \left. \frac{d\sigma}{dT} \right|_{A-R} = 14-16 \text{ MPa}/^\circ\text{C} \quad \left. \frac{d\sigma}{dT} \right|_{R-M} = 4-6 \text{ MPa}/^\circ\text{C}$$

Dans un deuxième temps, des cartographies des valeurs de E' sont tracées et des modules d'élasticité sont proposés pour l'ensemble des phases A, R, M. Ces données sont comparées aux valeurs de la littérature obtenues par d'autres moyens expérimentaux.

3.4.1 Etude des changements de phase à partir des essais DMA-BS

3.4.1.1 Interprétation physique des essais DMA-BS

Dans la présentation des résultats des essais DMA-BS, nous avons distingué 3 types d'essai :

- les essais de type A réalisés à des températures de 40°C à 100°C , donc supérieures à $A_f=24^\circ\text{C}$ (cf. figure 3.2). Le matériau est donc initialement en phase austénitique,
- les essais de type B (entre -40°C et 20°C) et de type C (-60°C et -80°C). Comme montré par la DSC de la figure 3.2, pour tous ces essais, l'état initial est un mixte d'austénite et de phase R, avec la proportion de phase R d'autant plus importante que la température est basse,
- pour les essais de type C, il est raisonnable de penser que le matériau est en phase R.

Qualitativement, le mode de déformation des essais de type A peut-être décrit en se reposant par exemple sur l'essai à 60°C de la figure 3.20. Entre le point (0) et (2) le fil se déforme de manière uniforme [Schlosser *et al.*, 2008], les mécanismes de déformation sont

d'une part l'élasticité de l'austénite, mais aussi une contribution d'une transformation uniforme d'austénite vers martensite. Le plateau (2)-(3) correspond à une localisation de la déformation. Lors de l'étape (2)-(3), le fil est constitué de secteurs fortement déformés à fort taux de martensite et de secteurs peu déformés à faible taux de martensite. En poursuivant la charge entre (3) et (4), le fil se déforme de nouveau de manière uniforme, les mécanismes de déformation étant l'élasticité de la martensite orientée, une poursuite de la transformation austénite-martensite, et éventuellement des démaclages de la martensite. Lors de la décharge, la déformation est tout d'abord uniforme entre (4) et (5), les mécanismes étant l'élasticité de la martensite orientée, un début de transformation inverse M-A. Au point (5), le matériau est majoritairement martensitique mais comporte néanmoins déjà une certaine fraction d'austénite. La déformation entre (6) et (7) est de type localisée pour redevenir uniforme entre (7) et (8). Lors de cette dernière partie de décharge, la déformation est due à l'élasticité mais aussi à une transformation inverse de la martensite.

Les mécanismes de déformation des essais de type B sont assez similaires à ceux de type A, hormis le fait que pour des températures inférieures à 20°C, le fil est initialement partiellement en phase R. Ainsi dans la partie quasi linéaire (0)-(2) de l'essai à 20°C (cf. figure 3.24), avant l'apparition du mode localisé de déformation associé au plateau (2)-(3), les mécanismes sont triples, élasticité de l'austénite et transformation A-R et R-M. Le long des deux plateaux (2)-(3) à la charge et (6)-(7) à la décharge, ainsi que lors de la déformation uniforme (3)-(4)-(5), les mécanismes de déformation sont identiques aux essais de type A. Lors du dernier stage de déformation, la déformation après le point (7) est uniforme et met en jeu des mécanismes d'élasticité et de transformation inverse M-R, M-A et R-A.

Pour les essais réalisés à des températures inférieures à -60°C, le fil est à l'état initial entièrement en phase R. La particularité est l'apparition d'un plateau avant le point (2). Les mesures de champs de déformation n'ont pas été réalisées, et il n'est pas possible d'exclure le fait que ces plateaux soient associés à un mode de déformation localisée. Une hypothèse est que ces plateaux correspondent à la réorientation de la phase R; il a été montré que la réorientation des variantes de martensite pouvaient conduire à des modes de déformation localisées associées à un plateau [Liu et Van Humbeeck, 1998]. Le second plateau lors de la charge (2)-(3) correspond à une localisation de déformation, la différence de déformation entre secteurs faiblement et fortement déformés étant due à une transformation entre phase R orientée et phase martensitique.

3.4.1.2 Diagramme de changement de phase

La figure 3.41a représente les températures et contraintes qui correspondent aux points caractéristiques identifiés sur les courbes du module de conservation E' lors des chargements. Les points sont représentés dans l'espace contrainte-température et selon les trois catégories (A, B, C) répertoriées en fonction des températures des essais. La DSC lors du refroidissement (cf. fig. 3.2) a été superposée. De manière similaire, la figure 3.42a représente les températures et contraintes qui correspondent aux points caractéristiques identifiés sur les courbes du module de conservation E' lors des déchargements. Les points sont représentés dans l'espace contrainte-température et selon les deux catégories (A, B)

répertoriées en fonction des températures des essais. Les points (5), (6), (7) ne sont pas présents sur les essais de type C les transformations inverses n'ayant pas lieu. La DSC lors du refroidissement (cf. fig. 3.2) a été superposée.

Comme vu dans le paragraphe précédent, les points (2) et (3) correspondent au début et fin de la zone de déformation localisée lors de la charge. De manière identique, les points (5) et (7) correspondent au début et fin de la zone de déformation localisée lors de la décharge, lorsque le plateau à la décharge existe. Lors de la charge, bien que des mécanismes de type A-M, A-R et R-M existent lors des étapes initiale (0)-(2) et finale (3)-(4), la plus grande partie des transformations de phase ont lieu au cours du stage de déformation localisée (2)-(3). Ainsi la pente $\frac{d\sigma}{dT}$ des points (2) et (3) pour les essais de type A est une bonne sensibilité à la température pour la transformation A-M induite mécaniquement. La figure 3.41b représente la pente moyenne des points (2) et (3). Expérimentalement, la pente moyenne pour les points (2) et (3) est de 6 MPa/°C et se situe dans l'intervalle des 5-8 MPa/°C de la littérature. En prolongeant linéairement ces points, la température de transformation A-M à contrainte nulle peut être estimée à $T_{AM}=-65^{\circ}\text{C}$.

Pour les mêmes essais de type A, la pente $\frac{d\sigma}{dT}$ pour la transformation inverse M-A est obtenue à partir des points (5), (6), (7) de la figure 3.42b, et vaut 7,3 MPa/°C. En prolongeant linéairement ces points, la température de transformation A-M à contrainte nulle peut être estimée à $T_{AM}=-6^{\circ}\text{C}$.

Pour les essais de type B et C, la pente $\frac{d\sigma}{dT}$ des points (2) et (3) donnent une bonne estimation des températures T_{R-M} sous différentes contraintes. La courbe T_{R-M} en fonction de σ représentée sur la figure 3.41b est bien linéaire entre $T=-20^{\circ}\text{C}$ et 20°C , avec une pente de 4,3 MPa/°C. En prolongeant ces points jusqu'à contrainte nulle, la température de transformation R-M a été estimée à $T_{RM}=-100^{\circ}\text{C}$. Pour des températures inférieures à 20°C et de contrainte inférieure à 250 MPa, la linéarité entre T_{R-M} et σ est moins bien vérifiée comme déjà observée par exemple sur la figure 86 dans [Otsuka et Ren, 2005].

Les essais de type B font apparaître les points (1) à la charge. La ligne correspondante à ces points sur la figure 3.41a est de faible pente, indiquant que le phénomène lié au mécanisme de déformation prépondérant est alors peu sensible à la température. Le matériau étant principalement en phase R, cette ligne peut provenir d'un phénomène de réorientation de la phase R. Le phénomène de réorientation de la phase R avant la transformation R-M a déjà été mis en évidence expérimentalement (entre autres par des mesures ultrasoniques) et discuté [Sittner *et al.*, 2006; Duerig, 2006].

Pour les essais de type C réalisés à -60°C et -80°C , le matériau initial est en phase R autoacommodée. De manière identique aux essais de type B, il apparaît raisonnable d'attribuer l'étape (0)-(1) de déformation aux phénomènes de réorientation de phase R, très peu dépendants de la température.

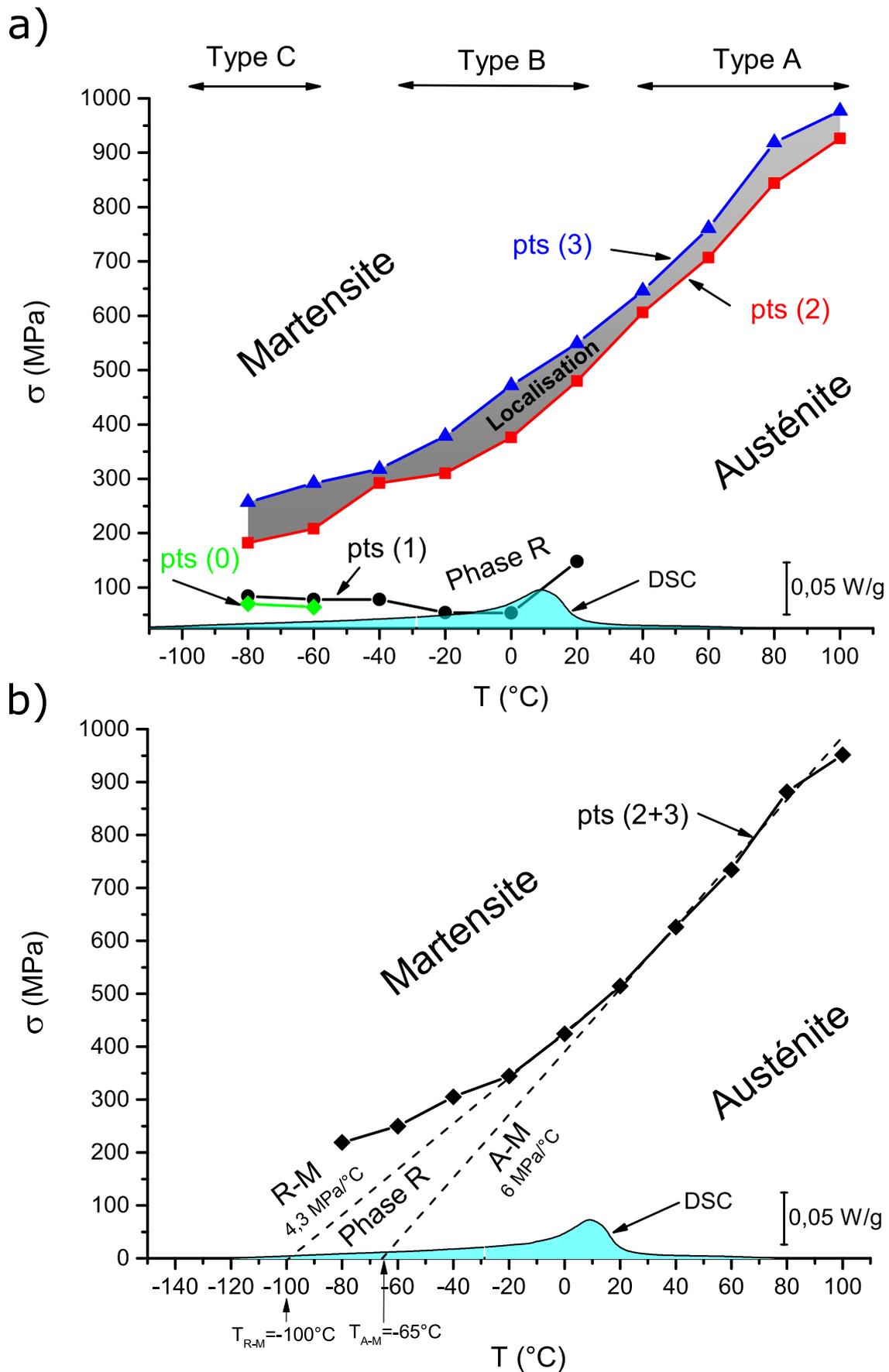


FIGURE 3.41: Tracé des points caractéristiques lors du chargement a) identification des phases, b) estimation des températures de transformation.

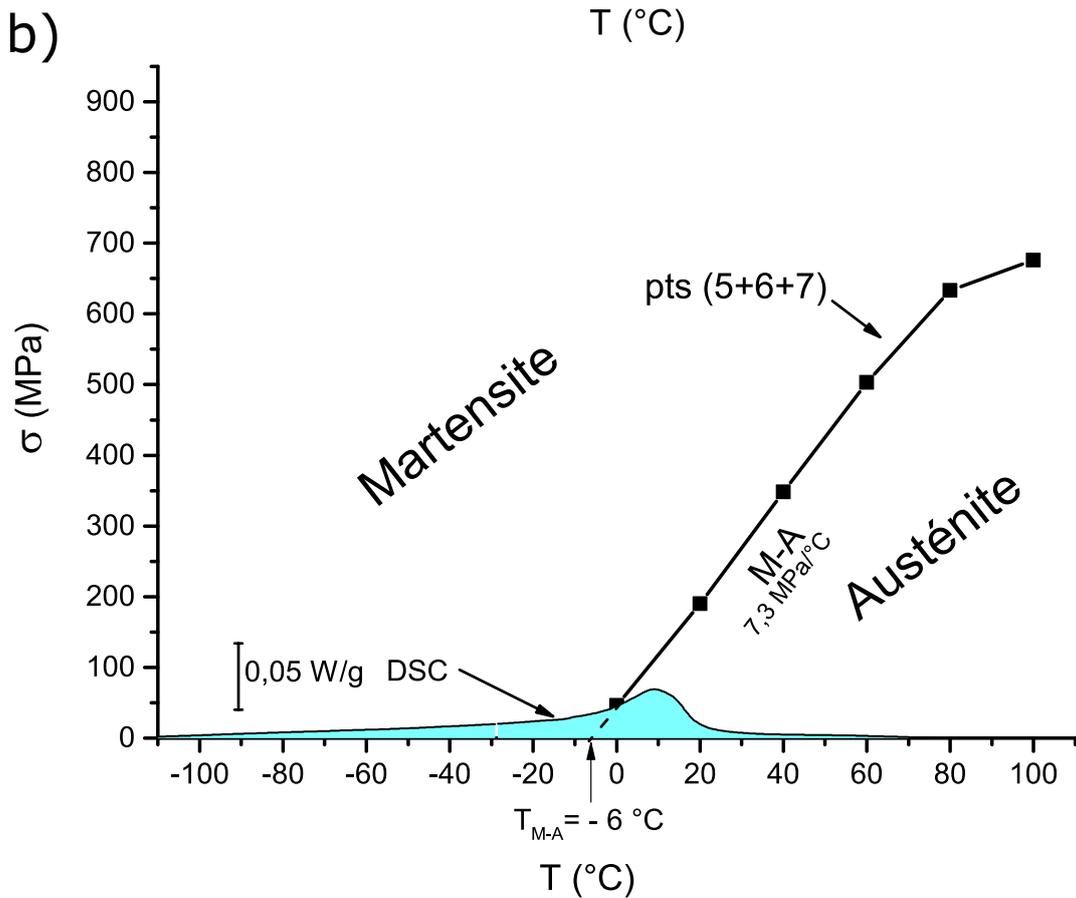
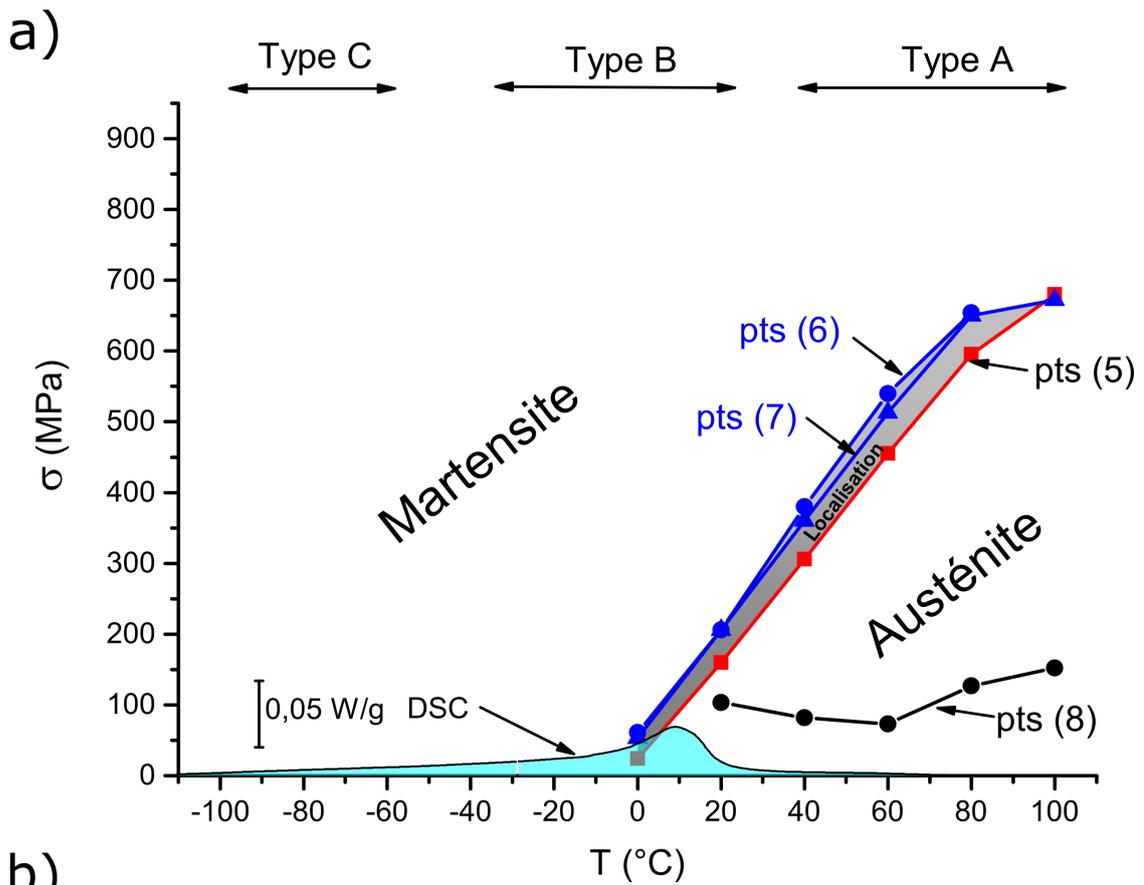


FIGURE 3.42: Tracé des points caractéristiques lors du déchargement a) identification des phases, b) estimation des températures de transformation.

3.4.2 Etude des changements de phase à partir des essais DMA-BT

3.4.2.1 Interprétation physique des essais DMA-BT

Dans la présentation des résultats des essais DMA-BT, nous avons distingué 3 types d'essai :

- essais de type (I) réalisés sous des contraintes < 100 MPa,
- essais de type (II) réalisés sous des contraintes comprises entre 200 et 600 MPa,
- essais de type (III) réalisés sous des contraintes > 750 MPa.

Pour les trois types d'essais, les mesures commencent à 100°C ou à 200°C soient des températures très supérieures à A_f . On peut donc supposer que le fil est totalement austénitique au début des essais.

Les essais de type (I) peuvent être examinés sur la figure 3.30 pour l'essai réalisé sous 50 MPa. Au refroidissement, ils font apparaître une transformation de type A-R. Lors du refroidissement, une estimation du début de la transformation A-R est donnée par le point (2'). Les courbes lors du refroidissement et du chauffage sont décalées de moins de 5°C , cette faible hystérésis montre qu'il n'y a pas de transformation induisant de la martensite même lorsque l'on refroidit à -100°C sous 50 ou 100 MPa. Ce décalage est comparable à celui mesuré en DSC (cf. figure 3.2) avec $T_{A-R}=9^{\circ}\text{C}$ et $T_{R-A}=16^{\circ}\text{C}$.

Les essais de type (II) peuvent être examinés par exemple sur la figure 3.33, pour l'essai réalisé sous 300 MPa. Ils font apparaître une première transformation A-R puis une transformation R-M. Lors du refroidissement, une estimation du début de la transformation A-R est donnée par le point (2'), le point (5') correspond au début de la transformation R-M. La chute brutale entre (5') et (6') correspond au plateau où la déformation est localisée. Ceci est confirmé par le nombre de points réduit lors de cette transition ; en effet l'essai étant asservi en contrainte et non en déformation, il est impossible d'acquérir plus de points pendant cette transition. Lors du chauffage, on retrouve la transformation inverse M-R qui débute au point (8'). Lors du refroidissement et du chauffage les points (5') et (8') sont décalés de 67°C , cette hystérésis importante montre que l'on est bien en présence d'une transformation de type R-M et M-R. Au chauffage, on retrouve la transformation R-A qui débute entre les point (9') et (10') avec un faible hystérésis de transformation par rapport au refroidissement. Si l'on observe la figure 3.34 pour un essai réalisé sous une contrainte plus importante ($\sigma=390$ MPa), les températures de transformation au chauffage augmentent, mais cette augmentation est plus importante pour la transformation M-R que pour la transformation R-A. Ainsi au chauffage, en augmentant la contrainte, on passe progressivement d'une transformation M-R-A à une transformation directe M-A (par exemple sur la figure 3.35 pour l'essai sous une contrainte $\sigma=490$ MPa).

Les essais de type (III) peuvent être examinés par exemple sur la figure 3.38, pour l'essai réalisé sous 990 MPa. Lors du refroidissement la transformation A-R a disparu pour ne laisser apparaître que la transformation A-M dont le début peut être estimé au point (5'). La transformation est toujours caractérisée par son plateau de transformation, et sa déformation localisée entre les points (5') et (6'). Lors du refroidissement et du chauffage les points (5') et (8') sont décalés de 55°C , cette hystérésis importante montre que l'on est bien en présence d'une transformation de type A-M et M-A.

3.4.2.2 Diagramme de changement de phase

La figure 3.43a représente les températures et contraintes qui correspondent aux points caractéristiques identifiés sur les courbes du module de conservation E' lors du refroidissement sous différentes contraintes. Les points sont représentés dans l'espace contrainte-température et selon les trois catégories (I, II, III) répertoriées en fonction des contraintes appliquées. La DSC lors du refroidissement (cf. fig. 3.2) a été superposée. De manière similaire, la figure 3.44a représente les températures et contraintes qui correspondent aux points caractéristiques identifiés sur les courbes du module de conservation E' lors du chauffage sous différentes contraintes. Les points sont représentés dans l'espace contrainte-température et selon les trois catégories (I, II, III) répertoriées en fonction des contraintes appliquées. La DSC lors du chauffage (cf. fig. 3.2) a été superposée mais inversée pour plus de lisibilité.

Comme vu au paragraphe précédent, les points (2') et (3') très présents sur les essais de type (I) et (II) correspondent à la transformation A-R lors du refroidissement. La moyenne des points (2') et (3') a été tracée sur la figure 3.43b. La pente moyenne $\frac{d\sigma}{dT}$ vaut 15,2 MPa/°C conforme au 14-16 MPa/°C de la littérature. En prolongeant ces points jusqu'à contrainte nulle, la température de transformation A-R a été estimée à $T_{A-R}=13^{\circ}\text{C}$. La DSC donne un pic à 9°C et un début de transformation à 21°C.

Les points (10') et (11') présents sur les essais de type (I) et (II) correspondent à la transformation R-A lors du chauffage. La moyenne des points (10') et (11') a été tracée sur la figure 3.44b. La pente $\frac{d\sigma}{dT}$ des moyenne des points (10') et (11') pour les essais de type (I) et (II) est une bonne sensibilité à la température pour la transformation R-A induite mécaniquement. La pente moyenne relevée expérimentalement est de 14,8 MPa/°C conforme aux 14-16 MPa/°C de la transformation directe. En prolongeant la ligne des points (10') et (11') jusqu'à une contrainte nulle, il est possible d'estimer $T_{R-A}=18^{\circ}\text{C}$, la DSC donnant un pic à 16°C.

Les points (5') et (6') des essais de type (III) correspondent à la transformation A-M au refroidissement. La moyenne des points (5') et (6') a été tracée sur la figure 3.43b. Ainsi la pente $\frac{d\sigma}{dT}$ des points (5') et (6') des essais de type (III) est une bonne sensibilité à la température pour la transformation A-M induite mécaniquement. La pente moyenne relevée expérimentalement est de 5,6 MPa/°C est dans l'intervalle des 4-6 MPa/°C de la littérature. En prolongeant la ligne de ces points jusqu'à une contrainte nulle, il est possible d'estimer $T_{A-M}=-56^{\circ}\text{C}$.

Les points (5') et (6') des essais de type (I) et (II) correspondent à la transformation R-M au refroidissement. La moyenne des points (5') et (6') a été tracée sur la figure 3.43b. Ainsi la pente $\frac{d\sigma}{dT}$ des points (5') et (6') pour les essais de type (I) et (II) est une bonne sensibilité à la température pour la transformation R-M induite mécaniquement. La pente moyenne relevée expérimentalement est de 4,8 MPa/°C est dans l'intervalle des 4-6 MPa/°C de la littérature. En prolongeant la ligne des points (5') et (6') jusqu'à une contrainte nulle, il est possible d'estimer $T_{R-M}=-110^{\circ}\text{C}$, la DSC effectuée refroidissant jusqu'à -100°C , ne pouvait donc pas détecter cette transformation.

Inversement les points (8') et (9') présents au chauffage sur les essais de type (II) et (III) correspondent à la transformation M-R. La moyenne des points (8') et (9') a été tracée sur la figure 3.44b. La pente moyenne $\frac{d\sigma}{dT}$ des points (8') et (9') déterminée

expérimentalement est de 6 MPa/°C dans l'intervalle des 4-6 MPa/°C de la littérature. En prolongeant la ligne des points (8')+(9') jusqu'à une contrainte nulle, il est possible d'estimer $T_{M-R}=-25^{\circ}\text{C}$.

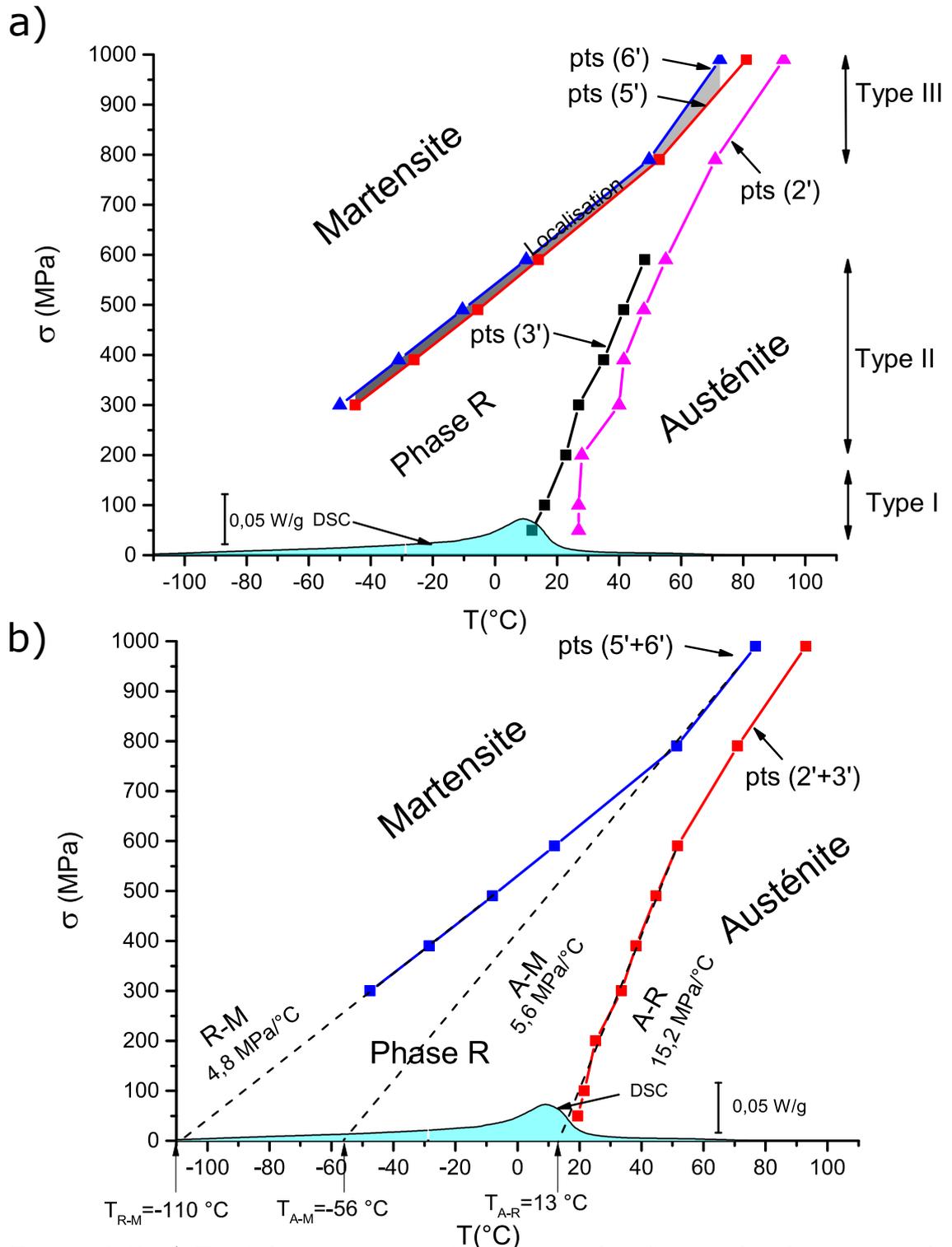


FIGURE 3.43: a) Tracé des points caractéristiques et identification des changements de phase lors du refroidissement b) Schéma simplifié.

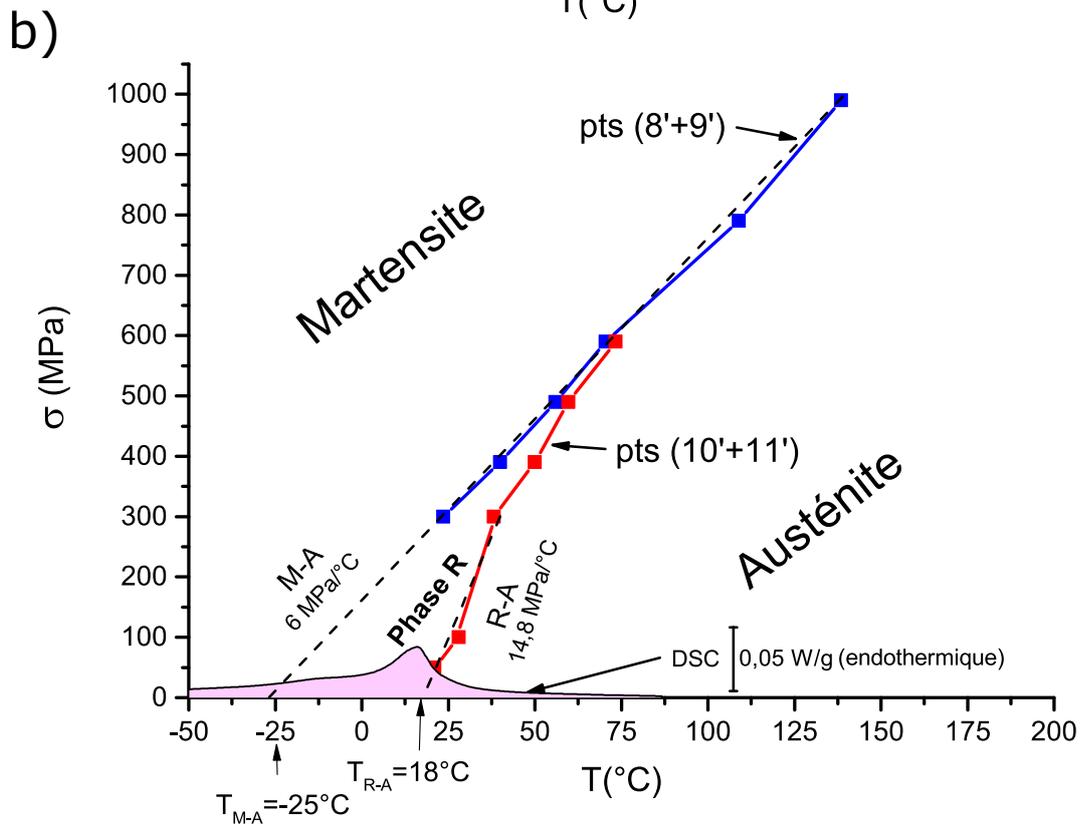
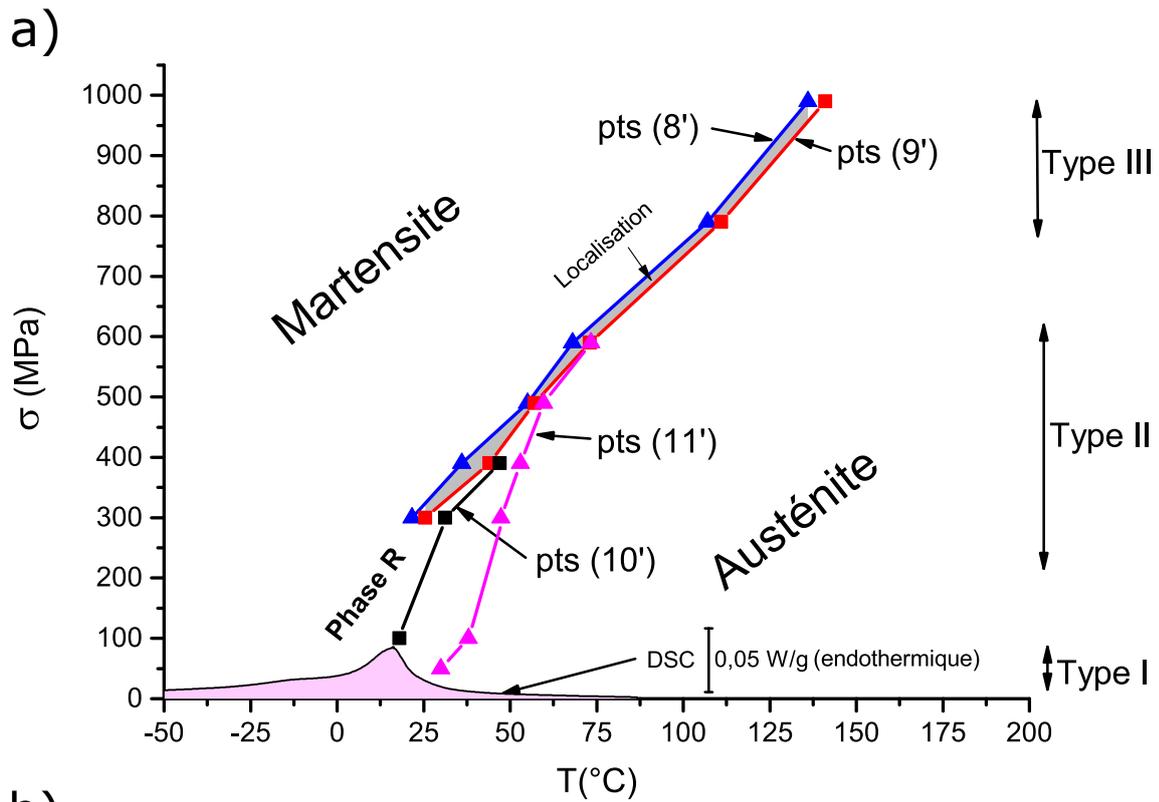


FIGURE 3.44: a) Tracé des points caractéristiques et identification des changements de phase lors du chauffage b) Schéma simplifié.

3.4.3 Bilan des températures de transformation de phase et séquence de transformation

3.4.3.1 Bilan des températures de transformation de phase

Le tableau 3.3 synthétise d'une part les résultats des températures de transformation de phases déterminées par DSC, essais DMA-BS et essais DMA-BT et d'autre part les pentes $\frac{d\sigma}{dT}$ déterminées par les essais DMA-BS et DMA-BT et les valeurs données par la littérature. La DSC n'a pas pu atteindre une température suffisamment basse pour détecter la phase M. Par conception il n'est pas possible de faire des DSC sous charge, et donc impossible de déterminer l'influence de la contrainte sur les températures de transformation. Les essais DMA-BS ne permettent pas de faire apparaître de manière précise la phase R. A l'exception de la température de transformation T_{M-R} qui n'a pas pu être déterminée, les essais DMA-BT donnent l'ensemble des informations.

	T transformation (°C)			$\frac{\Delta\sigma}{\Delta T}$ (MPa/°C)		
	DSC	DMA-BS	DMA-BT	DMA-BS	DMA-BT	Littérature
A-M	?	-65	-56	6	5,6	5-8
A-R	9,2	?	13	?	15,2	14-16
R-M	?	-100	-110	4,3	4,8	4-6
M-A	?	- 6	-25	6,3	6	5-8
M-R	?	?	?	?	?	4-6
R-A	16	?	18	?	14,8	4-16

Tableau 3.3: Tableau comparatif des Températures de transformation de phases et des relations de Clausius Clapeyron.

3.4.3.2 Séquences de transformation à partir des essais DMA-BT

i) L'aspect thermodynamique des transformations a été présenté de manière qualitative au paragraphe 2.3, et de nombreuses publications traitent de cet aspect [Ortin et Planes, 1989; Wollants *et al.*, 1993; Favier et Liu, 2000; Yoneyama et Miyasaki, 2008].

Ce paragraphe présente une étude quantitative à partir des résultats expérimentaux des essais DMA. Le but est de tracer les fonctions énergie libres des différentes phases, sous contrainte nulle en fonction de la température.

ii) Le tableau 3.3 montre que ce sont les essais DMA-BT qui fournissent le plus d'informations sur les températures de transformation de phase et leur dépendance à la contrainte. L'étude thermodynamique des transformations à partir des essais DMA-BT, doit permettre de quantifier les énergies en jeu et de déduire les séquences de transformation au refroidissement et au chauffage sous contrainte nulle.

Dans le cas de la transformation A-M sous contrainte et en négligeant dans un premier temps l'énergie irréversible ΔE_{ir} responsable de l'hystérésis (dans ce cas $T_{A-M} = T_{M-A}$, l'équation 2.2 devient :

$$\Delta G_{AM} = \Delta H_{AM} - T\Delta S_{AM} + W_{meca}^{AM} \quad (3.8)$$

Avec $\Delta G_{AM} = G_M - G_A$, $\Delta H_{AM} = H_M - H_A$, $\Delta S_{AM} = S_M - S_A$

Le travail mécanique en traction vaut :

$$W_{meca}^{AM} = -\frac{\sigma_{AM}\varepsilon_{AM}}{\rho} \quad (3.9)$$

où σ_{AM} est la contrainte sous laquelle s'effectue la transformation, ε_{AM} la déformation de transformation et ρ la masse volumique.

L'influence de la contrainte sur la température de transformation est donnée par l'équation de Clausius-Clapeyron :

$$\frac{d\sigma_{AM}}{dT} = -\frac{\Delta S_{AM}\rho}{\varepsilon_{AM}} = Cp_{AM} \quad (3.10)$$

Les énergies irréversibles E_{ir} , sont responsables des hystérésis en température (ou contrainte), $T_{A-M} \neq T_{M-A}$. On notera $G_{M-} = G_M + E_{ir}$, $G_{M+} = G_M - E_{ir}$, $H_{M-} = H_M + E_{ir}$, $H_{M+} = H_M - E_{ir}$. Les signes "-" et "+" des exposants, représentent respectivement les énergies libre au refroidissement et au chauffage.

Au refroidissement et sans contrainte, on a l'équation suivante :

$$G_{M-} - G_A = H_M - H_A - T(S_M - S_A) \quad (3.11)$$

A $T = T_{A-M}$, $G_{M-} = G_A$ et en utilisant l'équation 3.10, on en déduit l'équation suivante :

$$G_{M-} - G_A = -\frac{Cp_{AM}\varepsilon_{AM}}{\rho}(T_{A-M} - T) \quad (3.12)$$

Au chauffage pour la transformation inverse on obtient l'équation suivante :

$$G_A - G_{M+} = -\frac{Cp_{MA}\varepsilon_{MA}}{\rho}(T_{M-A} - T) \quad (3.13)$$

iii) Pour tracer G_{M-} et G_{M+} par rapport à G_A on prendra :

- $T_{A-M} = -56^\circ\text{C}$ et $T_{M-A} = -25^\circ\text{C}$
- $Cp_{AM} = Cp_{MA} = 5,8 \text{ MPa}/^\circ\text{C}$ moyenne des essais DMA-BT au refroidissement et au chauffage.
- $\varepsilon_{AM} = -\varepsilon_{MA} = 0,08$ [Favier *et al.*, 2007]
- $\rho = 6,5 \text{ g/cm}^3$

Les fonctions G_{M-} et G_{M+} ont été tracées par rapport à G_A et reportées sur les figures 3.45 et 3.46.

iv) Un raisonnement identique sur la transformation A-R au refroidissement conduit à l'équation suivante :

$$G_{R-} - G_A = -\frac{Cp_{AR}\varepsilon_{AR}}{\rho}(T_{A-R} - T) \quad (3.14)$$

Et au chauffage pour la transformation R-A :

$$G_A - G_{R+} = -\frac{Cp_{RA}\varepsilon_{RA}}{\rho}(T_{R-A} - T) \quad (3.15)$$

Pour tracer G_{R-} on prendra :

- $T_{A-R} = 13^\circ\text{C}$ et
- $T_{R-A} = 18^\circ\text{C}$

- $Cp_{AR} = Cp_{RA} = 15 \text{ MPa}/^\circ\text{C}$ moyenne des essais DMA-BT au refroidissement et au chauffage.
- $\rho = 6,5 \text{ g}/\text{cm}^3$

Pour $\varepsilon_{AR} = -\varepsilon_{RA}$ il est possible d'utiliser la transformation R-M au refroidissement. En effet à la température $T = T_{R-M}$ l'équation 3.12 est égale à l'équation 3.14 et l'on en déduit l'équation :

$$\varepsilon_{AR} = \varepsilon_{AM} \frac{Cp_{AM} (T_{A-M} - T_{R-M})}{Cp_{AR} (T_{A-R} - T_{R-M})} \quad (3.16)$$

Avec $T_{R-M} = -110^\circ\text{C}$ on obtient $\varepsilon_{AR} = 0,014$. Cette valeur est cohérente avec les données de la littérature (par exemple $\varepsilon_{AR} = 0,01$ [Favier *et al.*, 2007])

Les fonctions G_{R-} et G_{R+} ont été tracées par rapport à G_A et reportées sur les figures 3.45 et 3.46.

v) La figure 3.45 permet d'analyser aisément la séquence de transformation sans contrainte au refroidissement. La ligne G_A croise d'abord la ligne G_{R-} à $T = T_{A-R}$ ($\Delta G_{AR} = 0$), puis en suivant la ligne G_{R-} celle-ci croise la ligne G_{M-} à $T = T_{A-M}$ ($\Delta G_{RM} = 0$). La séquence de transformation au refroidissement sans contrainte est donc A-R-M. La figure 3.46 permet d'analyser la séquence de transformation sans contrainte au chauffage. La ligne G_{M+} croise d'abord la ligne G_{R+} à $T = T_{M-R}$ ($\Delta G_{MR} = 0$), puis en suivant la ligne G_{R+} , celle-ci croise la ligne G_A à $T = T_{R-A}$ ($\Delta G_{RA} = 0$). La séquence de transformation au chauffage sans contrainte est donc M-R-A. Sur la figure 3.46, il est possible de déterminer $T_{M-R} = -59^\circ\text{C}$, température qui n'avait pas pu être déterminée expérimentalement.

vi) L'ensemble des données relatives aux transformations sont répertoriés dans le tableau 3.4.

	T ($^\circ\text{C}$)	ε_{tr} (%)	$\frac{d\sigma}{dT}$ (MPa/ $^\circ\text{C}$)	ΔS ($J.K^{-1}.kg^{-1}$)	E_{ir} ($J.g^{-1}$)
A-M	-56	8,0	5,6	71	1,10
A-R	13	1,4	15,2	31	0,08
R-M	-110	6,6	4,8	40	-
M-A	-25	8,0	6,0	71	1,10
M-R	-59	6,6	4,8	40	-
R-A	18	1,4	14,8	31	0,08

Tableau 3.4: Tableau comparatif des Températures de transformation de phases, des déformations de transformation, des relations de Clausius Clapeyron, des variations d'entropies et des énergies irréversibles.

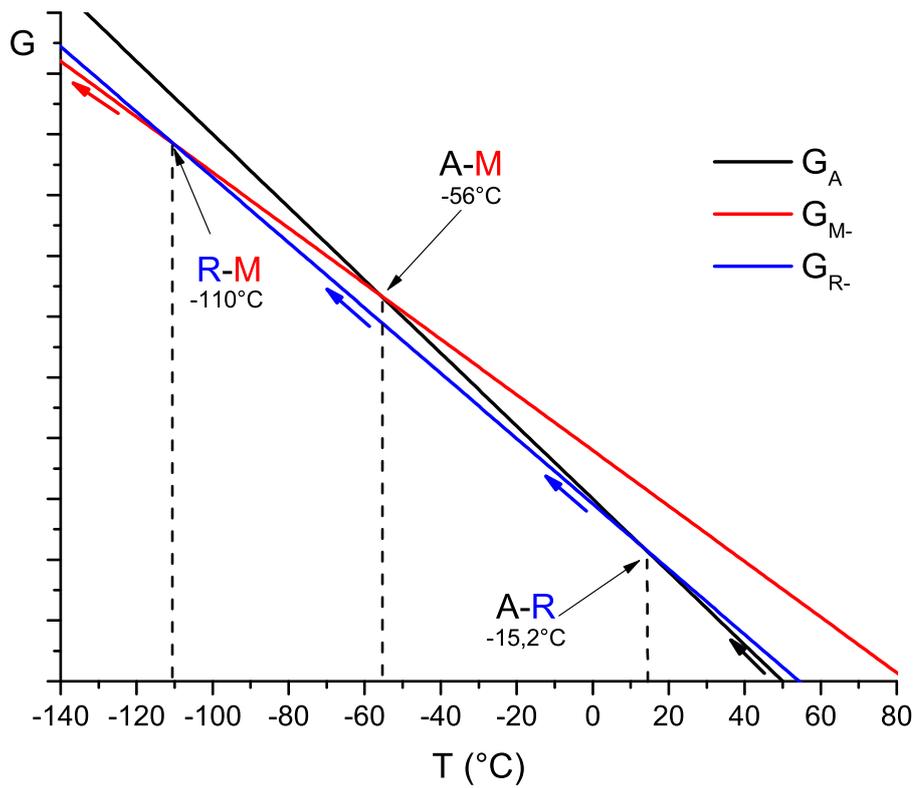


FIGURE 3.45: Séquence de transformation au refroidissement sous contrainte nulle déterminée à partir des essais DMA-BT.

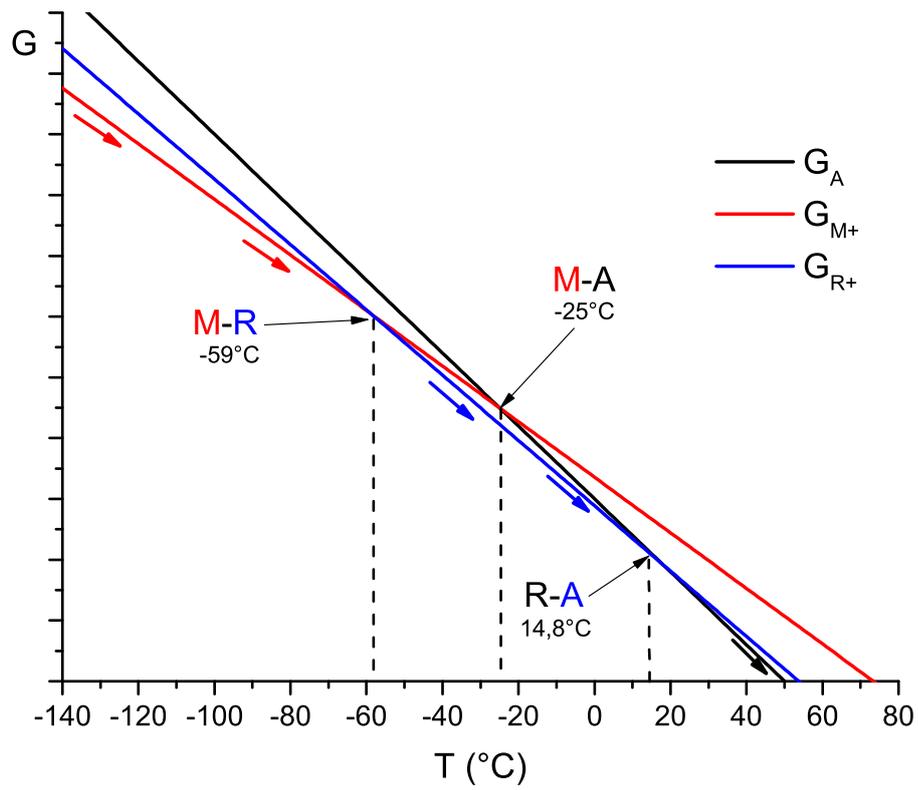


FIGURE 3.46: Séquence de transformation au chauffage sous contrainte nulle déterminée à partir des essais DMA-BT.

3.4.4 Cartographie du module de conservation dans l'espace contrainte-température

L'analyse de E' a permis de déterminer les domaines d'existence des phases A, R, M dans l'espace contrainte-température en fonction de l'historique de chargement : lors d'un chargement/déchargement et d'un refroidissement/chauffage. La confrontation avec la DSC et les données de la littérature confirme ces domaines.

Dans ce paragraphe on se propose de discuter sur les valeurs de E' des différentes phases. Cette analyse est effectuée pour les deux types d'essais : lors d'une charge/décharge (DMA-BS) ainsi qu'au cours du refroidissement/réchauffage sous contrainte (DMA-BT).

3.4.4.1 Cartographie de E' lors des essais DMA-BS

Les figures 3.47 et 3.48 représentent la compilation des valeurs de E' respectivement lors des essais de chargement effectués de -100°C à $+100^{\circ}\text{C}$ et lors des décharges effectuées de -80°C à $+100^{\circ}\text{C}$. Les lignes de transformation/réorientation ont été superposées pour identifier les domaines où les phases A, R, M sont présentes majoritairement. Près des lignes, la mesure du module de conservation E' prend en compte l'ensemble des phénomènes : élasticité, transformation, localisation, réorientation. Loin de ces lignes, le mécanisme prépondérant est majoritairement l'élasticité et le module de conservation E' est alors une bonne estimation du module d'élasticité.

3.4.4.2 Cartographie de E' lors des essais DMA-BT

Les figures 3.49 et 3.50 représentent la compilation des valeurs de E' des essais DMA-BT respectivement lors des refroidissements et chauffage effectués sous des contraintes allant de 50 à 990 MPa. Comme pour les essais DMA-BT, les lignes de transformation/réorientation ont été superposées pour identifier les domaines où les phases A, R, M sont présentes majoritairement.

3.4.4.3 Evaluation des modules d'élasticité des différentes phases

Pour l'**austénite**, E'_A vaut 70-75 GPa à haute température ($>60^{\circ}\text{C}$) et faiblement contraint (<200 MPa). Les valeurs de la littérature peuvent varier de 30 à 70 GPa [Liu et Xiang, 1998; Vaidyanathan *et al.*, 1999; Nitinol, 2004]. L'article de Sittner *et al.* [Sittner *et al.*, 2014] avec une investigation des modules d'Young par différentes méthodes (y compris des essais DMA issus des essais DMA-BS présentés dans ce manuscrit) confirme cette valeur. Les essais DMA-BT à très haute température ($>150^{\circ}\text{C}$) et faiblement contraints (<300 MPa) montre que E'_A évolue encore et peut atteindre les 80-85 GPa. Cette augmentation de E'_A avec la température (alors que pour la plupart des matériaux métalliques on observe la tendance inverse) laisse penser que les phénomènes liés aux transformations/réorientations sont présents très loin des lignes de transformation.

Pour la **martensite**, E'_M atteint les 60-65 GPa dans la zone à faible température ($<-80^{\circ}\text{C}$) et fortement contraint (>1000 MPa). Cette valeur est supérieure aux 28-41 GPa [Nitinol, 2004] souvent utilisés ou les 16-22 GPa déterminés lors d'un chargement [Liu et Xiang, 1998] mais proches des valeurs 63-73 GPa [Rajagopalan *et al.*, 2005; Dunand *et al.*, 1996]. Ces grandes variations dans les valeurs de la littérature peuvent être expliquées par

les phénomènes de transformation qui finalement ont lieu sur des grandes amplitudes, ainsi selon les conditions où sont effectuées les mesures, on obtiendra des valeurs différentes.

Pour la **phase R**, pour les essais DMA-BS, il est difficile d'exclure les valeurs proches des lignes de transformation/réorientation, mais dans cette zone, E'_R varie entre 45 et 65 GPa. Sur les essais DMA-BT le domaine d'existence de la **phase R** est assez important, il est envisageable d'évaluer son module de conservation E'_R assez loin des zones de transformation. Dans cette zone, E'_R atteint les 55-60 GPa, valeur supérieure aux 20 GPa de la littérature [Sittner *et al.*, 2006].

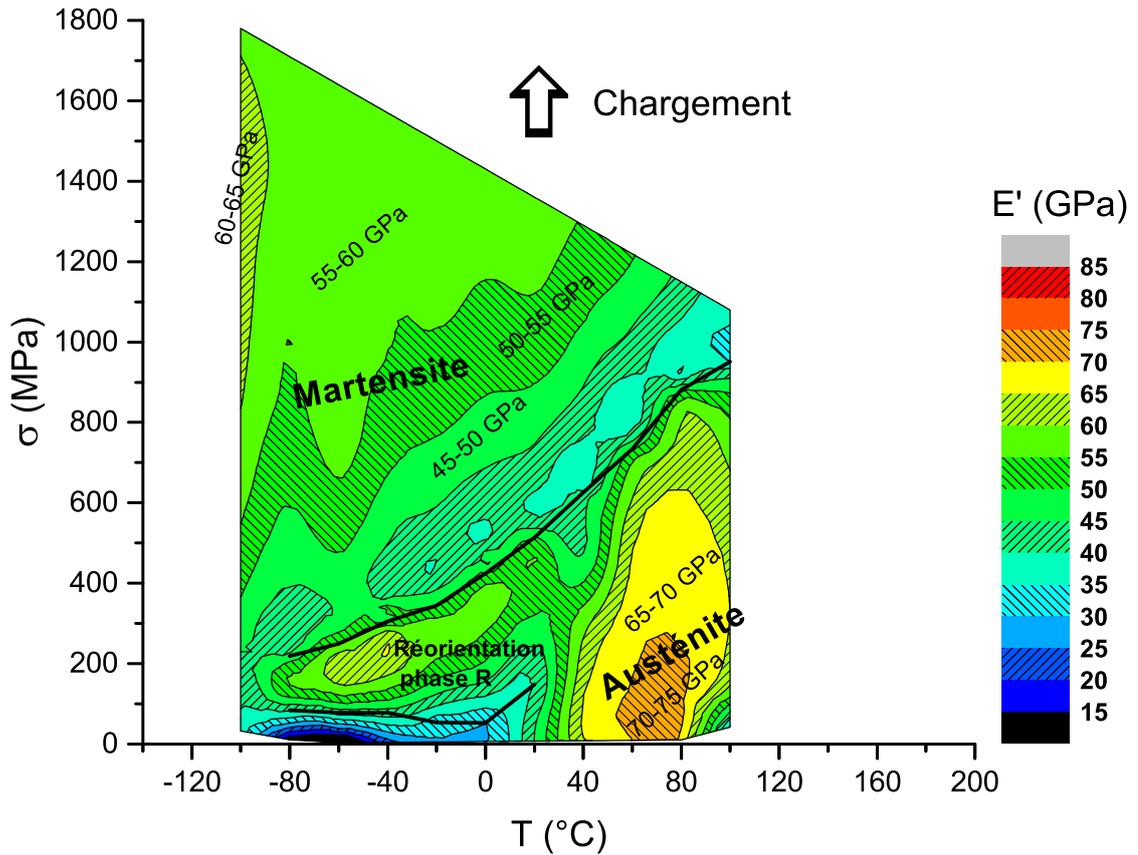


FIGURE 3.47: Evolution de E' dans l'espace contrainte-température lors d'un chargement.

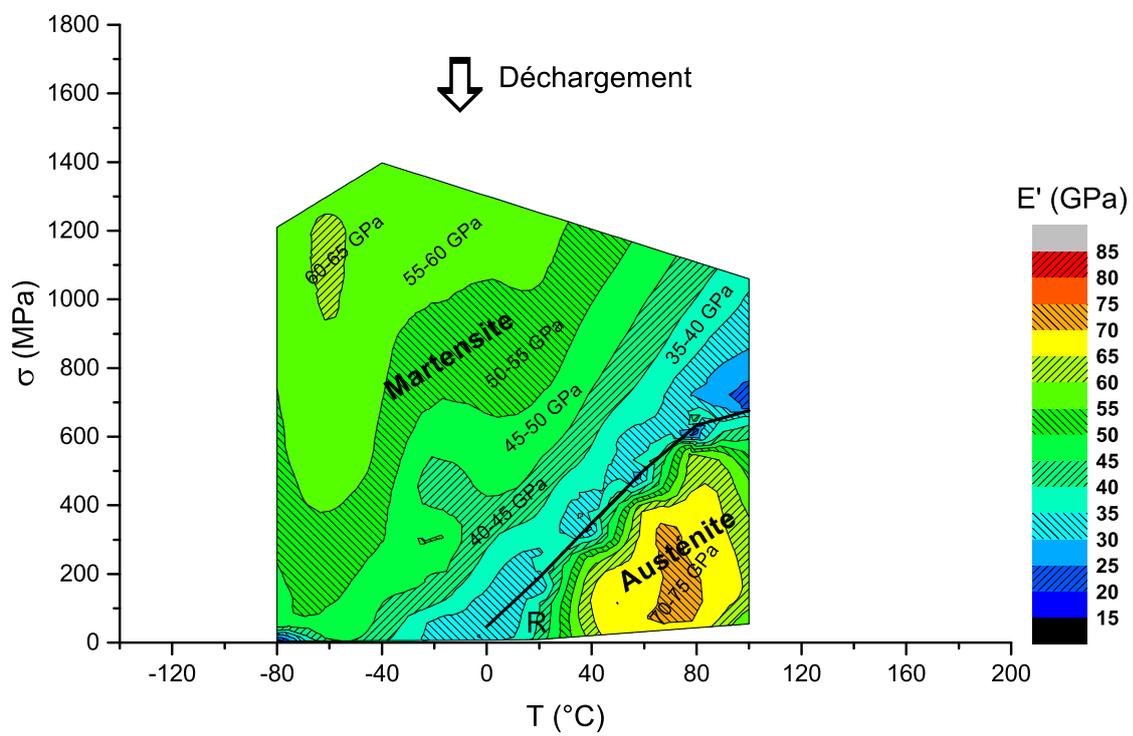


FIGURE 3.48: Evolution de E' dans l'espace contrainte-température lors de la décharge.

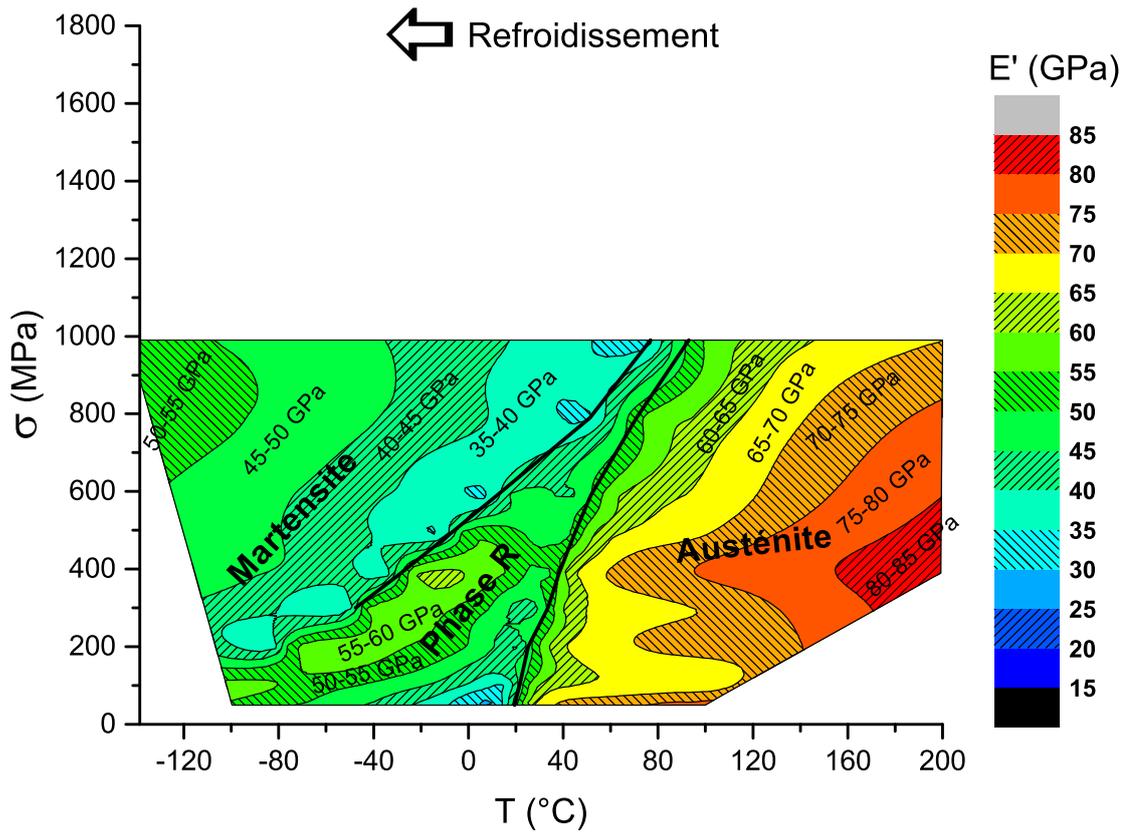


FIGURE 3.49: Evolution de E' dans l'espace contrainte-température lors du refroidissement.

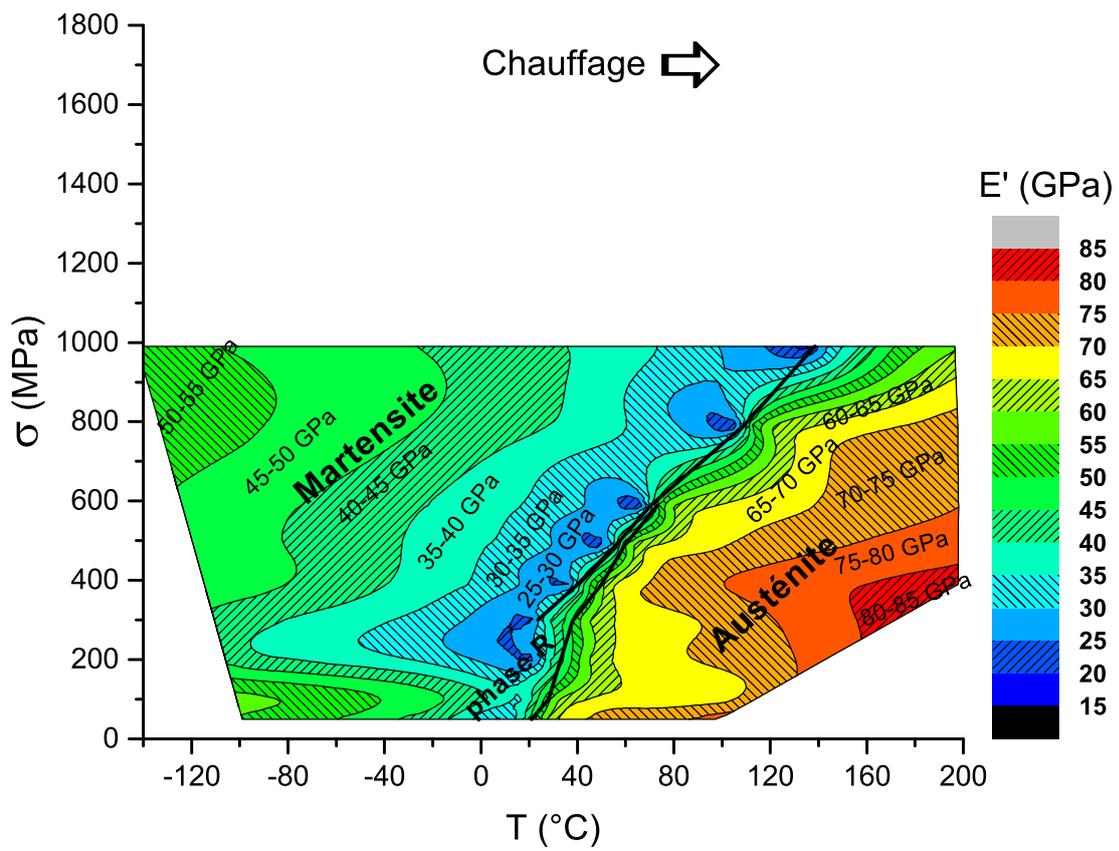


FIGURE 3.50: Evolution de E' dans l'espace contrainte-température lors du chauffage.

3.5 Analyse des résultats des essais DMA-BS

3.5.1 Analyse d'un essai DMA-BS sur le fil CW

Le résultat de l'essai DMA-BS sur le fil NiTi CW (cf. fig. 3.39) ne montre pas de variation brutale du module de conservation mais on observe une diminution linéaire au cours de la déformation. Si le comportement du fil était purement élastoplastique (avec ou sans écrouissage), E' devrait être constant pendant tout l'essai, comme le montre la figure 3.8 qui résulte d'un essai DMA-BS effectué jusqu'à rupture sur un fil d'acier C90. Même si le fil CW ne montre pas de variation brutale du module de conservation, on ne peut pas exclure une transformation diffuse en comparant les essais DMA-BS effectués sur le fil NiTi CW et sur l'acier C90 (cf. fig. 3.8).

L'absence de transformation franche est expliquée par le procédé de fabrication d'étirage à froid du fil. La structure cristalline tend à disparaître selon le taux de réduction lors de l'étirage [Tsuchiya *et al.*, 2006; Sharifi *et al.*, 2014; Prokoshkin *et al.*, 2008]. A partir de 25% de réduction, il reste une structure cristalline de type austénite majoritairement mais la transformation martensitique disparaît. A partir de 40% de réduction, la structure cristalline disparaît pour laisser place à une phase amorphe. Le fabricant Fort Wayne Metals annonce un taux de réduction de 45% pour ce fil ce qui valide le fait d'avoir une phase amorphe. Cette phase amorphe peut-être recristallisée avec des traitements thermiques [Tsuchiya *et al.*, 2006]. Même si le fabricant ne précise pas les détails du traitement effectué, c'est la procédure classique pour obtenir le fil SE objet de l'étude. L'effet des traitements thermiques sur les fils (CW) sera étudié au chapitre 4.

3.5.2 Analyse des essais DMA-BS sur le fil FWM#1-SE

L'analyse s'effectue dans un premier temps sur l'essai DMA-BS effectué à une température de 60°C. Sur l'essai jusqu'à rupture, il est possible d'identifier quatre zones d'évolution différentes, ces zones sont identifiées de (I) à (IV) sur la figure 3.51. La figure 3.52 représente les mêmes zones, sur une courbe montrant l'évolution du module de conservation E' en fonction de la contrainte σ .

Les figures 3.53 et 3.54 représentent les zones équivalentes sur l'essai DMA-BS-60 effectué jusqu'à 10 % de déformation. Contrairement à l'essai effectué jusqu'à rupture, la zone (IV) n'est pas présente sur cet essai. Les figures 3.55 et 3.56 représentent les zones équivalentes sur l'essai DMA-BS-60 lors de la décharge jusqu'à contrainte nulle. Lors de la décharge, ces zones sont identifiées (III_d), (II_d), (I_d) et correspondent respectivement aux zones (III), (II), (I).

Les zones (I), (III), (IV) correspondent à des zones où les déformations sont uniformes et la zone (II) correspond à une zone où la déformation est localisée comme cela a été montré grâce à des mesures de locales de déformations et de source de chaleur [Favier *et al.*, 2007]. Des travaux plus récents et encore non publiés, réalisés par Vincent Delobelle et reproduits ici avec son aimable autorisation, montrent les mêmes résultats et donnent des informations supplémentaires lors du déchargement. La figure 3.57 montre une partie des essais effectués. Les figures 3.57a, 3.57c, montrent les courbes contrainte-déformation globales et les figures 3.57b, 3.57d, montrent les déformations locales le long du fil. Lors de la charge, l'observation du profil (cf. fig. 3.57b) montre que la déformation est uniforme aux instants (a),(b),(c) alors qu'un front de localisation se propage de (c) à (f). La décharge (fig. 3.57c) débute au point (g) avant la fin du plateau. L'observation du profil (cf. fig. 3.57d) montre que le front de localisation ne se déplace pas de (g) à (i). Ce dernier résultat permet de faire l'hypothèse que lors des essais de DMA et donc lors des micro cycles charge/décharge le front de localisation ne se déplace pas.

A partir de ces constatations, nous allons essayer de proposer des modèles d'évolution de E' pour les zones de déformation uniforme (zone (I),(III) et (IV)) et pour la zone de localisation (zone (II)).

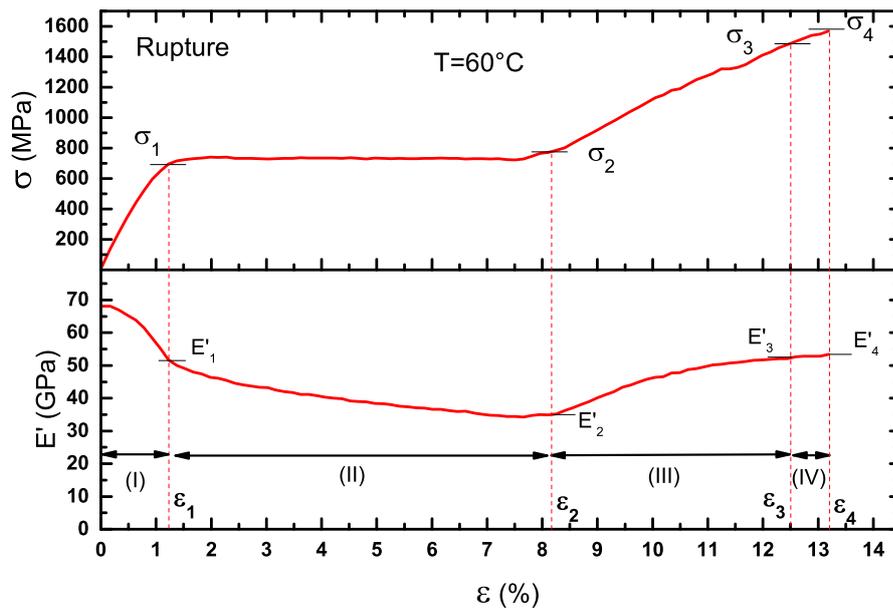


FIGURE 3.51: Définition des quatre zones d'évolution du module de conservation pendant un essai DMA-BS tracé en fonction de la déformation ε .

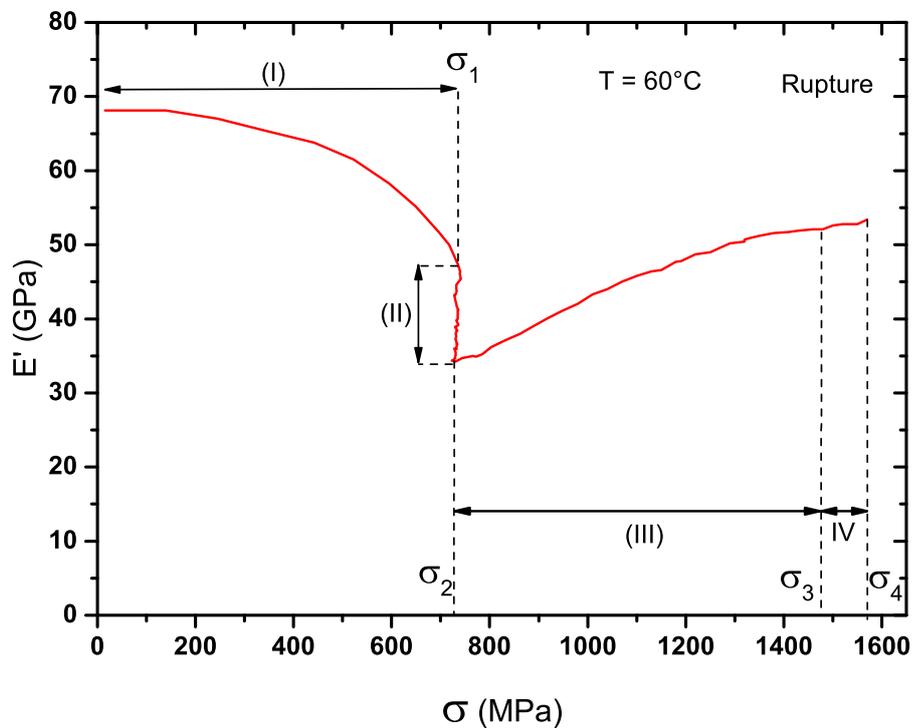


FIGURE 3.52: Définition des quatre zones d'évolution du module de conservation en fonction de la contrainte σ pendant un essai DMA-BS-60 lors d'un chargement jusqu'à rupture.

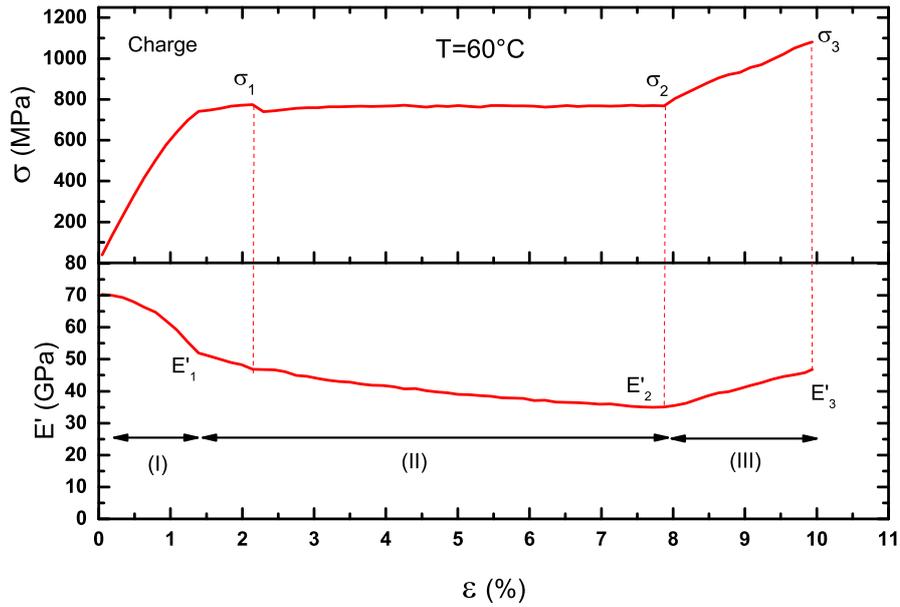


FIGURE 3.53: Définition des trois zones d'évolution du module de conservation en fonction de la déformation ε pendant un essai DMA-BS-60 jusqu'à 10% de déformation.

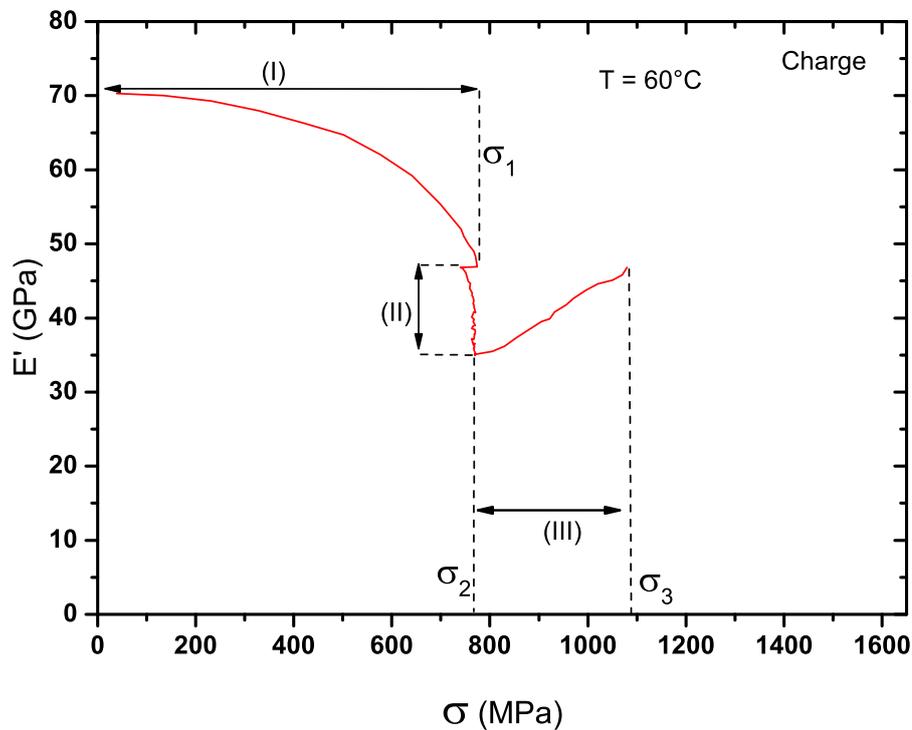


FIGURE 3.54: Définition des trois zones d'évolution du module de conservation en fonction de la contrainte σ pendant un essai DMA-BS-60 jusqu'à 10% de déformation.

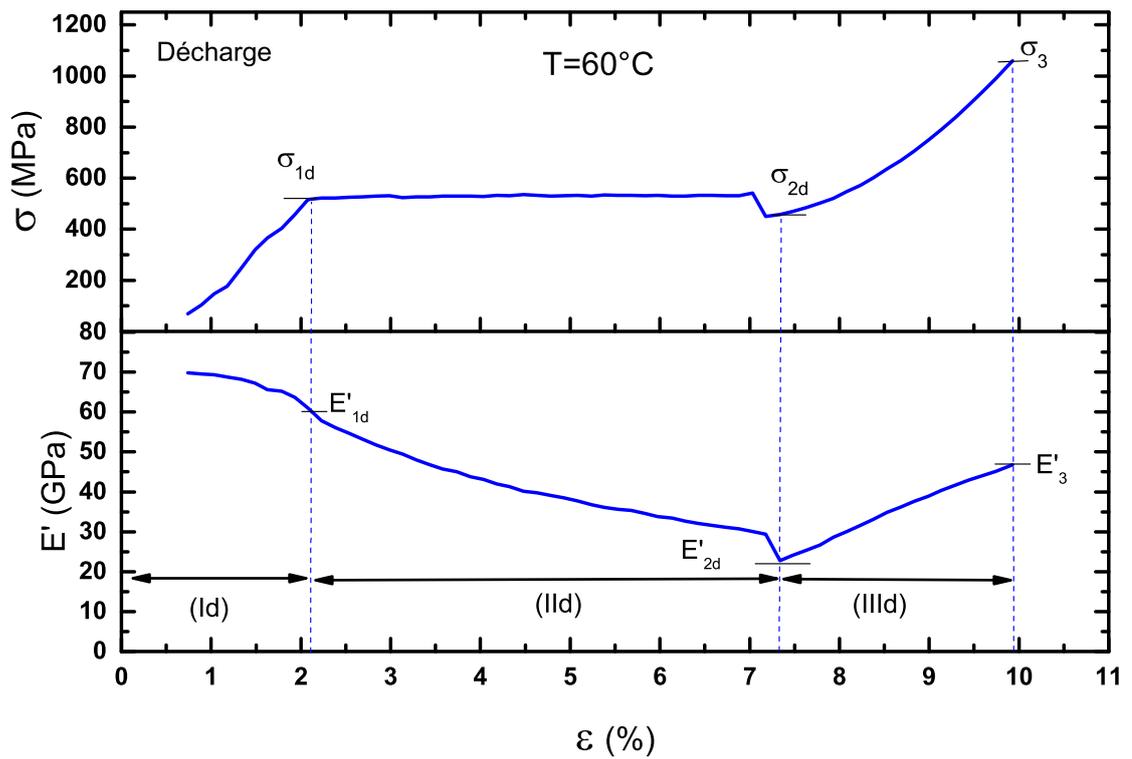


FIGURE 3.55: Définition des trois zones d'évolution du module de conservation en fonction de la déformation ε pendant un essai DMA-BS-60 lors de la décharge jusqu'à contrainte nulle.

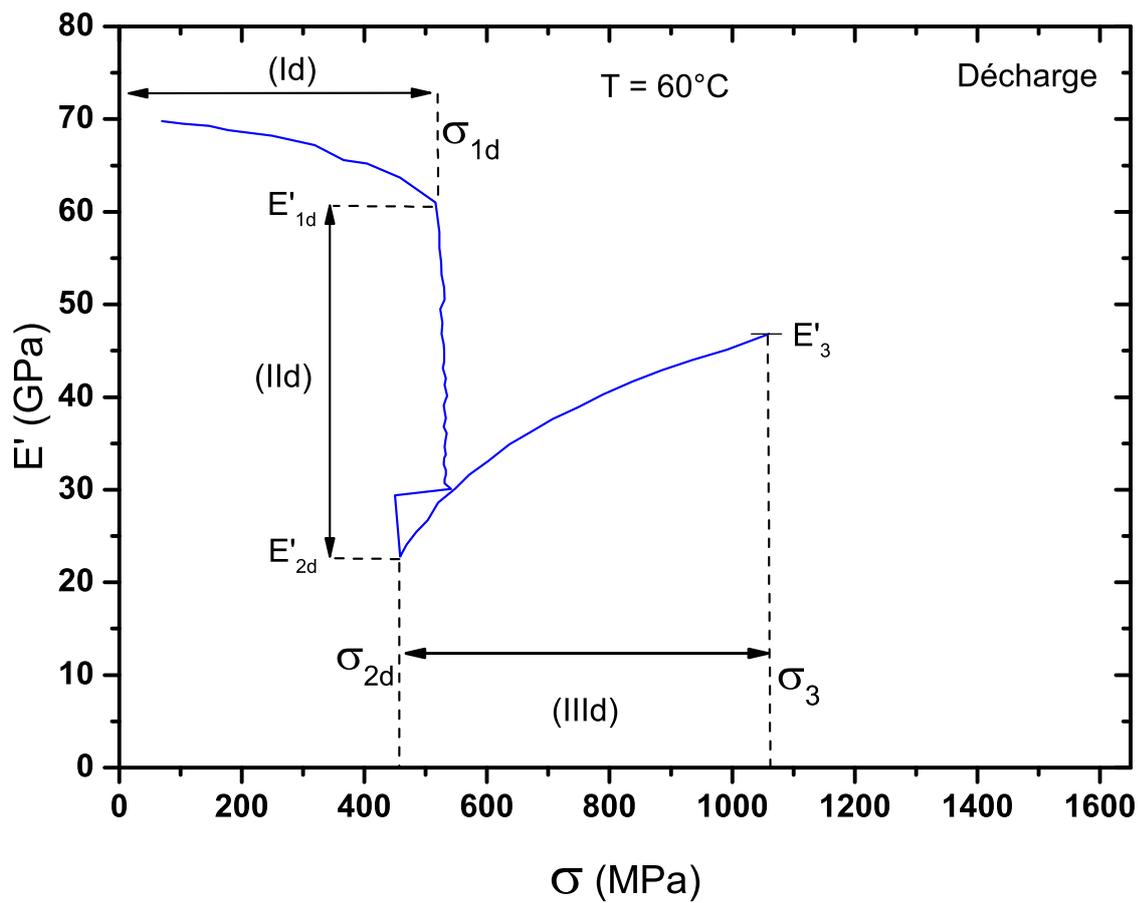


FIGURE 3.56: Définition des trois zones d'évolution du module de conservation en fonction de la contrainte σ pendant un essai DMA-BS-60 lors de la décharge jusqu'à contrainte nulle.

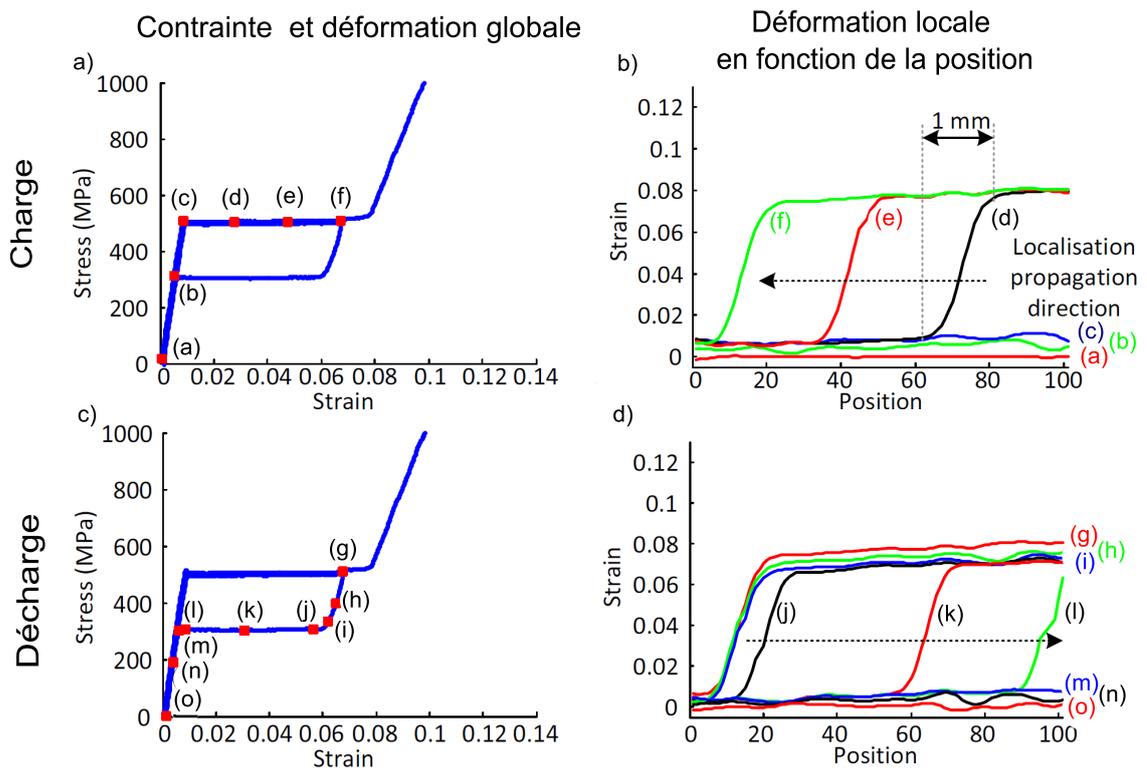


FIGURE 3.57: Mesures contrainte-déformation globale et déformation locale le long d'un fil NiTi lors d'une charge/décharge avant la fin du plateau - Reproduction autorisée par Vincent Delobelle.

3.5.2.1 Zone (I) : transformation + élasticité

Dans la zone (I), la déformation est uniforme le long du fil, et on observe une évolution forte du module de conservation ce qui montre que des mécanismes autres que purement élastiques interviennent. L'essai a été effectué à 60°C, au dessus de A_f d'après la DSC. L'essai a commencé alors que l'échantillon était en phase austénitique. Avant la localisation (zone (II)) l'évolution de E' est vraisemblablement due à un début de transformation A-M. La figure 3.58, montre schématiquement l'allongement du fil pendant un essai DMA-BS, dû à la fois à l'allongement statique ΔL_{stat} et l'allongement dynamique ΔL_{dyn} .

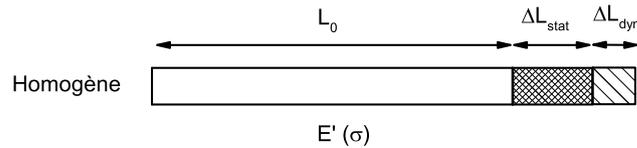


FIGURE 3.58: Illustration d'une déformation uniforme lors d'un essai DMA-BS.

En partant du principe que pour un essai DMA-BS à température constante T , les transformations sont induites essentiellement par la contrainte, on se propose d'interpoler l'évolution du module de conservation E' avec la fonction suivante :

$$E'(\sigma, T) = E'_1(T) + (E'_{ini} - E'_1(T)) \tanh \left[K \frac{\sigma - \sigma_1(T)}{E'_{ini} - E'_1(T)} \right] \quad (3.17)$$

La figure 3.59 représente cette fonction d'interpolation et les différents paramètres.

- $E'_1(T)$ et $\sigma_1(T)$ sont issus des données expérimentales, et correspondent au module de conservation et à la contrainte juste avant la localisation pour un essai effectué à la température T
- K est le premier paramètre de calage qui correspond à la pente de la fonction d'interpolation à la fin de la zone (I). Ce paramètre traduit l'influence de la contrainte σ sur le module de conservation E' et donc la transformation
- E'_{ini} est le second paramètre de calage qui correspond à la valeur maximale de E' à l'origine. Pour la zone (I), on forcera ce paramètre de calage à prendre la valeur de 70 GPa. Cette valeur correspond à E'_A , valeur de E' de l'austénite pour cette gamme de température.

La figure 3.60 représente le résultat de l'interpolation pour l'essai à $T=60^\circ\text{C}$ lors de la charge avec comme paramètre de calage $K_{60}=-97$. On obtient une interpolation fidèle avec une erreur maximale sur E' de 1,8 GPa.

A partir de cette interpolation de E' à $T=60^\circ\text{C}$, il serait intéressant d'estimer l'évolution de E' pour d'autres températures. La fin de la zone (I) est conditionnée par la contrainte plateau σ_{SIMT} qui provoque la transformation martensitique. Cette contrainte correspond à σ_1 et suit la relation donnée par l'équation de Clausius-Clapeyron (cf. éq. 2.1). On retrouve bien une relation quasi linéaire entre σ_1 et T sur la figure 3.41 avec une pente

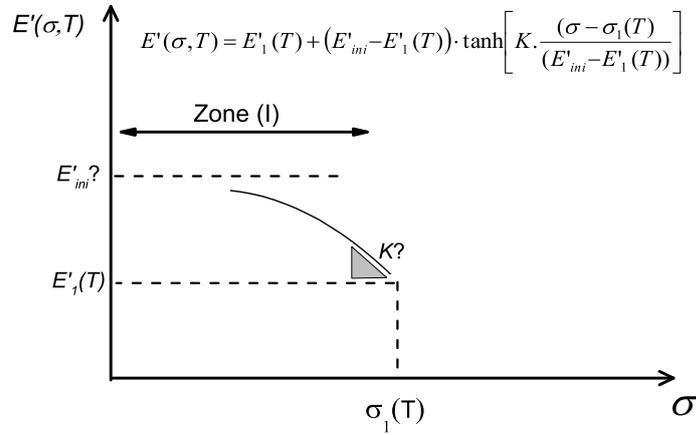


FIGURE 3.59: Fonction d'interpolation pour l'évolution de E' en fonction de la contrainte pour la zone (I).

qui correspond au coefficient de l'équation de Clausius-Clapeyron C_{cp} . On prendra $C_{cp}=5,8$ MPa/°C.

On propose d'estimer l'évolution de E' avec l'équation :

$$E'(\sigma, T) = E'_1(60) + (E'_{ini} - E'_1(60)) \tanh \left[K_{60} \frac{\sigma - [\sigma_1(60) + C_{cp}(T - 60)]}{E'_{ini} - E'_1(60)} \right] \quad (3.18)$$

La figure 3.61 montre le résultat de cette interpolation pour $T=80^\circ\text{C}$ pour la zone (I). On remarque une assez bonne estimation avec une erreur maximale de 3,4 GPa sur E' par rapport aux données expérimentales. La figure 3.62 montre le résultat de cette interpolation pour $T=100^\circ\text{C}$ pour la zone (I). Avec une erreur qui peut atteindre 18 GPa en fin de zone (I), l'estimation est moins bonne par rapport à l'essai à 80°C . **Cette erreur s'explique par le fait qu'à la température de 100°C la linéarité de la relation de Clausius-Clapeyron n'est plus vérifiée avec l'apparition de la plasticité.** La figure 3.63 montre le résultat de cette interpolation pour $T=40^\circ\text{C}$ pour la zone (I). Avec une erreur qui peut atteindre 18 GPa en fin de zone (I), l'estimation est moins bonne par rapport à l'essai à 80°C . **Cette erreur s'explique par le fait qu'à la température de 40°C la linéarité de la relation de Clausius-Clapeyron n'est plus vérifiée avec l'apparition de la phase R.**

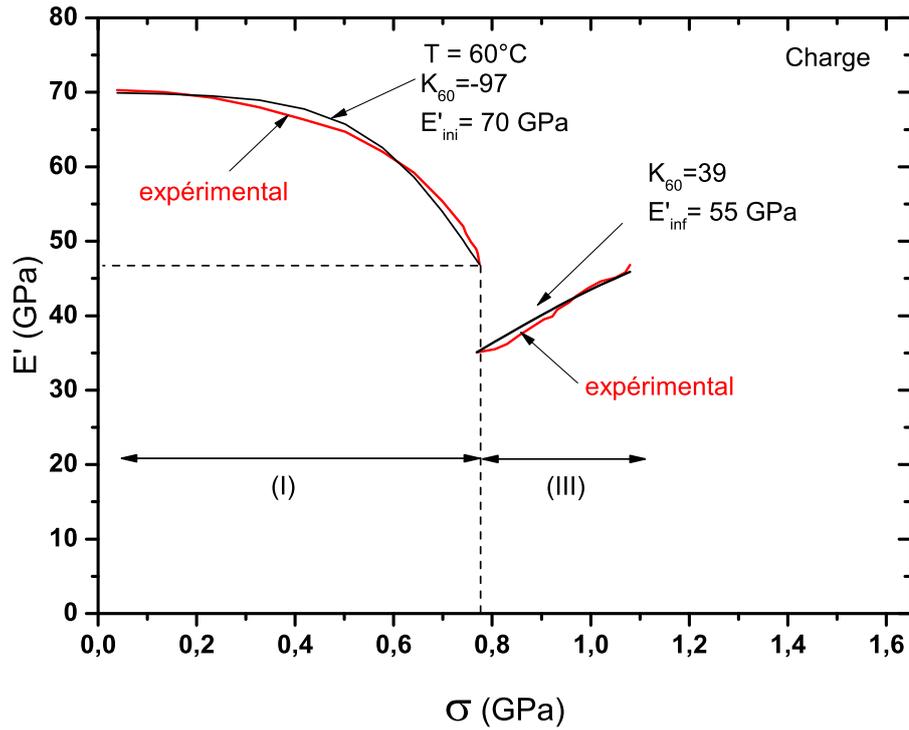


FIGURE 3.60: Interpolation du module E' sur les zones (I) et (III) pour l'essai DMA-BS à 60°C lors de la charge.

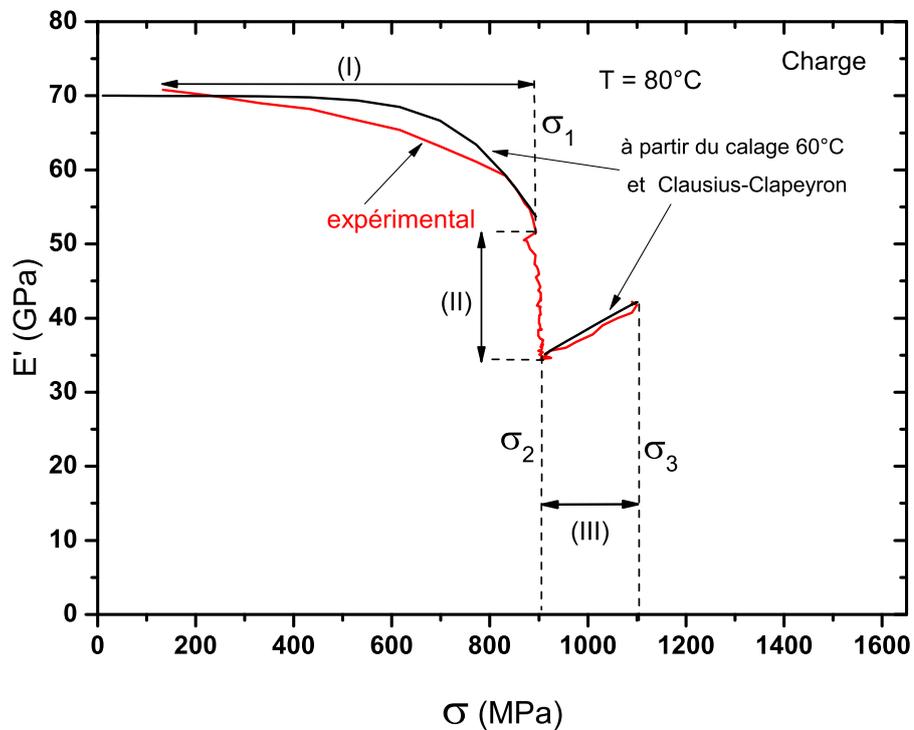


FIGURE 3.61: Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (I) et (III) pour l'essai à 80°C lors de la charge.

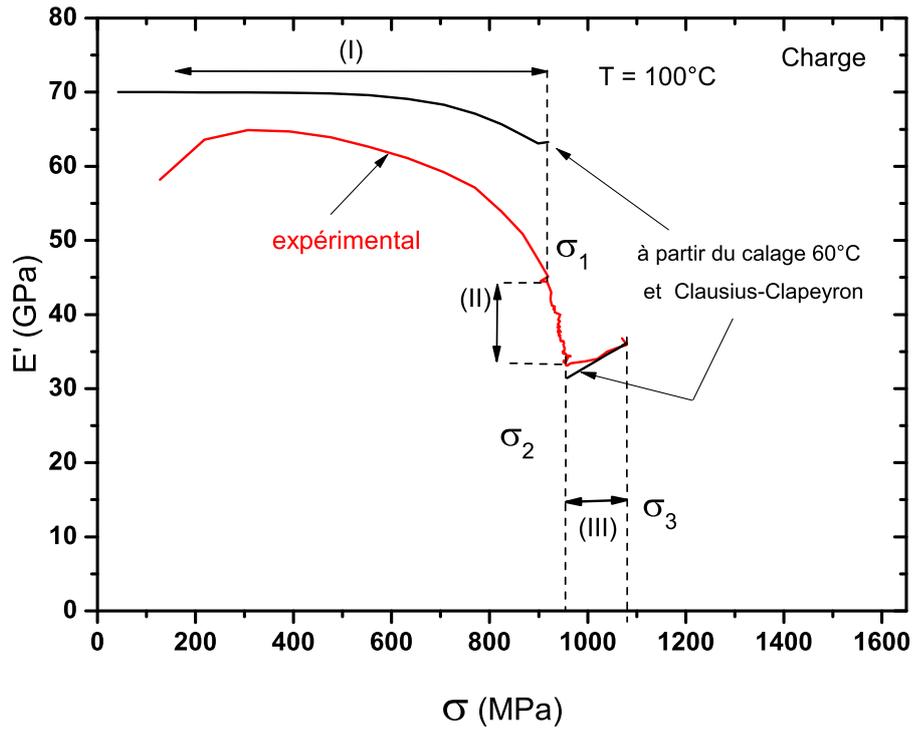


FIGURE 3.62: Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (I) et (III) pour l'essai à 100°C lors de la charge.

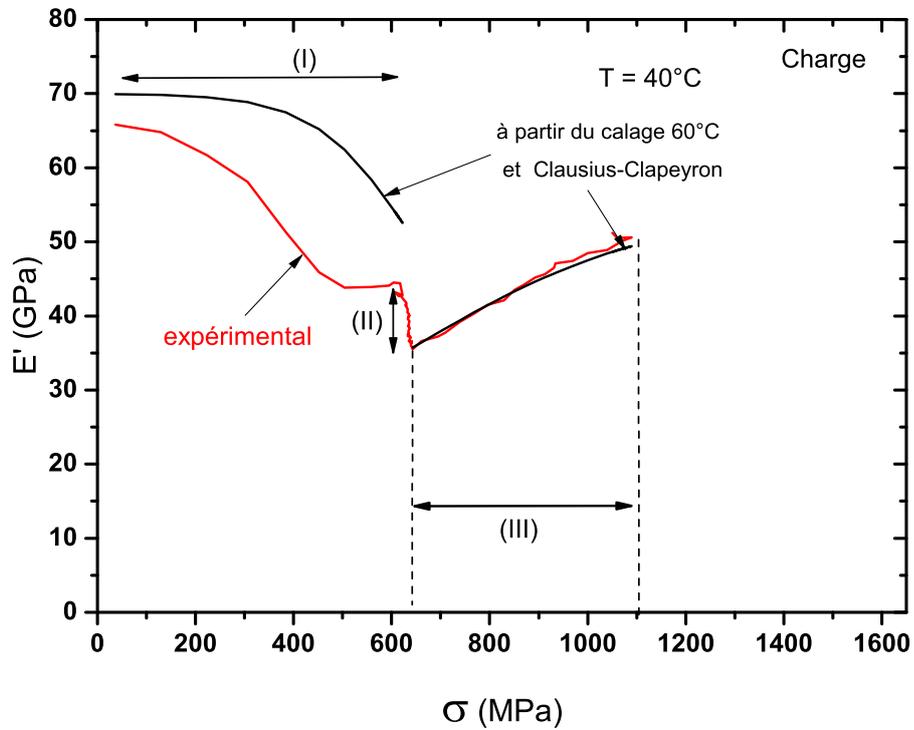


FIGURE 3.63: Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (I) et (III) pour l'essai à 40°C lors de la charge.

3.5.2.2 Zone (III)+(IV) : transformation + élasticité

Comme pour la zone (I), la zone (III) ou (III) et (IV) pour l'essai jusqu'à rupture, sont des zones où la déformation est uniforme le long du fil. On observe une évolution forte du module de conservation ce qui montre que des mécanismes autres que purement élastiques interviennent. Après la localisation (zone (II)) l'évolution de E' est vraisemblablement due à la suite de la transformation A-M ou R-M selon la température de l'essai.

Comme pour la zone (I), on considère que la transformation est essentiellement induite par la contrainte et l'on se propose d'interpoler l'évolution du module de conservation E' avec une fonction du même type :

$$E'(\sigma, T) = E'_2(T) + (E'_{inf} - E'_2(T)) \tanh \left[K \frac{\sigma - \sigma_2(T)}{E'_{inf} - E'_2(T)} \right] \quad (3.19)$$

La figure 3.64 représente cette fonction d'interpolation et les différents paramètres. $E'_2(T)$ et $\sigma_2(T)$ sont issus des données expérimentales, et correspondent au module de conservation et à la contrainte à la fin de la localisation pour un essai effectué à la température T . K est le premier paramètre de calage qui correspond à la pente de la fonction d'interpolation au début de la zone (III). Ce paramètre traduit l'influence de la contrainte σ sur le module de conservation E' et donc la transformation. E'_{inf} est le second paramètre de calage qui correspond à la valeur maximale de E' à "l'infini". Pour la zone (III) on forcera ce paramètre de calage à prendre la valeur de 55 GPa. Cette valeur correspond à E'_M , valeur du E' de la martensite pour cette gamme de température (cf. fig. 3.47 à 3.50).

La figure 3.60 représente le résultat de l'interpolation pour l'essai à $T=60^\circ\text{C}$ lors de la charge, avec comme paramètre de calage $K_{60}=38$. On obtient une interpolation fidèle avec une erreur maximale E' de 0,8 GPa.

Comme pour la zone (I) on va utiliser la relation de Clausius-Clapeyron pour estimer E' de la zone (III) à d'autres températures. On utilisera l'équation suivante :

$$E'(\sigma, T) = E'_2(60) + (E'_{inf} - E'_2(60)) \tanh \left[K_{60} \frac{\sigma - [\sigma_2(60) + C_{cp}(T - 60)]}{E'_{inf} - E'_2(60)} \right] \quad (3.20)$$

Les résultats de ces estimations de la zone (III) pour les températures de 40°C à 100°C , sont représentés sur les figures 3.63, 3.61, 3.62, et l'on remarque une bonne estimation pour l'ensemble de ces températures.

A partir de l'équation 3.20, il est possible d'estimer l'évolution de E' pour les essais effectués jusqu'à rupture. La figure 3.65 représente les résultats de ces estimations. Pour les essais de 40°C à 80°C , l'estimation est bonne avec une erreur sur E' ne dépassant pas les 2 GPa. Pour l'essai à 100°C , l'estimation est moins bonne, cela s'explique que pour l'essai à 100°C , **l'apparition de la plasticité fait que l'équation de Clausius-Clapeyron n'est plus valide.**

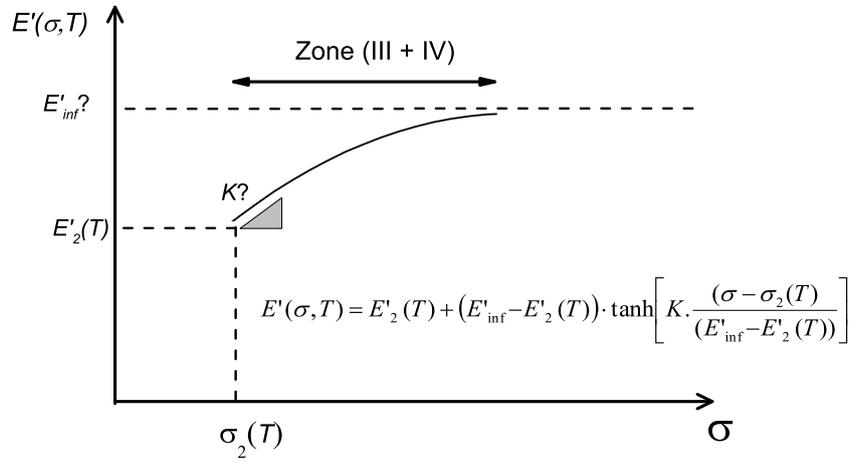


FIGURE 3.64: Fonction d'interpolation pour l'évolution de E' en fonction de la contrainte pour les zones (III) et (IV).

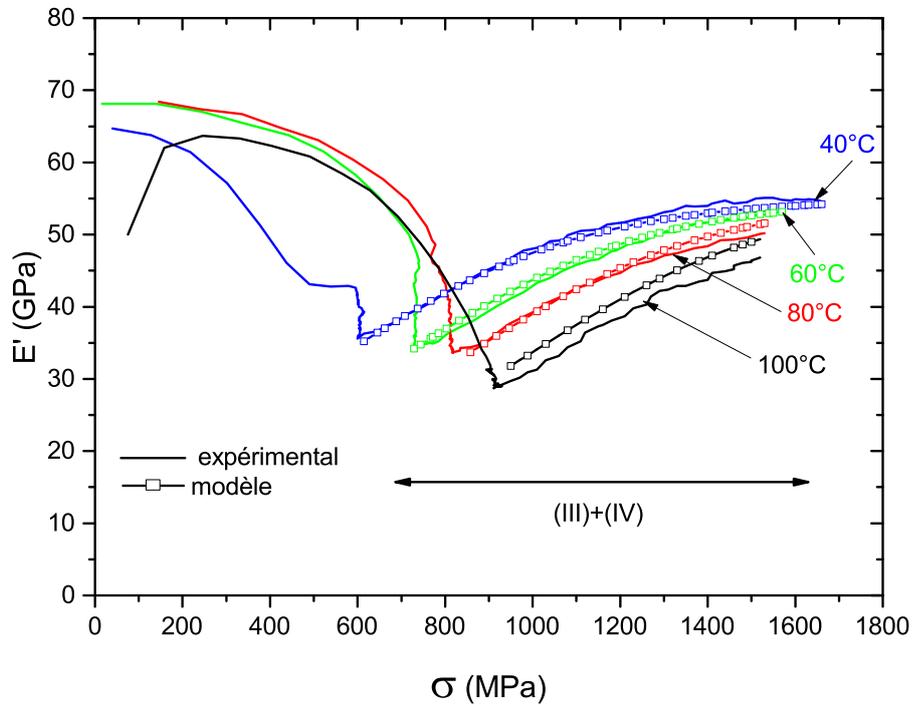


FIGURE 3.65: Comparaison du modèle d'évolution de E' sur les zones (III) et (IV) des essais effectués jusqu'à rupture à partir de l'essai effectué à 60°C jusqu'à 10% de déformation.

3.5.2.3 Zone (II) : localisation

Dans cette zone la déformation est localisée. La figure 3.66 montre schématiquement l'allongement dû à la fois à :

- l'allongement statique ΔL_{stat} provoqué par l'allongement statique ΔL_{stat1} et ΔL_{stat2} des parties (1) et (2) ;
- l'allongement dynamique ΔL_{dyn} du à ΔL_{dyn1} et ΔL_{dyn2} des parties (1) et (2).

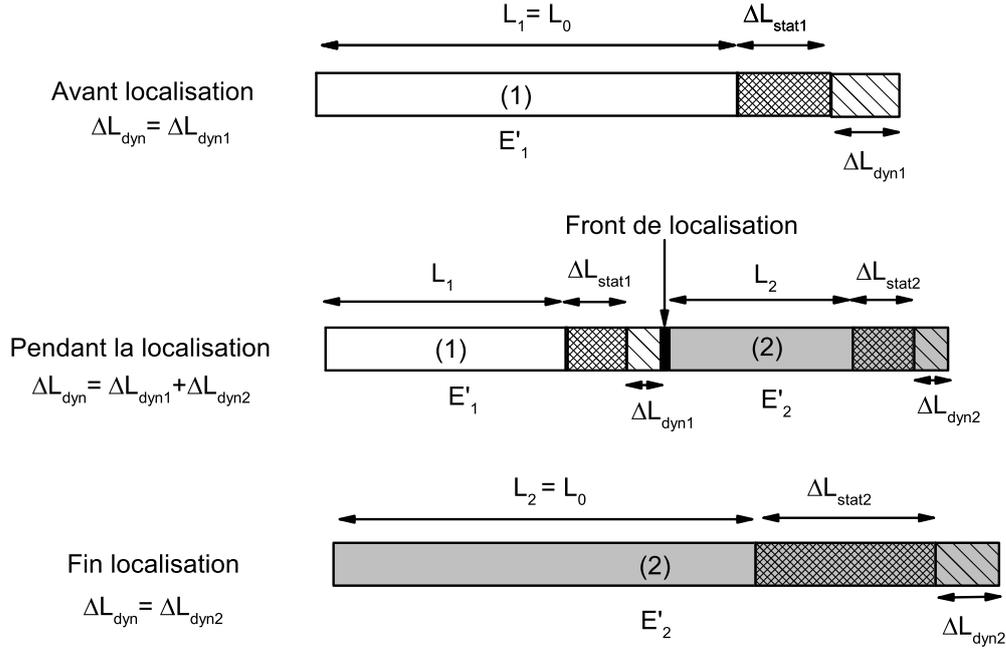


FIGURE 3.66: Illustration du phénomène de localisation lors d'un essai DMA-BS.

L'égalité de la contrainte dynamique le long du fil est donnée par l'équation :

$$\sigma_{dyn} = E'(\varepsilon) \frac{\Delta L_{dyn1} + \Delta L_{dyn2}}{L_0} = E'_1 \frac{\Delta L_{dyn1}}{L_1} = E'_2 \frac{\Delta L_{dyn2}}{L_2} \quad (3.21)$$

A température constante, l'évolution de E' dans la zone (II) est essentiellement provoquée par la localisation, et c'est donc la déformation ε qui conditionne la variation de E' . A cette condition, l'évolution de $E'(\varepsilon)$ est donnée par l'équation :

$$E'(\varepsilon) = \frac{E'_1 \cdot E'_2}{E'_2(1 - f_2(\varepsilon)) + E'_1 f_2(\varepsilon)} \quad (3.22)$$

avec E'_1 et E'_2 module de conservation des parties (1) et (2) et $f_2(\varepsilon)$ fraction de la partie (2) composant le fil.

A noter que $f_2(\varepsilon)$ n'est pas directement la fraction de martensite, en effet on a vu que dans la zone (I) la transformation a déjà commencé et qu'elle se poursuit en zone (III) ; la fraction de martensite ne vaut donc pas 0 en début de localisation et ne vaut pas 1 en

fin de localisation. Dans le cas de l'essai à 60°C la partie (1) est composée essentiellement d'austénite et la partie (2) majoritairement de martensite.

La fonction $f_2(\varepsilon)$ varie linéairement avec ε et est donnée par l'équation suivante :

$$f_2(\varepsilon) = \frac{\varepsilon - \varepsilon_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (3.23)$$

La fonction $f_2(\varepsilon)$ vérifie les conditions aux limites suivantes :

- Début de localisation :

$$f_2(\varepsilon_1) = 0 \quad (3.24)$$

- Fin de localisation :

$$f_2(\varepsilon_2) = 1 \quad (3.25)$$

La figure 3.67 montre pour la zone (II), la comparaison entre le modèle proposé pour $E'(\varepsilon)$ pour l'essai DMA-BS à 60°C. Sur cette même figure ont été retracés en fonction de la déformation ε les résultats de $E'(\sigma)$ obtenus précédemment avec les interpolations des zones de déformation uniforme (I), (III). Les modèles proposés à la fois pour les zones de déformation uniforme et pour la zone de déformation localisée suivent assez bien les mesures expérimentales. De la même manière la figure 3.68 montre le résultat de l'estimation de E' pour l'essai effectué à 80°C lors d'un chargement jusqu'à 10% de déformation. On obtient une estimation correcte de E' sur la zone (I) et une très bonne estimation sur les zones (II) et (III).

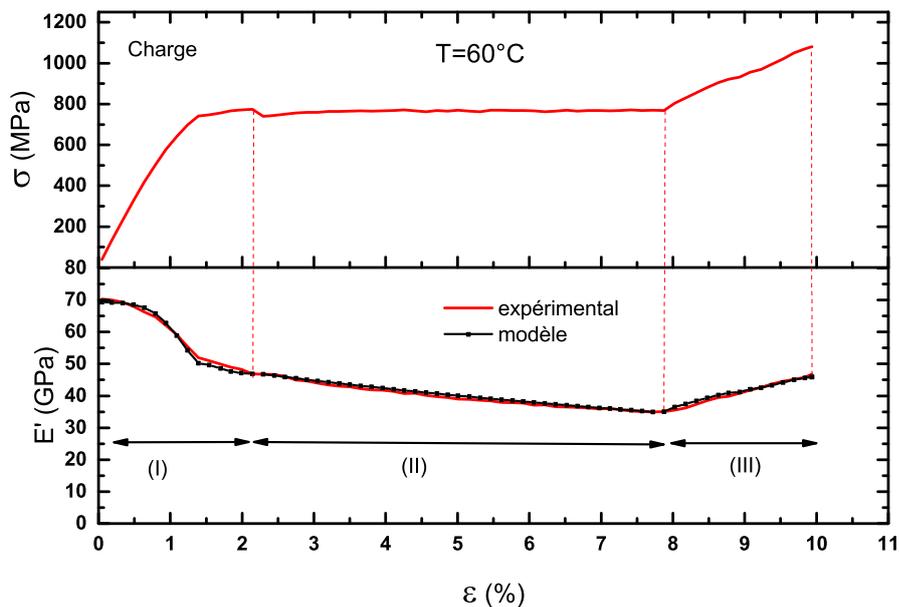


FIGURE 3.67: Estimation de E' pour les zones (I), (II), (III) pour l'essai DMA-BS-60 lors de la charge jusqu'à 10% de déformation.

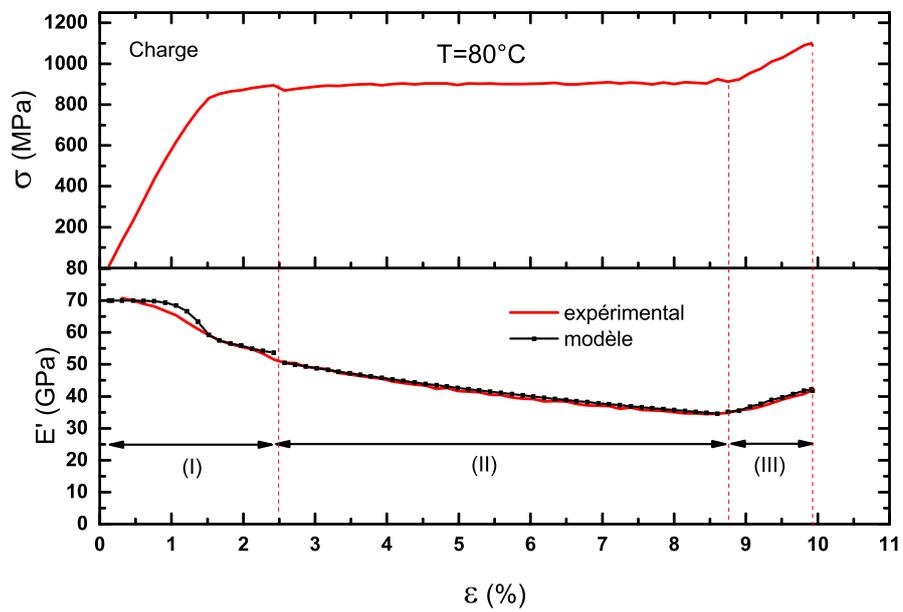


FIGURE 3.68: Estimation de E' pour les zones (I), (II), (III) pour l'essai DMA-BS-80 lors de la charge jusqu'à 10% de déformation.

3.5.2.4 Zone (IIIId) : transformation + élasticité

Pour la zone (IIIId) qui correspond à la zone (III) mais lors de la décharge, la transformation est uniforme, on utilisera le même type d'interpolation.

La zone (IIIId) peut être interpolé par l'équation suivante :

$$E'(\sigma, T) = E'_{2d}(T) + (E'_{inf} - E'_{2d}(T)) \tanh \left[K \frac{\sigma - \sigma_{2d}(T)}{E'_{inf} - E'_{2d}(T)} \right] \quad (3.26)$$

Avec σ_{2d} et E'_{2d} la contrainte et le module de conservation correspondant à la fin de la zone (IIIId), K et E'_{inf} sont les paramètres de calage. La figure 3.69 représente le résultat de l'interpolation pour l'essai à $T=60^\circ\text{C}$ lors de la décharge, avec comme paramètre de calage $K_{60d}=59,5$ et E'_{inf} fixé à 55 GPa correspondant à E'_M . On obtient une interpolation fidèle avec une erreur maximale sur E' de 2 GPa.

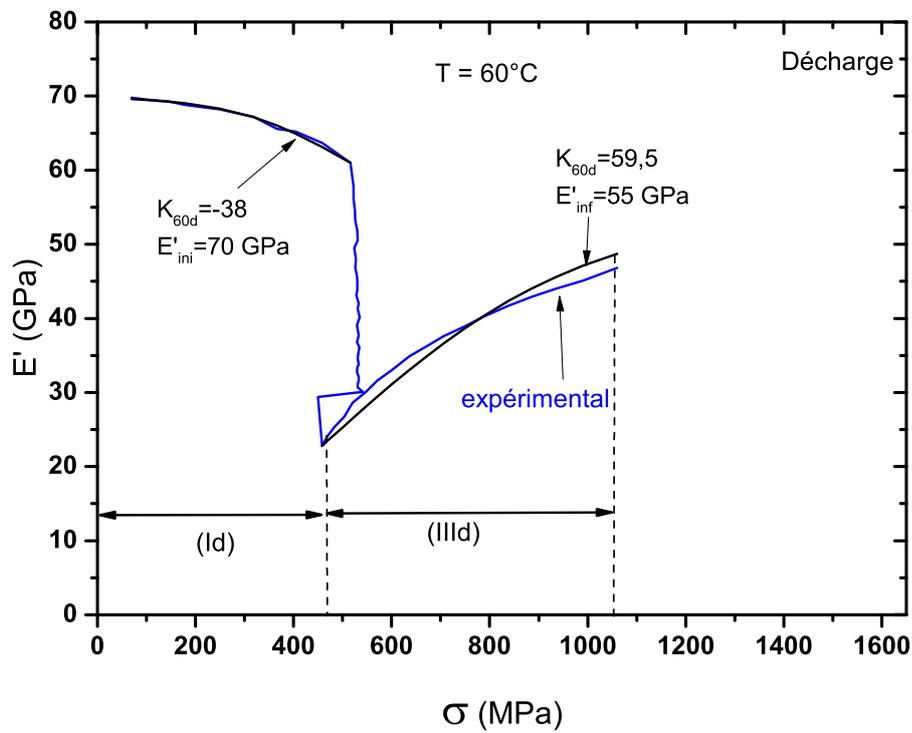


FIGURE 3.69: Interpolation du module E' sur les zones (Id) et (IIIId) pour l'essai DMA-BS à 60°C lors de la décharge.

Comme pour les zones (I) et (III) lors du chargement, il est possible d'utiliser la relation de Clausius-Clapeyron pour estimer E' de la zone (IIIId) à d'autres températures. On utilisera l'équation suivante :

$$E'(\sigma, T) = E'_{2d}(60) + (E'_{inf} - E'_{2d}(60)) \tanh \left[K_{60d} \frac{\sigma - [\sigma_{2d}(60) - C_{cp}(60 - T)]}{E'_{inf} - E'_{2d}(60)} \right] \quad (3.27)$$

Avec C_{cp} , le coefficient qui relie linéairement la contrainte σ_{2d} à la température que l'on prendra égal à 6 MPa/ $^\circ\text{C}$ qui correspond au C_{cpMA} du tableau 3.4. Les figures 3.70, 3.71, 3.72 montrent les résultats de ces estimations de E' sur les zones (IIIId) pour les

températures de 40°C, 80°C et 100°C. Le modèle a tendance à sous-estimer E' pour l'essai à 40°C et à légèrement surestimer pour les essais à 80°C et 100°C.

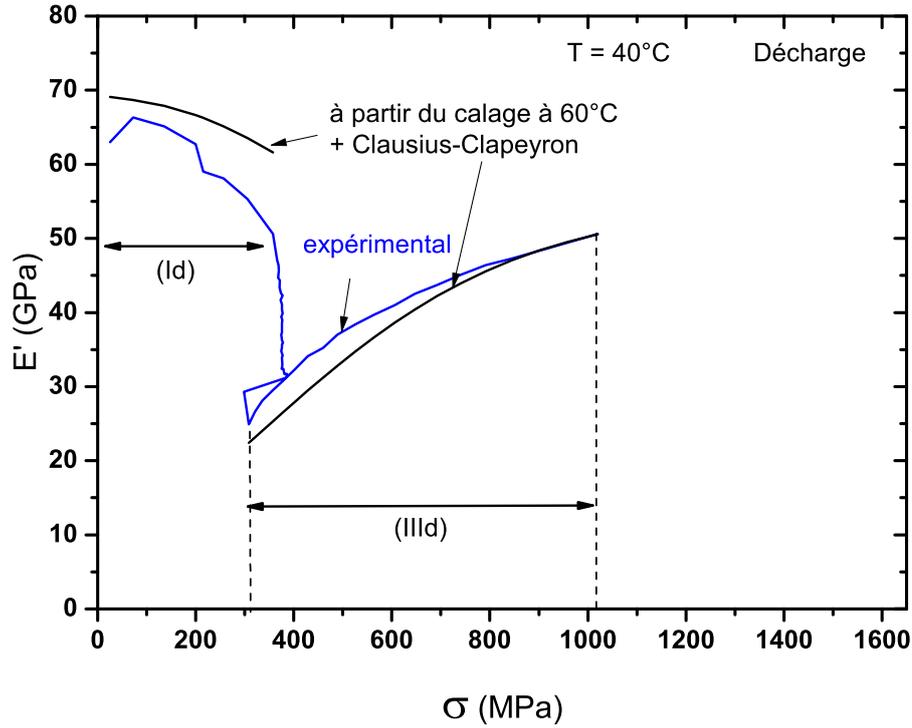


FIGURE 3.70: Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (Id) et (IIIId) pour l'essai à 40°C lors de la décharge.

3.5.2.5 Zone (Id) : transformation + élasticité

Pour la zone (Id) qui correspond à la zone (I) mais lors de la décharge, la transformation est uniforme, on utilisera le même type d'interpolation.

La zone (Id) peut être interpolée par l'équation suivante :

$$E'(\sigma, T) = E'_{1d}(T) + (E'_{ini} - E'_{1d}(T)) \tanh \left[K \frac{\sigma - \sigma_{1d}(T)}{E'_{ini} - E'_{1d}(T)} \right] \quad (3.28)$$

Avec σ_{1d} et E'_{1d} la contrainte et le module de conservation correspondant à la fin de la zone (IIId), K et E'_{ini} sont les paramètres de calage. La figure 3.69 représente le résultat de l'interpolation sur la zone (Id) pour l'essai à $T=60^\circ\text{C}$ lors de la décharge, avec comme paramètre de calage $K_{60d}=-38$ et E'_{ini} forcé à 70 GPa correspondant à E'_A de l'austénite. On obtient une interpolation fidèle avec une erreur maximale E' de 0,5 GPa. Comme pour la zone (IIIId), grâce à la relation de Clausius-Clapeyron, on peut estimer E' à d'autres températures avec l'équation suivante :

$$E'(\sigma, T) = E'_{1d}(60) + (E'_{ini} - E'_{1d}(60)) \tanh \left[K_{60d} \frac{\sigma - [\sigma_{1d}(60) - C_{cp}(60 - T)]}{E'_{ini} - E'_{1d}(60)} \right] \quad (3.29)$$

Les figures 3.70, 3.71, 3.72 montrent les résultats de ces estimations de E' sur les zones (IIIId) pour les températures de 40°C à 100°C. L'estimation de E' est bonne pour $T=80^\circ\text{C}$

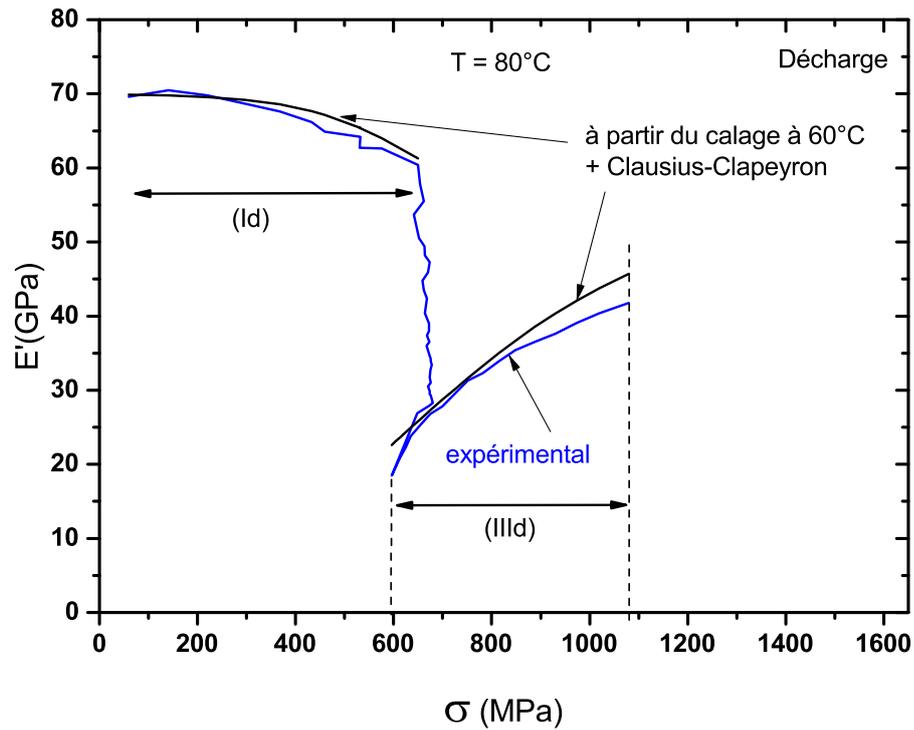


FIGURE 3.71: Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (Id) et (IIIId) pour l'essai à 80°C lors de la décharge.

mais se dégrade pour $T=40^\circ\text{C}$ avec une surestimation de E' qui est influencé par la phase R. De même pour $T=100^\circ\text{C}$ l'influence de la plasticité ne permet pas d'avoir une bonne estimation.

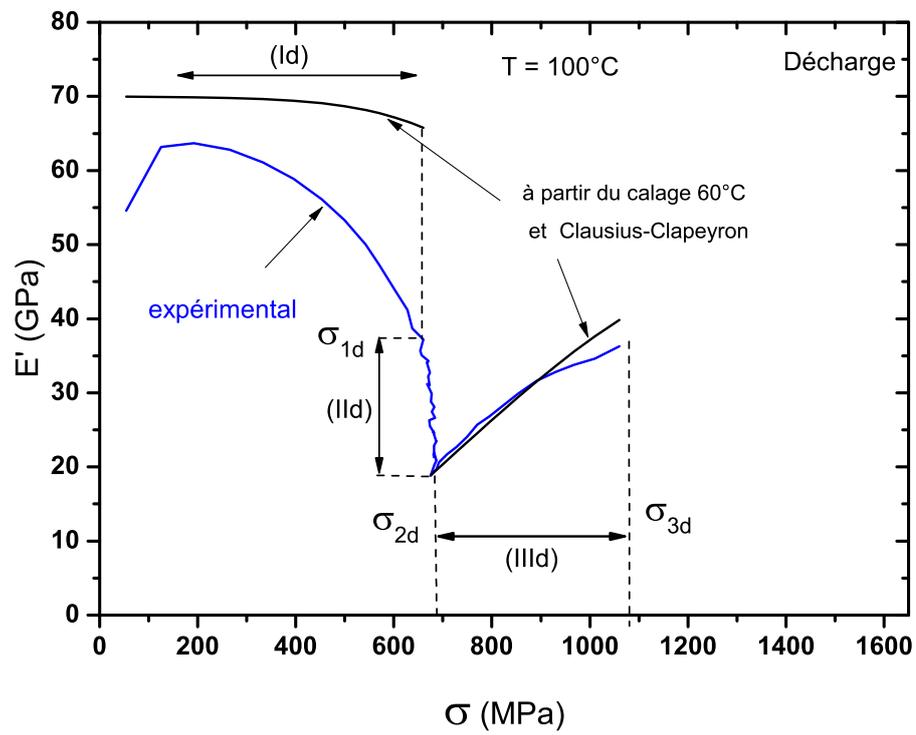


FIGURE 3.72: Comparaison du modèle d'évolution de E' sur la zone (Id) et (IIIId) pour l'essai à 100°C lors de la décharge.

3.5.2.6 Zone (IIId) : localisation

Comme pour la charge, c'est une zone (II) où la déformation est localisée, on utilisera le même modèle et l'équation suivante :

$$E'(\varepsilon) = \frac{E'_{1d}E'_{2d}}{E'_{2d}(1 - f_2(\varepsilon)) + E'_{1d}f_2(\varepsilon)} \quad (3.30)$$

avec E'_{1d} et E'_{2d} les modules de conservation des parties (1) et (2) et $f_2(\varepsilon)$ la fraction de la partie (2) composant le fil.

La figure 3.73 montre pour la zone (IIId) la comparaison entre le modèle proposé pour $E'(\varepsilon)$ pour l'essai DMA-BS à 60°C. Sur cette même figure ont été retracés en fonction de la déformation ε les résultats de $E'(\sigma)$ obtenus précédemment avec les interpolations des zones de déformation uniforme (Id), (IIId). Les modèles proposés à la fois pour les zones de déformation uniforme et de déformation localisée suivent assez bien les mesures expérimentales. De la même manière la figure 3.74 montre le résultat de l'estimation de E' pour l'essai effectué à 80°C. On obtient une estimation moyenne de E' sur la zone (IIId) et une très bonne estimation sur les zones (IIId) et (IIIId).

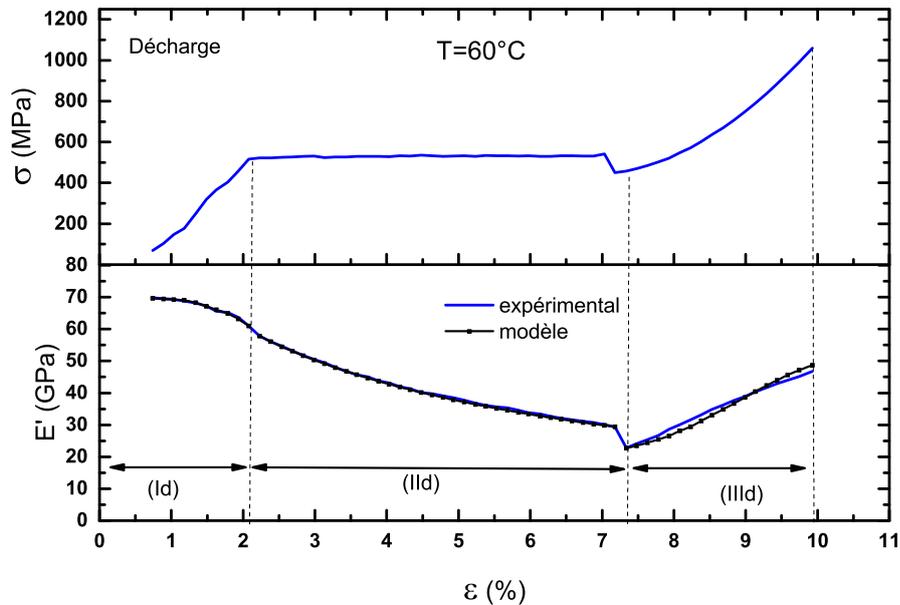


FIGURE 3.73: Estimation de E' pour les zones (Id), (IIId), (IIIId) pour l'essai DMA-BS-60 lors de la décharge.

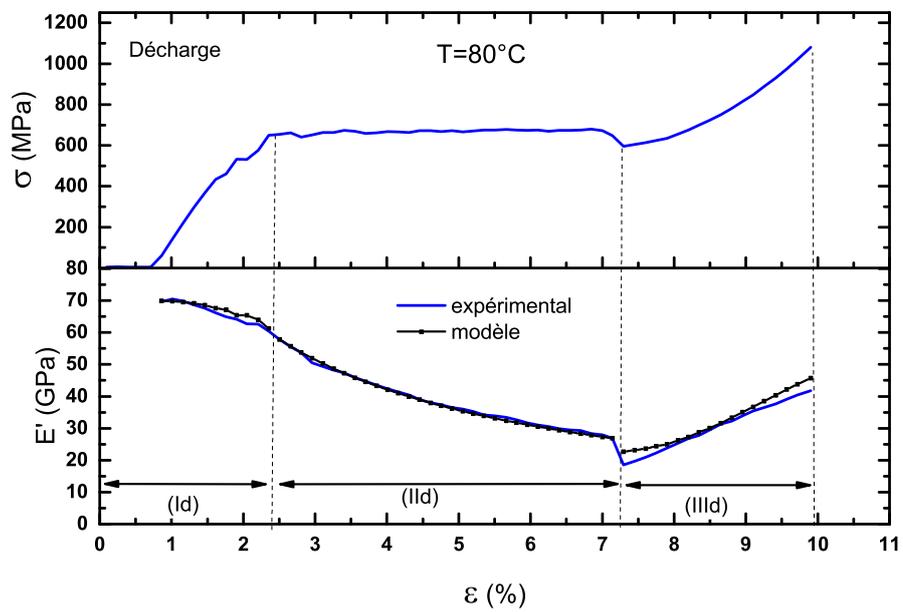


FIGURE 3.74: Estimation de E' pour les zones (Id), (IIId), (IIIId) pour l'essai DMA-BS-80 lors de la décharge.

3.6 Analyse des résultats des essais DMA-BT

3.6.1 Analyse de l'essai DMA-BT sur le fil CW

Le résultat de l'essai DMA-BT sur le fil NiTi CW (cf. fig. 3.40) ne montre pas de variation brutale du module de conservation, mais seulement une diminution linéaire du module de conservation lorsque la température augmente avec une pente de $0,02 \text{ GPa}/^\circ\text{C}$, pour une valeur moyenne de E' de 57 GPa . Ce résultat est à comparer avec des mesures effectuées sur un fil d'acier C90 (corde à piano) au comportement élastoplastique. La figure 3.5 montre une évolution semblable du module de conservation avec une pente de $0,08 \text{ GPa}/^\circ\text{C}$ pour une valeur moyenne de E' de 185 GPa , ce qui proportionnellement donne une évolution semblable au fil NiTi CW.

3.6.2 Analyse des essais DMA-BT sur le fil FWM#1-SE

L'objectif de cette analyse est de comprendre l'évolution du module de conservation avec la température et de proposer un modèle d'évolution en fonction des phénomènes mis en jeu.

Afin de simplifier, l'analyse s'effectue sur l'essai DMA-BT réalisé pendant le refroidissement et sous une contrainte de 300 MPa . Il est possible d'identifier cinq zones d'évolution différentes, ces zones sont identifiées de (I) à (V) sur la figure 3.75. Les zones (I), (II), (III) et (V), correspondent à des températures pour lesquelles le fil est déformé de manière uniforme. La zone (IV), correspond à des conditions telles que le fil testé est déformé de manière non uniforme, avec un front de localisation.

3.6.2.1 Zones (I), (II), (III), (V)

Pour les zones de déformation uniforme (I), (II), (III) et (V), nous proposons d'approximer les courbes expérimentales $E'(T)$ par de simples polynômes d'ordre 2 :

$$E'(T) = \alpha T^2 + \beta T + \gamma \quad (3.31)$$

Les coefficients α , β , γ sont calculés pour chacune des zones.

i) Zone (I)

Conditions aux limites pour calibrer le modèle $E'(T)$ dans la zone (I) :

- Condition de continuité entre les zones (I) et (II) :

$$E'(T = T_2) = E'_2 \quad (3.32)$$

La courbe $E'(T)$ pour la zone (I) ne montre pas de maximum. Un essai complémentaire a été effectué à haute température. Cet essai est présenté figure sur la 3.76. Il a été effectué jusqu'à une température de 450°C sous une contrainte de 200 MPa . E' atteint un maximum E'_0 de 85 GPa une température T_0 de 450°C .

- Maximum à T_0 :

$$\frac{dE'}{dT}(T = T_0) = 0 \quad (3.33)$$

- Valeur de E' à T_0 :

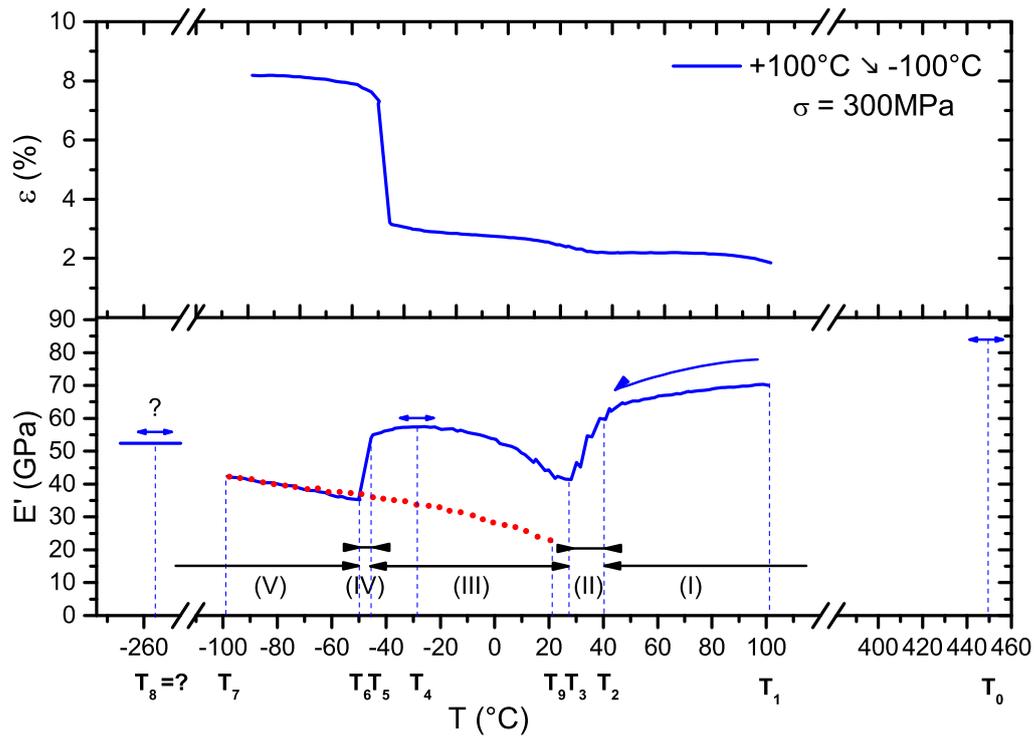


FIGURE 3.75: Les cinq zones d'évolution du module de conservation lors du refroidissement pendant un essai DMA-BT.

$$E'(T = T_0) = E'_0 \quad (3.34)$$

Les valeurs des coefficients α , β , γ pour la zone (I) sont répertoriées dans le tableau 3.5.

ii) Zone (II)

Cette zone correspond à une forte diminution de E' pour une faible évolution de déformation qui est attribuée à une phase de transformation liée à la phase R.

Conditions pour calibrer le modèle :

- Continuité avec la zone (I) :

$$E'(T = T_2) = E'_2 \quad (3.35)$$

- Continuité avec la zone (III) :

$$E'(T = T_3) = E'_3 \quad (3.36)$$

- Evolution quasi linéaire :

$$\alpha = 0 \quad (3.37)$$

Les valeurs des coefficients β , γ pour la zone (II) sont répertoriées dans le tableau 3.5.

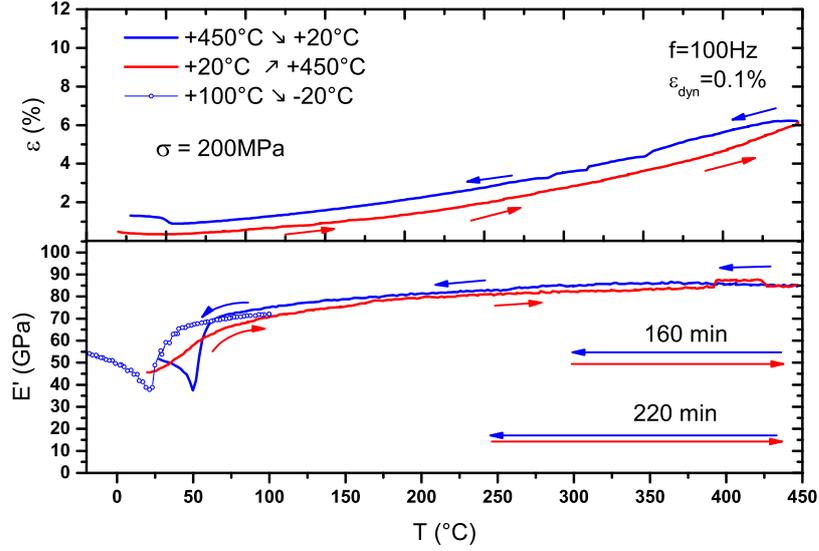


FIGURE 3.76: Résultats des essais DMA-BT sous une contrainte de 200 MPa lors d'un chauffage/refroidissement à haute température.

iii) Zone (III) Cette zone correspond à une augmentation de E' pour une faible évolution de déformation qui est attribuée à la fin de transformation liée à la phase R.

Conditions pour calibrer le modèle :

- Continuité avec la zone (II) :

$$E'(T = T_3) = E'_3 \quad (3.38)$$

- Continuité avec la zone (IV) :

$$E'(T = T_5) = E'_5 \quad (3.39)$$

- Maximum et tangente nulle à $T = T_4$:

$$\frac{dE'}{dT}(T = T_4) = 0 \quad (3.40)$$

Les valeurs des coefficients α , β , γ pour la zone (III) sont répertoriés dans le tableau 3.5.

iv) Zone (V)

Contrairement aux zones (I) et (III) aucune donnée expérimentale permettant de trouver un maximum à $E'(T)$ n'est disponible. Les coefficients α , β , γ sont calculés avec les conditions suivantes :

- Continuité de E' avec la zone (IV) :

$$E'(T = T_6) = E'_6 \quad (3.41)$$

- Valeur de E' en fin d'essai :

$$E'(T = T_7) = E'_7 \quad (3.42)$$

On pourrait prendre une troisième condition entre T_6 et T_7 mais étant donné la proximité de ces deux points pour plus de précision, on préférera utiliser la suite de l'essai lors du réchauffement (représenté en trait pointillé) qui est confondu sur la première partie et qui se prolonge jusqu'à la température T_9 .

- Valeur de E' à T_9 :

$$E'(T = T_9) = E'_9 \quad (3.43)$$

Les valeurs des coefficients α , β , γ pour la zone (V) sont répertoriés dans le tableau 3.5.

v) Coefficients

DMA-BT-300MPa - Refroidissement				
	Zone (I)	Zone (II)	Zone (III)	Zone (V)
α (GPa. $^{\circ}\text{C}^{-2}$)	-151.10^{-6}	0	$-5,2.10^{-3}$	-433.10^{-6}
β (GPa. $^{\circ}\text{C}^{-1}$)	136.10^{-3}	1,24	-289.10^{-3}	-210.10^{-3}
γ (GPa)	54	9	52,4	25,8

Tableau 3.5: Coefficients des modèles pour les zones de déformation uniforme lors d'un essai DMA-BT sous une contrainte de 300 MPa pendant le refroidissement.

3.6.2.2 Zone (IV) : localisation

Cette zone correspond en partie à la transformation martensitique, ceci est validé par l'amplitude de la déformation qui correspond au plateau de transformation caractéristique déjà identifié sur les essais DMA-BS. Comme pour la zone (II) de l'essai DMA-BS, c'est une zone où la déformation est localisée le long du fil et il est possible d'appliquer le même modèle (cf. fig. 3.66). Du point de vue expérimental, l'essai étant asservi en contrainte et en température (et non en déformation comme pour l'essai DMA-BS) c'est aussi une zone où l'on a une discontinuité et peu de points d'acquisition.

En considérant que l'évolution de E' dans la zone (V) est essentiellement provoquée par la localisation et donc en négligeant la partie de l'allongement due à la transformation devant les autres phénomènes, on obtient une évolution de $E'(T)$ donnée par l'équation :

$$E'(T) = \frac{E'_1 E'_2}{E'_1(1 - f_2(T)) + E'_2 f_2(T)} \quad (3.44)$$

avec E'_1 et E'_2 modules de conservation des parties (1) et (2) et $f_2(T)$ fraction de la partie (2) composant le fil.

Dans le cas de l'essai à 300 MPa la partie (1) est composé essentiellement de phase R et la partie (2) majoritairement de martensite.

Conditions aux limites pour calibrer le modèle :

- Début de localisation :

$$f_2(T_5) = 0 \quad (3.45)$$

- Fin de localisation :

$$f_2(T_6) = 1 \quad (3.46)$$

A noter que $f_2(T)$ n'est pas directement la fraction de martensite, en effet la transformation se poursuit en zone (IV) ; la fraction de martensite ne vaut donc pas 0 en début de localisation et ne vaut pas 1 en fin de localisation.

3.6.2.3 Vérification des modèles d'évolution de E' pour l'essai DMA-BT sous 300 MPa

La figure 3.77 montre la comparaison du modèle d'évolution proposé avec la courbe expérimentale lors du refroidissement sous une contrainte de 300 MPa. Le modèle traduit bien l'évolution de E' entre les températures T_1 et T_7 de l'essai. Ce modèle permet par extension d'estimer la température à laquelle la transformation R-M se termine et donc le module d'élasticité de la martensite. Pour l'essai sous 300 MPa, la température de fin de transformation est estimée à $T_8 = -243^\circ\text{C}$ et le module d'élasticité à $E'_8 = 52$ GPa. Il est aussi possible d'identifier les domaines où les phases A, R, M sont majoritaires. Les mêmes zones sont identifiables lors du réchauffement, et il est possible de caler les mêmes modèles. La figure 3.78 montre la comparaison entre les résultats expérimentaux et le modèle. Les valeurs des coefficients α, β, γ pour les zones (I), (II), (III), (V) sont répertoriés dans le tableau 3.6. L'hystérésis de transformation de la phase M a pour conséquence de réduire l'amplitude de la zone (III).

DMA-BT-300MPa -Chauffage				
	Zone (I)	Zone (II)	Zone (III)	Zone (V)
α (GPa. $^\circ\text{C}^{-2}$)	-142.10^{-6}	0	-30410^{-3}	$-1,24.10^{-3}$
β (GPa. $^\circ\text{C}^{-1}$)	128.10^{-3}	1,24	16,2	27,5
γ (GPa)	56,2	2,6	-173	25,8

Tableau 3.6: Coefficients des modèles pour les zones de déformation uniforme lors d'un essai DMA-BT sous une contrainte de 300 MPa pendant le chauffage.

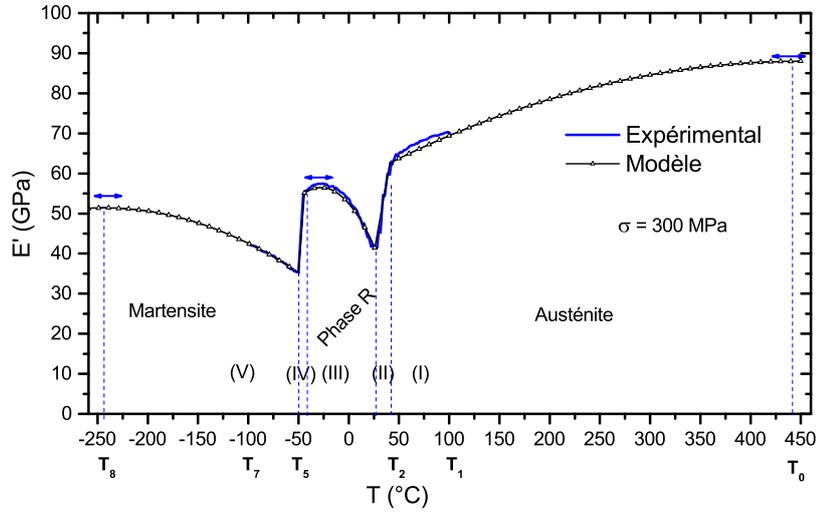


FIGURE 3.77: Evolution du module E' lors d'un essai DMA-BT sous 300 MPa comparaison modèle-expérience.

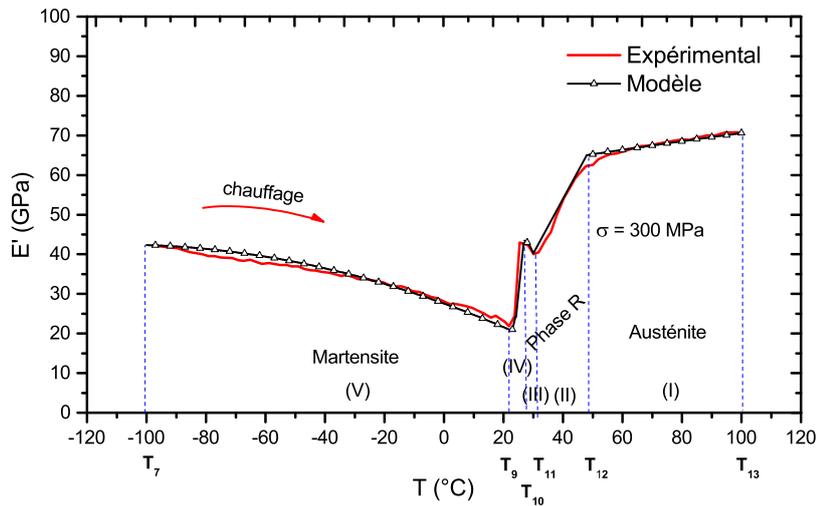


FIGURE 3.78: Evolution du module E' lors d'un essai DMA-BT sous 300 MPa comparaison modèle-expérience lors du chauffage.

3.6.2.4 Estimation de l'évolution de E' pour l'essai DMA-BT-490 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300 MPa

Les modèles des fonctions d'interpolation calés pour l'essai réalisé sous une contrainte de 300 MPa ont permis d'interpoler de manière satisfaisante les zones (I), (II), (III), (IV), (V) au refroidissement et au chauffage. Nous souhaitons proposer un modèle permettant de déduire les évolutions de $E'(T)$ pour d'autres niveaux de contrainte. Les raisonnements sont identiques au refroidissement et au chauffage et seule l'étude au refroidissement est présentée.

Un changement de contrainte provoque une évolution des températures et doivent suivre les relations de Clausius-Clapeyron. Ainsi au refroidissement pour les zones (I), (II), (III) qui concernent la transformation A-R, le décalage en température est donné par :

$$\Delta T = \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{AR}} \quad (3.47)$$

où $\sigma_{ref}=300$ MPa et $Cp_{AR}=15$ MPa/°C le coefficient de Clausius-Clapeyron de la transformation A-R.

On peut en déduire les nouvelles fonctions d'interpolation des zones (I), (II), (III) avec l'équation :

$$E'(T) = \alpha \left[T + \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{AR}} \right]^2 + \beta \left[T + \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{AR}} \right] + \gamma \quad (3.48)$$

avec $\sigma_{ref}=300$ MPa et α, β, γ pour chacune des zones (I), (II), (III) (cf. tableau 3.5).

Au refroidissement pour les zones (IV) et (V) qui concernent la transformation R-M, le décalage en température est donné par :

$$\Delta T = \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{RM}} \quad (3.49)$$

où σ_{ref} est la contrainte de référence et $Cp_{RM}=4,8$ MPa/°C le coefficient de Clausius-Clapeyron de la transformation R-M.

On peut en déduire les nouvelles fonctions d'interpolation des zones (IV), (V), avec l'équation :

$$E'(T) = \alpha \left[T + \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{RM}} \right]^2 + \beta \left[T + \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{RM}} \right] + \gamma \quad (3.50)$$

avec $\sigma_{ref}=300$ MPa et α, β, γ pour chacune des zones (IV) et (V) (cf. tableau 3.5).

Sur figure 3.79, sont tracés en trait pointillé le modèle de référence sous une contrainte de 300 MPa, et en trait plein le modèle pour une contrainte de 490 MPa grâce aux équations 3.48 et 3.50 et la courbe expérimentale à 490 MPa. Toutes les zones sont bien représentées. L'estimation de E' est sous évaluée de 5 GPa pour la zone (I). Les zones (II), (III), (IV), (V) sont plus fidèles.

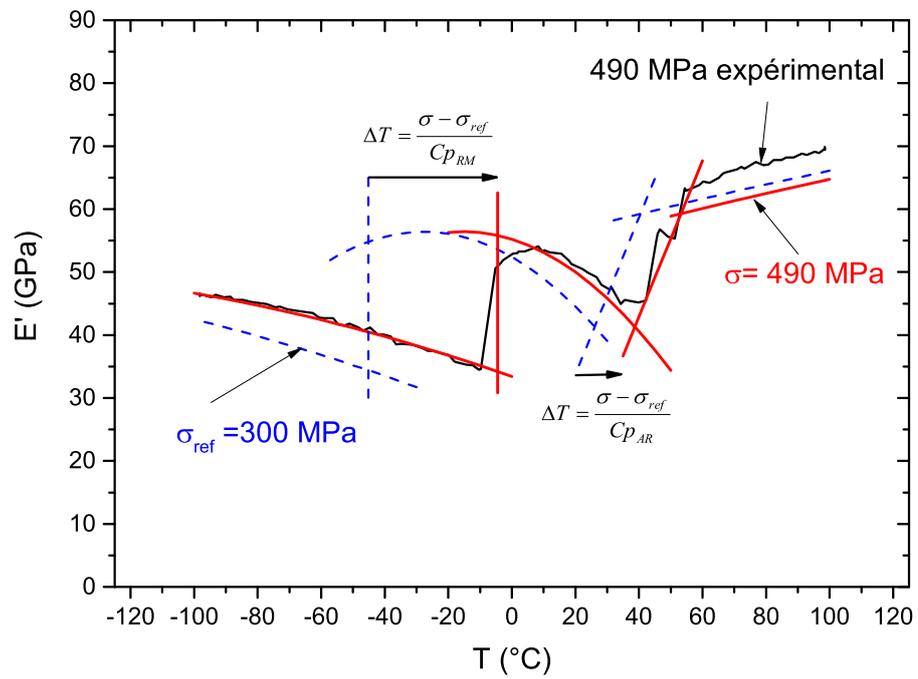


FIGURE 3.79: Estimation de l'évolution de E' au refroidissement pour l'essai DMA-BT-490 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300M MPa.

3.6.2.5 Estimation de l'évolution de E' pour l'essai DMA-BT-100 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300 MPa

On peut appliquer le modèle du 3.6.2.4 pour une contrainte de 100 MPa inférieure à l'essai de référence. Sur figure 3.80, sont tracés en trait pointillé le modèle de référence sous une contrainte de 300 MPa, en trait plein le modèle pour une contrainte de 100 MPa grâce aux équations 3.48 et 3.50 et la courbe expérimentale à 100 MPa. Les zones (I) et (II) sont assez bien représentées. La zone (III) est moins fidèle. Alors que le modèle prévoit la transformation R-M à -88°C et les zones associées (IV) et (V), la courbe expérimentale ne suit pas cette évolution. **Cela provient du fait que pour des contraintes faibles, la transformation R-M ne suit plus relation linéaire de Clausius-Clapeyron.** Cette non linéarité est observée sur la figure 3.41b.

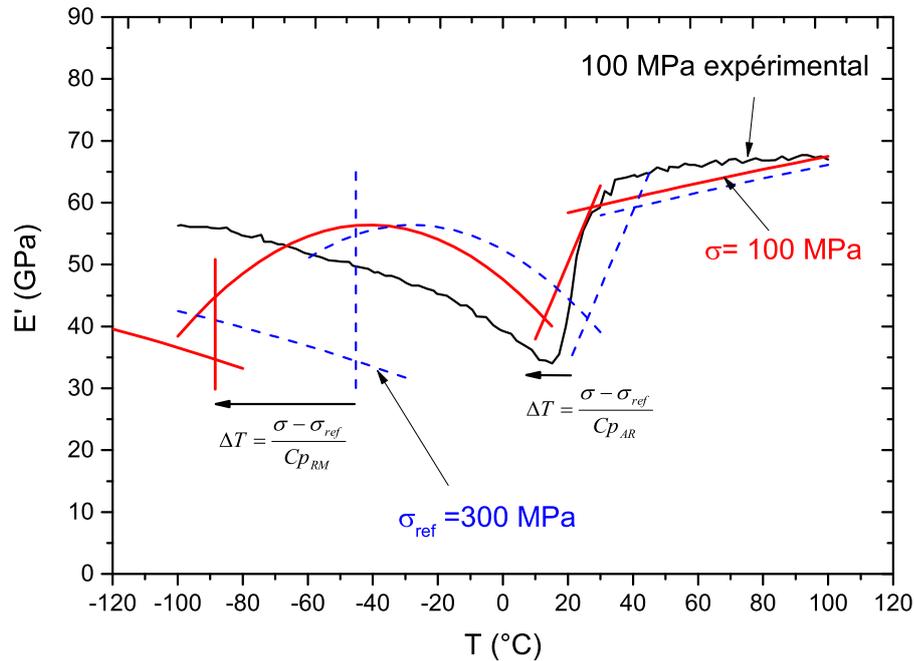


FIGURE 3.80: Estimation de l'évolution de E' au refroidissement pour l'essai DMA-BT-100 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300 MPa.

3.6.2.6 Estimation de l'évolution de E' pour l'essai DMA-BT-990 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300 MPa

Le modèle du paragraphe 3.6.2.4 peut être appliqué pour une contrainte de 990 MPa très supérieure à l'essai de référence. Sur la figure 3.81, on observe que ce niveau de contrainte est un peu particulier, en effet cela correspond à la contrainte où la transformation A-R devrait disparaître au profit de la transformation A-M. A la différence des essais effectués à des contraintes inférieures, à 990 MPa les zones (III) et (IV) correspondent à une transformation directe A-M.

Pour les zones (IV) et (V) qui concernent la transformation A-M, le décalage en tem-

pérature est donné par :

$$\Delta T = \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{AM}} \quad (3.51)$$

où σ_{ref} est la contrainte de référence et $Cp_{AM}=5,8$ MPa/°C le coefficient de Clausius-Clapeyron de la transformation A-M.

On peut en déduire les nouvelles fonctions d'interpolation des zones (IV) et (V) avec l'équation :

$$E'(T) = \alpha \left[T + \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{AM}} \right]^2 + \beta \left[T + \frac{\sigma_{ref} - \sigma}{Cp_{AM}} \right] + \gamma \quad (3.52)$$

Sur la figure 3.82, sont tracés en trait pointillé le modèle de référence sous une contrainte de 300 MPa, en trait plein le modèle pour une contrainte de 990 MPa grâce aux équations 3.48 et 3.50 et la courbe expérimentale à 990 MPa. Les zones (I) et (II) sont bien représentées. On observe que la zone (III) (en pointillée) correspondant à une transformation A-R est effacée par la transformation A-M (zone (IV) et (V)) qui est présente à ce niveau de contrainte. Il y a une "compétition" entre les ΔT correspondant aux transformations A-R et R-M et A-M. Les ΔT sont inversement proportionnelles aux Cp , et $Cp_{R-M} < Cp_{A-M} < Cp_{A-R}$. Avec l'augmentation de la contrainte, ΔT_{R-M} progresse plus vite que ΔT_{A-R} , et conduit à la disparition de la phase R, pour faire apparaître la transformation directe A-M.

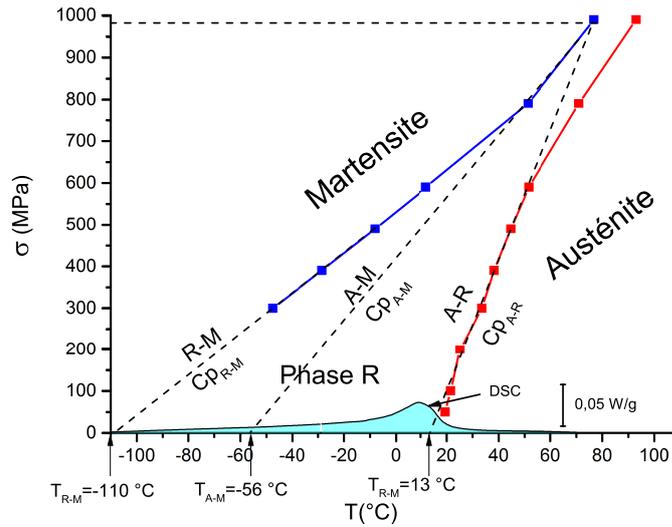


FIGURE 3.81: Diagramme des changements de phase au refroidissement.

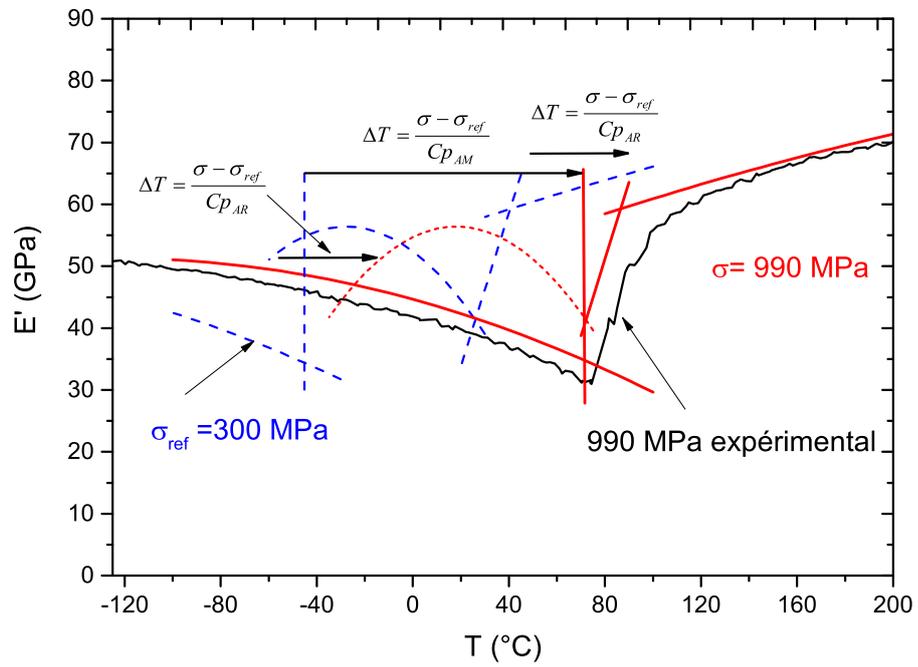


FIGURE 3.82: Estimation de l'évolution de E' au refroidissement pour l'essai DMA-BT-990 MPa à partir du modèle de référence calé à une contrainte 300 MPa.

3.7 Conclusion

L'analyse de l'évolution du module de conservation lors d'un essai de traction isotherme et lors d'un balayage en température sous contrainte a permis d'identifier les zones de transformation/localisation dans un fil de NiTi. On montre que les plages de transformations sont très grandes, et que le matériau se transforme y compris très loin des zones de détection de changement de phase. A partir de ce constat, l'évaluation des modules d'élasticité ne peut se faire que très loin des zones de transformation. L'étude a permis de déterminer les modules d'élasticité pour l'ensemble des phases qui sont rappelés dans le tableau 3.7.

E'_A (GPa)	E'_M peu orientée (GPa)	E'_M très orientée (GPa)	E'_R (GPa)
75-85	40-45	60-65	50-60

Tableau 3.7: Module de conservation déterminés par mesures DMA.

L'utilisation de la DMA est une méthode adaptée à la caractérisation des alliages NiTi sous forme de fils. En effet, par extrapolation, les températures de transformation de phase sans contrainte peuvent être déterminées et sont comparables aux résultats données par la DSC. Alors que la DSC seule, ne permet pas détecter les transformations lorsqu'elles apparaissent à trop basse température, l'utilisation des mesures DMA sous contrainte permet de les déduire. En combinant l'ensemble des essais il est possible de déterminer le domaine d'existence des phases A, R, M en fonction de la contrainte, de la température et de l'historique (chargement/déchargement - refroidissement/chauffage).

Une étude complète des différentes caractéristiques d'un alliage NiTi (transformation de phase et/ou module de conservation) demande néanmoins de nombreux essais, mais il est aussi possible de limiter les essais s'ils sont judicieusement choisis - par exemple deux ou trois essais de type balayage en température sous trois contraintes différentes - cela devient alors une méthode rapide et efficace. Cette méthode sera en partie utilisée pour caractériser l'influence de certains traitements thermiques au chapitre 4. Les modèles proposés pour les essais DMA-BS, permettent à partir d'un essai à une seule température d'obtenir une bonne estimation de E' à d'autres températures. De manière similaire, les modèles proposés pour les essais DMA-BT, permettent à partir d'un essai de référence sous une seule contrainte, d'obtenir une bonne estimation de E' à d'autres contraintes. Ces modèles sont conditionnés par le respect de la relation de Clausius-Clapeyron en particulier la linéarité entre variation de contrainte et variation de température de transformation, et sont vérifiés dans les cas où ni phase R, ni plasticité n'apparaissent.

Les traitements thermiques

4.1 Introduction

La solution de principe de guidage de l'aiguille décrite au chapitre 1 repose sur la création de comportements mécaniques différents sur des zones de l'insert et/ou de l'aiguille. L'objectif est de créer des zones plus ou moins rigides pour obtenir des courbures différentes selon les positions relatives de l'aiguille et de l'insert. Les types de comportements envisagés (élastique, superélastique, ferroélastique) ont été représentés de manière schématique (cf. fig. 1.17). Dans un premier temps, l'objectif de ce chapitre est de montrer comment à partir d'un même matériau de base, les traitements thermomécaniques réalisés vont permettre d'obtenir un comportement élastique, superélastique ou ferroélastique puis d'évaluer pour chaque type de comportement l'amplitude de réglage atteignable. Dans le cas d'un alliage de NiTi superélastique, le contrôle de A_f permet, pour une température d'utilisation donnée, de déterminer la contrainte $\sigma_{s(SIMT)}$ pour laquelle apparaît le plateau de transformation et ainsi la valeur de contrainte pour laquelle le matériau deviendra plus "souple". La présence ou non de la phase R permet aussi de modifier la raideur moyenne avant l'apparition du plateau de transformation.

Dans ce chapitre les propriétés mécaniques associées au TTH seront investiguées d'une part par des essais de traction isothermes et d'autre part des essais de type DMA-BT sous deux contraintes différentes.

Les différents moyens permettant de réaliser les traitements thermiques de manière localisée, et des essais de traitement thermiques localisés réalisés par courant électrique et laser seront présentés en annexe B.

4.2 Bibliographie

4.2.1 Influence de la composition sur M_s

La figure 4.1 issue de données expérimentales et théoriques représente l'influence de la proportion atomique de Ni sur M_s pour un alliage recuit à une température suffisante pour avoir une remise en solution. Pour les alliages avec moins de 50at% de Ni on observe

qu'il n'y a pas d'influence sur la température M_s . Pour un alliage avec plus de 50at% de Ni, la température M_s est fortement dépendante de la proportion en Ni. La forte pente de la droite théorique montre qu'une variation de 1% de Ni conduit à une variation de 200°C pour M_s . Cette forte dépendance fait qu'il n'est pas envisageable de contrôler M_s (et donc A_f en contrôlant uniquement la proportion de Ni lors de la fabrication. Dans les alliages avec plus de 50at% de Ni, on en distingue deux types ; ceux qui sont proches de l'équiatomique avec $Ni < 50,4at\%$ et ceux appelés riches en Ni avec $Ni > 50,5at\%$. Les traitements thermiques associés sont différents selon le type d'alliage considéré.

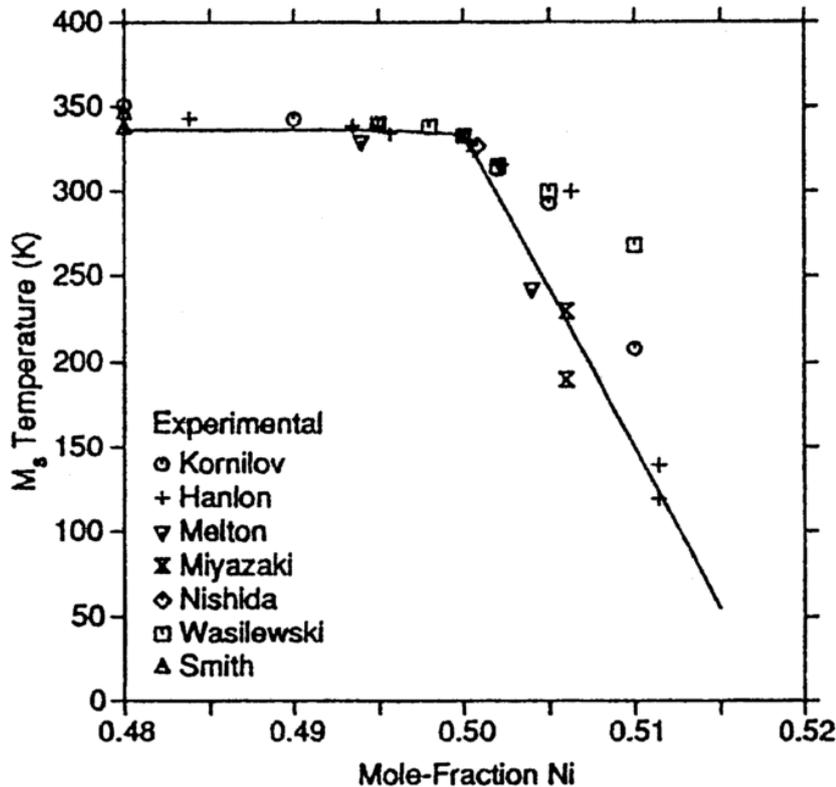


FIGURE 4.1: Evolution de M_s en fonction du pourcentage atomique de Ni d'après résultats expérimentaux (points) et par calcul thermodynamique (ligne) d'après [Tang, 1997].

4.2.2 Influence des traitements thermiques sur les températures de transformation et le comportement thermomécanique

Dans le cas des fils, le procédé de fabrication passe par des étirages à froids successifs. Ces étirages successifs influencent la structure cristalline, la taille des grains diminuant avec le taux d'étirage [Tsuchiya *et al.*, 2006; Sharifi *et al.*, 2014; Prokoshkin *et al.*, 2008]. A partir d'un taux d'étirage de 40% la structure cristalline a presque disparu complètement pour laisser place à une phase amorphe. Cette phase amorphe ne permet pas d'avoir de transformation martensitique, et les comportements liés à l'effet mémoire et/ou la superélasticité sont impossibles sans un traitement thermique additionnel.

4.2.2.1 Influence des TTH sur les alliages équiatomiques

Pour des alliages quasi équiatomiques, les traitements thermiques appliqués sont généralement des recuits (annealing) de recristallisation après un fort écrouissage à froid. La figure 4.2 montre les effets de la température de recuit sur les températures de transformation. Pour une température supérieure à 850 K, la recristallisation est complète, et il n'y a plus d'évolution des températures de transformation [Liu et McCormick, 1994]. La figure 4.3a montre l'effet d'un recuit total à 1273K, suivi d'un recuit partiel à 673K, sur le comportement thermomécanique. Ce TTH permet d'avoir une recristallisation totale, mais l'effet superélastique a quasiment disparu même pour un essai de traction réalisé à une température supérieure à A_f . La figure 4.3b montre que pour ce même alliage un recuit partiel à 673K permet d'avoir le comportement superélastique pour des températures d'essai supérieures à A_f .

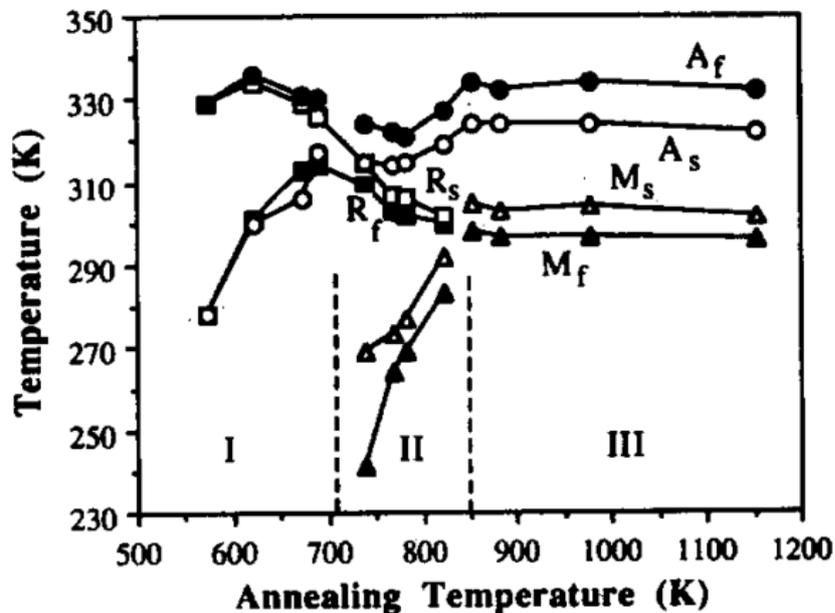


FIGURE 4.2: Effet de la température de recuit (annealing) sur les températures de transformation pour un alliage NiTi équiatomique après écrouissage à froid [Liu et McCormick, 1994].

4.2.2.2 Influence des TTH sur les alliages riches en Ni

Pour les alliages riches en Ni, les traitements thermiques appliqués sont généralement des traitements de vieillissement (ageing) qui sont effectués à des températures comprises entre 450K et 750K.

Ces TTH créent des précipités de type Ti_3Ni_4 dans la matrice NiTi de l'austénite (B2) et des transformations de type A-R, R-M, A-M apparaissent [Bataillard *et al.*, 1998; Khalil-allafi *et al.*, 2002; Zheng *et al.*, 2008]. Des transformations "multistages" [Favier *et al.*, 1993] impliquant phase A, R, et plusieurs martensites M1, M2,... ont aussi été observées.

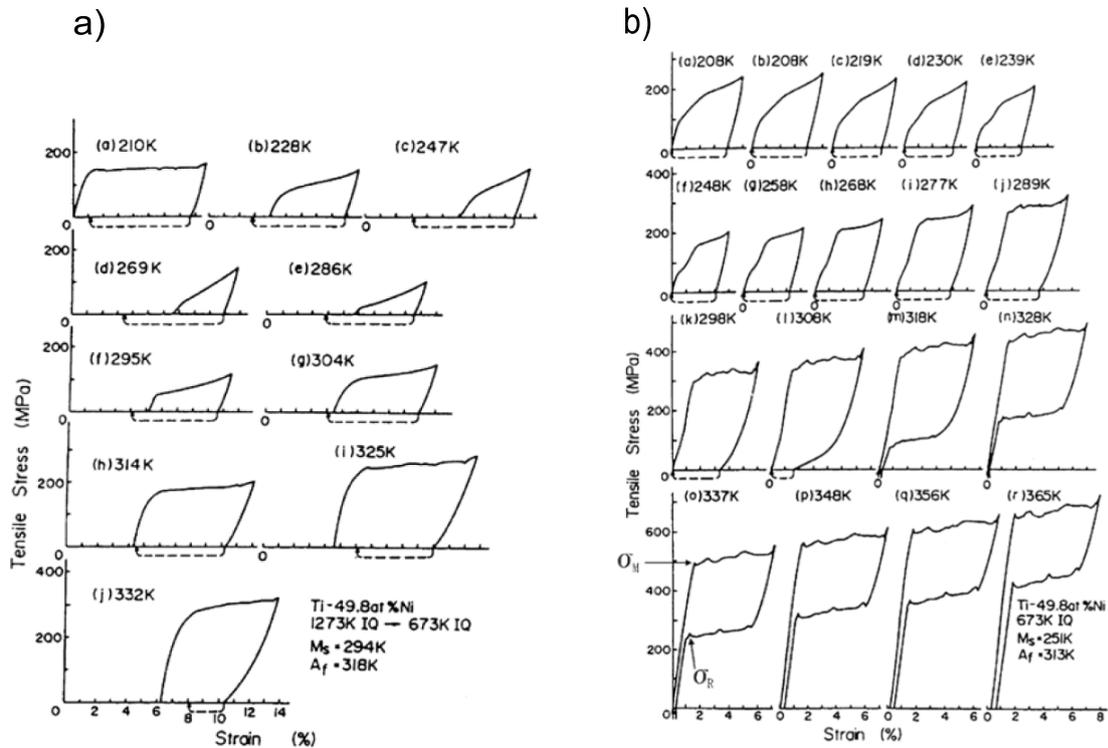


FIGURE 4.3: Effet de la température d'essai sur le comportement mécanique d'un alliage NiTi équiatomique après étirage à froid a) recuit à 1273 K puis 673 K, b) recuit à 673 K [Miyazaki et Ohmi, 1982].

L'apparition de ces précipités provoque un appauvrissement en Ni de la matrice, ce qui induit une augmentation de M_s en accord avec la figure 4.1. Les différents mécanismes d'apparition des précipités Ti_3Ni_4 durant les TTH de vieillissement ont été décrits [Zheng *et al.*, 2008]. La figure 4.4 illustre les différentes étapes.

Une étude plus récente [Jiang *et al.*, 2009] a étudié l'effet de la température du traitement thermique sur les différentes transformations A-R, R-M, A-M sur un fil de 1 mm de diamètre. Les traitements ont tous été effectués sur une durée de 1 heure après un premier traitement de mise en solution à 1173 K pendant 1 heure suivi d'une trempe à l'eau à température ambiante. La figure 4.5, représente les températures de transformation selon la température du traitement effectué. Trois variantes de martensite M0, M1, M2, ont été différenciées selon qu'elles ont été identifiées dans la matrice de la mise en solution, de la phase R ou de l'austénite.

La durée de traitement agit sur les températures de transformations [Otsuka et Ren, 2005]. La figure 4.6 montre l'évolution des températures R_s et M_s en fonction de la durée du traitement à 713 K pour deux alliages riches en Ni. Pour ces alliages et le traitement étudié, la température R_s est indépendante de la durée et du type d'alliage. La température M_s évolue de manière différente pour les deux alliages jusqu'à des durées de 1000 heures

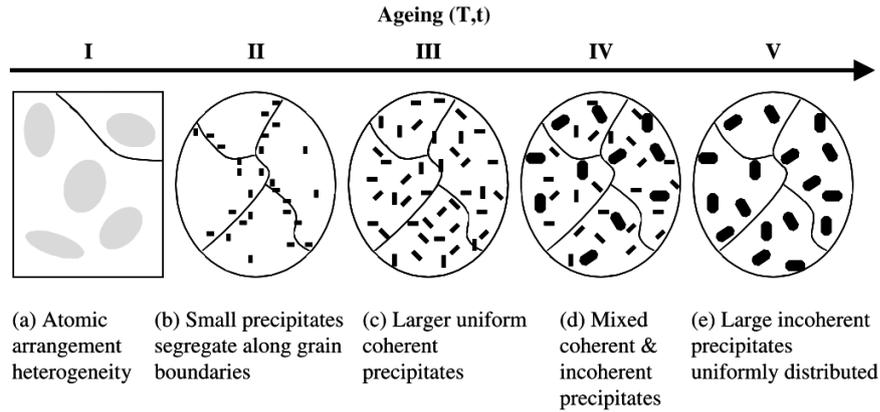


FIGURE 4.4: Evolution des précipités dans un alliage NiTi riche en Ni durant les traitements de vieillissement [Zheng *et al.*, 2008].

puis devient indépendante de la durée et du type d'alliage.

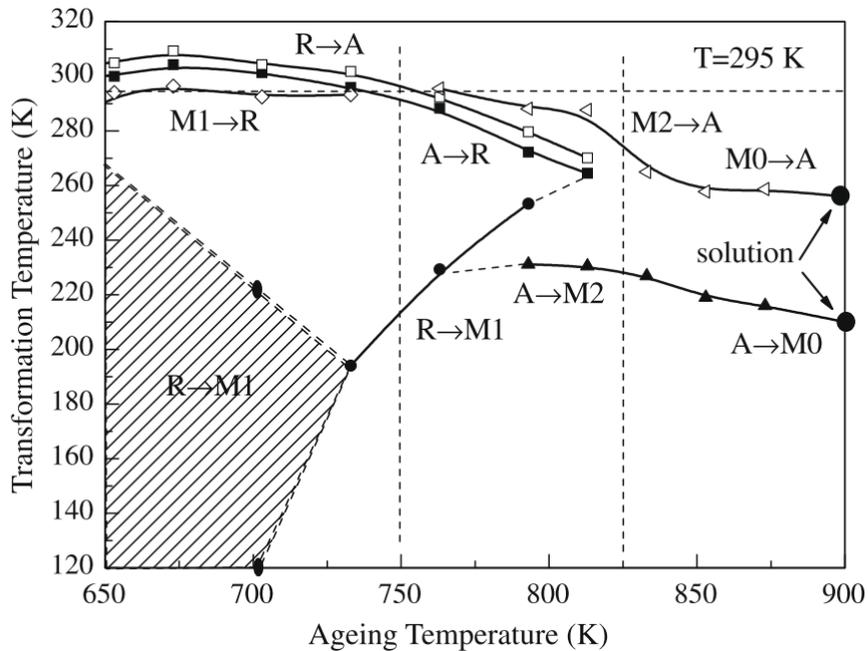


FIGURE 4.5: Evolution des températures de transformation de phase en fonction de la température de traitement pour un alliage TiNi 50,9at% [Jiang *et al.*, 2009].

L'étude de Pelton *et al.* [Pelton *et al.*, 2000] fournit de nombreuses informations sur les traitements thermiques (durée et température) pour optimiser les températures de transformation en fonction de l'application souhaitée. Cette étude concerne l'influence du traitement thermique directement après étirage à froid de fils. L'objectif principal de l'étude de Pelton étant d'optimiser les caractéristiques superélastiques pour des applications médicales, les données concernent essentiellement A_f pour caractériser la fenêtre de température où l'on obtiendra la superélasticité et il n'est pas fait mention de la présence

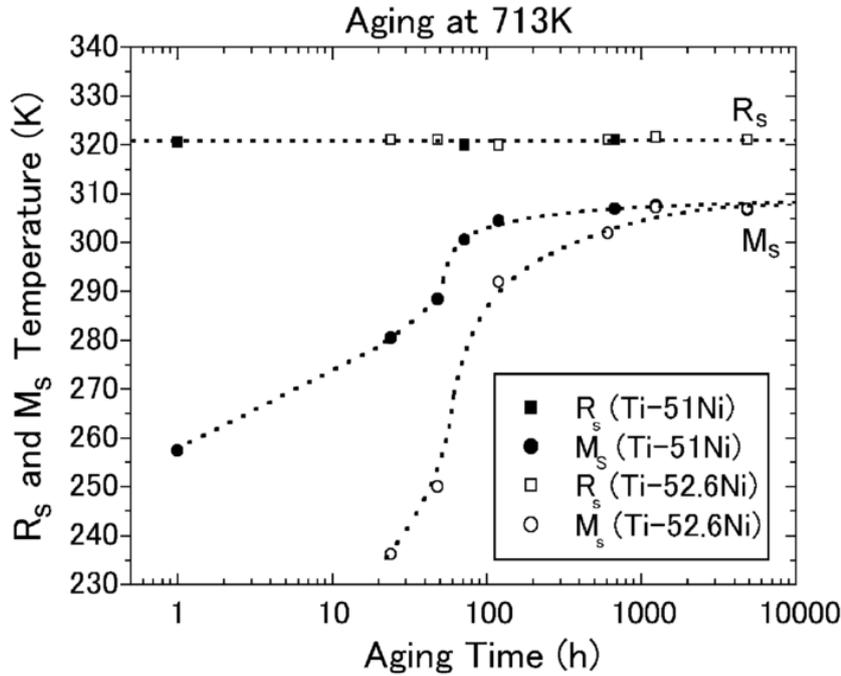


FIGURE 4.6: Effet de la durée de traitement sur les températures R_s , M_s pour un alliage Ti-51Ni et Ti-52.6Ni d'après [Otsuka et Ren, 2005].

ou non de la phase R par exemple. La figure 4.7a issue de cette étude montre l'influence de la température et de la durée du traitement thermique sur la température A_f . Pour des températures de TTH comprises entre 300°C et 550°C et des durées comprises entre 2 min et 180 min, il est possible de faire varier A_f entre 2°C et 60°C. A noter que A_f augmente avec l'augmentation de la température et de la durée de traitement sauf pour les TTH effectués à 550°C pour des durées inférieures à 10 min. La figure 4.7b montre l'influence de la température et de la durée du traitement thermique sur la contrainte plateau à la charge, qui peut évoluer de 525 MPa à 100 MPa selon le TTH choisi. La contrainte plateau diminue avec l'augmentation de la température et de la durée de traitement. A partir de 20 min de traitement le temps a une influence réduite sur la contrainte plateau pour les traitements effectués à moins de 550°C. La figure 4.7c montre l'influence de la température et de la durée du traitement thermique sur la contrainte à rupture. La contrainte à rupture augmente avec l'augmentation de la température et de la durée de traitement pour des températures inférieures à 500°C. Un TTH effectué à 550°C fait chuter de manière importante la contrainte à rupture. Ceci s'explique par le fait que les dislocations à l'origine de la rupture du matériau sont bloquées par les précipités Ti_3Ni_4 tant que ceux-ci sont suffisamment petits, trop gros, ils provoquent la multiplication des dislocations et conduisent à une rupture prématurée.

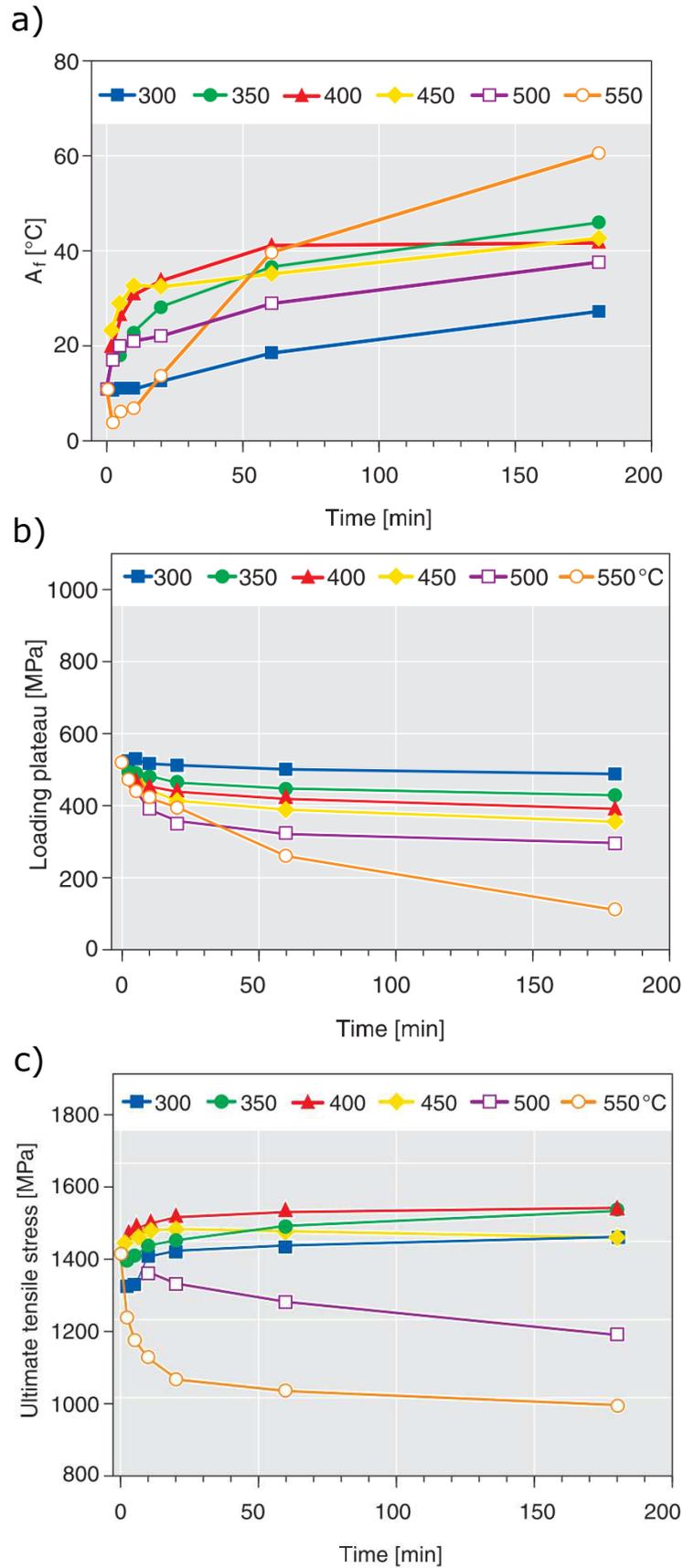


FIGURE 4.7: Influence de la durée et de la température de traitement sur a) la température A_f , b) la contrainte plateau, c) la contrainte de rupture d'après [Pelton *et al.*, 2000]. Les traitements thermiques sont effectués sur un fil brut d'étirage à froid suivi d'un traitement de "straight annealing" entre 450°C et 550°C sous une contrainte de 35-100 MPa.

4.3 Les traitements thermiques effectués en vue de l'application aiguille

4.3.1 Choix du matériau

Afin de développer l'application à l'aiguille déformable, on souhaite déterminer les gammes de comportements atteignables par traitements thermiques. Le prototype développé sera composé pour l'aiguille d'un tube de diamètre extérieur 0,68 mm et de diamètre intérieur 0,56 mm et pour l'insert d'un fil de diamètre 0,5 mm. Dans un premier temps l'étude concerne l'insert. Le matériau de base utilisé est un fil de NiTi brut d'étirage fourni par Fort Wayne Metals : NiTi#1-CW (CW=Cold Worked). C'est un fil riche en Nickel (Ti-50,8at% Ni). On souhaite évaluer la gamme de comportements accessibles selon le traitement thermique réalisé. Deux essais de traction sont réalisés afin de déterminer, le comportement mécanique à 37°C lors d'une charge décharge et jusqu'à rupture. Les températures de transformations de phases seront déterminées grâce à deux essais de type DMA-BT effectués sous deux contraintes différentes.

4.3.2 Procédure pour les TTH

Les fils NiTi#1-CW ont été traités dans des fours à 5 températures différentes : 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C. Pour chaque température, 3 durées de traitements ont été retenues : 30 min, 60 min, 180 min. Les TTH ont été effectués dans un four classique avec refroidissement à l'air. Les 15 TTH sont identifiés de la manière suivante : TTH-Température en °C - durée en minutes (exemple : TTH-350-30). Les traitements thermiques et les essais ont été réalisés dans le cadre d'un stage ingénieur [Emiliavaca, 2013].

4.4 Analyse des TTH sur le comportement en traction à 37°C

4.4.1 Procédure expérimentale

Les essais de traction, sont des essais "classiques" sans DMA. Les fils sont préalablement chauffés au dessus de A_f puis refroidis jusqu'à 37°C. Le premier essai consiste à un chargement jusqu'à une déformation de 8% et une décharge jusqu'à contrainte nulle. Le second essai est un essai jusqu'à rupture effectué sur le même fil.

4.4.2 Résultats

La figure 4.8 montre le résultat des deux essais de traction à 37°C pour un TTH de 350°C pendant 60 min. Pour le premier essai de charge-décharge sont identifiés les paramètres σ_c , σ_d , ε_{pl} et ε_{res} qui représentent respectivement la contrainte plateau lors de la première charge, la contrainte du plateau à la décharge, la déformation associée au plateau, ainsi que la déformation résiduelle. Les contraintes plateau σ_c et σ_d , sont mesurées à 4% de déformation. La déformation ε_{pl} liée au plateau est mesurée en analysant la rupture de pente.

Sur le second essai jusqu'à rupture sont identifiés σ_{cr} et ε_{plr} , qui représentent la contrainte et la déformation liées au plateau à la seconde charge, et σ_r , ε_r la contrainte

et déformation à rupture. L'ensemble des résultats des essais sont présentés en Annexe A. Les données identifiées sur l'ensemble des essais sont répertoriés dans le tableau 4.1.

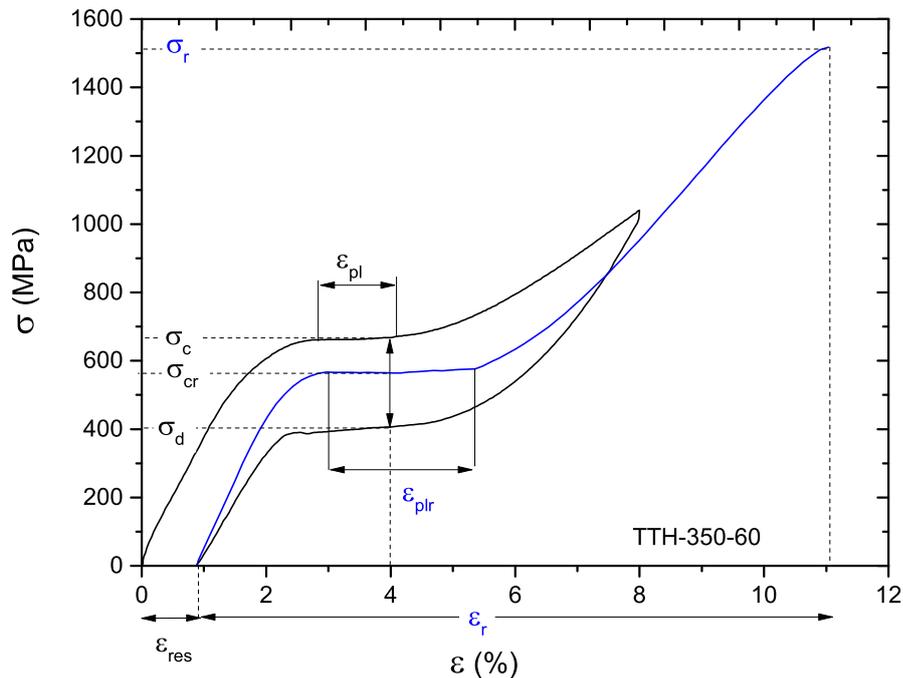


FIGURE 4.8: Identification des données caractéristiques sur les essais de traction.

4.4.3 Discussion

Les résultats des essais de traction à 37°C présentés dans l'annexe A et résumés par les paramètres caractéristiques du tableau 4.1 montrent que les traitements thermiques réalisés à 350°C, 400°C et 450°C pour des durées de 30, 60 et 180 minutes conduisent tous à un comportement superélastique à 37°C. Pour les traitements thermiques à 500°C et 550°C, ce comportement superélastique n'est observé que pour des traitements de courte durée, 30 et 60 minutes dans nos essais.

Les comportements sont d'abord analysés lors du premier chargement, en considérant les contraintes plateau à la charge et à la décharge et l'hystérésis résultant, ainsi que les déformations au niveau du plateau et résiduelle à la décharge. L'analyse des essais à rupture permettra ensuite de caractériser les différences entre première et seconde charges, ainsi que les contraintes et déformations à rupture.

4.4.3.1 Influence des TTH sur les contraintes plateau lors du premier cycle

Les figures 4.9a et b montrent l'évolution de la contrainte plateau σ_c à la charge à 37°C, en fonction des TTH. Pour une durée de traitement donnée, σ_c diminue avec l'augmentation de température de traitement (cf. fig. 4.9.b). Pour une température de traitement donnée, σ_c diminue avec l'augmentation du temps de traitement (cf. fig. 4.9.a). La comparaison de cette figure avec la figure 4.7 [Pelton *et al.*, 2000] montre des évolutions qualitatives similaires. Néanmoins, les contraintes plateaux obtenues (cf. fig. 4.9a) à TTH identiques

TTH		Essai charge/décharge					Essai rupture			
		Charge	Décharge	Hystérésis	ϵ_{pl}	ϵ_{res}	σ_{cr} ($\epsilon=4\%$)	ϵ_{plr}	σ_r	ϵ_r
T (°C) durée (min)		σ_c ($\epsilon=4\%$) (MPa)	σ_d ($\epsilon=4\%$) (MPa)	$\sigma_c - \sigma_d$ (MPa)	(%)	(%)	(MPa)	%	(MPa)	(%)
350°C	30	670	479	191	1,3	0,89	563	2,4	1340	9,4
	60	668	406	262	1,4	0,88	564	2,4	1517	10,1
	180	649	382	267	3,4	0,83	616	3,0	1532	14,3
400°C	30	630	348	282	4,5	0,82	607	4,4	1554	15,8
	60	634	360	274	4,2	0,86	635	4,0	1608	15,6
	180	610	332	278	4,5	0,77	598	4,3	1505	14,5
450°C	30	557	270	287	5,3	0,67	541	5,3	1516	16,2
	60	505	211	294	5,3	0,75	495	5,1	1482	16,1
	180	426	90	336	5,2	0,81	377	5,2	1425	14,4
500°C	30	442	128	314	5,4	0,57	424	5,4	1310	15,0
	60	397	83	314	5,5	0,54	377	5,1	1290	15,9
	180	349	xxx	xxx	5,1	4,72	336	5,0	1250	18,8
550°C	30	436	152	284	4,4	0,97	418	4,1	1146	27,7
	60	350	27	323	6,7	0,23	343	6,5	1080	29,8
	180	101	xxx	xxx	4,6	6,57	134	4,4	1026	39,4

Tableau 4.1: Résultats des essais de traction à T=37°C.

sont supérieures à ceux de Pelton et al. Par exemple pour des TTH à 400°C, σ_c est de l'ordre de 620 MPa dans notre cas, indépendamment de la durée du traitement, alors qu'il est de l'ordre de 420 MPa dans les résultats de Pelton et al., soit une différence de 200 MPa ; des différences du même ordre de grandeur sont obtenues pour tous les TTH conduisant à des comportements superélastiques (tous les TTH, hormis ceux de 180 min à 500 et 550°C). Nos essais sont réalisés à 37°C, ceux de Pelton et al. sont a priori réalisés à l'ambiante (bien que non indiqués dans l'article), soit une différence d'une quinzaine de °C. En adoptant un coefficient de Clausius-Clapeyron entre 6 et 7 MPa/°C, cette différence de température pour les tests expliquent une différence d'environ 100 MPa. La différence supplémentaire ne peut s'expliquer que par une réponse aux TTH non strictement identique pour le fil étudié et celui utilisé par Pelton et al. Ceci n'est pas surprenant car de nombreux paramètres interviennent dans la réponse aux TTH, dont la composition précise, les taux d'impuretés, les taux d'écrouissage à froid... De manière pragmatique, la littérature permet de connaître qualitativement la réponse des alliages NiTi riche en Nickel aux traitements thermiques, mais la détermination quantitative de cette réponse doit se faire pour chaque alliage utilisé (sous forme de fils ou de tubes pour notre application). Les figures 4.9a montrent que l'influence de la température de traitement est prépondérante pour les TTH étudiés, devant le temps de traitement, surtout pour les faibles températures de traitement. Pour des traitements inférieurs à 500°C, il suffit donc de modifier la température du TTH pour contrôler la contrainte plateau à 37°C. Les traitements à haute température (en particulier 550°C) montrent une plus grande influence au temps de traitement.

Les figures 4.9c et 4.9d montrent l'évolution de la contrainte plateau σ_d , à la décharge

à 37°C, en fonction des TTH. Ces mesures ne sont pas fournies dans la publication [Pelton *et al.*, 2000]. Qualitativement, les conclusions sur l'influence des temps et températures des TTH sur σ_d sont identiques à celles pour σ_c . Quantitativement, la différence d'influence des TTH sur σ_d et sur σ_c est mise en évidence sur les figures 4.9e et 4.9f où sont tracées les évolutions de l'hystérésis ($\sigma_c - \sigma_d$) en fonction des TTH, pour les TTH conduisant à un comportement superélastique à l'ambiante. La figure 4.9f montre que l'augmentation de la température de traitement thermique conduit à une hystérésis en contrainte plus élevée, et donc d'une certaine manière à une superélasticité moindre.

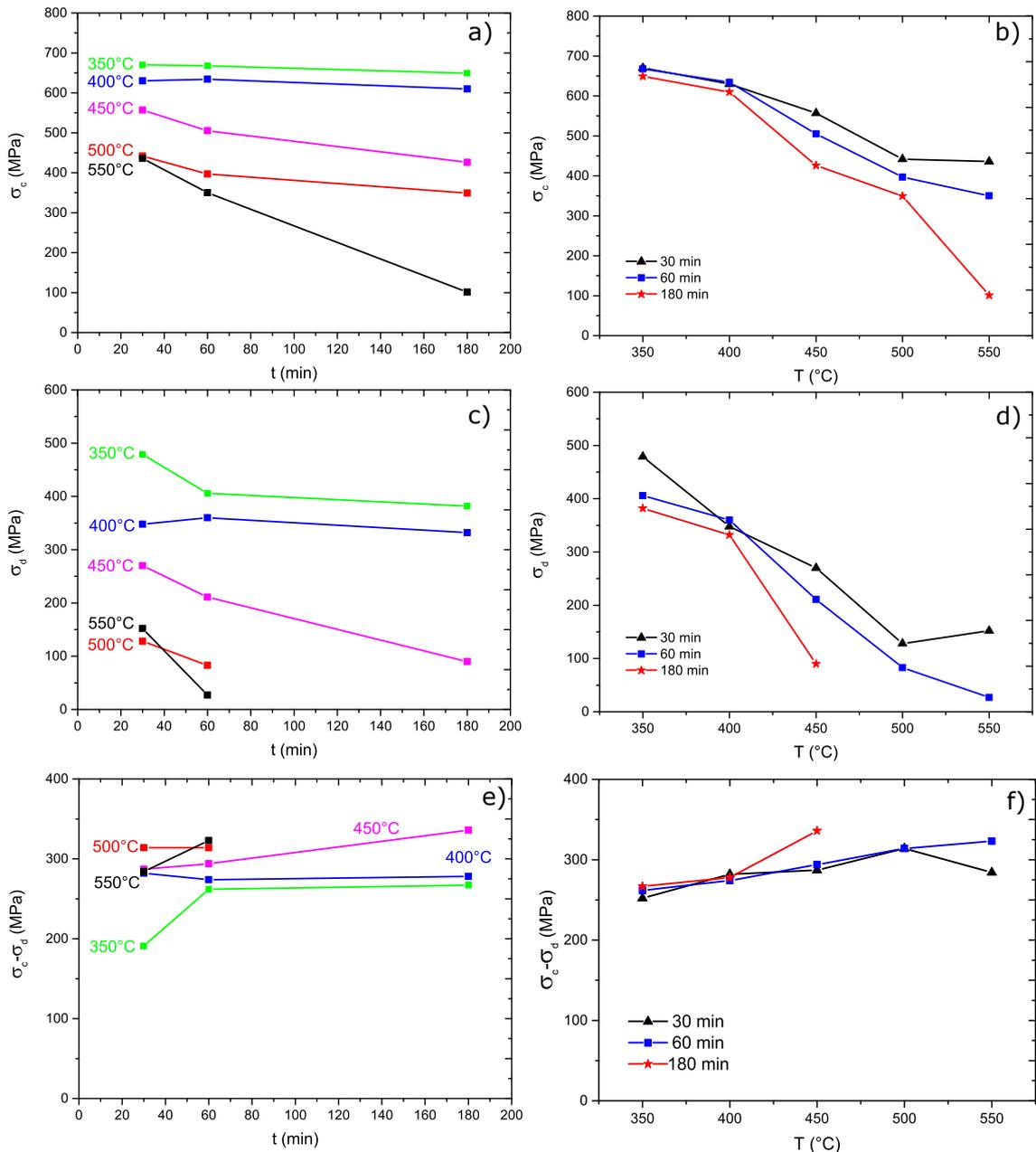


FIGURE 4.9: Evolution des contraintes lors de la première charge-décharge a) σ_c en fonction de la durée de TTH, b) σ_c en fonction de la température de TTH, c) σ_d en fonction de la durée de TTH, d) σ_d en fonction de température de TTH e) $\sigma_c - \sigma_d$ en fonction de la durée de TTH, f) $\sigma_c - \sigma_d$ en fonction de la température de TTH.

4.4.3.2 Influence des TTH sur les déformations plateau et résiduelle lors du premier cycle

Les figures 4.10a et b montrent l'évolution de la déformation plateau ε_{pl} à la charge à 37°C, en fonction des TTH. Ces mesures ne sont pas fournies dans la publication de Pelton *et al.* [Pelton *et al.*, 2000]. pour une durée de traitement donnée, ε_{pl} augmente avec l'augmentation de temp+érature de traitement (cf. fig. 4.10b); cette augmentation est très forte jusqu'à 450°C, diminue entre 450°C et 500°C et dépend du temps de traitement pour 550°C. Pour une température de traitement donnée, ε_{pl} ne dépend pas du temps de traitement pour des températures de traitement de 400°C à 500°C (cf. fig. 4.10a). Pour les traitements à faible température (350°C) ε_{pl} augmente avec le temps de traitement. Pour les traitements à haute température (550°C), l'évolution de ε_{pl} avec le temps n'est pas monotone dans de nombreuses publications.

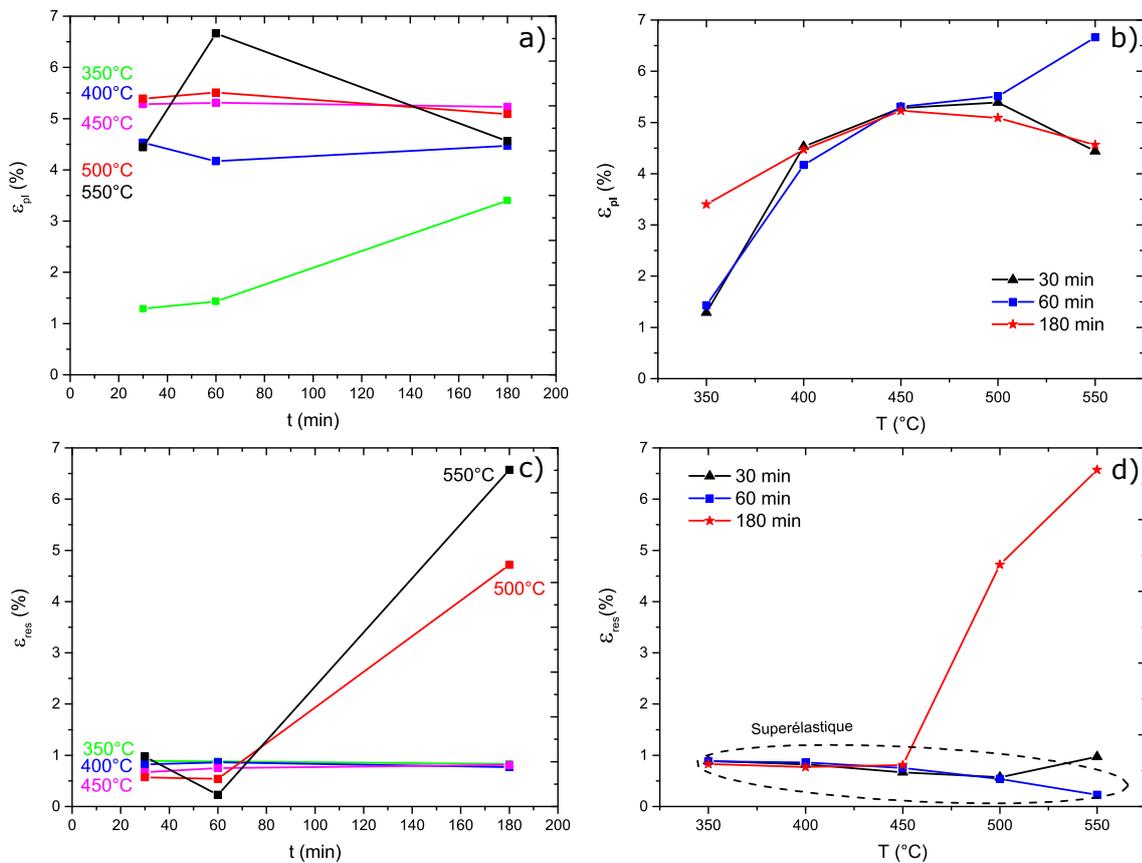


FIGURE 4.10: Evolution des déformations lors de la première charge-décharge a) ε_{pl} en fonction de la durée de TTH, b) ε_{pl} en fonction de la température du TTH, c) ε_{res} en fonction de la durée de TTH, d) ε_{res} en fonction de la température du TTH.

4.4.3.3 Influence des TTH sur l'influence du cyclage

Les figures 4.11a à 4.11d se focalisent sur les différences des contraintes et déformations plateau lors de la charge à 37°C entre premier (charge-décharge à 8%) et second essai (essai à rupture). Globalement, l'influence du cyclage est faible sur les contraintes plateau (cf. fig. 4.11a et b) pour les traitements compris entre 400 et 500°C. Pour des

traitements réalisés à faible température (350°C), on observe un fort adoucissement entre première et seconde charge (diminution de 100 MPa pour des traitements de 30 et 60 min) et cet adoucissement diminue avec la durée du traitement. Pour des traitements réalisés à 550°C avec des temps importants, la contrainte plateau augmente avec le cyclage. L'explication de ces phénomènes repose sur des phénomènes de réduction de contraintes internes, d'annihilation et réorganisation de structures de dislocations, de création de précipités; cette explication exigerait des études et observations métallurgiques qui n'ont pu être entreprises dans cette thèse.

Globalement, la déformation plateau n'est pas affectée par le cyclage (cf. fig. 4.11c et 4.11d) hormis pour les traitements à faible température (350°C) et de faibles durées (30 et 60 min). Ceci peut être expliqué par le fait que, pour ces échantillons, les phénomènes de localisation augmentent avec le cyclage; cette hypothèse nécessiterait des mesures de champ de déformation pendant les essais, similaires à ceux effectués dans [Favier *et al.*, 2007].

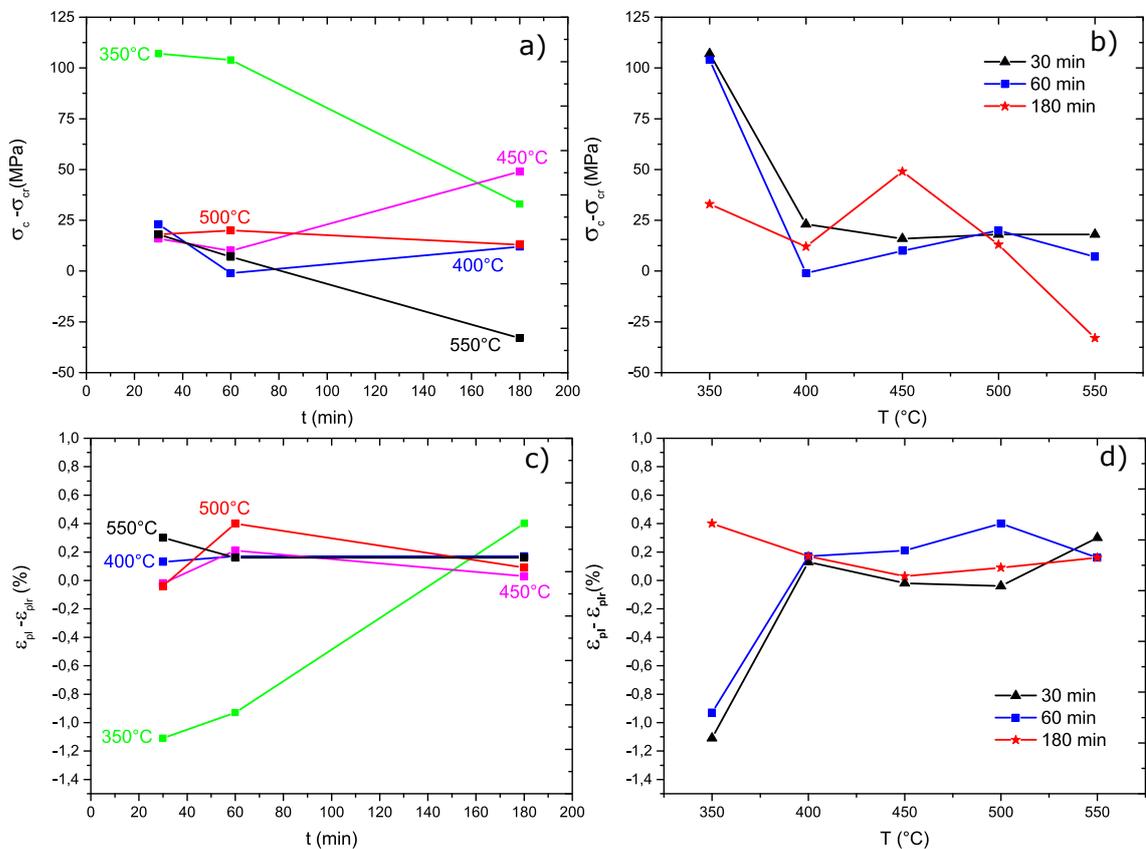


FIGURE 4.11: Evolution des plateaux entre première et seconde charge a) $\sigma_c - \sigma_{cr}$ en fonction de la durée de TTH, b) $\sigma_c - \sigma_{cr}$ en fonction de la température de TTH, c) ε_{plr} en fonction de la durée de TTH, d) $\varepsilon_{pl} - \varepsilon_{plr}$ en fonction de la température de TTH.

4.4.3.4 Influence des TTH sur la contrainte de rupture σ_r

Les figures 4.12 montrent l'influence du TTH sur contrainte σ_r et déformation ε_r à rupture. Pour une durée de traitement donnée, σ_r est peu affectée par la température de traitement pour des températures inférieures à 450°C, puis diminue fortement avec l'augmentation de température de traitement (cf. fig. 4.12b). Pour une température de traitement donnée, σ_r est peu affectée par le temps de traitement (cf. fig. 4.12a), hormis pour le traitement à 350°C pour lequel σ_r augmente initialement avec le temps de traitement. La comparaison de cette figure avec la figure 4.7 [Pelton *et al.*, 2000] montre des conclusions similaires ; les contraintes à rupture maximum sont obtenues pour des traitements thermiques compris entre 350°C et 450°C, dès 30 min de traitement pour 400 et 450°C, et nécessitant un temps supérieur à 60 min à 350°C. Pour des traitements courts (30 et 60 min) les déformations à rupture (cf. fig. 4.12d) sont peu affectées par la température de traitement. Pour des temps plus longs (temps de 180 min), la déformation à rupture augmente avec la température de traitement. La figure 4.12c montre l'influence du temps de traitement sur la déformation à rupture et montre que cette influence est forte uniquement pour le traitement à 550°C ; pour cette température, et pour une durée de 180 min, la rupture de l'échantillon n'a pas lieu à 40% (voir figure A.15 de l'annexe A.

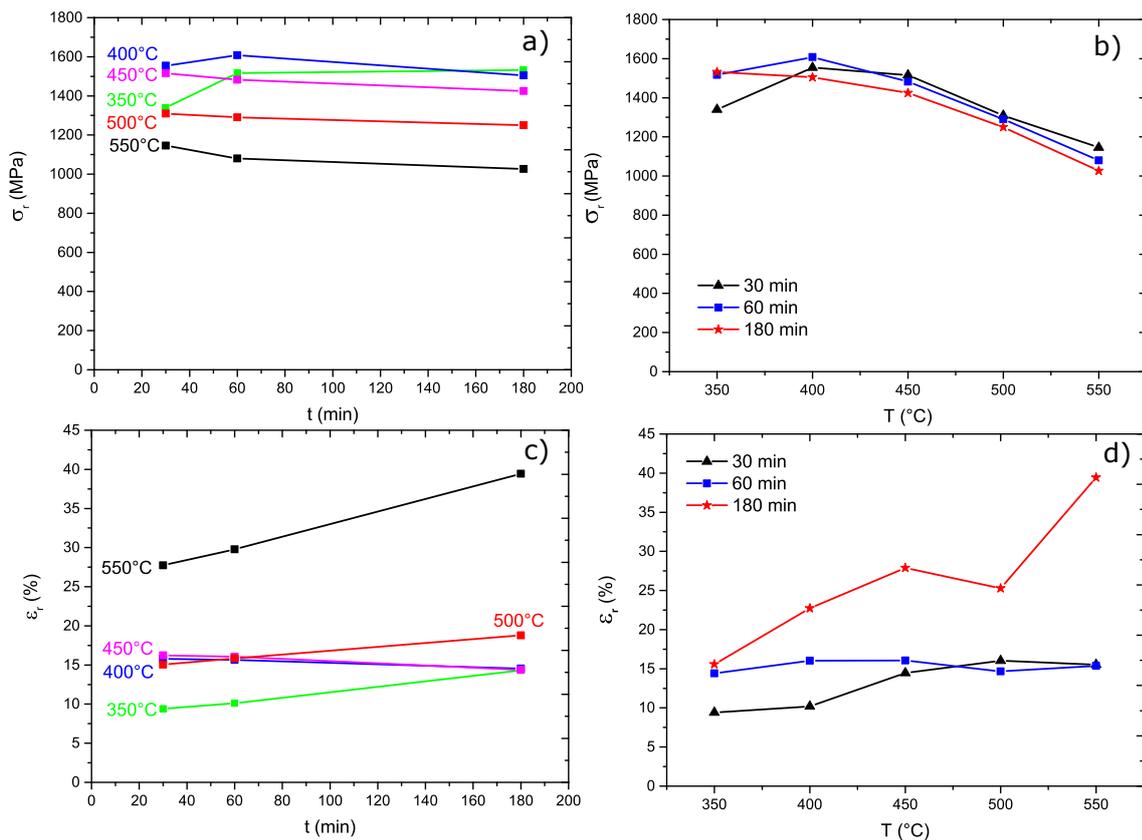


FIGURE 4.12: Evolution de la contrainte et déformation à la rupture a) σ_r en fonction de la durée de TTH, b) σ_r en fonction de la température de TTH, c) ε_r en fonction de la durée de TTH, d) ε_r en fonction de la température de TTH.

4.5 Analyse de l'influence des TTH par DMA

Le paragraphe précédent a étudié l'influence des TTH sur un fil Ti Ni 50,8at% étiré à froid sur le comportement en traction à 37°C. Ce type d'étude est relativement peu fréquent, la majorité des articles se consacrant à l'influence des TTH non pas directement après la mise à forme à froid (par exemple par étirage dans le cas d'un fil) mais après un traitement de mise en solution, à des températures élevées typiquement de plus de 700°C ([Zheng *et al.*, 2008; Jiang *et al.*, 2009]). L'étude réalisée dans le paragraphe 4.4 est ainsi similaire à celle réalisée dans [Pelton *et al.*, 2000]. Nous avons ainsi essentiellement comparés nos résultats à ceux obtenus par Pelton et al, tout en fournissant des données supplémentaires.

Dans le chapitre 3, nous avons utilisé des essais DMA-BT (Analyse Mécanique Dynamique en balayage en température) sur des fils dont le traitement avait été effectué par le fournisseur, Fort Wayne Metals (fil NiTi-SE) pour une gamme complète de contrainte entre 50 et 990 MPa [Metals, 2014]. Nous avons montré toute l'information qui pouvait en être déduite. Aussi nous proposons dans ce paragraphe 4.5, de mettre à profit les essais DMA-BT présentés dans le chapitre 3 à l'ensemble des fils ayant subi les traitements thermiques identiques à ceux du paragraphe 4.4. Nous ne pouvons pour chacun des fils effectuer une gamme aussi complète d'essais que ceux réalisés pour le fil NiTi-SE; nous nous limiterons pour chaque fil à deux DMA-BT sous deux niveaux de contrainte, ce qui nous permettra de déterminer, en fonction du traitement thermique, les températures des différentes transformations sous contrainte, puis ces températures sans contrainte et les coefficients de Clausius-Clapeyron de ces différentes transformations.

4.5.1 Procédure expérimentale

Les essais DMA-BT (cf paragraphe 3.2.3) ont été effectués entre +100°C et -100°C puis -100°C et +100°C. Les paramètres dynamiques appliqués sont une fréquence de $f=100$ Hz et une amplitude $\varepsilon_{dyn} = 0,1\%$. Le premier essai est effectué sous une contrainte de $\sigma=100$ MPa et le deuxième sous une contrainte de $\sigma=300$ MPa. C'est à partir de ces deux essais que les températures de transformation de phase seront déterminées pour une contrainte nulle.

4.5.2 résultats

La figure 4.13 représente les résultats des deux essais DMA-BT pour le fil CW sans traitement thermique. Comme pour le fil CW de diamètre 0,1 mm étudié au paragraphe 3.3.3, E' ne montre pas de variation significative signalant une transformation de phase. Le procédé de fabrication par étirage à froid étant identique pour ce fil, les raisons évoquées au paragraphe 3.5.1 sont similaires.

La figure 4.14 représente le résultat des deux essais DMA-BT sous 100 et 300 MPa pour un TTH de 350°C pendant 30 minutes. On retrouve des variations de E' du même type qu'au paragraphe 3.3.2 sur le fil SE. Pour l'essai DMA-BT réalisé sous une contrainte de 100 MPa, seules les transformations A-R et R-A sont détectées, respectivement lors du refroidissement et chauffage. Pour l'essai DMA-BT réalisé sous une contrainte de 300 MPa,

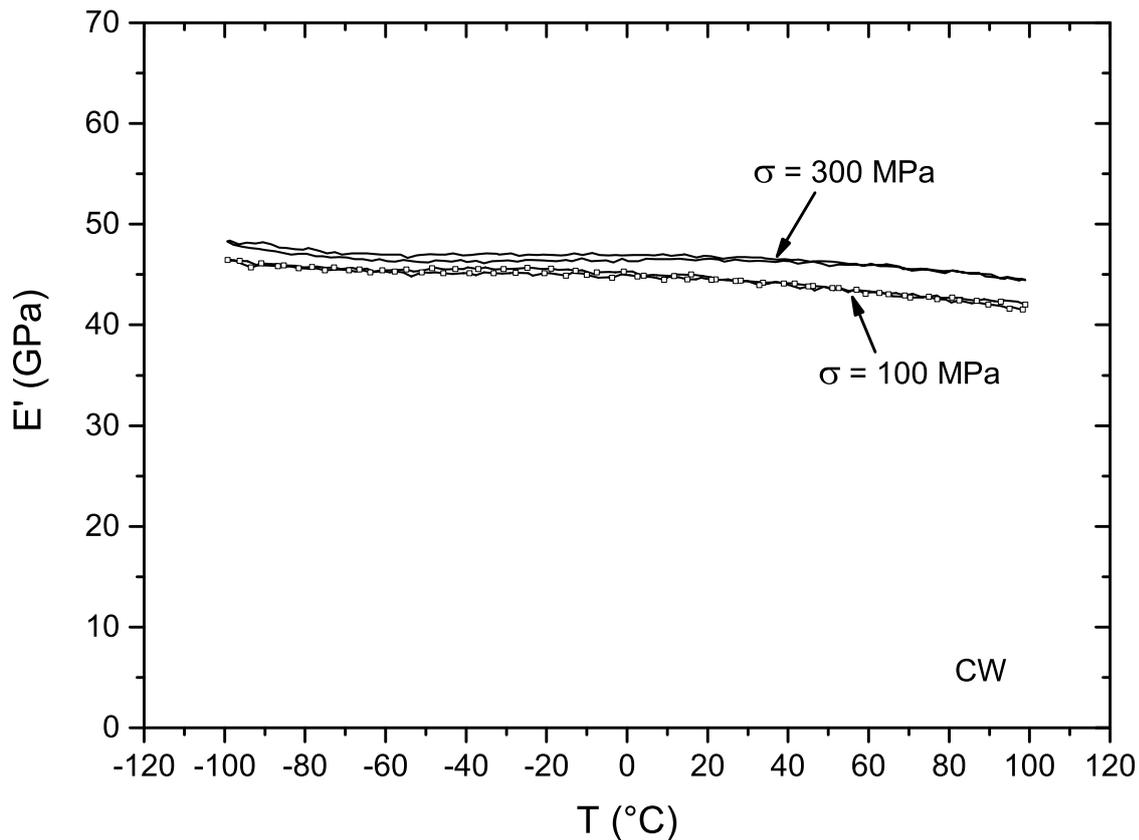


FIGURE 4.13: Essais DMA-BT de référence sur le fil CW sous 100MPa et 300MPa.

les transformations A-R et R-M sont détectées lors du refroidissement et les transformations inverses M-R et R-A lors du chauffage. Il faut noter que dans ce dernier cas, les transformations R-M au refroidissement et M-R au chauffage ont lieu sur une zone étendue de températures, contrairement au fil SE. Ceci signifie que pour le fil TTH-350-30, il n'y a pas de phénomènes de localisation lors de l'essai DMA-BT sous contrainte de 300 MPa.

Les résultats présentés sur la figure 4.14 montre que l'ensemble des transformations tant au refroidissement qu'au chauffage sont étalées en température. Dans la suite, nous avons choisi de nous intéresser uniquement **aux débuts de transformation**. Les **températures de début de transformation** sont déterminées par l'intersection des deux tangentes aux courbes, comme illustré par exemple pour T_{A-R}^{s100} , qui est la température de début de transformation A-R sous contrainte de 100MPa. La figure 4.15 représente les résultats similaires à ceux de la figure 4.14, mais pour un TTH de 450°C pendant 30 minutes. Pour le fil TTH-450-30, en comparaison avec le fil TTH-350-30, l'essai DMA-BT réalisé sous une contrainte de 100 MPa, le refroidissement implique la transformation A-R, puis un début de transformation R-M ; lors du chauffage, on peut détecter une transformation M-R plus marquée ainsi que la transformation R-A. Pour l'essai DMA-BT réalisé sous une contrainte de 300 MPa, les transformations A-R et R-M sont détectées lors refroidissement et seule la transformation M-A est détectée lors du chauffage. Les transformations R-M au refroidissement et M-A au chauffage ont lieu pour des étendues très étroites de

température, faisant supposer des phénomènes de localisation de déformation.

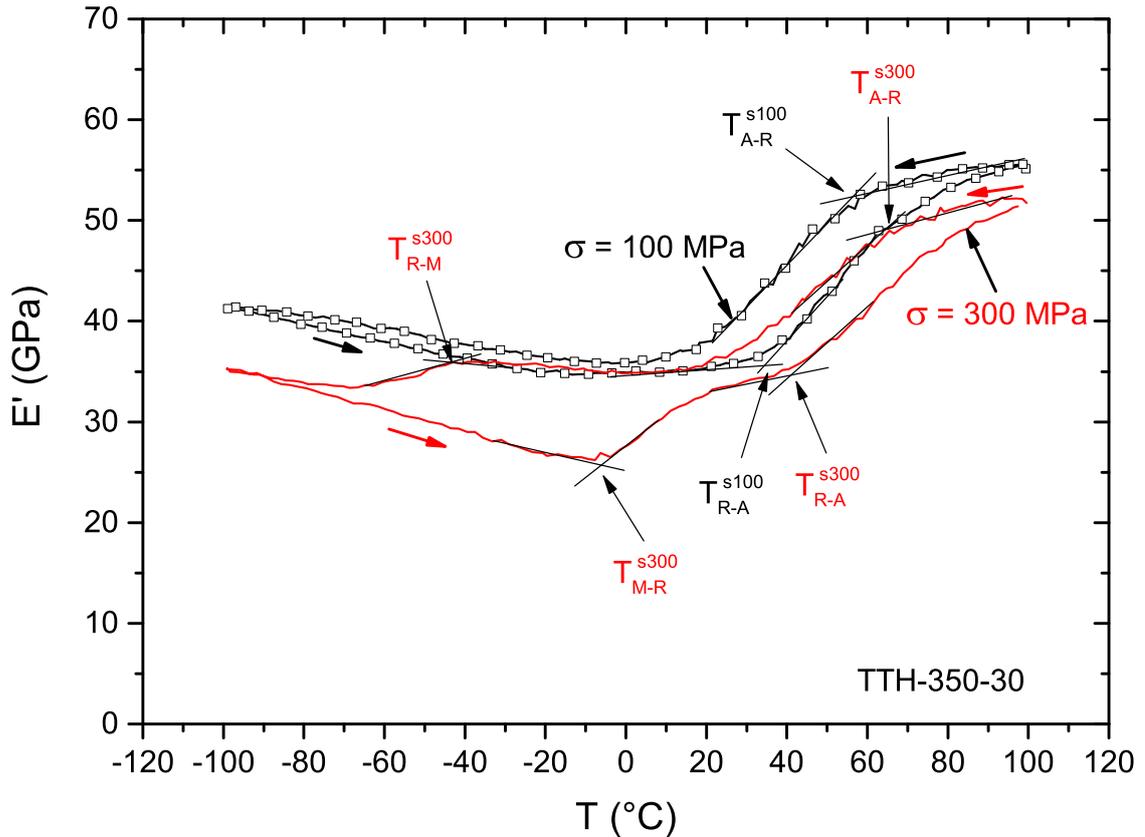


FIGURE 4.14: Essais DMA-BT sous 100MPa et 300MPa pour un TTH effectué à 350°C pendant 30 min.

L'ensemble des résultats des essais DMA-BT sont présentées en Annexe A. Les températures de transformations sous contrainte au refroidissement et au chauffage sont répertoriées dans les tableaux 4.2 et 4.3. Une transformation non détectée est indiquée par "xxx".

4.5.3 Analyse des résultats

4.5.3.1 Calcul des températures de début de transformation sans contrainte et des coefficients de Clausius-Clapeyron

A partir des mesures des températures $T^{s\sigma_1}$ et $T^{s\sigma_2}$ sous deux contraintes σ_1 et σ_2 , en supposant valide la relation de Clausius-Clapeyron pour chacune des transformations, il est possible de déterminer tout d'abord le coefficient de Clausius-Clapeyron pour la transformation considérée, suivant :

$$Cp = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{T^{s\sigma_2} - T^{s\sigma_1}} \quad (4.1)$$

puis les températures de début de transformation sous contrainte nulle selon :

$$T^{s0} = \frac{\sigma_2 T^{s\sigma_1} - \sigma_1 T^{s\sigma_2}}{\sigma_2 - \sigma_1} \quad (4.2)$$

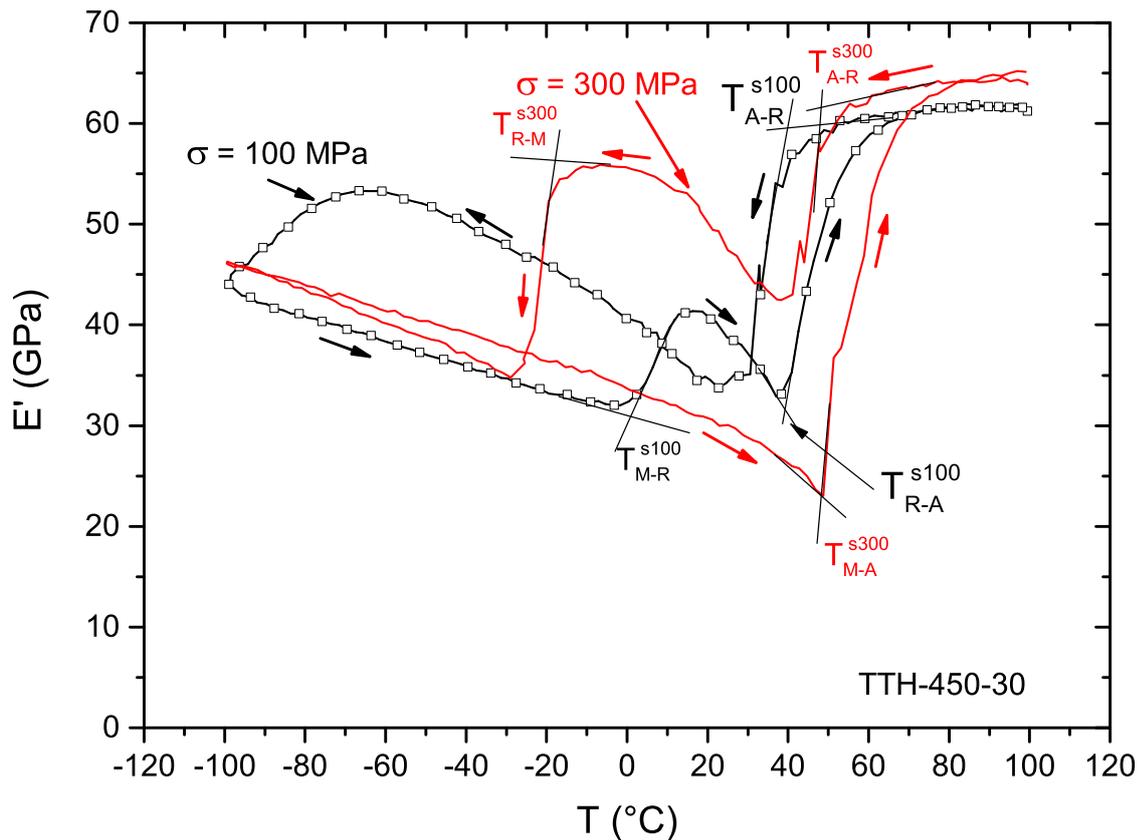


FIGURE 4.15: Essais DMA-BT sous 100 MPa et 300 MPa pour un TTH effectué à 450°C pendant 30 min.

A partir des mesures sous contrainte $\sigma_1=100$ MPa et $\sigma_2=300$ MPa, les températures théoriques de débuts de transformation T^{S0} et les coefficients de Clausius-Clapeyron Cp pour l'ensemble des transformations au refroidissement et chauffage ont été calculées en utilisant les formules 4.2 et 4.1 et répertoriées dans les tableaux 4.2 (refroidissement) et 4.3 (chauffage). "?" indique que les données expérimentales ne permettent pas de calculer T^{S0} ou Cp .

4.5.3.2 Influence des TTH sur les transformations de phase

i La figure 4.16 montre les températures de transformation sous une contrainte de 300 MPa et 100 MPa, dans la colonne de gauche pour les transformations au refroidissement A-M (cf. fig. 4.16a), A-R (cf. fig. 4.16c) et R-M (cf. fig. 4.16e). Les figures de la colonne de droite sont pour les transformations au chauffage, M-A (cf. fig. 4.16b), R-A (cf. fig. 4.16d) et M-R (cf. fig. 4.16f).

Les transformations sous contrainte de 100 MPa et 300 MPa entre phase austénitique et martensitique ne sont observées que pour des traitements réalisés à haute température, à savoir 550°C pour la transformation directe A-M et supérieure à 450°C pour la transformation inverse M-A (cf. fig. 4.16 a et c). Augmenter la contrainte provoque bien l'augmentation des températures de transformation. Les valeurs de Cp calculées dans les tableaux 4.2 et 4.3 ne reposent que sur deux niveaux de contrainte et sont à considérer

Refroidissement +100°C -> -100 °C													
TTH		T_{A-M}^S (°C)			Cp_{AM}	T_{A-R}^S (°C)			Cp_{AR}	T_{R-M}^S (°C)			Cp_{RM}
T (°C)	durée(min)	300 MPa	100 MPa	0 MPa	MPa/°C	300 MPa	100 MPa	0 MPa	MPa/°C	300 MPa	100 MPa	0 MPa	MPa/°C
350°C	30	xxx	xxx	?	?	65	55,2	50,3	20,4	-43,5	xxx	?	?
	60	xxx	xxx	?	?	67,3	61,4	58,45	33,9	-49	xxx	?	?
	180	xxx	xxx	?	?	73	60	53,5	15,4	-44,7	xxx	?	?
400°C	30	xxx	xxx	?	?	67	58	53,5	22,2	-44	xxx	?	?
	60	xxx	xxx	?	?	70	60	55	20,0	-44	xxx	?	?
	180	xxx	xxx	?	?	65	54	48,5	18,2	-40	xxx	?	?
450°C	30	xxx	xxx	?	?	49	40	35,5	22,2	-18	?	?	?
	60	xxx	xxx	?	?	57	41	33	12,5	-7,5	-60	20,4	3,8
	180	xxx	xxx	?	?	56	44	38	16,7	-0,5	-56	-83,8	3,6
500°C	30	xxx	xxx	?	?	43	26	17,5	11,8	11	-32	-53,5	4,7
	60	xxx	xxx	?	?	44	32	26	16,7	18	-27	-49,5	4,4
	180	xxx	xxx	?	?	45	32	25,5	15,4	29	-13	-34,0	4,8
550°C	30	24	xxx	?	?	xxx	13	?	?	xxx	-20	?	?
	60	29	14	6,5	13,3	xxx	xxx	?	?	xxx	xxx	?	?
	180	64	37	23,5	7,4	xxx	xxx	?	?	xxx	xxx	?	?

Tableau 4.2: Températures de transformation de phase déterminées par des essais DMA-BT lors du refroidissement.

Chauffage -100°C -> +100 °C													
TTH		T_{M-R}^S (°C)			Cp_{MR}	T_{R-A}^S (°C)			Cp_{RA}	T_{M-A}^S (°C)			Cp_{MA}
T (°C)	durée(min)	300 MPa	100 MPa	0 MPa	MPa/°C	300 MPa	100 MPa	0 MPa	MPa/°C	300 MPa	100 MPa	0 MPa	MPa/°C
350°C	30	-6,3	xxx	?	?	43	33	28	20,0	xxx	xxx	?	?
	60	-1,6	xxx	?	?	52,8	36,5	28,35	12,3	xxx	xxx	?	?
	180	15,8	xxx	?	?	63,1	49	41,95	14,2	xxx	xxx	?	?
400°C	30	22	xxx	?	?	61	46	38,5	13,3	xxx	xxx	?	?
	60	19	xxx	?	?	60	46	39	14,3	xxx	xxx	?	?
	180	30	xxx	?	?	63	47	39	12,5	xxx	xxx	?	?
450°C	30	xxx	1	?	?	xxx	39	?	?	48,3	xxx	?	?
	60	xxx	14	?	?	xxx	42	?	?	58	xxx	?	?
	180	xxx	21	?	?	xxx	47	?	?	65	xxx	?	?
500°C	30	xxx	xxx	?	?	xxx	xxx	?	?	67	34	17,5	6,1
	60	xxx	xxx	?	?	xxx	xxx	?	?	71	37	20	5,9
	180	xxx	xxx	?	?	xxx	xxx	?	?	79	44	26,5	5,7
550°C	30	xxx	xxx	?	?	xxx	xxx	?	?	69	32	13,5	5,4
	60	xxx	xxx	?	?	xxx	xxx	?	?	74	37	18,5	5,4
	180	xxx	xxx	?	?	xxx	xxx	?	?	>100	82	?	?

Tableau 4.3: Températures de transformation de phase déterminées par des essais DMA-BT lors du chauffage.

avec précaution. Globalement, les valeurs obtenues se situent en majorité dans l'intervalle 5 à 7 MPa/°C. Pour les valeurs obtenues pour la transformation inverse M-A, les valeurs calculées comportent trop d'imprécision pour déduire une éventuelle dépendance en fonction du traitement thermique. Pour la transformation directe A-M, la valeur du Cp pour le TTH-550-180 est de 7,4 MPa/°C. La valeur élevée obtenue pour le TTH-550-60 s'explique par le fait que pour cet échantillon, les chutes de E' observées lors des refroidissement sont dues en fait à la superposition de l'ensemble des transformation A-R, A-M et R-M.

Les transformations sous contrainte de 100 MPa et 300 MPa entre phase austénitique

et phase R sont observées pour l'ensemble des traitements lors du refroidissement (transformation R-A, cf. fig. 4.16c) et pour les traitements inférieurs à 450°C lors du chauffage (transformation R-A, cf. fig. 4.16d). Les températures de transformation diminuent avec l'augmentation des températures des TTH, alors que la durée du TTH influence très peu les températures de transformation. Pour un TTH donné, augmenter la contrainte provoque l'augmentation des températures de transformation et l'ensemble des valeurs de Cp calculées dans les tableaux 4.2 et 4.3 se situent en majorité dans l'intervalle 14-18 MPa caractéristique d'une transformation A-R. Etant donné l'imprécision de la détermination des Cp , nous n'avons pas tenté de trouver une explication aux valeurs sortant de cet intervalle.

Les transformations sous contrainte de 100 et 300 MPa entre phase R et phase martensitique M sont observées pour l'ensemble des traitements lors du refroidissement (transformation R-M, cf. fig. 4.16e) et pour les traitements inférieurs à 450°C lors du chauffage (transformation R-A, cf. fig. 4.16f). Les températures de transformation augmentent avec l'augmentation des températures des TTH, la durée du TTH influence très peu les températures de transformation. Le Cp n'a pu être calculée que pour les transformations directes R-M (cf. tableau 4.2) et l'ensemble des valeurs se situent dans l'intervalle 4-6 MPa caractéristique d'une transformation R-M.

ii) Les figures 4.17 et 4.18 synthétisent l'influence des températures et des temps de traitement thermique sur les températures de début de transformation de phase sans contrainte au refroidissement (cf. fig. 4.17) et au chauffage (cf. fig. 4.18) déduites des essais DMA-BT sous 300 MPa et 100 MPa. Le début de la transformation directe A-M sans contrainte n'a pu être déduite que pour le TTH à 550°C. T_{A-M} vaut 6,5°C pour 60 min de traitement et 38,5°C pour 180 min de traitement. La transformation A-M n'apparaissant que pour un TTH à 550°C, l'influence de la température de TTH pour cette transformation ne peut pas être déduite des essais DMA-BT au refroidissement. Au chauffage, T_{M-A} a pu être calculée pour les TTH supérieures à 450°C, dans ce cas, le temps de traitement a une influence plus importante que la température. La transformation entre austénite et phase R apparaît systématiquement lors du refroidissement. Les températures de transformations T_{A-R} diminuent avec l'augmentation des températures des TTH, la durée du TTH influence très peu les températures de transformation. Il est possible d'obtenir une température de transformation T_{A-R} de 58°C pour un TTH-350-30 et de 17,5°C pour un TTH-500-30. La transformation A-R n'a pas lieu pour les traitements réalisés à 550°C. Les températures de transformation T_{R-M} n'ont pu être déterminées que pour les TTH effectués à 450°C et 500°C. A la différence de T_{A-R} , T_{R-M} augmente avec la température du TTH ; T_{R-M} évolue de -86°C pour un TTH-450-180 à -34°C pour un traitement TTH-500-180.

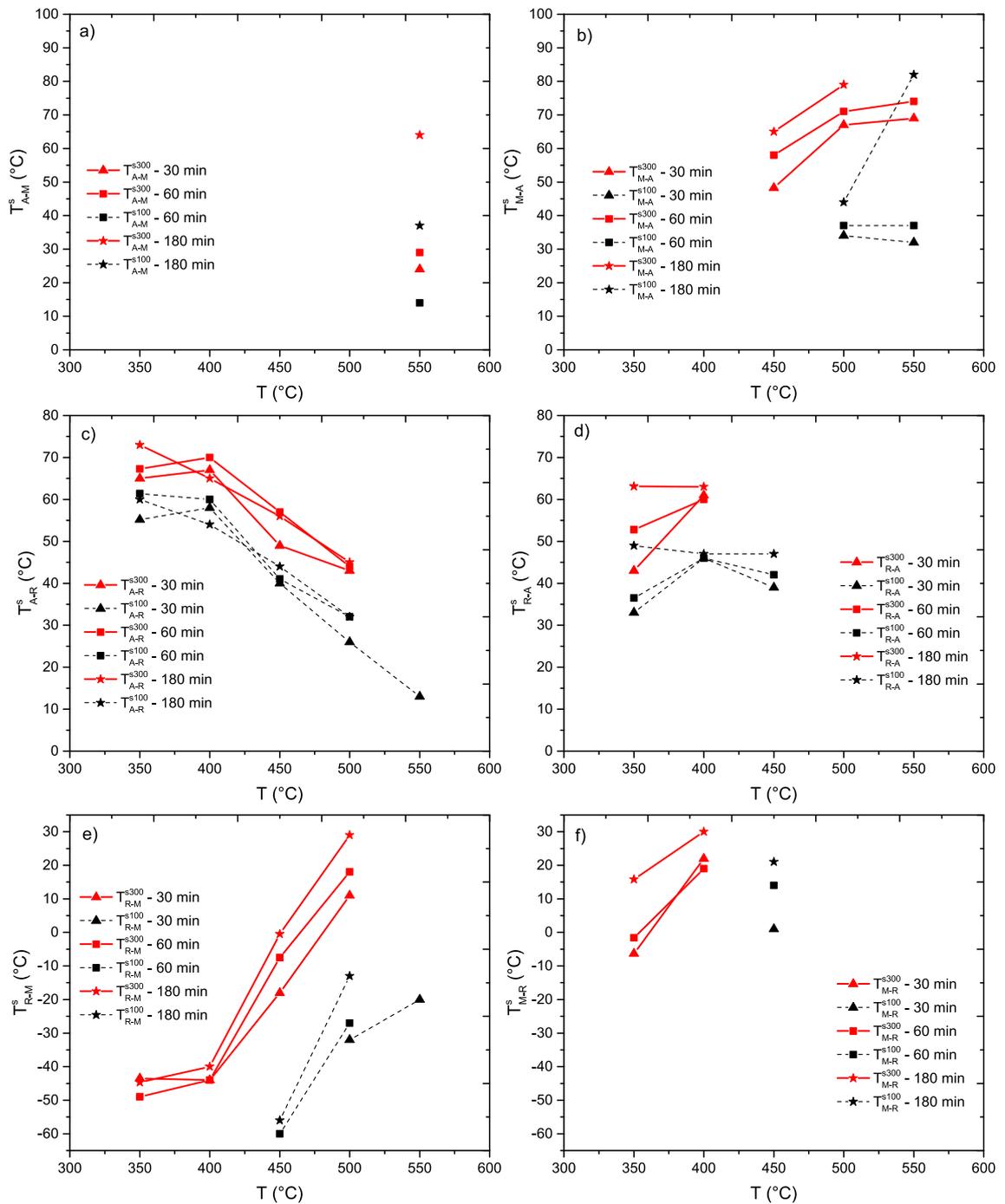


FIGURE 4.16: Influence des TTH sur les températures de transformation sous contrainte.

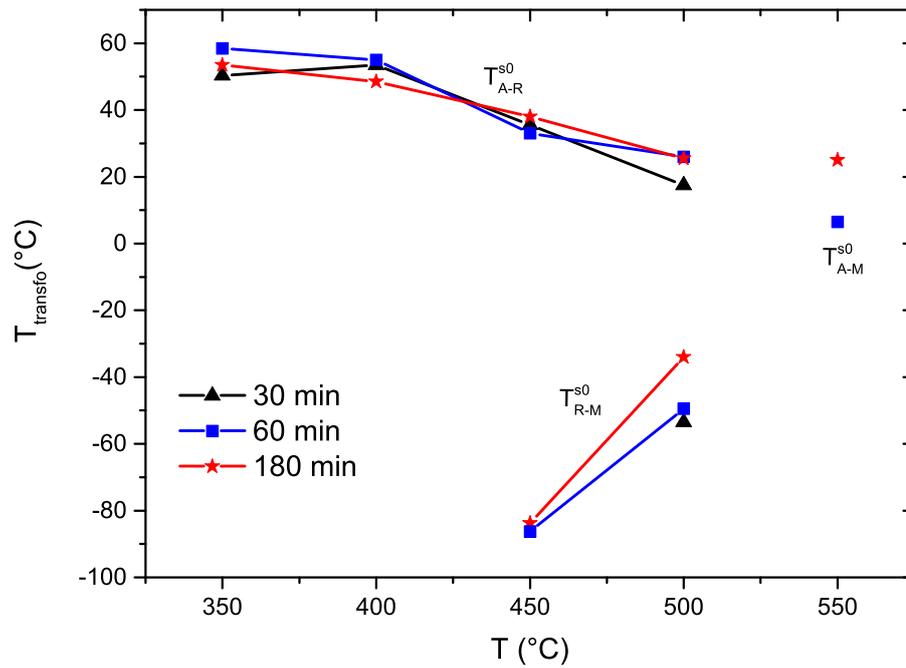


FIGURE 4.17: Influence des TTH sur les températures de transformation au refroidissement sous contrainte nulle.

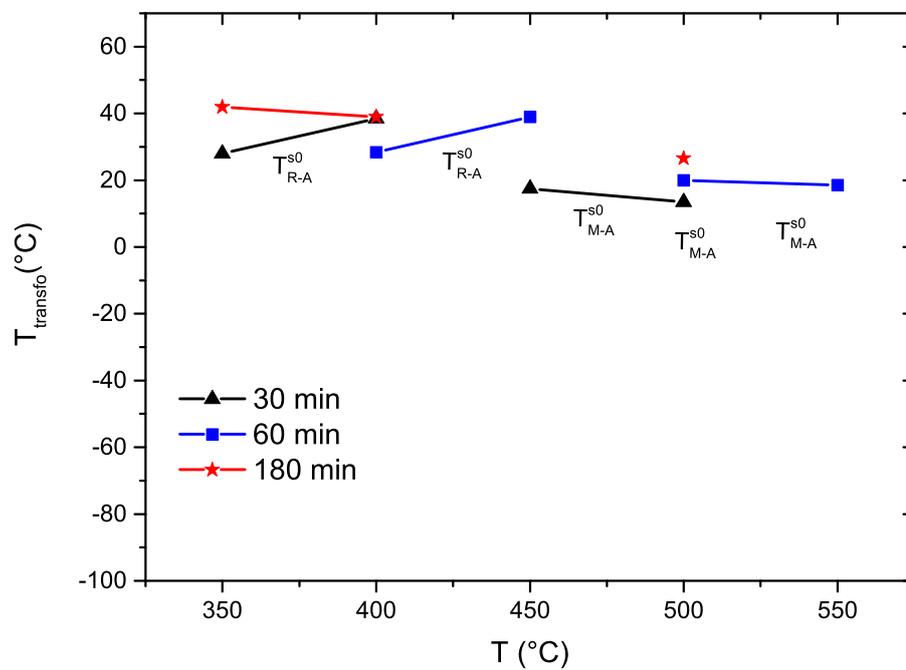


FIGURE 4.18: Influence des TTH sur les températures de transformation au chauffage sous contrainte nulle.

4.5.3.3 Conclusion

Un ensemble d'études reposant sur des essais de traction à 37°C et des essais d'analyse mécanique dynamique sous deux contraintes différentes a été effectué pour caractériser l'influence des traitements thermiques sur les comportements thermomécaniques d'un fil NiTi riche en Ni (50,8at%), brut d'étirage à froid. En effectuant des TTH entre 350°C et 550°C sur des durées de 30 à 180 minutes, il est possible d'accéder à une large gamme de comportements. De manière synthétique, l'influence des TTH est résumée par les figures 4.19 et 4.20. La figure 4.19 représente schématiquement l'effet des TTH effectués entre 350°C et 550°C et illustre la présence des différentes phases dans le domaine contrainte-température. Les lignes tracées en traits continus sont obtenues pour des températures de traitement faibles, typiquement 350°C. L'augmentation de la température de traitement fait augmenter T_{A-M} et T_{R-M} , comme indiqué par les flèches; elle fait au contraire diminuer T_{A-R} , ce qui conduit à la diminution voire à la disparition de la zone d'existence de la phase R.

La figure 4.20 permet de visualiser la large gamme de comportement mécanique qu'il est possible d'atteindre, avec des contraintes plateaux qui évoluent de $\sigma_c=670\text{MPa}$ à $\sigma_c=350\text{MPa}$ tout en restant superélastique avec une déformation résiduelle ε_{res} comprise entre 0,25% et 0,9%.

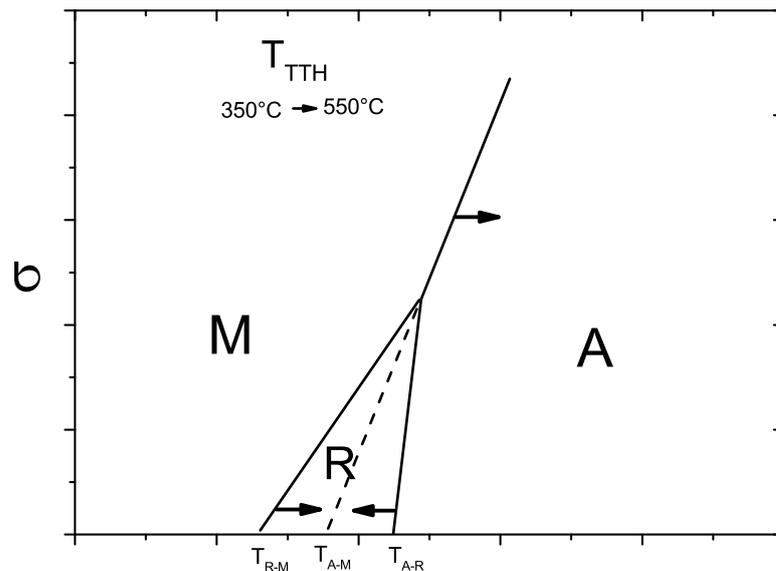


FIGURE 4.19: Influence des TTH sur les températures de transformation.

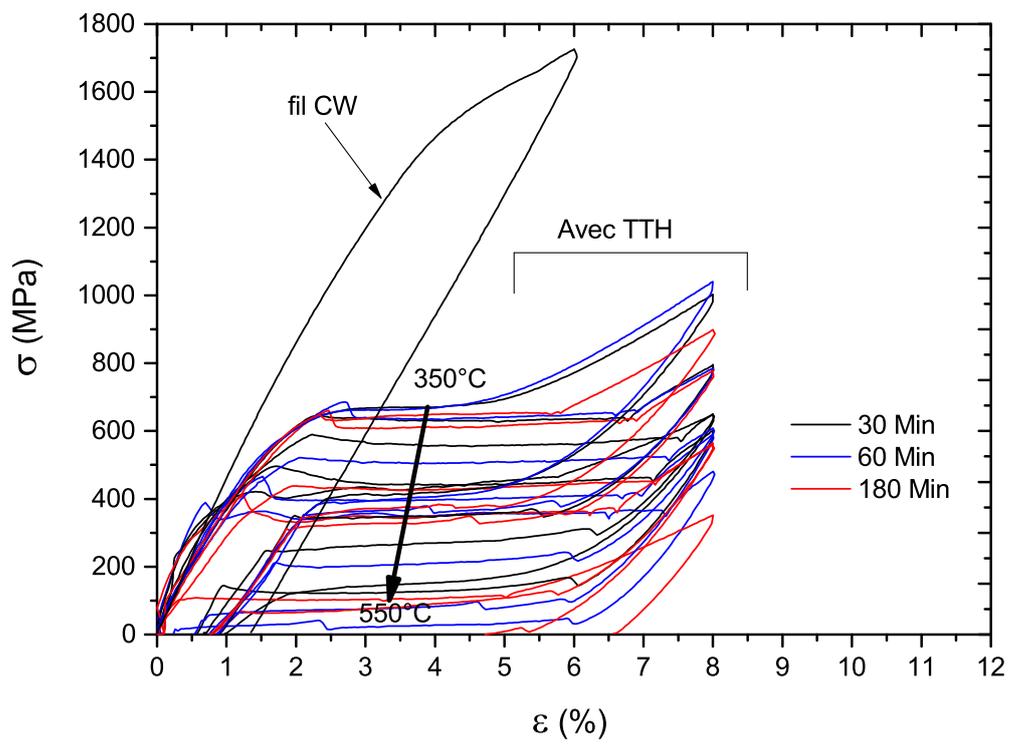


FIGURE 4.20: Gamme de comportement en traction atteignable en fonction des traitements thermiques.

Conclusion générale et perspectives

5.1 Sur le projet aiguille

Les premiers éléments pour développer la solution de principe proposée pour une aiguille pilotable ont été posés. Le choix du NiTi pour valider la solution de principe se confirme notamment par la facilité à ajuster ses propriétés mécaniques par des traitements thermiques. La figure 5.1 montre des essais exploratoires de modification de la courbure de l'extrémité de l'aiguille. Ces essais ont été effectués avec un tube de NiTi (diamètre intérieur 0,56 mm et diamètre extérieur de 0,68 mm) au comportement superélastique à l'ambiante, et un insert précourbé auquel les TTH étudiés au chapitre 4 ont été appliqués. Pour une même courbure et un TTH homogène sur l'ensemble de l'insert, il est possible d'obtenir une gamme de courbures résultante déjà assez large. Il est raisonnable de penser qu'avec des TTH localisés sur l'aiguille et l'insert, ainsi que des précourbures optimisées, il sera possible d'obtenir une gamme de courbures résultantes compatibles avec l'application aiguille. Un des objectifs est d'obtenir une association qui permette le cas particulier où l'aiguille est quasi rectiligne avec un insert précourbé rentré. Il reste bien sûr encore de nombreuses études à effectuer pour valider le concept : interaction avec les tissus, comportement en torsion si l'on souhaite changer le plan de courbure, efforts d'actionnement,...

5.2 Sur la méthode DMA et le NiTi

Les alliages à mémoires de forme de type NiTi, sont des matériaux qui font l'objet de nombreuses recherches et leurs applications dans l'industrie biomédicale sont déjà nombreuses. La caractérisation du comportement thermomécanique du point de vue macroscopique est nécessaire aux modèles de simulation pour ensuite développer des applications. Actuellement, les principaux moyens de caractérisation sont des essais de traction isothermes pour les aspects et la DSC pour obtenir les températures de transformation sans contrainte. La méthode proposée utilisant des essais DMA lors d'un essai de traction et/ou lors d'un balayage en température sous contrainte apporte de nombreuses informations,

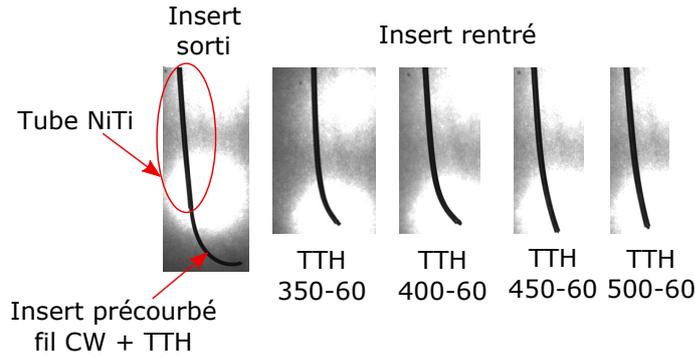


FIGURE 5.1: Evolution de la courbure de l'extrémité de l'aiguille en fonction des TTH appliqués à l'insert.

sur le comportement des trois phases pouvant être présentes dans un alliage de NiTi (austénite, phase R et martensite). La mesure de l'évolution du module de conservation E' durant les essais de DMA a permis d'identifier les domaines d'existences des différentes phases en fonction de la température et de la contrainte, ce que ne permettent pas de faire des essais de tractions classique et la DSC. On a pu montrer que les phénomènes de transformation, réorientation ont lieu y compris très loin des lignes de transformations. Cette étude a nécessité de nombreux essais DMA-BS et DMA-BT qui demandent du temps, les modèles d'évolution de E' proposés au chapitre 3 permettent de limiter le nombre d'essais. Le modèle proposé pour les essais DMA-BS, permet à partir d'un essai charge/décharge réalisé à une température, d'estimer l'évolution du module de conservation E' à d'autres températures, à condition de connaître les relations de Clausius-Clapeyron des différentes transformations de phase. Le second modèle proposé pour les essais BMA-BT, permet d'estimer l'évolution du module de conservation de E' sous différentes contraintes à partir d'un modèle de référence au refroidissement/chauffage. Cet essai de référence doit être judicieusement choisi pour que les deux transformations de phase A-R, R-M soient présentes.

La mesure du module de conservation ayant permis d'identifier les zones où les phénomènes de transformation, réorientation, localisation, sont présents, il est aussi possible d'identifier les zones où les phénomènes élastiques sont majoritaires. Dans ces zones, il est alors possible d'estimer les modules d'élasticité pour les différentes phases. Les valeurs proposées pour l'austénite (70-75 GPa) sont conformes aux données de la littérature, mais l'on montre qu'à haute température E'_A évolue encore et peut atteindre 80-85 GPa. Pour la martensite on obtient un module d'élasticité E'_M qui peut atteindre 60-65 GPa, si elle est fortement orientée. Le module d'élasticité pour la phase R a été estimé à 50-60 GPa pour laquelle les données de la littérature sont plus rares.

De manière générale, il apparaît que des mesures de DMA au cours d'un essai de traction et/ou d'un balayage en température sous contrainte, pourraient apporter de nombreuses informations, et doivent pouvoir s'appliquer à beaucoup d'autres matériaux. Pour les alliages NiTi, d'autres essais DMA sont envisagés, notamment des essais DMA-BS avec des boucles de charge/décharge. D'autres essais, associant des mesures DMA avec des mesures de champs de déformation, voire des mesures de champs thermiques apporteraient

d'autres informations notamment pendant la localisation.

5.3 Sur les traitements thermiques et le NiTi

Les TTH ont permis d'accéder à une large gamme de comportements qui ont été caractérisés par des essais de traction à 37°C et des essais d'analyse mécanique dynamique sous deux contraintes. Pour l'application aiguille, il sera possible de passer d'un comportement élastique, si le fil reste à l'état d'étiré à froid, à un comportement superélastique ou ferroélastique. L'apparition ou non de phase R doit aussi permettre de régler les rigidités. Même si des essais exploratoires de TTH localisés ont été présentés en annexe B, ils restent insuffisants pour établir la gamme de comportement avec précision. Des essais de caractérisation de ces TTH localisés sont encore nécessaires. L'utilisation de mesures de DMA dans le cas de TTH localisés devraient apporter des informations complémentaires. Le laser utilisé lors des TTH exploratoires présentés dans l'annexe B n'était pas adapté à l'application aiguille : trop puissant, diamètre de spot trop grand, pas de mandrin rotatif pour traiter des pièces cylindriques de manière homogène. Le laboratoire s'étant équipé d'un laser moins puissant (20W) et disposant d'un mandrin rotatif, de nouveaux essais vont être réalisés prochainement.

Résultats des essais de traction isothermes et des DMA-BT sur fil NiTi CW après TTH

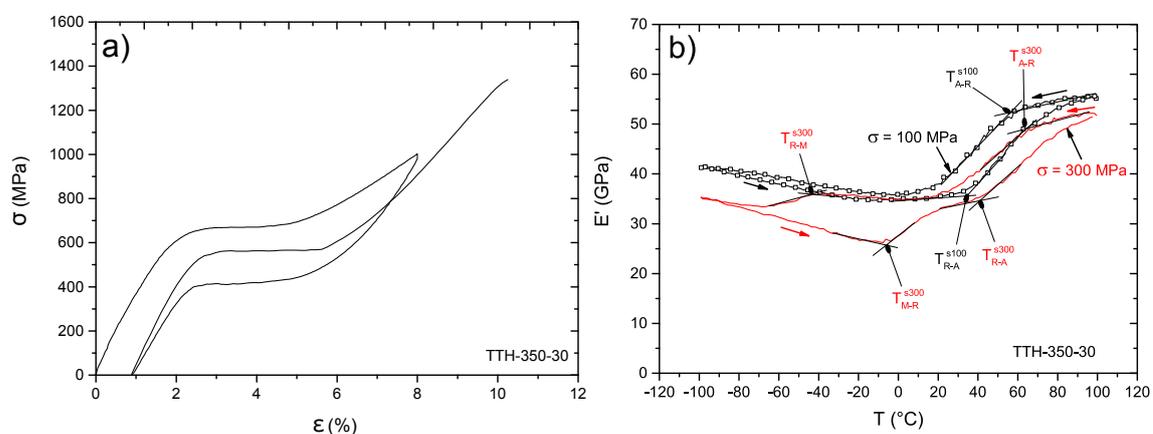


FIGURE A.1: TTH 350-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

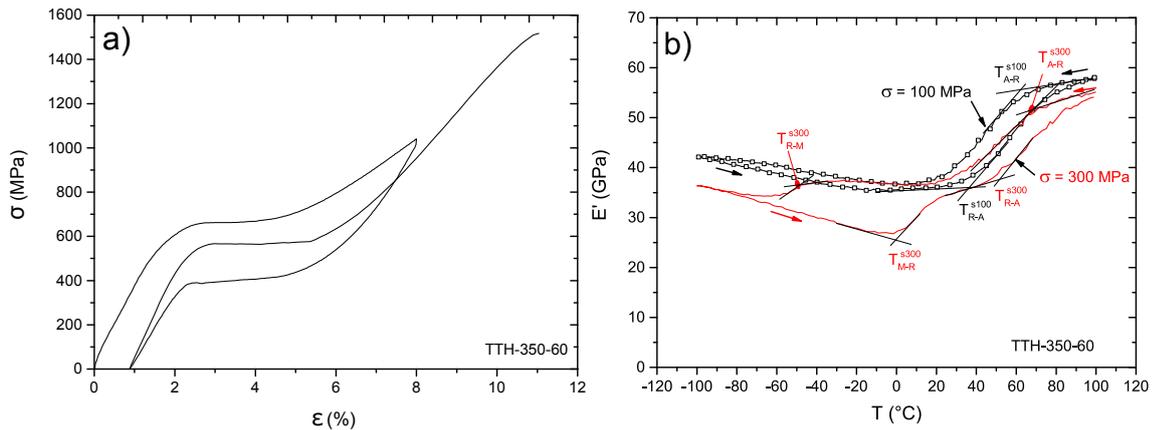


FIGURE A.2: TTH 350-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

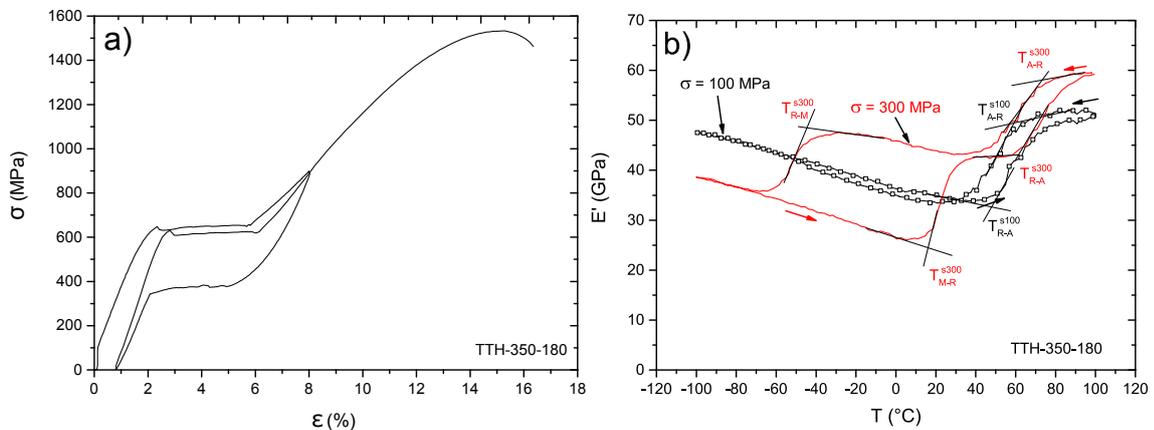


FIGURE A.3: TTH 350-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

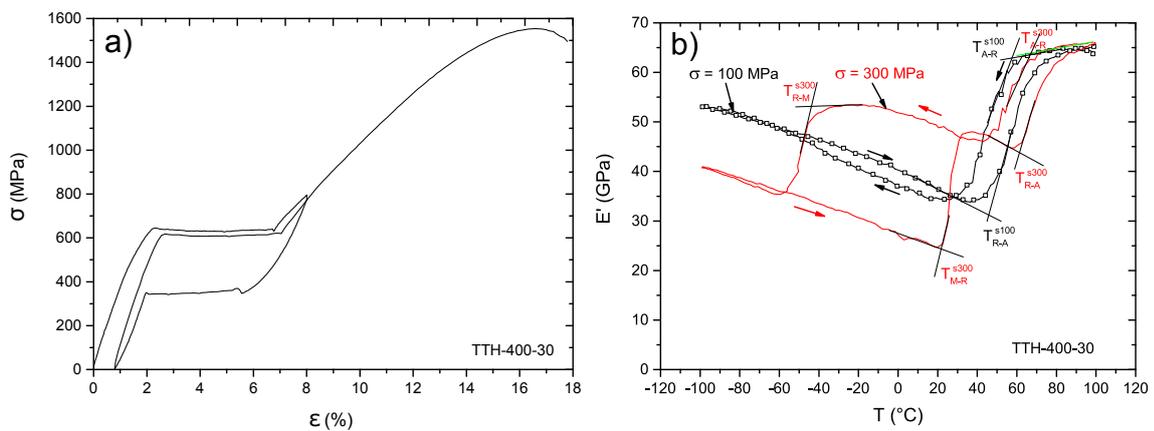


FIGURE A.4: TTH 400-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

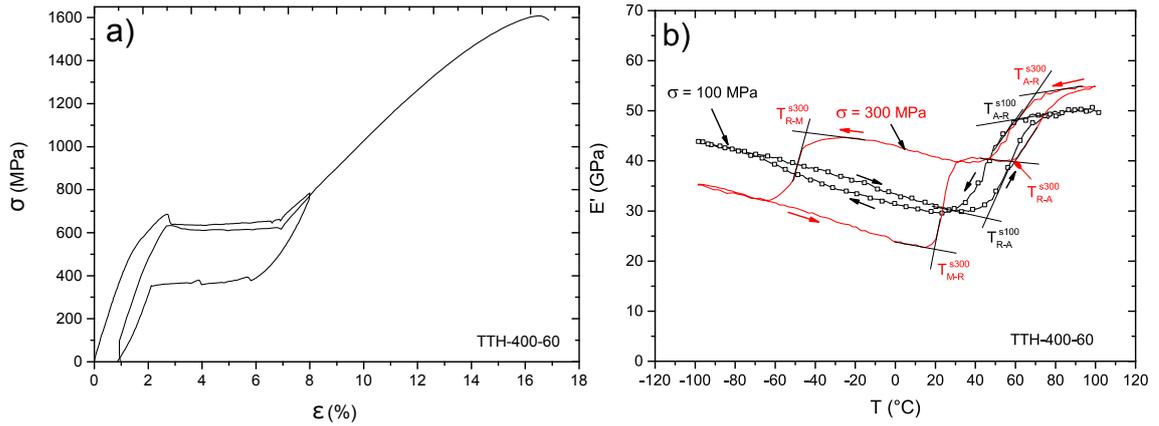


FIGURE A.5: TTH 400-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

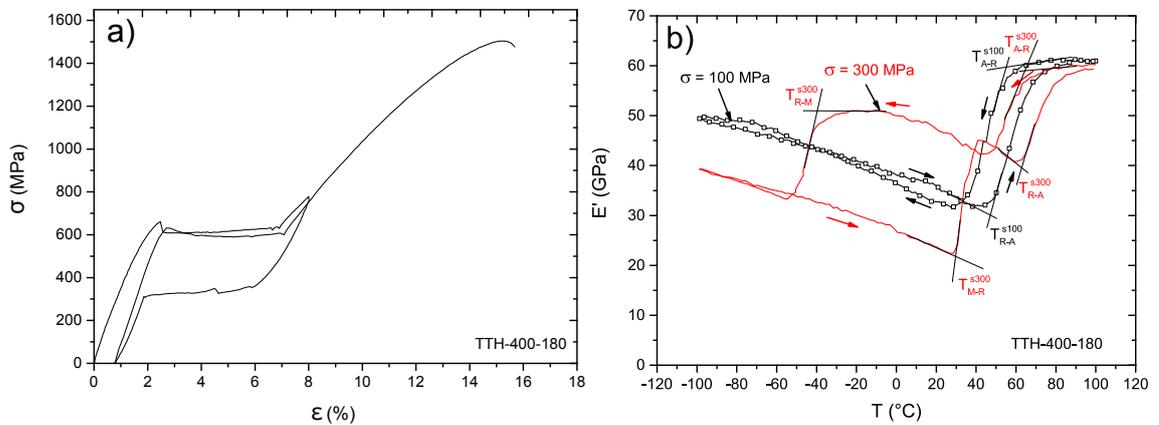


FIGURE A.6: TTH 400-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

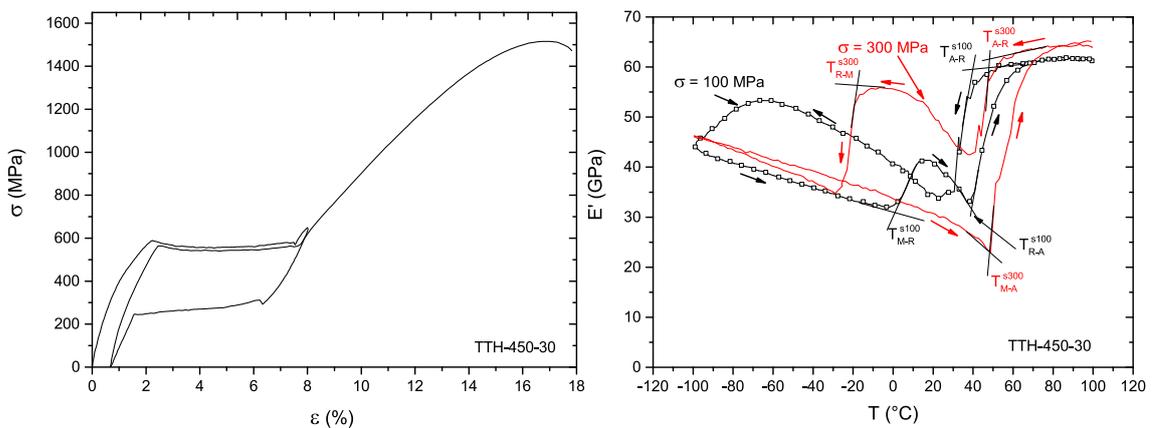


FIGURE A.7: TTH 450-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

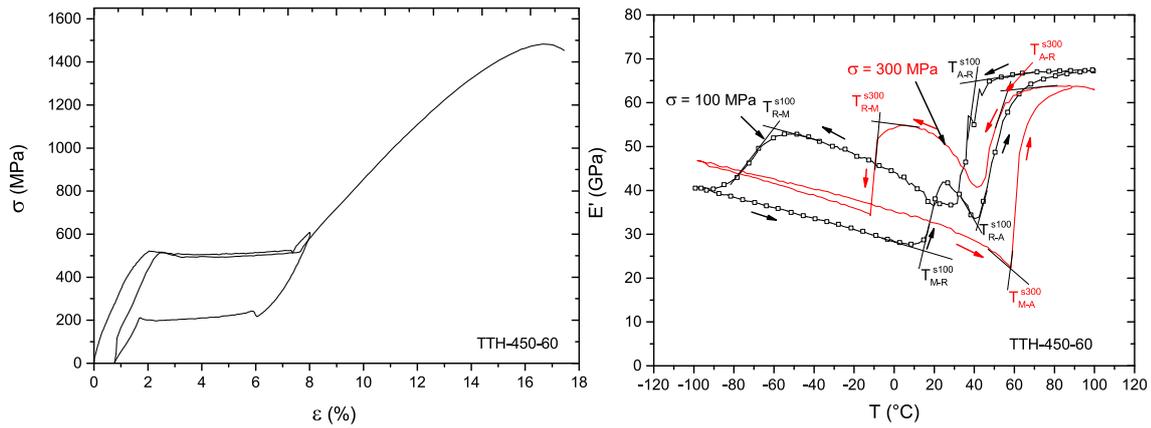


FIGURE A.8: TTH 450-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

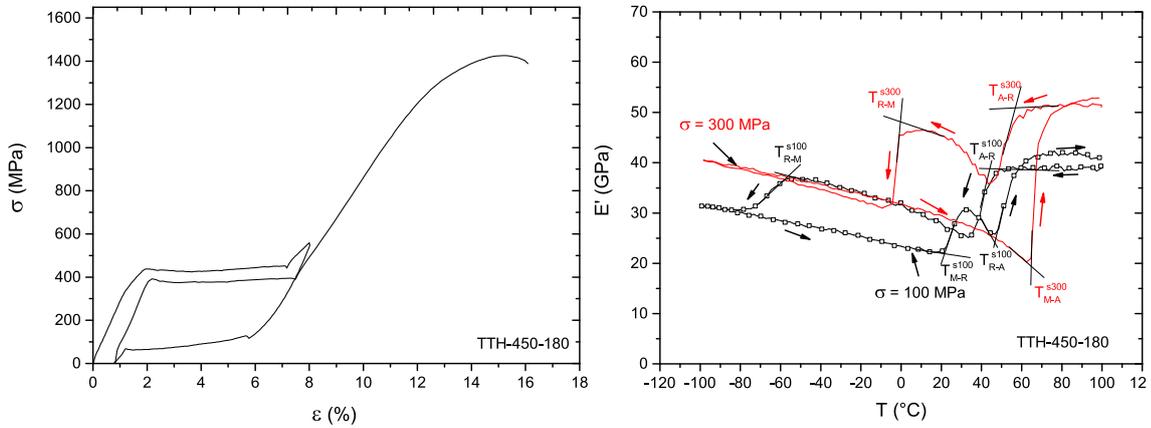


FIGURE A.9: TTH 450-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

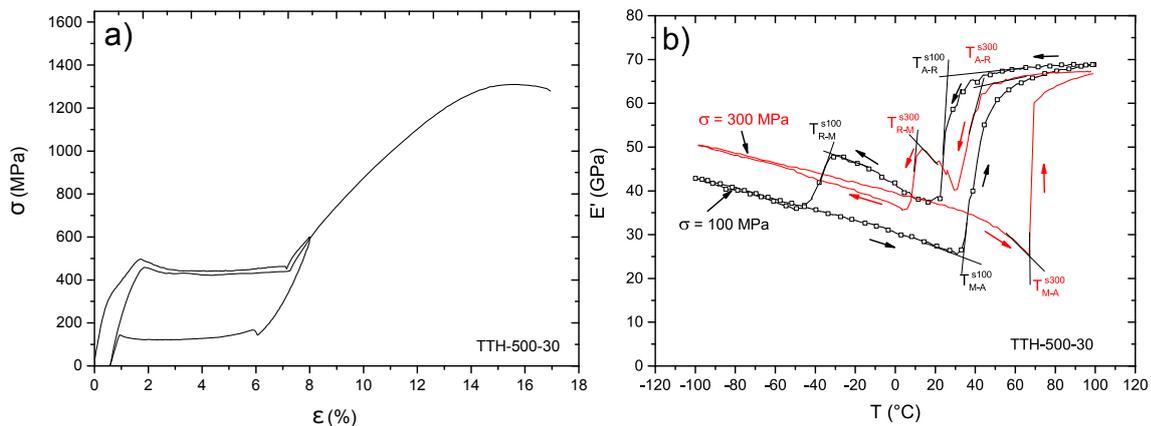


FIGURE A.10: TTH 500-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

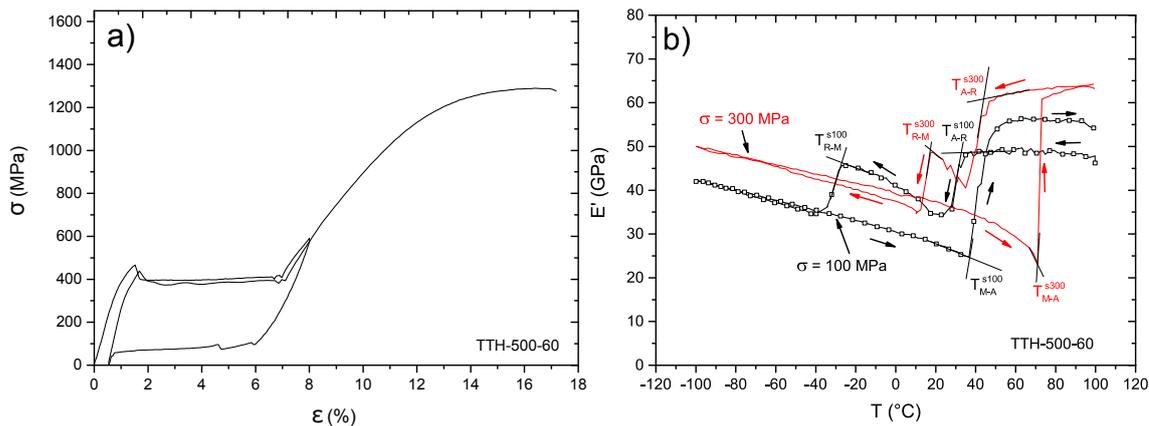


FIGURE A.11: TTH 500-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

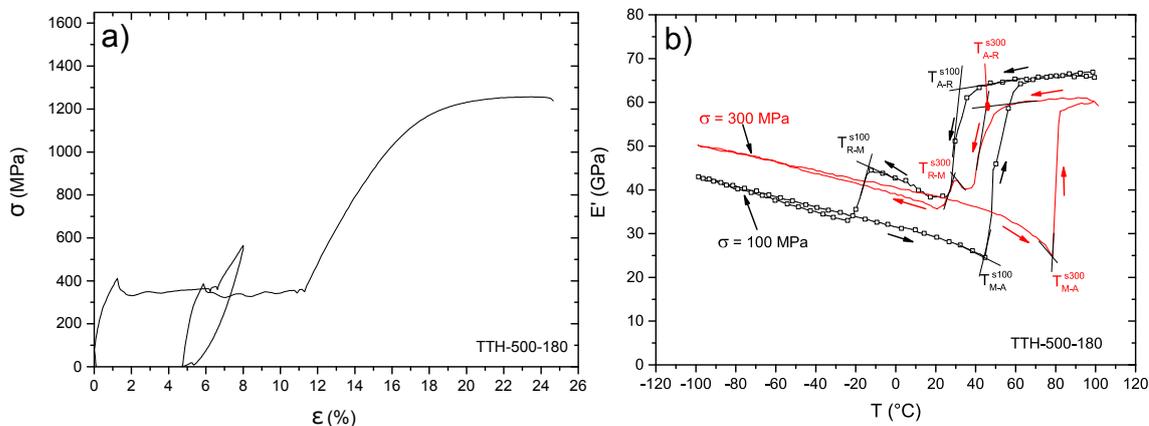


FIGURE A.12: TTH 500-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

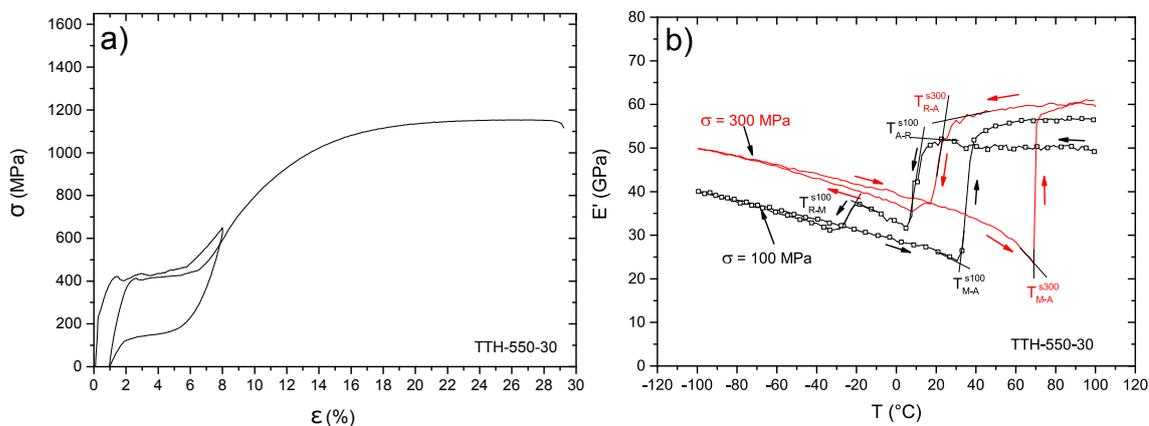


FIGURE A.13: TTH 550-30 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

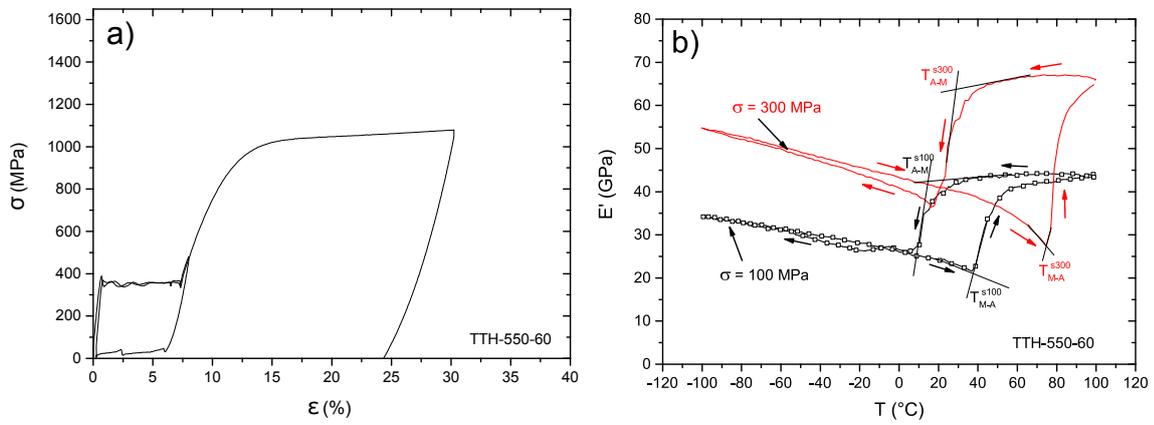


FIGURE A.14: TTH 550-60 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

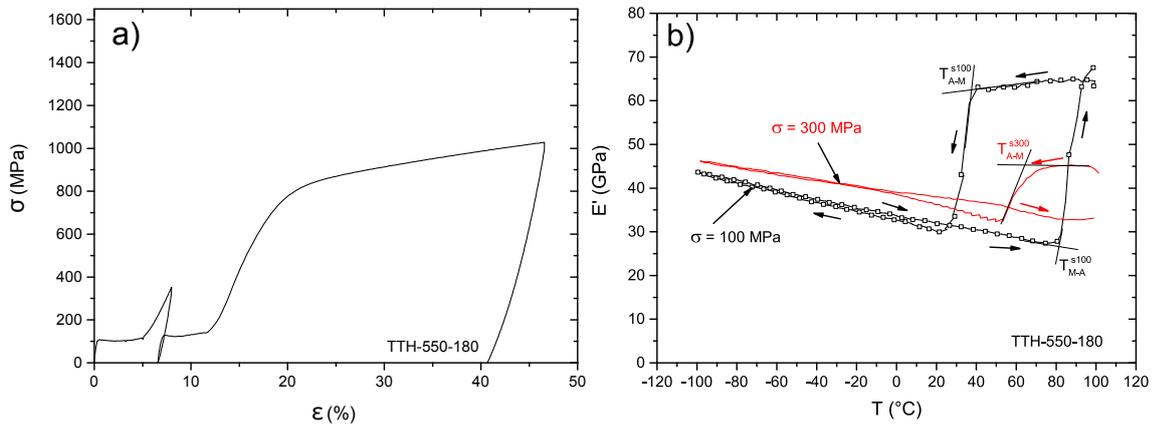


FIGURE A.15: TTH 550-180 a) Courbe contrainte-déformation pour un essai charge/décharge jusqu'à 8% de déformation puis charge jusqu'à rupture, b) Module de conservation pour un essai DMA-BT sous une contrainte de 100 et 300 MPa.

Essais de traitements thermiques localisés

B.1 Les différentes méthodes envisagées

Les traitements thermiques présentés au chapitre 4, sont des traitements thermiques classiques, réalisés dans un four. Les échantillons sont donc traités dans la masse, et l'on peut considérer qu'il y a une homogénéité du traitement dans la masse. L'application aiguille nécessite de réaliser des traitements thermiques localisés, plusieurs technologies sont à disposition pour réaliser ces traitements thermiques localisés :

1. Chauffage par induction électromagnétique et effet Joule
2. Chauffage par courant électrique et effet Joule
3. Par faisceau laser

Toutes ces techniques passent par un traitement superficiel, qui pénètre plus ou moins. Dans le cas de l'application aiguille, composée d'un tube et d'un fil, les dimensions radiales étant faibles, on peut espérer traiter thermiquement y compris en profondeur.

Le chauffage par induction représenté sur figure B.1 est efficace mais la difficulté réside dans la conception et le dimensionnement de l'inducteur, notamment pour des zones très localisées et des formes complexes. Dans le cadre de l'aiguille, le traitement localisé de la zone courbée de l'insert (fig. 1.16) constitue une difficulté c'est la raison pour laquelle cette technologie n'a pas été retenue.

B.2 Les TTH locaux par courant électrique et effet Joule

Dans le cas du chauffage par courant électrique, l'élévation de température est directement provoquée par l'effet Joule, en réalisant un montage en court-circuit comme décrit sur la figure B.2. La mise sous tension U du circuit, génère une intensité i qui par effet Joule provoque l'échauffement de longueur Lr que l'on souhaite traiter thermiquement. Ce principe a déjà été utilisé sur du NiTi à la fois sur des bandes superélastiques [Wang *et al.*, 2009] et du fil superélastique de 0,9 mm de diamètre [Meng *et al.*, 2013]. Sur les fils, il a été montré qu'en appliquant sur une longueur Lr de 30 mm des courants i de 4 A à 8 A sur des durées de 30 s à 180 s il était possible de faire varier le plateau et d'atteindre

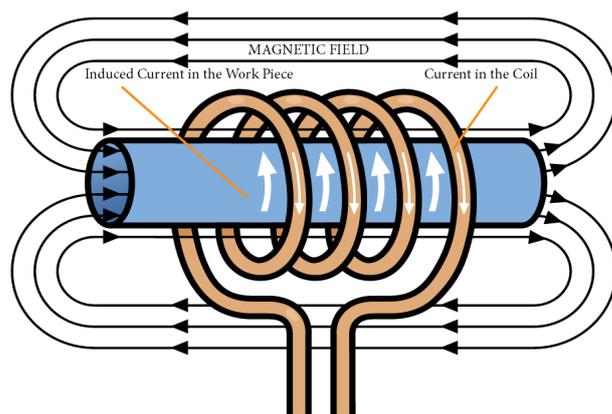


FIGURE B.1: Principe du chauffage par induction figure extraite du site de la société Ambrell spécialiste du chauffage par induction de précision - <http://www.ambrell.fr/>.

plusieurs comportements, y compris faire disparaître la superélasticité. Dans le cas de l'aiguille, il est souhaitable de faire ces TTH non pas à partir d'un fil déjà superélastique, mais directement à partir d'un fil brut d'étirage (CW) pour avoir une large gamme de comportements. Des modèles prenant en compte l'ensemble des effets thermiques (perte par conduction et convection) pour évaluer la température à l'intérieur du fil ont déjà été utilisés dans le cadre du NiTi [Meier et Oelschlaeger, 2004; Zanotti *et al.*, 2009, 2011]. Dans nos travaux, ces modèles n'ont pas été utilisés dans un premier temps, et seuls des essais exploratoires ont été effectués pour estimer la gamme de comportements envisageables. Les essais exploratoires ont été réalisés sur le fil déjà utilisé au chapitre 4 (référence : FWM NiTi# 1-CW).

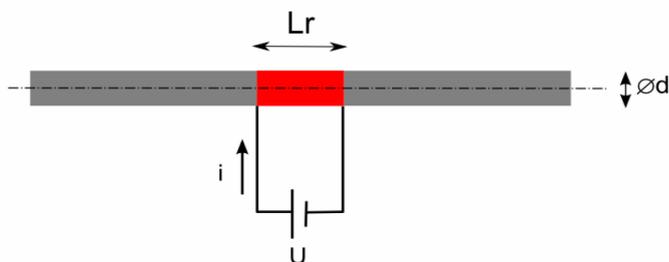


FIGURE B.2: Principe du chauffage par courant électrique et effet Joule.

B.2.1 Procédure expérimentale pour les essais sur le fil CW

La figure B.3 décrit le dispositif utilisé pour réaliser les TTH par effet Joule (TTHE). Il est composé d'une alimentation électrique programmable, montée en court-circuit sur le fil à traiter. La connexion avec le fil est réalisée avec des pinces de type crocodile. Tous les traitements ont été réalisés avec une durée de 60 s, et la longueur traitée thermiquement est $L_r=45$ mm ; pour éviter les effets de bords seule la longueur $L_0=20$ mm est testée en traction. Les essais de traction sont effectués à une température de 20°C , avec une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} .

La liste des TTHE sont répertoriés dans le tableau B.1.

	TTHE 1	TTHE 2	TTHE 3	TTHE 4	TTHE 5
i (A)	0,2	0,44	0,78	0,80	0,83

Tableau B.1: Liste des TTH par effet Joule effectués sur le fil CW

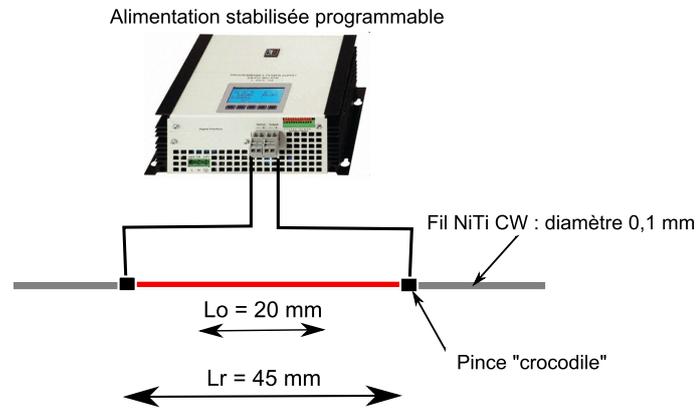


FIGURE B.3: Dispositif utilisé pour les TTH par effet Joule.

B.2.2 Résultats et discussion

La figure B.4 montre les résultats des essais de traction effectués à la température ambiante de 20°C sur les fils après les TTH. Selon les courants appliqués, tous sur une durée de 60 s, plusieurs comportements sont accessibles :

- une intensité de i de 0,2 A suffit à modifier le comportement du fil CW avec une rigidité diminuée, mais toujours un comportement **élastique** avec de rupture pour une contrainte de 1,4 GPa ;
- une intensité i de 0,44 A fait apparaître un plateau pour une contrainte de 650 MPa et permet d'obtenir un comportement **superélastique** avec une déformation résiduelle de 0,23% pour un chargement jusqu'à 8% de déformation ;
- une intensité i de 0,78 A fait apparaître un plateau pour une contrainte de 500 MPa et permet d'obtenir un comportement de type **ferroélastique** avec une déformation résiduelle de 2,9% pour un chargement jusqu'à 4% de déformation ;
- une intensité i de 0,80 A permet d'avoir un comportement de type ferroélastique mais avec une augmentation de la rigidité initiale par rapport au TTH effectué avec une intensité de 0,78 A ;
- une intensité i de 0,83 A permet de retrouver un comportement **élastique** mais avec une forte diminution de la résistance à la rupture inférieure à 750 MPa.

On observe que les TTHE influencent aussi de manière importante la pente initiale des courbes contrainte-déformation. Les valeurs de ces pentes ont été déterminées en linéarisant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation jusqu'à 0,5% de déformation. Les modules d'Young calculés de cette manière ont été répertoriés dans le tableau B.2 et la figure B.5 représente l'évolution de cette pente avec l'intensité. Pour des courants de i de 0 à 0,4 A, la pente diminue de 50 à 44 GPa pour des comportements élastiques et superélastiques. Les essais de TTH réalisés dans des fours pour des températures inférieures à 500°C ont montré que cela faisait apparaître de la phase R. La transformation liée à la phase R a tendance à diminuer la rigidité initiale ; on peut supposer que le même phénomène existe lors des TTHE et explique cette diminution de pente.

Pour des courants i supérieurs à 0,4 A, la pente augmente jusqu'à 87 GPa tout en se rapprochant du comportement ferroélastique classique. On peut supposer que comme pour les TTH exercés à une température supérieure à 500°C, une intensité supérieure à 0,4 A conduit à la disparition de la phase R responsable de la diminution cette pente. Ce comportement ferroélastique est typique lorsque que le matériau est initialement sous forme martensitique et l'on obtient un effet mémoire. Un courant supérieur à 0,4 A conduit à la destruction de la superélasticité.

Pour des courants i supérieurs à 0,78 A, on retrouve un comportement élastique mais avec une limite élastique diminuée ne dépassant pas les 600 MPa ; la pente atteint 100 GPa, voire 109 GPa pour une intensité de 0,82 A.

Les TTH par effet Joule permettent donc d'accéder à une large gamme de comportements, le contrôle de l'intensité est très important, en effet entre 0,80 A et 0,82 A on obtient des comportements très différents. Pour fiabiliser ces TTH il est donc nécessaire de contrôler précisément l'intensité.

	CW	TTHE 1	TTHE 2	TTHE 3	TTHE 4	TTHE 5
I (A)	0	0,2	0,44	0,78	0,80	0,83
E (GPa)	50	44	38	66	87	100

Tableau B.2: Module d'Young des zones élastiques linéarisées entre 0 et 0,5% de déformation.

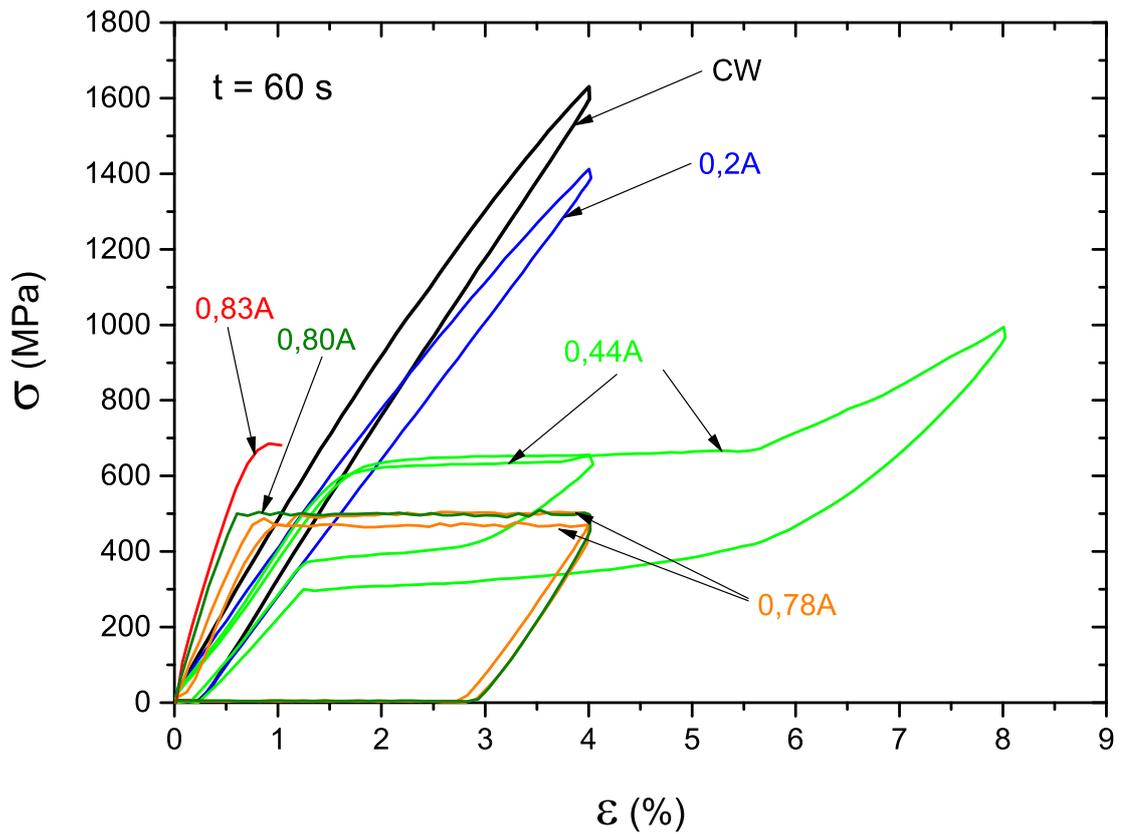


FIGURE B.4: Résultats en contrainte-déformation des TTH par courant électrique et effet Joule.

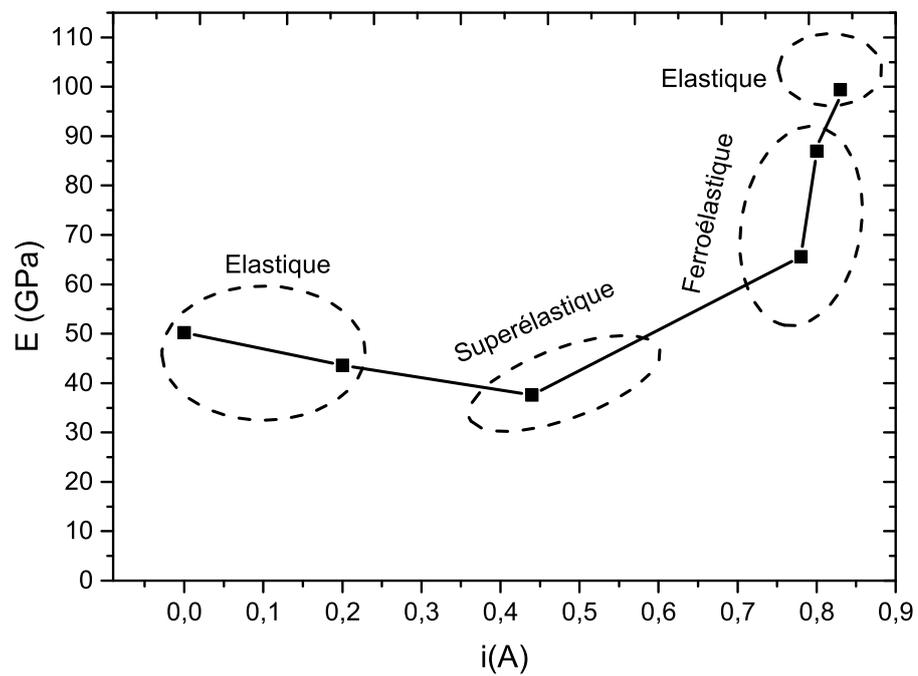


FIGURE B.5: Module d'Young des zones élastiques linéarisées entre 0 et 0,5% de déformation.

B.3 les TTH locaux par Laser

L'utilisation du laser pour les traitements thermiques superficiels est courante pour de nombreux matériaux métalliques [Kechemair et Dubouchet, 1996; Bataille *et al.*, 1992]. Son intérêt par rapport aux autres technologies réside dans le fait de pouvoir traiter localement et précisément, de contrôler la profondeur de traitement et de limiter les distortions des pièces. Le principal inconvénient réside dans le coût de l'équipement, et la nécessité d'avoir une surface absorbante.

Les phénomènes physiques en jeu lors d'un traitement thermique au laser sont nombreux et complexes, la figure B.6 illustre ces phénomènes [Steen et Mazunder, 2010]. On peut noter en particulier :

- les phénomènes optiques de réflexion, effet de peau à l'interaction laser/surface ;
- les transferts thermiques de conduction avec le fil, de convection avec le milieu extérieur, de rayonnement thermique ;
- l'évaporation en surface qui affecte le faisceau laser.

Des modèles plus ou moins complexes et prenant en compte tout ou partie de ces phénomènes ont été décrits [Steen et Mazunder, 2010]. Dans le cas des alliages de NiTi, des expérimentations et des modèles ont déjà été présentés sur des bandes [Meng *et al.*, 2012] et sur des films [Bellouard *et al.*, 1999; Dennis et Tu, 2008; Wang *et al.*, 2007] au comportement initial superélastique.

Comme pour les TTH par effet Joule, ces modèles n'ont pas été utilisés dans ce travail dans un premier temps, et seuls des essais exploratoires ont été effectués pour estimer la gamme de comportements envisageables. Afin d'obtenir la plus large gamme possible, les essais exploratoires ont été réalisés sur le fil CW déjà utilisé pour les TTH homogènes réalisés au four.

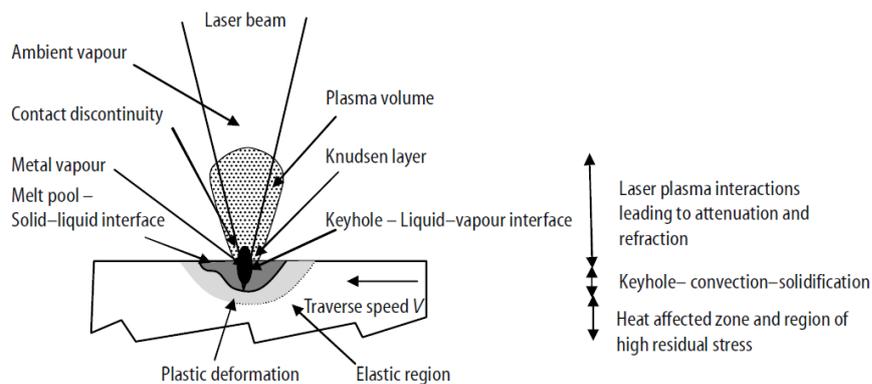


FIGURE B.6: Principes physiques en jeu lors d'un traitement thermique aux laser [Steen et Mazunder, 2010].

B.3.1 Descriptions du dispositif expérimental

Les essais de traitement thermique au laser (TTHL) ont été réalisés lors d'un séjour à Perth à l'UWA (University of Western Australia) dans l'équipe du professeur Yinong

Liu. Le laser utilisé pour les essais exploratoires est un laser industriel de la marque Rofin®(modèle Select) dont l'utilisation première est la soudure (cf. figure B.7). C'est un laser de type Nd-YAG avec une longueur d'onde typique de 1064 nm. Les paramètres laser modifiables sont :

- la puissance P de 0,5 à 12 KW ;
- le temps de pulse T_{pl} de 0,5 à 50 ms ;
- la forme du pulse
- la fréquence f_l de 0,5 à 20 Hz ;
- le diamètre de spot d_s de 0,1 à 2,5 mm.

Une commande numérique est associée au laser permettant de programmer des trajectoires grâce à une table 3 axes. La vitesse maximale de déplacement des axes est de 60 mm.s⁻¹. Lors des tirs laser, une buse peut envoyer un gaz neutre de type Argon pour limiter l'oxydation lors des soudures/traitements.

La figure B.8 montre le dispositif utilisé pour la réalisation des TTHL. La conception du laser est telle que l'angle d'incidence du faisceau avec la génératrice supérieure est de 6° (cf. fig. B.8a). Une partie du faisceau sera réfléchi, cette réflexion est dépendante de l'angle d'incidence et de l'indice de réflexion de la surface à traiter. Dans notre cas, les fils sont oxydés ce qui permet d'avoir une réflexion réduite et de limiter les pertes d'énergie. Pour obtenir un traitement plus homogène sur la circonférence, le fil est monté sur un porte fil hexagonal qui permet de traiter une génératrice tous les 60° (cf. fig. B.8b). Les TTHL sont effectués sur une longueur de 10 mm. Pour obtenir une homogénéité de traitement le long d'une génératrice, une trajectoire est programmée (Fig. B.8c) qui permet d'obtenir un recouvrement. Le taux de recouvrement T_r est défini par la relation

$$T_r = 1 - \frac{e}{d_s} \quad (\text{B.1})$$

avec e le pas de la trajectoire, d_s le diamètre du spot.

La densité d'énergie J délivrée par le laser à chaque pulse est définie de la manière suivante

$$J = \frac{P \cdot T_p}{\pi \frac{d_s^2}{4}} \quad (\text{B.2})$$

avec P la puissance, T_p le temps de pulse et d_s le diamètre du spot.

Pour les essais exploratoires il a été décidé d'utiliser un même taux de recouvrement t_r de 80% une même fréquence f_l de 10 Hz, ainsi qu'une vitesse de déplacement de la table V de 100 mm.min⁻¹. La longueur traitée est de 10 mm dans tous les cas. Les variations de densité d'énergie J sont obtenues en modifiant la puissance P , le temps de pulse t_p , et le diamètre du spot d_s . Le tableau B.3 indique les paramètres utilisés pour les 6 TTHL effectués. A noter que le laser utilisé ne peut descendre en dessous d'une densité d'énergie de 31,83 J.cm⁻² (TTHL6).

B.3.2 Résultats des TTHL sur les fils NiTi CW

B.3.2.1 Aspect visuel

La figure B.9 montre l'aspect des fils après les TTHL. Les TTHL ont été classés de gauche à droite par ordre croissant de densité d'énergie J . Pour une densité d'énergie J



FIGURE B.7: Laser de soudure Select de la marque Rofin®.

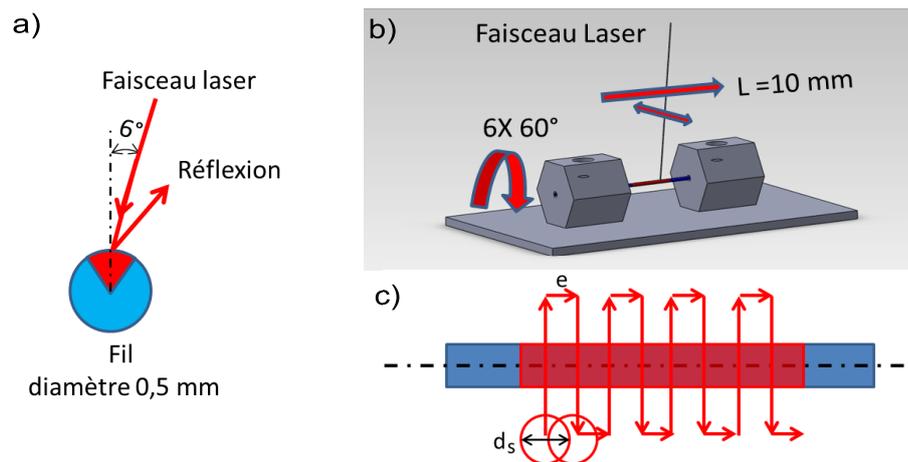


FIGURE B.8: Dispositif pour la réalisation des TTH laser a) angle d'incidence du faisceau avec la génératrice supérieure du fil b) montage hexagonal pour le traitement suivant 6 génératrices c) trajectoire imposée le long du fil.

comprise entre $31,81$ et $58,89 \text{ J.cm}^{-2}$, la rugosité de la surface n'est pas modifiée. Pour les TTHL réalisés avec des densités d'énergie supérieures à $79,58 \text{ J.cm}^{-2}$ sous gaz neutre il y a fusion de la matière à la surface créant une rugosité très importante à la surface. Cette rugosité est incompatible avec l'application aiguille. De plus à partir de cette densité d'énergie, dès le premier tir laser, le fil se déforme de manière importante, cela rend impossible de traiter thermiquement le fil en contrôlant sa forme.

La figure B.10 montre l'importance de l'apport d'un gaz neutre lors des TTHL. Deux essais ont été réalisés avec une densité d'énergie de $58,89 \text{ J.cm}^{-2}$. Le second sans apport

TTHL	P (KW)	T_{pl} (ms)	d_s (mm)	J (J.cm ⁻²)	f (Hz)	V (mm.min ⁻¹)	T_r (%)
1	1,0	2,5	2	79,58	10	100	80
2	0,5	2,5	2	39,78	10	100	80
3	0,74	2,5	2	59,89	10	100	80
4	1,0	2,5	1	318,31	10	100	80
5	0,5	2,5	1	159,15	10	100	80
6	0,5	2,0	2	31,83	10	100	80

Tableau B.3: Paramètres utilisés lors des TTH Laser.

d'argon lors des tirs laser, présente une couche d'oxydation et une rugosité très importante incompatible avec l'application aiguille.

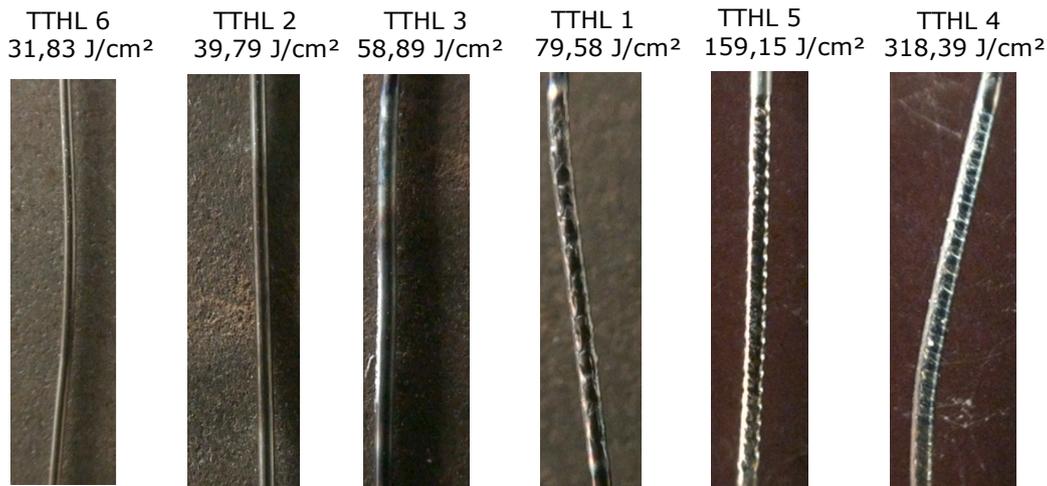


FIGURE B.9: Aspect des fils CW après les TTH Laser.

B.3.2.2 Comportement mécanique en traction

Seuls les TTHL possédant un aspect visuel compatible avec l'application ont été testés en traction, i.e. pour des densités d'énergie comprises entre 31,83 et 58,89 J.cm⁻² sous gaz neutre (TTHL6, TTHL2, TTHL3).

Pour chaque TTHL, deux essais de traction ont été réalisés. Un premier essai de traction composé d'un chargement puis d'un déchargement jusqu'à force nulle, un second essai jusqu'à rupture. Tous les essais ont été réalisés à une température de 21°C et à une vitesse de 0,5 mm/min. Les mesures des déformations sont réalisées soit de manière globale notée $\frac{\Delta L}{L_0}$, à partir du déplacement de la traverse notée ΔL et la longueur du fil testé notée L_0 , soit de manière locale par corrélation d'images (DIC) sur la zone traitée thermiquement. Les mesures par DIC ont été réalisées à l'aide d'une caméra classique (Sony HDSR11) et du logiciel de corrélation d'image 7D [Vacher *et al.*, 1999]. Dans ce cas, deux points éloignés initialement d'une distance L_{DIC} sont considérés et l'on détermine la différence de déplacement ΔL_{DIC} de ces deux points pour calculer $\varepsilon_{DIC} = \frac{\Delta L_{DIC}}{L_{DIC}}$. La définition du matériel n'a pas permis d'obtenir les champs de déformations et seules les



FIGURE B.10: Aspect des fils CW après les TTH Laser.

mesures de déplacements relatifs ont été exploitées pour obtenir les déformations moyennes sur les zones traitées.

Les figures B.11 et B.12 montrent les résultats d'un essai de traction sur le fil CW après le TTHL6. Sur l'essai charge/décharge, seule la mesure globale $\frac{\Delta L}{L_0}$ a pu être déterminée. La longueur L_0 comprend la longueur traitée $L_{TTHL}=10$ mm. La mesure globale fait apparaître un comportement de type superélastique avec un plateau à 635 MPa et une déformation résiduelle ε_{res} de 0,19%. Sur l'essai à rupture, les deux mesures de déformation ont été effectuées. Sur la zone centrale $L_{DIC}=8,5$ mm, on obtient un plateau pour une contrainte de plateau 594 MPa et une déformation plateau de 4%. La rupture apparaît pour une contrainte de 1237 MPa, soit légèrement supérieure au 1163 MPa du fil CW.

Les figures B.13 et B.14 montrent les résultats d'un essai de traction sur le fil CW après le TTHL2. Pour l'essai charge/décharge, trois mesures de déformation ont été réalisées, une mesure globale $\frac{\Delta L}{L_0}$ et deux mesures sur les zones centrales de longueur $L_{DIC1}=2,5$ mm et $L_{DIC2}=8,5$ mm. Comme pour le TTHL6, on obtient un comportement de type superélastique avec un plateau apparaissant pour une contrainte de 520 MPa et une déformation résiduelle de 0,4%. Les mesures de déformation effectuées par DIC à l'intérieur de la zone traitée montre que le traitement thermique n'affecte pas de manière homogène le fil et qu'un effet de bord existe. Sur la longueur L_{DIC1} de 2,5 mm, la déformation plateau est de 5,35% alors que sur la zone L_{DIC2} de 8,5 mm (proche des 10 mm de L_{TTHL}) le plateau est de 4,6%. On peut donc dire qu'à une distance de 0,75 mm du bord de la zone traitée L_{TTHL} il subsiste un effet de bord. Sur l'essai à rupture, le plateau intervient pour une contrainte de 514 MPa. Les longueurs de plateau sont identiques pour des mesures effectuées sur la longueur L_{DIC1} de 2,6 mm et sur la longueur L_{DIC2} de 6,8 mm. On peut donc dire qu'à une distance de 1,6 mm du bord de la zone traitée L_{TTHL} l'effet de bord a disparu et l'on a une zone où le TTHL a un effet homogène. La rupture apparaît pour une contrainte de 1236 MPa, soit légèrement supérieure au 1163 MPa du fil CW et identique au TTHL6.

Les figures B.15 et B.16 montrent les résultats d'un essai de traction sur le fil CW après

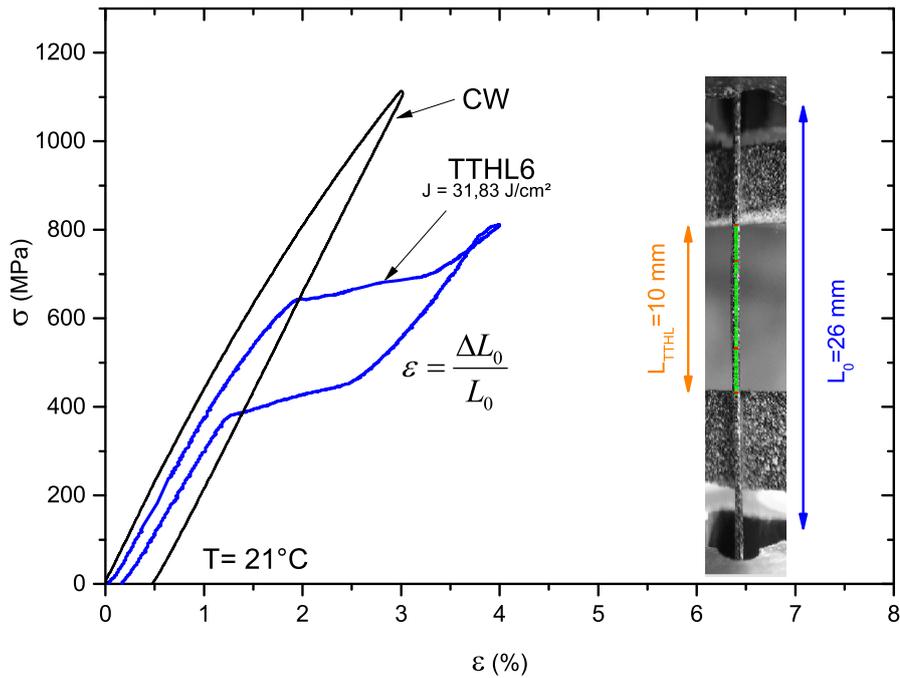


FIGURE B.11: Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL6 effectué sur la zone centrale L_{TTH} .

le TTHL3. Pour l'essai charge/décharge, deux mesures de déformation ont été réalisées, une mesure globale $\frac{\Delta L}{L_0}$ et une mesure sur la zone centrale de longueur $L_{DIC1}=2,6$ mm. On obtient un comportement de type superélastique avec un plateau qui apparaît pour une contrainte de 438 MPa et une déformation résiduelle ϵ_{res} de 0,37%. Le plateau atteint 7% de déformation dans la zone centrale. Sur l'essai à rupture, le plateau intervient pour une contrainte de 450 MPa avec une longueur de plateau de 6,9%. La rupture apparaît pour une contrainte de 986 MPa pour une déformation de 38% mesurée sur la longueur L_{DIC1} .

B.3.2.3 conclusion sur les TTHL réalisés sur les fils NiTi CW

Les TTHL réalisés sur les fils CW permettent d'obtenir des comportements superélastiques localisés en maîtrisant la hauteur de plateau. Pour les 3 TTH effectués avec des densités d'énergie de 31,83 J.cm⁻² à 58,89 J.cm⁻² le plateau des tests réalisés à température ambiante décroît de 590 MPa à 420 MPa. Le laser utilisé est un laser principalement dédié à la soudure, avec une puissance élevée qui n'est pas très adaptée à des TTH sur des pièces de faible épaisseur. Dès la densité d'énergie minimale de 31,83 J/cm² un comportement superélastique est obtenu. Il a été impossible d'obtenir un comportement intermédiaire entre le comportement élastique du fil CW et le superélastique du TTHL6. Les effets de bords ne sont pas négligeables, avec les paramètres du TTHL2 ces effets ont lieu sur une longueur supérieure à 0,75 mm mais inférieure à 1,6mm où les effets sur le comportement mécanique n'ont pas été observés. Les traitements thermiques laser sont adaptés à l'application aiguille, mais le laser utilisé lors des essais exploratoires s'est avéré trop puissant pour l'application visée. Un laser industriel de type marquage est plus approprié pour des

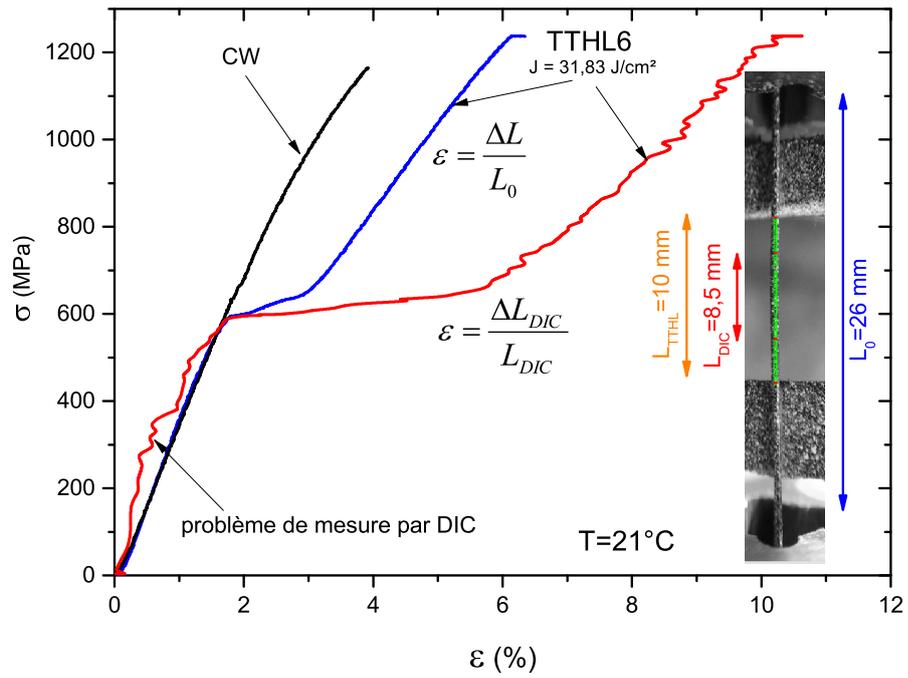


FIGURE B.12: Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL6 effectué sur la zone centrale L_{TTH} .

applications sur des pièces de faible épaisseur.

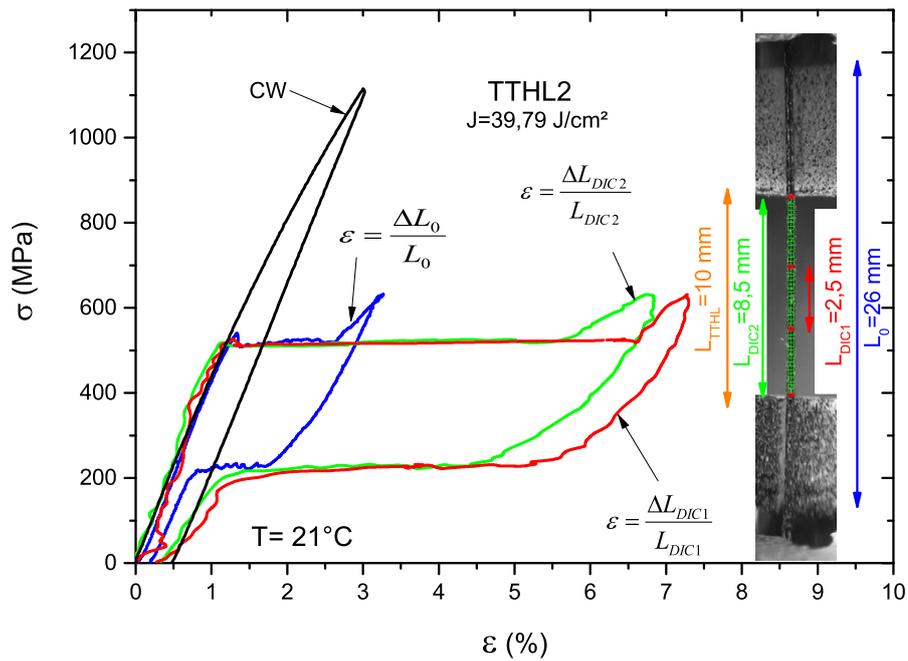


FIGURE B.13: Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL2 effectué sur la zone centrale L_{TTH} .

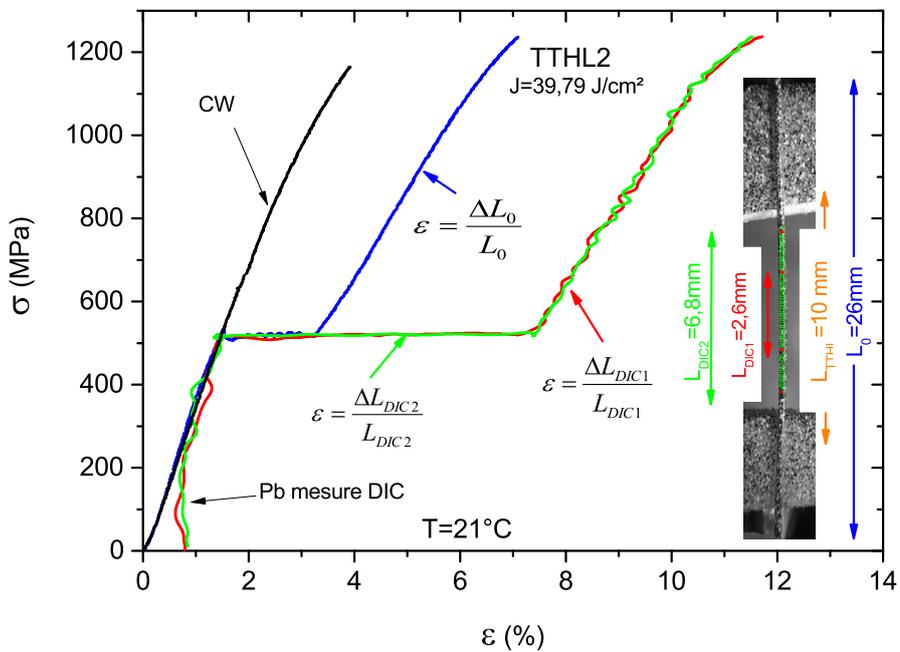


FIGURE B.14: Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL2 effectué sur la zone centrale L_{TTH} .

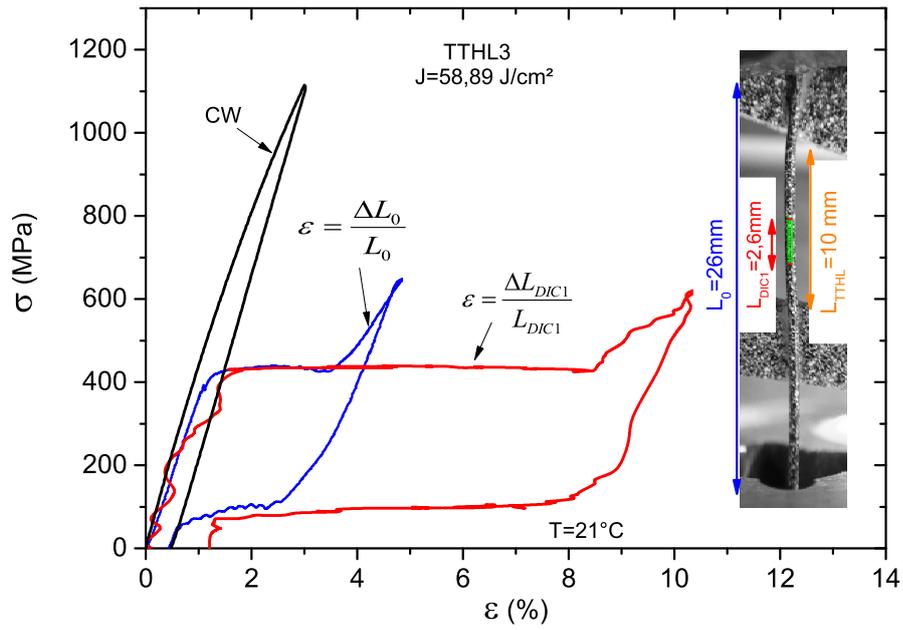


FIGURE B.15: Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL3 effectué sur la zone centrale L_{TTH} .

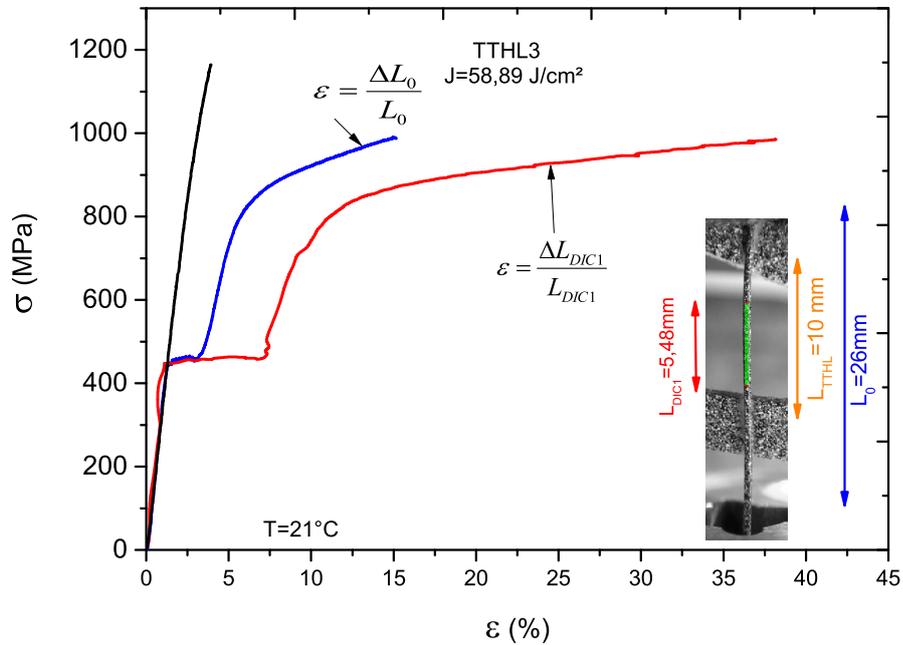


FIGURE B.16: Essai de traction réalisé sur le fil CW avant et après le TTHL3 effectué sur la zone centrale L_{TTH} .

B.4 Conclusion

Dans le cas de l'application aiguille et la nécessité d'appliquer des TTH localement, les deux méthodes explorées, par courant électrique/effet Joule et faisceau laser semblent adaptées. Dans le cas du laser, un dispositif moins puissant disposant d'un mandrin rotatif doit permettre des traitements localisés avec de multiples possibilités : traitement sur une génératrice, motifs plus complexes afin d'obtenir un matériau architecturés aux comportements locaux très variés. Ces comportements locaux sont contrôlés par les trajectoires et les paramètres lasers. Dans le cas de l'application aiguille, ces essais Laser ont permis de définir un cahier des charges pour acquérir un Laser plus adapté.

Articles et conférences

Machado, G., Louche, H., **Alonso, T.**, et Favier, D. (2015). Superelastic cellular NiTi tube-based materials : Fabrication, experiments and modeling. *Materials & Design*, **65**, 212–220.

Sittner, P., Heller, L., Pilch, J., Curfs, C., **Alonso, T.**, et Favier, D. (2014). Young's modulus of austenite and martensite phases in superelastic niti wires. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **23**, 2303–2314.

Connesson N., Chagnon, G., Favier, D., **Alonso, T.**, Rebouah, M. Rey, T., Tissot, F., Antherieu, G., Machado G. (2013). Architected biomaterials for medical devices. *Grenoble Interdisciplinary Days, 26-27 septembre, Grenoble*.

Alonso, T., Favier, D., Chagnon, G., Sittner, P., and Liu, Y., (2013). Dynamic Mechanical Spectroscopy of Nanograined Thin NiTi Wires. In *The International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST)* , **23**, 2303–2314.

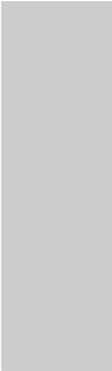
Alonso, T., Favier, D., Chagnon, G., Sittner, P., Liu, Y., and Heller, L. (2013). Measurement by DMA in tension of elastic moduli and transformation behaviour of fine Nitinol medical wires as function of stress and temperature. In *8th European Symposium Solid Mechanics Conference, Graz, Austria, Organisers G.A Holzapfel, R.W Ogden*.

Favier D., **Alonso T.**, Chagnon G., Delobelle V., Louche H., Machado G., Waltz L., Rio G., Liu Y., (2012). Mechanical behaviour of architected NiTi materials in complex loading. In *4th International Conference on Smart Materials, Structures and Systems, CIMTEC 2012, Montecatine Terme, Italy, Jun 2012, Invited paper*.

Luboz, V., Promayon, E., Chagnon, G., **Alonso, T.**, Favier, D., Barthod, C., et Payan, Y. (2012). Validation of a light aspiration device for in vivo soft tissue characterization (lastic). In Y. Payan, editor, *Soft Tissue Biomechanical Modeling for Computer Assisted Surgery*, volume 11 of *Studies in Mechanobiology, Tissue Engineering and Biomaterials*, pages 243–256. Springer Berlin Heidelberg.

Favier, D., **Alonso, T.**, Chagnon, G., Moreau-Gaudry, A., et Liu, Y. (2011). Aiguille médicale à trajectoire modifiable et pieu pilote à rigidités multiples réalisées par traitement thermique local - Brevet fr 1159387.

Yang, W., Bonvilain, A., **Alonso, T.**, Moreau-Gaudry, A., et Basrour, S. (2010). Modeling and characterization of an instrumented medical needle in sight of new microsensor design for its insertion guidance. In *Engineering in Medicine and Biology Society (EMBC), 2010 Annual International Conference of the IEEE*, pages 6465–6468.



Bibliographie

- Abadie, J., Chaillet, N., et LExcellent, C. (2009). Modeling of a new SMA micro-actuator for active endoscopy applications. *Mechatronics*, **19**, 437–442.
- Abolhassani, N., Patel, R., et Moallem, M. (2007). Needle insertion into soft tissue : A survey. *Medical Engineering & Physics*, **29**, 413–431.
- Alterovitz, R., Goldberg, K., et Okamura, A. (2005). Planning for steerable bevel-tip needle insertion through 2D soft tissue with obstacles. In *2005 IEEE International Conference on Robotics and Automation (ICRA), VOLS 1-4*, pages 1640–1645.
- Bataillard, L., Bidaux, J.-E., et Gotthardt, R. (1998). Interaction between microstructure and multiple-step transformation in binary NiTi alloys using in-situ transmission electron microscopy observations. *Philosophical Magazine A*, **78**, 327–344.
- Bataille, F., Pawlowski, C., et Kechemair, D. (1992). Thermal regulation applied to CO₂ laser surface treatments. *Measurement Science & Technology*, **3**, 50 – 57.
- Bates, L., Beach, T., et Arnott, M. (1999). Determination of the temperature dependence of Young's modulus for stainless steel using a tuning fork. *The Journal of Undergraduate Research in Physics*, **18**, 9–13.
- Bellouard, Y., Lehnert, T., Bidaux, J.-E., Sidler, T., Clavel, R., et Gotthardt, R. (1999). Local annealing of complex mechanical devices : a new approach for developing monolithic micro-devices. *Materials Science and Engineering : A*, **273-275**, 795–798.
- Beseghini, S., Villa, E., et Portman, J. (2006). DMA characterization of a Ni50.5at%Ti shape memory alloys. *International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics*, **23**, 33–38.
- Churchill, C., Shaw, J., et Iadicola, M. (2009a). Tips and Tricks for Characterizing Shape Memory Alloy Wire : Part 2-Fundamental Isothermal Responses. *Experimental Techniques*, **33**, 51–62.

- Churchill, C., Shaw, J., et Iadicola, M. (2009b). Tips and Tricks for Characterizing Shape Memory Alloy Wire : Part 3-Localization and Propagation Phenomena. *Experimental Techniques*, **33**, 70–78.
- Churchill, C., Shaw, J., et Iadicola, M. (2010). Tips and Tricks for Characterizing Shape Memory Alloy Wire : Part 4 - Thermo-Mechanical Coupling. *Experimental Techniques*, **34**, 63–80.
- Delville, R., Malard, B., Pilch, J., Sittner, P., et Schryvers, D. (2010). Microstructure changes during non-conventional heat treatment of thin NiTi wires by pulsed electric current studied by transmission electron microscopy. *Acta Materialia*, **58**, 4503–4515.
- Dennis, R. et Tu, J. (2008). Development of a localized heat treatment system for shape memory alloy wires using an ytterbium fiber laser. *Journal of Materials Processing Technology*, **199**, 245–255.
- Dombre, E., Poignet, P., et Pierrot, F. (2012). Design of Medical Robots. In J. Troccaz, editor, *Medical Robotics*, pages 141–176. Wiley.
- Duerig, T. W. (2006). Some unsolved aspects of Nitinol. *Materials Science and Engineering A*, **438-440**, 69–74.
- Dunand, D., Mari, D., Bourke, M., et Roberts, J. (1996). Niti and niti-tic composites : Part iv. neutron diffraction study of twinning and shape-memory recovery. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **27**, 2820–2836.
- Emiliavaca, A. (2013). Etude de l'influence des différents traitements thermiques sur le comportement thermomécanique de fils nickel-titane. application à une aiguille intelligente. Rapport de stage - Grenoble INP- ENSE3.
- Favier, D. et Liu, Y. (2000). Restoration by rapid overheating of thermally stabilised martensite of NiTi shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, **297**, 114–121.
- Favier, D., Liu, Y., et McCormick, P. (1993). Three stage transformation behaviour in aged niti. *Scripta Metallurgica et Materialia*, **28**, 669 – 672.
- Favier, D., Louche, H., Schlosser, P., Orgéas, L., Vacher, P., et Debove, L. (2007). Homogeneous and heterogeneous deformation mechanisms in an austenitic polycrystalline NiTi thin tube under tension. Investigation via temperature and strain fields measurements. *Acta Materialia*, **55**, 5310–5322.
- Favier, D., Alonso, T., Chagnon, G., Moreau-Gaudry, A., et Liu, Y. (2011). Aiguille médicale à trajectoire modifiable et pieu pilote à rigidités multiples réalisées par traitement thermique local - fr 1159387.
- Fischer, H., Vogel, B., Pfleging, W., et Besser, H. (1999). Flexible distal tip made of nitinol (NiTi) for a steerable endoscopic camera system. *Materials Science and Engineering : A*, **273-275**, 780–783.

- Furukawa (2000). Shape memory alloys & super-elastic alloys. <http://www.furukawa-ftm.com>.
- Gabo (2014). <http://gabo.com/2/products/eplerox-dma-dmts/>.
- Gall, K., Tyber, J., Brice, V., Frick, C. P., Maier, H. J., et Morgan, N. (2005). Tensile deformation of NiTi wires. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, **75**, 810–823.
- Jiang, F., Liu, Y., Yang, H., Li, L., et Zheng, Y. (2009). Effect of ageing treatment on the deformation behaviour of Ti%50.9 at.% Ni. *Acta Materialia*, **57**, 4773–4781.
- Kataoka, H., Washio, T., Audette, M., et Mizuhara, K. (2001). A model for relations between needle deflection, force, and thickness on needle penetration. In *Proceedings of the 4th International Conference on Medical Image Computing and Computer-Assisted Intervention*, MICCAI '01, pages 966–974, London, UK, UK. Springer-Verlag.
- Kauffman, G. Mayo, I. (1997). The story of nitinol : The serendipitous discovery of the memory metal and its applications. *The Chemical Educator*, **2**, 1–21.
- Kechemair, D., a. L. P. et Dubouchet, C. (1996). Application des lasers aux traitements de surface. *Techniques de l'Ingénieur*. fre.
- Khalil-allafi, J., Dlouhy, A., et Eggeler, G. (2002). Ni₄Ti₃-precipitation during aging of NiTi shape memory alloys and its influence on martensitic phase transformations. *Acta Materialia*, **50**, 4255–4274.
- Khandelwal, A. et Buravalla, V. (2009). Models for Shape Memory Alloy Behavior : An overview of modeling approaches. *Transformation*, **1**, 111–148.
- Lagoudas, D. C., Entchev, P. B., Popov, P., Patoor, E., Brinson, L. C., et Gao, X. (2006). Shape memory alloys, Part II : Modeling of polycrystals. *Mechanics of Materials*, **38**, 430–462.
- Liu, Y. (1990). *Shape Memory Behaviour in NiTi*. Ph.D. thesis, University of Western Australia.
- Liu, Y. et McCormick, P. (1994). Thermodynamic analysis of the martensitic transformation in NiTi. Effect of heat treatment on transformation behaviour. *Acta Metallurgica et Materialia*, **42**, 2401–2406.
- Liu, Y. et van Humbeeck, J. (1997). On the damping behaviour of NiTi shape memory alloy. *Journal de physique IV*, **7**, 519–524.
- Liu, Y. et Van Humbeeck, J. (1998). Luders-like deformation associated with martensite reorientation in NiTi. *Scripta Materialia*, **39**, 1047–1055.
- Liu, Y. et Xiang, H. (1998). Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi. *Journal of Alloys and Compounds*, **270**, 154–159.

- Liu, Y. et Yang, H. (2007). Strain dependence of the clausius-clapeyron relation for thermoelastic martensitic transformations in niti. *Smart Materials and Structures*, **16**, S22.
- Liu, Y., Humbeeck, J. V., Stalmans, R., et Delaey, L. (1997). Some aspects of the properties of niti shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, **247**, 115 – 121.
- Liu, Y., Mahmud, A., Kursawe, F., et Nam, T.-H. (2008). Effect of pseudoelastic cycling on the Clausius?Clapeyron relation for stress-induced martensitic transformation in NiTi. *Journal of Alloys and Compounds*, **449**, 82–87.
- Mahmud (2008). *Thermomechanical treatment of Ni-Ti shape memory Alloy*. Ph.D. thesis, The University of Western Australia.
- Marquez, J., Slater, T., et Sczerzenie, F. (1997). Determining the transformation ttemperature of nitialloys using difdifferent scanning calorimetry. In A. Pelton, D. Hodgson, M. Russel, et T. Duerig, editors, *Proceedings 2nd Internationnal Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST); Asimomar 1997*, pages 13–18.
- Meier, H. et Oelschlaeger, L. (2004). Numerical thermomechanical modelling of shape memory alloy wires. *Materials Science and Engineering : A*, **378**, 484–489.
- Melton, K. et Mercier, O. (1981). The mechanical properties of niti-based shape memory alloys. *Acta Metallurgica*, **29**, 393 – 398.
- Memometal (2001). <http://www.memometal.com>.
- Menard, K. P. (2008). *Dynamic mechanical analysis : a practical introduction*. CRC press.
- Meng, Q., Yang, H., Liu, Y., et Nam, T.-h. (2010). Transformation intervals and elastic strain energies of B2-B19' martensitic transformation of NiTi. *Intermetallics*, **18**, 2431–2434.
- Meng, Q., Liu, Y., Yang, H., Shariat, B. S., et Nam, T.-h. (2012). Functionally graded NiTi strips prepared by laser surface anneal. *Acta Materialia*, **60**, 1658–1668.
- Meng, Q., Yang, H., Liu, Y., hyun Nam, T., et Favier, D. (2013). Ti-50.8 at. ni wire with variable mechanical properties created by spatial electrical resistance over-ageing. *Journal of Alloys and Compounds*, **577**, Supplement 1, S245 – S250. {SI} :ICOMAT2011.
- Metals, F. W. (2014). <http://www.fwmetals.com/nitinol-wire.php>.
- Miyazaki, S. et Ohmi, K. Otsuka, Y. S. (1982). Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloys. *Journal de Physique. Colloque C4 12 (43) (1982) C4-255 ?260*.
- Miyazaki, S. et Otsuka, K. (1984). Mechanical behaviour associated with the premartensitic rhombohedral-phase transition in a Ti 50 Ni 47 Fe 3 alloy. *Philosophical Magazine A*, **50**, 393–408.

- Miyazaki, S., Imai, T., Igo, Y., et Otsuka, K. (1986). Effect of cyclic deformation on the pseudoelasticity characteristics of ti-ni alloys. *Metallurgical Transactions A*, **17**, 115–120.
- Nitinol (2004). <http://www.nitinol.com/nitinol-university/material-properties>.
- Olbricht, J., Yawny, A., Pelegrina, J., Eggeler, G., et Yardley, V. (2013). Characteristics of the stress-induced formation of r-phase in ultrafine-grained niti shape memory wire. *Journal of Alloys and Compounds*, **579**, 249 – 252.
- Orgeas, L. et Favier, D. (1998). Stress-induced martensitic transformation of a NiTi alloy in isothermal shear, tension and compression. *Acta Materialia*, **46**, 5579–5591.
- Ortin, J. et Planes, A. (1989). Thermodynamics of thermoelastic martensitic transformations. *Acta Metallurgica*, **37**, 1433 – 1441.
- Otsuka, K. et Ren, X. (2005). Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*, **50**, 511–678.
- Otsuka, K. et Shimizu, K. (1986). Pseudoelasticity and shape memory effects in alloys. *International Metals Reviews*, **31**, 93–114.
- Patel, J. et Cohen, M. (1953). Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation. *Acta Met*, **1**, 531–538.
- Patoor, E., Lagoudas, D. C., Entchev, P. B., Brinson, L. C., et Gao, X. (2006). Shape memory alloys, Part I : General properties and modeling of single crystals. *Mechanics of Materials*, **38**, 391–429.
- Pelton, a. R., Dicello, J., et Miyazaki, S. (2000). Optimisation of processing and properties of medical grade Nitinol wire. *Minimally Invasive Therapy & Allied Technologies*, **9**, 107–118.
- Prokoshkin, S., Brailovski, V., Inaekyan, K., Demers, V., Khmelevskaya, I., Dobatkin, S., et Tatyannin, E. (2008). Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti-Ni shape memory alloys. *Materials Science and Engineering : A*, **481-482**, 114–118.
- Rajagopalan, S., Little, a. L., Bourke, M. a. M., et 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**, 081901.
- Robert, A. (2013). *Navigation of a medical deformable needle*. Ph.D. thesis, Université de Grenoble.
- Robert, A., Chagnon, G., Cinquin, P., et Moreau-Gaudry, A. (2013). Using a 3d needle-tissue force distribution basis to optimise the design of an instrumented needle. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, **16**, 320–322.
- Roy, D., Buravalla, V., Mangalgi, P., Allegavi, S., et Ramamurty, U. (2008). Mechanical characterization of NiTi SMA wires using a dynamic mechanical analyzer. *Materials Science and Engineering : A*, **494**, 429–435.

- Salamon, M., Meichle, M., et Wayman, C. (1985). Premartensitic phases of Ti50Ni47Fe3. *Physical Review B*, **31**, 7306–7315.
- Sars, V. D., Haliyo, S., et Szewczyk, J. (2010). A practical approach to the design and control of active endoscopes. *Mechatronics*, **20**, 251–264.
- Schlosser (2008). *Influence of thermal and mechanical aspects on deformation behaviour of NiTi alloys*. Ph.D. thesis, University of Grenoble.
- Schlosser, P., Favier, D., Louche, H., et Orgeas, L. (2008). Experimental Characterization of NiTi SMAs Thermomechanical Behaviour Using Temperature and Strain Full-Field Measurements. *Advances in Science and Technology*, **59**, 140–149.
- Sharifi, E. M., Karimzadeh, F., et Kermanpur, a. (2014). The effect of cold rolling and annealing on microstructure and tensile properties of the nanostructured Ni50Ti50 shape memory alloy. *Materials Science and Engineering : A*, **607**, 33–37.
- Shaw, J. et Kyriakides, S. (1995). Thermomechanical aspects of NiTi. *J. Mech Phys. Solids*, **43**, 1243–1281.
- Shaw, J. et Kyriakides, S. (1997). On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy. *Acta Mater*, **45**, 683–700.
- Shaw, J., Churchill, C., et Iadicola, M. (2008). Tips and Tricks for Characterizing Shape Memory Alloy Wire : Part 1-Differential Scanning Calorimetry and Basic Phenomena. *Experimental Techniques*, **32**, 55–62.
- Sittner, P., Liu, Y., et Novak, V. (2005). On the origin of Lüders-like deformation of NiTi shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, **53**, 1719–1746.
- Sittner, P., Landa, M., Lukas, P., et Novak, V. (2006). R-phase transformation phenomena in thermomechanically loaded NiTi polycrystals. *Mechanics of Materials*, **38**, 475–492.
- Sittner, P., Heller, L., Pilch, J., Curfs, C., Alonso, T., et Favier, D. (2014). Young’s modulus of austenite and martensite phases in superelastic niti wires. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **23**, 2303–2314.
- Stachowiak, G. et McCormick, P. (1987). Two stage yielding in a niti alloy. *Scripta Metallurgica*, **21**, 403 – 406.
- Stachowiak, G. et McCormick, P. (1988). Shape memory behaviour associated with the r and martensitic transformations in a niti alloy. *Acta Metallurgica*, **36**, 291 – 297.
- Steen, W. et Mazunder, J. (2010). *Laser Materials Processing 4th Edition*. Springer Verlag.
- Tan, G., Liu, Y., Sittner, P., et Saunders, M. (2004). Lüders-like deformation associated with stress-induced martensitic transformation in NiTi. *Scripta Materialia*, **50**, 193–198.

- Tang, W. (1997). Thermodynamic study of the low-temperature phase b19' and the martensitic transformation in near-equiatomic ti-ni shape memory alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **28**, 537–544.
- Tsuchiya, K., Inuzuka, M., Tomus, D., Hosokawa, a., Nakayama, H., Morii, K., Todaka, Y., et Umemoto, M. (2006). Martensitic transformation in nanostructured TiNi shape memory alloy formed via severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering : A*, **438-440**, 643–648.
- Vacher, Dumoulin, S., et Morestin, F. (1999). Bidimensional deformation measurement using digital images. *Proc Instn Mech Engrs*, **213**, 811–817.
- Vaidyanathan, R., Bourke, M. A. M., et Dunand, D. C. (1999). Analysis of neutron diffraction spectra acquired in situ during stress-induced transformations in superelastic NiTi. *Journal of Applied Physics*, **86**, 3020–3029.
- Wagner, M. F. X. et Windl, W. (2008). Lattice stability, elastic constants and macroscopic moduli of NiTi martensites from first principles. *Acta Materiala*, **56**, 6232–6245.
- Wang, X., Bellouard, Y., Xue, Z., et Vlassak, J. J. (2007). Thermal modeling of laser-annealing-induced crystallization of amorphous NiTi thin films. *Applied Physics A*, **90**, 689–694.
- Wang, Y., Zheng, Y., et Liu, Y. (2009). Effect of short-time direct current heating on phase transformation and superelasticity of Ti-50.8at.%Ni alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, **477**, 764–767.
- Webster, R. J. (2006). Nonholonomic Modeling of Needle Steering. *The International Journal of Robotics Research*, **25**, 509–525.
- Wedlick, T. R. et Okamura, A. M. (2009). Characterization of pre-curved needles for steering in tissue. *Conference proceedings : Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society. IEEE Engineering in Medicine and Biology Society. Conference*, **2009**, 1200–3.
- Wollants, P., Roos, J., et Delaey, L. (1993). Thermally- and stress-induced thermoelastic martensitic transformations in the reference frame of equilibrium thermodynamics. *Progress in Materials Science*, **37**, 227 – 288.
- Yang, W. (2011). *Conception et intégration de microsystèmes sur un cylindre pour la mesure de ses déformations : application à un outil du domaine de la santé*. Ph.D. thesis, Université de Grenoble.
- Yang, W., Bonvilain, A., Alonso, T., Moreau-Gaudry, A., et Basrour, S. (2010). Modelling and characterization of an instrumented medical needle in sight of new microsensor design for its insertion guidance. In *Engineering in Medicine and Biology Society (EMBC), 2010 Annual International Conference of the IEEE*, pages 6465–6468.
- Yoneyama et Miyasaki, editors (2008). *Shape Memory Alloys for biomedical applications*. Woodhead Publishing.

- Young, M., Wagner, M.-X., Frenzel, J., Schmahl, W., et Eggeler, G. (2010). Phase volume fractions and strain measurements in an ultrafine-grained NiTi shape-memory alloy during tensile loading. *Acta Materialia*, **58**, 2344–2354.
- Yu, W. (1992). *Thermal analysis in metallurgy*, chapter The application of thermal analysis in the study of NiTi shape memory alloys, pages 187–204. Warrendale, PA :AIME.
- Zanotti, C., Giuliani, P., Tuissi, a., Arnaboldi, S., et Casati, R. (2009). Response of NiTi SMA wire electrically heated. *ESOMAT 2009 - 8th European Symposium on Martensitic Transformations*, **06037**, 1–7.
- Zanotti, C., Giuliani, P., Arnaboldi, S., et Tuissi, a. (2011). Analysis of Wire Position and Operating Conditions on Functioning of NiTi Wires for Shape Memory Actuators. *Journal of Materials Engineering and Performance*, **20**, 688–696.
- Zheng, Y., Jiang, F., Li, L., Yang, H., et Liu, Y. (2008). Effect of ageing treatment on the transformation behaviour of Ti 50.9at.% Ni alloy. *Acta Materialia*, **56**, 736–745.