



**HAL**  
open science

# Caractérisation et modélisation du comportement mécanique de matériaux supraconducteurs

Gilles Lenoir

► **To cite this version:**

Gilles Lenoir. Caractérisation et modélisation du comportement mécanique de matériaux supraconducteurs. Autre. Université Paris Saclay (COmUE), 2017. Français. NNT : 2017SACLC044 . tel-01599832

**HAL Id: tel-01599832**

**<https://theses.hal.science/tel-01599832>**

Submitted on 2 Oct 2017

**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.

NNT : 2017SACL044

**THESE DE DOCTORAT  
DE  
L'UNIVERSITE PARIS-SACLAY  
PREPAREE A  
CENTRALESUPELEC**

ÉCOLE DOCTORALE N° 579  
Sciences Mécaniques et Énergétiques, Matériaux et Géoscience

Spécialité de doctorat : Mécanique des Matériaux

Par

**M. Gilles Lenoir**

Caractérisation et modélisation du comportement mécanique  
de matériaux supraconducteurs

**Thèse présentée et soutenue à Châtenay-Malabry, le 7 Juillet 2017.**

**Composition du Jury :**

M. Laurent Daniel	Professeur, CentraleSupélec	Président
M. Luca Bottura	Ingénieur chercheur, CERN	Rapporteur
M. Vincent Maurel	Enseignant chercheur, Mines ParisTech	Rapporteur
M. Christian-Éric Bruzek	Ingénieur chercheur, NEXANS	Examineur
M. Jean-Yves Buffière	Professeur, INSA de Lyon	Examineur
M. Damien Durville	Chargé de recherche, CNRS / CentraleSupélec	Examineur
Mme Véronique Aubin	Professeur, CentraleSupélec	Directrice de thèse
M. Pierre Manil	Ingénieur chercheur, CEA Saclay	Invité



# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>5</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>7</b>
<b>I Supraconductivité, brin et mécanique</b>	<b>11</b>
I.1 Introduction à la supraconductivité . . . . .	12
I.1.1 Qu'est-ce qu'un matériau supraconducteur? . . . . .	12
I.1.2 Domaine supraconducteur : $I_c$ , $B_c$ , $T_c$ . . . . .	13
I.1.3 Composites multifilamentaires et matériaux concernés . . . . .	16
I.1.4 Comportement mécanique et supraconductivité . . . . .	17
I.1.5 Applications des supraconducteurs . . . . .	19
I.2 De la structure au brin . . . . .	25
I.2.1 Câble CICC et brins $Nb_3Sn$ -IT . . . . .	26
I.2.2 Câble Rutherford et brins $Nb_3Sn$ -PIT et RRP . . . . .	31
I.2.3 Câble pour le transport de l'électricité et brins $MgB_2$ -PIT . . . . .	35
I.3 Problématiques liées aux câbles supraconducteurs . . . . .	39
I.3.1 Dégradations des performances électriques des câbles . . . . .	39
I.3.2 Modèle électromécanique couplé de câbles supraconducteurs . . . . .	40
I.4 Conclusion . . . . .	43
<b>II Étude expérimentale des brins supraconducteurs</b>	<b>45</b>
II.1 Objectifs de la caractérisation . . . . .	48
II.1.1 Sollicitations . . . . .	48
II.1.2 Besoins . . . . .	49
II.1.3 Bilan des essais mécaniques nécessaires . . . . .	50
II.2 Études disponibles dans la littérature . . . . .	52
II.2.1 Brins $Nb_3Sn$ . . . . .	52
II.2.2 Brins $MgB_2$ . . . . .	62
II.2.3 Discussion . . . . .	69
II.3 Essais de traction monotone avec décharges . . . . .	72
II.3.1 Protocole expérimental et outils . . . . .	72
II.3.2 Post-traitement des données . . . . .	79
II.3.3 Résultats des essais . . . . .	80
II.4 Essais de traction-compression . . . . .	89
II.4.1 Matériel et protocole expérimental . . . . .	89
II.4.2 Post-traitement des données . . . . .	89
II.4.3 Résultats de traction-compression sur brin $MgB_2$ . . . . .	90
II.5 Essais de nano-indentation . . . . .	94
II.5.1 Principe . . . . .	94

II.5.2	Matériels, protocole et méthode de préparation . . . . .	96
II.5.3	Post-traitement des données . . . . .	99
II.5.4	Résultats des essais . . . . .	101
II.5.5	Discussion sur les propriétés locales des brins Nb <sub>3</sub> Sn . . . . .	105
II.6	Conclusion . . . . .	109
<b>III</b>	<b>Modélisation et identification du comportement</b>	<b>111</b>
III.1	Représentation de la structure et du comportement mécanique d'un brin composite . . . . .	113
III.1.1	Modèles mécaniques existants de brins supraconducteurs . . . . .	113
III.1.2	Représentation de la structure composite . . . . .	119
III.1.3	Modélisation élasto-plastique de la structure . . . . .	121
III.1.4	Bilan de la modélisation générale d'un brin composite . . . . .	126
III.2	Stratégie d'identification et résolution numérique . . . . .	127
III.2.1	Identification inverse et optimisation . . . . .	127
III.2.2	Procédure d'identification . . . . .	132
III.3	Applications de la démarche aux brins . . . . .	136
III.3.1	Identification du comportement du brin MgB <sub>2</sub> . . . . .	136
III.3.2	Identification du comportement du brin Nb <sub>3</sub> Sn-IT . . . . .	160
III.4	Conclusion . . . . .	177
<b>IV</b>	<b>Étude de l'endommagement</b>	<b>179</b>
IV.1	Introduction . . . . .	180
IV.2	Étude du plateau-Localisation de la déformation . . . . .	181
IV.2.1	Premières analyses . . . . .	181
IV.2.2	Essais de traction avec extensométrie optique . . . . .	183
IV.2.3	Essais de traction dans un tomographe à rayon X . . . . .	188
IV.2.4	Impact d'une sollicitation cyclique . . . . .	190
IV.2.5	Discussion . . . . .	193
IV.3	Observation des premiers stades d'endommagement . . . . .	193
IV.3.1	Essais de traction <i>in situ</i> à un tomographe à rayon X . . . . .	194
IV.3.2	Observation suite à des essais de traction interrompus . . . . .	199
IV.3.3	Discussion . . . . .	204
IV.4	Conclusion . . . . .	205
	<b>Conclusion et Perspectives</b>	<b>207</b>
	<b>Annexe A Code d'Identification de Lois de COmportement–ILCo</b>	<b>213</b>
A.1	Structure du code . . . . .	214
A.2	Données d'entrées et formalisme . . . . .	214
A.3	Calcul de la réponse du modèle . . . . .	215
A.4	Calcul de la fonction objectif . . . . .	216
A.5	Algorithmes de résolution et options d'optimisation . . . . .	216
	<b>Annexe B Données et résultats des optimisations pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT</b>	<b>219</b>
B.1	Identification du module d'élasticité du set filaments . . . . .	220
B.2	Optimisation macroscopiques . . . . .	221
	<b>Bibliographie</b>	<b>223</b>

# Remerciements

La première personne que je tiens à remercier est ma directrice de thèse, Véronique Aubin, sans qui cette thèse n'aurait pas été possible. Non seulement pour tous ce que j'ai pu apprendre à son contact mais également pour m'avoir supporté durant ces années ("Véronique, tu aurais deux minutes?").

Cette thèse a été réalisé au sein de l'ANR COCASCOPE avec un partenariat entre le MSSMat de CentraleSupélec, Nexans, Armines, le MATEIS de l'INSA de Lyon, l'IRFM du CEA de Cadarache, l'IRFU du CEA de Saclay. Merci à Damien Durville, Christian-Éric Bruzek, Guillaume Vega, Petr Dokladal, Jean-Yves Buffière, Éric Maire, Daniel Ciazynski, Alexandre Torre, François Nunio et bien sûr Pierre Manil pour les réunions et discussions (pas toujours scientifique et toujours très agréable) que l'on a pu avoir et qui m'ont permis d'arriver là où j'en suis aujourd'hui.

Des remerciements supplémentaires à Pierre, pour m'avoir permis de présenter mes travaux au CERN, d'être si investi, ouvert et intéressé lors de nos différentes discussions et prêt à mener à bien certaines des perspectives qu'ouvrent ces travaux.

Je tiens à remercier les membres du jury et particulièrement mes deux rapporteurs, Vincent Maurel et Luca Bottura, d'avoir accepté de lire ce manuscrit et de rédiger un rapport.

J'ai passé des années inoubliables au laboratoire MSSMat. Merci à toute l'équipe (ils se reconnaîtront) que ce soit pour les attaques chimiques et CP, les essais et discussions autour des machines en travée, pour toute la partie administrative, pour les reprises de pièces ou les discussions motos mais également pour tous ces midis passés ensemble! J'ai passé de super moment avec vous!

Merci aux chercheurs du labo avec qui j'ai échangé que ce soit pour leur aide sur les manips, les simulations ou le code mais aussi pour les discussions tard le soir (merci Thierry!).

Bien sûr, merci aux thésards et post-doc que j'ai pu rencontrer, il y aurait tellement à dire... Merci particulièrement à Matthieu, Diana, Silvi, Sofi, Aurélie et Mike avec qui j'ai passé de nombreux moments. Un très grand merci à Matthieu, tu m'as supporté dans le bureau, tu as fait le café quand j'avais la flemme, tu m'as écouté me plaindre, tu

## REMERCIEMENTS

---

m'as accompagné au bar et tu as lu et relu mon manuscrit... Je ne saurais te remercier assez (le template Latex suffit?).

Je tiens également à remercier les amis extérieurs à la thèse, qui ont supportés mes explications et discussions sur les supraconducteurs et la mécanique en se plaignant peu (sauf séb...), qui ont toujours été présents et qui sont pour certains même venu à la soutenance!

Merci Sarah d'avoir été présente et surtout d'être restée! Merci de m'avoir toujours écouté et soutenu, particulièrement dans les derniers mois lorsque mon humeur était encore pire que d'habitude.

Je n'aurais pas pu faire cette thèse sans mes parents. Merci à mon vieux père, à m'an et également à ma sœur. Merci à ma famille qui a toujours été là et qui m'a toujours soutenu à travers toutes ces années.

Merci à ceux que j'ai pu oublier et qui ont pu me toucher de près ou de loin au cours de ces dernières années. Cette thèse a été une épreuve autant scientifique que personnelle, c'est une étape importante de ma vie qui a participer à faire ce que je suis aujourd'hui. Merci.

# Introduction générale

Les matériaux supraconducteurs connaissent actuellement un fort développement avec deux principales applications : les aimants à haut champ et le transport de courant.

La course aux champs magnétiques intenses, particulièrement active dans le domaine de la physique des hautes énergies (LHC, ITER) et dans celui de l'imagerie par résonance magnétique (IRM), implique des champs donc des efforts magnétiques toujours plus élevés dans le conducteur, poussé au plus près de ses limites mécaniques. Or, pour dépasser la limite d'environ 12 Tesla permise par le niobium-titane (NbTi), l'utilisation de matériaux tels que le niobium-étain (Nb<sub>3</sub>Sn) ou certains supraconducteurs à haute température critique, devient indispensable. Ces matériaux sont toutefois fragiles et présentent une sensibilité au comportement mécanique. Les concepteurs d'aimants à haut champ doivent donc concevoir des aimants générant des forces considérables mais constitués de matériaux fragiles et dépendant de la déformation.

Dans le domaine du transport de courant, l'utilisation des supraconducteurs est en pleine expansion car ils permettent de transporter une densité de courant plus élevée avec un encombrement plus faible. Le défi actuel consiste à utiliser des matériaux supraconducteurs à haute température critique (comme le MgB<sub>2</sub>, supraconducteur en dessous de 39 K) pour ne pas avoir recours à un refroidissement par hélium liquide au coût très élevé. Ce type de matériau est toutefois récent et le MgB<sub>2</sub>, découvert en 2000, est encore mal connu. Par leurs propriétés ou leur faible coût, ces conducteurs présentent un potentiel important dans le développement de câbles très compacts pour le transport de très fortes intensités de courant à basse tension pour des applications industrielles (usines d'électrolyse), les équipements scientifiques des hautes énergies (collisionneur LHC, tokamak,...), la distribution dans des environnements confinés (navires,...) et la mise en commun de stations de conversion pour des villes, des campus universitaires, des parcs éoliens et solaires ou dans le réseau ferroviaire.

Les câbles supraconducteurs utilisés dans ces applications sont composés d'un assemblage de fils composites eux-mêmes constitués de filaments supraconducteurs de petite dimension (d'un diamètre allant de quelques  $\mu\text{m}$  à plusieurs dizaines) noyés dans une matrice métallique. Il en résulte une structure composite multi-échelle complexe.

Les propriétés électriques de ces matériaux supraconducteurs sont liées aux déformations mécaniques qu'ils subissent. Cette dépendance est connue pour être responsable de dégradations dans les performances électriques des câbles supraconducteurs. Afin d'optimiser leurs performances globales, la prédiction et la compréhension de leur comportements mécanique et électrique sont nécessaires. Cette prédiction passe par leur modélisation, tout d'abord mécanique pour obtenir leur état de déformation, puis électrique pour prédire leur performance.

La complexité de la structure des câbles et la nécessité d'accéder au comportement du matériau supraconducteur ne rend pas possible une modélisation homogénéisée. Les études menées dans ce sens ont montré qu'il est nécessaire de comprendre les phénomènes survenant à l'échelle du brin pour pouvoir appréhender et prédire le comportement à l'échelle du câble.

Dans ce sens, le projet COCASCOPE financé par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) vise à la modélisation du **CO**mportement de **CÂ**ble **Supra**Conducteurs à différentes échelles pour l'**Opt**imisation de leurs **Per**formances **É**lectriques.

Cet objectif est traité au travers de plusieurs étapes : la caractérisation et l'identification du comportement mécanique d'un brin, la validation de la géométrie de câbles après mise en forme, la modélisation mécanique multi-échelle des câbles pour la simulation de leur mise en forme et de leur utilisation associée à une modélisation électrique de leur comportement. Ce projet fait donc appel à différents domaines de compétences et a réuni des acteurs de la recherche internationale pouvant répondre à ces problématiques : l'Institut de Recherches sur les lois Fondamentales de l'Univers (IRFU) du CEA Saclay, le laboratoire MATEIS (matériaux, ingénierie et sciences) de l'INSA de Lyon, le Centre de Morphologie Mathématique (CMM) de l'association ARMINES de l'École des Mines de Paris, l'Institut de Recherche sur la Fusion par confinement Magnétique (IRFM) du CEA Cadarache, le groupe Nexans et le laboratoire MSS-Mat de l'École CentraleSupélec dans lequel cette thèse a été effectuée.

C'est dans ce contexte que s'inscrit le travail de la thèse présenté dans ce manuscrit. L'objectif global de la thèse est d'étudier le comportement mécanique à l'échelle du brin afin d'apporter des éléments de compréhension du comportement mécanique et de fournir des données aux simulations numériques à l'échelle du câble. En effet, les données disponibles concernant le comportement mécanique des brins supraconducteurs sont encore limitées. Les modèles développés jusqu'ici atteignent également leur limite d'utilisation et montrent des difficultés à prédire une réponse satisfaisante aux sollicitations complexes auxquelles sont soumis les brins lors de leur fabrication ou leur utilisation.

Cet objectif est réalisé en trois principales étapes : la caractérisation expérimentale au travers de la construction d'une base de données associée à des protocoles d'essais

---

spécifiques, la modélisation du comportement reposant sur l'exploitation des données de caractérisation et l'étude des phénomènes d'endommagement dans les brins.

La caractérisation d'un brin supraconducteur n'est cependant pas aisée : c'est un fil composite fragile de faible diamètre. Afin d'apporter une étude pertinente du comportement mécanique des brins, la connaissance du domaine d'utilisation et des implications du lien comportement électrique/mécanique, de la structure des brins et de leur fabrication est nécessaire. C'est l'objet du premier chapitre de ce manuscrit.

La caractérisation expérimentale d'un fil composite fragile de faible diamètre est complexe. Il s'agit donc de mettre en place des essais de caractérisation mécanique dans le but d'obtenir des données fiables et pertinentes, en rapport avec les travaux de la littérature. Ce sera l'objet du second chapitre.

En utilisant les données expérimentales générées lors de la caractérisation, une stratégie de modélisation du comportement mécanique à l'échelle des brins est construite, en tenant compte de la structure composite interne. L'objectif est d'alimenter les simulations numériques à l'échelle du câble. Le modèle retenu doit donc être implémentable dans les différents codes employés dans le projet, être relativement simple pour s'intégrer dans une simulation multi-échelle tout en prédisant un comportement d'une précision satisfaisante pour alimenter les codes de simulation électrique. Ces contraintes, le choix du modèle ainsi que l'identification des paramètres pour deux brins supraconducteurs sont traités dans le troisième chapitre.

Enfin, pour améliorer la compréhension et la modélisation du comportement mécanique des brins, l'étude des phénomènes mis en jeu lors de leur endommagement est nécessaire. Le quatrième chapitre présente une étude des phénomènes de ruine observés sur les essais de caractérisation et propose des protocoles de caractérisation de l'endommagement des brins supraconducteurs et du lien avec la dégradation des performances électriques.

Pour résumer, cette thèse propose une caractérisation complète du comportement mécanique de brins supraconducteurs dans le but d'alimenter les simulations électromécaniques couplées de câbles supraconducteurs et apporte des éléments de compréhension des phénomènes d'endommagement des brins.



# Chapitre I

## Supraconductivité, brin et mécanique

### Sommaire

---

<b>I.1 Introduction à la supraconductivité</b> . . . . .	<b>12</b>
I.1.1 Qu'est-ce qu'un matériau supraconducteur? . . . . .	12
I.1.2 Domaine supraconducteur : $I_c$ , $B_c$ , $T_c$ . . . . .	13
I.1.3 Composites multifilamentaires et matériaux concernés . . . . .	16
I.1.4 Comportement mécanique et supraconductivité . . . . .	17
a Dépendance du courant critique à la déformation mécanique . . . . .	17
b Dégradation réversible et irréversible du courant critique . . . . .	18
c <i>Scaling law</i> . . . . .	19
I.1.5 Applications des supraconducteurs . . . . .	19
a Aimants à haut champs-LHC . . . . .	20
b Machine de fusion-ITER . . . . .	21
c Transport de l'électricité . . . . .	23
<b>I.2 De la structure au brin</b> . . . . .	<b>25</b>
I.2.1 Câble CICC et brins $Nb_3Sn$ -IT . . . . .	26
a Le câble-en-conduit . . . . .	26
b Architecture et fabrication du $Nb_3Sn$ -IT . . . . .	27
I.2.2 Câble Rutherford et brins $Nb_3Sn$ -PIT et RRP . . . . .	31
a Structure du câble . . . . .	31
b Architecture des brins $Nb_3Sn$ -PIT et RRP . . . . .	31
I.2.3 Câble pour le transport de l'électricité et brins $MgB_2$ -PIT . . . . .	35
a Câble développé par Nexans . . . . .	35
b Fabrication et architecture du brin $MgB_2$ -PIT <i>ex situ</i> . . . . .	36
<b>I.3 Problématiques liées aux câbles supraconducteurs</b> . . . . .	<b>39</b>
I.3.1 Dégradations des performances électriques des câbles . . . . .	39
I.3.2 Modèle électromécanique couplé de câbles supraconducteurs . . . . .	40
<b>I.4 Conclusion</b> . . . . .	<b>43</b>

---

Afin de comprendre le contexte et la problématique, ce premier chapitre expose tout d'abord le phénomène de supraconductivité et les grandeurs critiques associées.

Les supraconducteurs utilisés dans ce projet sont sous la forme de fils composites complexes, appelés brin multifilamentaires. Ces brins sont utilisés dans plusieurs types de câbles répondant à différents critères. La structure des câbles, des brins et les processus de fabrication sont ensuite décrits pour la compréhension de l'étude.

Enfin, nous aborderons les projets dans lesquels sont utilisés les câbles composés des brins étudiés. La définition de l'architecture des câbles et des brins ainsi que le contexte des projets vont permettre d'appréhender les différentes problématiques qui ont donné naissance à cette thèse.

### I.1 Introduction à la supraconductivité

Cette partie a pour objectif de décrire quelques points importants pour permettre de comprendre les enjeux et les problématiques auxquels on doit faire face dans les applications de la supraconductivité.

Nous n'aborderons que très généralement la supraconductivité sans aller jusqu'aux explications des phénomènes quantiques. Les lecteurs intéressés peuvent se référer aux ouvrages français orientés applications : [Tixador, 1995], [Baixeras, 1998] pour une description plus approfondie.

#### I.1.1 Qu'est-ce qu'un matériau supraconducteur ?

**Absence de résistance électrique** En 1911, Kamerlingh Onnes et G. Holst observent une chute brutale de la résistance électrique du mercure à très basse température [Onnes, 1911]. C'est le premier signe de la supraconductivité : la conduction parfaite. Depuis la découverte de ce phénomène dans le mercure aux alentours de 4 K, de nombreux matériaux ont été caractérisés et présentent un état supraconducteur. La figure I.1 présente quelques matériaux supraconducteurs avec la température à laquelle ils sont dans l'état supraconducteur en fonction de l'année de leur découverte.

**Non-pénétration et expulsion du champ magnétique** En 1933, Meissner et Ochsenfeld [1933] découvrent que la supraconductivité est également caractérisée par un diamagnétisme parfait, appelé également effet Meissner. Soumis à un champ magnétique extérieur, un matériau supraconducteur va expulser le champ qui ne va pas pouvoir pénétrer le matériau (sauf dans une fine couche en surface).

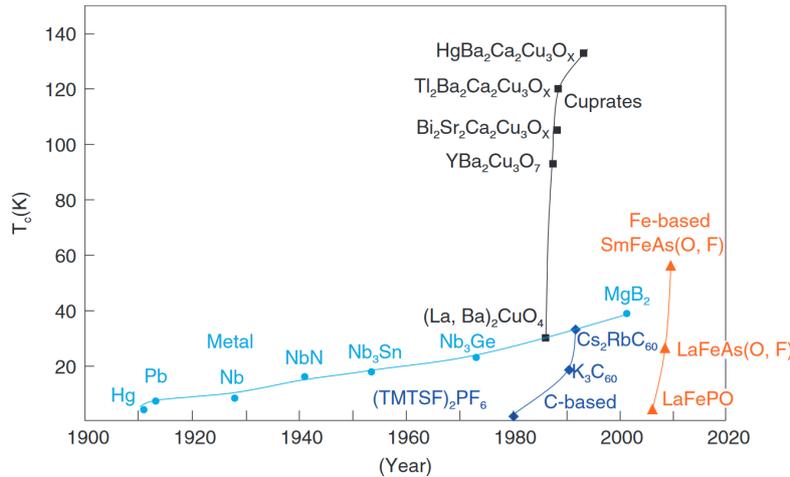


FIGURE I.1 – Température critique  $T_c$  des principaux supraconducteurs en fonction de l’année de découverte [Shibata, 2011].

### I.1.2 Domaine supraconducteur : $I_c$ , $B_c$ , $T_c$

L’état supraconducteur n’existe toutefois que dans un domaine particulier, limité par trois grandeurs critiques : la température critique  $T_c$ , le champ magnétique critique  $H_c$  et la densité de courant critique  $J_c$  (on parlera parfois de courant critique  $I_c$ ). Ces trois grandeurs critiques définissent un domaine pour lequel le matériau est dans un état supraconducteur à l’intérieur et dans un état normal (résistif) à l’extérieur (figure I.2).

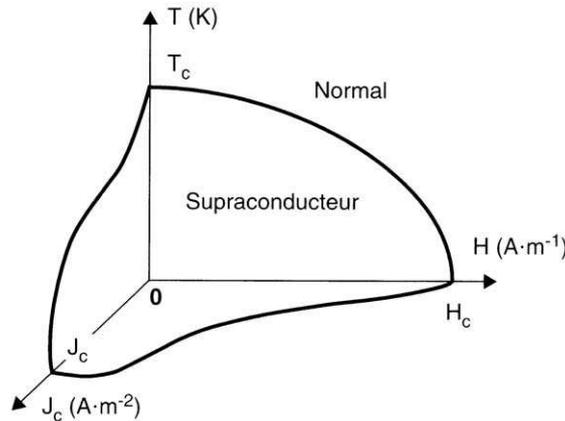


FIGURE I.2 – Domaine supraconducteur et surface critique [Baixeras, 1998].

#### Température critique

La température critique correspond à la température au-dessus de laquelle le matériau n’est plus dans son état supraconducteur. On distingue deux familles de supraconducteurs par rapport à leur température critique : les supraconducteurs à basse  $T_c$  (LTS pour *Low Temperature Superconductors*) comme le niobium-titane (NbTi) et le niobium-étain (Nb<sub>3</sub>Sn), supraconducteurs sous respectivement 9 K et 18 K et les supra-

conducteurs à haute  $T_c$  (HTS pour *High Temperature Superconductors*) comme les cuprates  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  et  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10-x}$ , supraconducteurs sous respectivement 92 K et 120 K.

### Champ magnétique critique

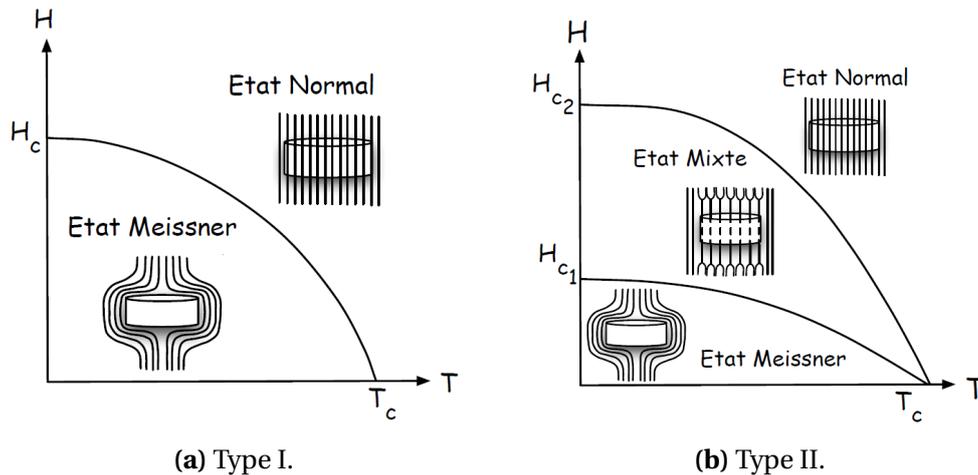


FIGURE I.3 – Diagramme H – T des supraconducteurs de type I (a) et de type II (b) [Lyard, 2005].

En présence d'un champ magnétique deux types de supraconducteurs sont définis : les supraconducteurs de type I et de type II. Les types I sont caractérisés par un seul champ critique au-dessous duquel ils présentent un diamagnétisme parfait et au-dessus duquel ils se retrouvent dans un état normal (figure I.3a). Les types II sont caractérisés quant à eux par deux champs magnétiques critiques représentés figure I.3b :

- $H_{c1}$  le premier correspond à la limite entre un état diamagnétique et un état appelé état mixte,
- $H_{c2}$  le second correspond à la limite entre l'état mixte et l'état normal. L'état mixte est caractérisé par la présence de tubes dans le matériau par lesquels le champ magnétique pénètre partiellement (appelés vortex, visibles figure I.4). Dès que le champ magnétique est supérieur à  $H_{c1}$ , l'état du matériau n'est plus supraconducteur à l'intérieur de ces vortex mais normal.

La majorité des supraconducteurs utilisés couramment sont de type II dans la mesure où le champ critique des types I est très faible.

### Densité de courant critique

La densité de courant critique correspond à la valeur maximale au-delà de laquelle un champ électrique apparaît dans le matériau supraconducteur. Elle n'est toutefois pas définie de la même manière pour les deux types de supraconducteurs. Pour le type I, c'est la densité de courant maximum que l'on peut faire passer dans le matériau dans son état supraconducteur. Pour le type II, cela correspond à la densité de courant

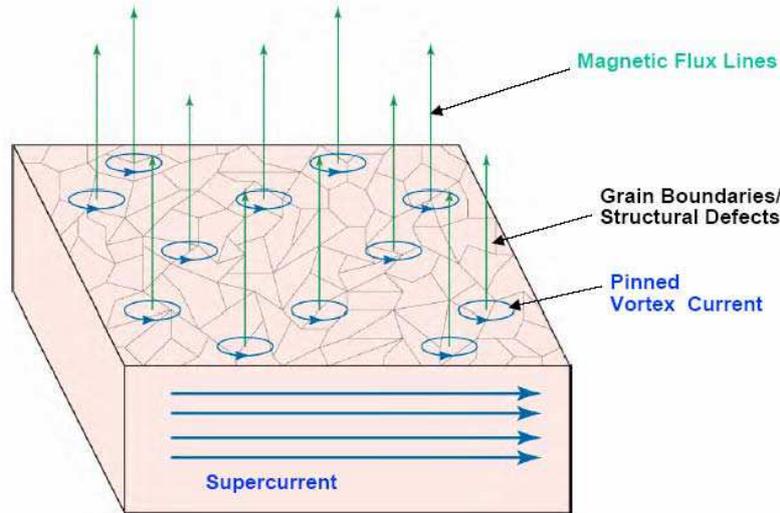


FIGURE I.4 – Vortex ancrés au sein d'un matériau supraconducteur [Chiesa, 2006].

qui amorce le désancrage des vortex et crée un échauffement du supraconducteur. En effet, comme schématisé sur la figure I.4, les vortex sont bloqués, ou ancrés, par des imperfections microstructurales du matériau (comme des précipités, des impuretés, des joints de grains, des dislocations, etc.). Le passage d'un courant de transport dans le matériau crée une force de Lorentz qui peut déplacer et désancrer ces vortex. Leur déplacement au sein du matériau génère un champ électrique et une dissipation pouvant faire transiter le matériau de l'état supraconducteur à l'état normal. La densité de courant critique  $J_c$  peut être définie comme la densité de courant pour laquelle les forces de Lorentz agissant sur les vortex deviennent plus importantes que les forces d'ancrage des vortex  $F_p$ .

Cette densité de courant dépend du champ magnétique, de la température et peut être exprimée par le courant maximal  $I_c$  pouvant circuler à travers la surface du matériau supraconducteur  $S_{supra}$  [Wilson, 1983] :

$$J_c(B, T) = \frac{I_c(B, T)}{S_{supra}}. \quad (\text{I.1})$$

La transition du matériau de l'état supraconducteur à l'état normal est évaluée expérimentalement par la mesure du champ électrique se développant dans le conducteur [Ekin, 1978], [Ciazynski, 1985]. L'évolution du champ électrique mesuré lors de la transition peut être décrit en fonction du courant  $I$  et du courant critique  $I_c$  par une loi puissance telle que :

$$E = E_c \left( \frac{I}{I_c} \right)^n \quad (\text{I.2})$$

avec  $E_c$  un critère de détection du champ électrique (souvent fixé dans la littérature à  $10 \mu\text{V}\cdot\text{m}^{-1}$  pour les LTS et  $100 \mu\text{V}\cdot\text{m}^{-1}$  pour les HTS).

Cette loi est souvent utilisée dans le domaine des fils supraconducteurs et l'expo-

sant  $n$  est appelé le  $n$ -index ou  $n$ -value et peut être considérée comme un facteur de qualité du supraconducteur.

### I.1.3 Composites multifilamentaires et matériaux concernés

#### Structure du brin [Ciazynski, 1985], [Tixador, 1995]

Pour des raisons de stabilité thermique et électrique, les matériaux supraconducteurs sont principalement utilisés dans les applications sous forme de fils multifilamentaires. La figure I.5 présente une représentation d'un composite multifilamentaire dans le cadre d'une modélisation par éléments finis réalisée par Wang *et al.* [2016].



**FIGURE I.5** – Représentation d'un brin multifilamentaire par le modèle *Multi-filament twist* décrit dans [Wang *et al.*, 2016]. On peut y voir les filaments supraconducteurs (section bleue) twistés dans la matrice.

Ces fils, appelés brins supraconducteurs, présentent une structure composite complexe. En réalité le matériau supraconducteur n'est présent que dans des filaments de petites tailles (allant de quelques  $\mu\text{m}$  à quelques dizaines de  $\mu\text{m}$ ) torsadés de manière hélicoïdale (pour réduire les couplages électromagnétique interfilamentaires) et noyés dans une matrice métallique. Cette matrice et les filaments sont entourés d'une couronne. La matrice et la couronne doivent présenter des propriétés thermiques et électriques spécifiques pour faire office de shunt de courant lorsque les filaments transitent de l'état supraconducteur vers l'état normal et pour permettre le transfert thermique entre le matériau supraconducteur et le fluide caloporteur. Elles assurent donc un rôle de stabilité et de protection des filaments supraconducteurs.

#### Matériaux supraconducteurs du projet

Le choix d'un matériau supraconducteur pour une application prend en compte de nombreux critères allant de la température critique, du courant que l'on souhaite faire passer à l'intérieur, du champ magnétique que l'on souhaite atteindre mais également la mise en forme possible, le coût du composé, la capacité de fabrication, etc.

Les matériaux retenus dans les applications de notre étude sont le niobium-étain ( $\text{Nb}_3\text{Sn}$ ) et le diborure de magnésium ( $\text{MgB}_2$ ) principalement pour leur capacité de

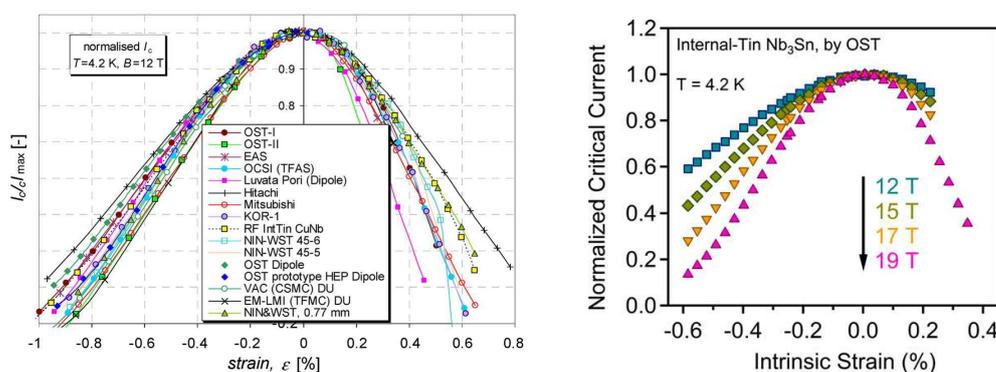
transport de courant et de champ magnétique. Ces deux matériaux font partie respectivement de la famille des intermétalliques (A15) et des céramiques et présentent un comportement mécanique fragile.

### I.1.4 Comportement mécanique et supraconductivité

#### a Dépendance du courant critique à la déformation mécanique

En plus de la dépendance au champ magnétique et à la température, il est bien connu depuis les travaux de J.K. Ekin ([Ekin, 1980] [Ekin *et al.*, 1980],[Ekin, 1981],[Ekin, 1987]) que la densité de courant critique du Nb<sub>3</sub>Sn dépend également de la déformation.

De nombreuses études se sont intéressées à cette dépendance. Par exemple, l'équipe autour de A. Nijhuis à l'Université de Twente aux Pays-Bas a développé une plateforme de caractérisation des performances électriques des brins supraconducteurs en fonction de la déformation, notamment pour les brins Nb<sub>3</sub>Sn [Nijhuis *et al.*, 2013]. La figure I.6a montre l'évolution du courant critique normalisé en fonction de la déformation pour un grand nombre de brins multifilamentaires Nb<sub>3</sub>Sn provenant de différents fabricants selon différents procédés de fabrication. La figure I.6b présente l'évolution du courant critique avec la déformation sous différents champs magnétiques d'un brin multifilamentaire Nb<sub>3</sub>Sn. On observe que le courant critique diminue avec la déformation appliquée au brin, que celle-ci soit en traction ou en compression.

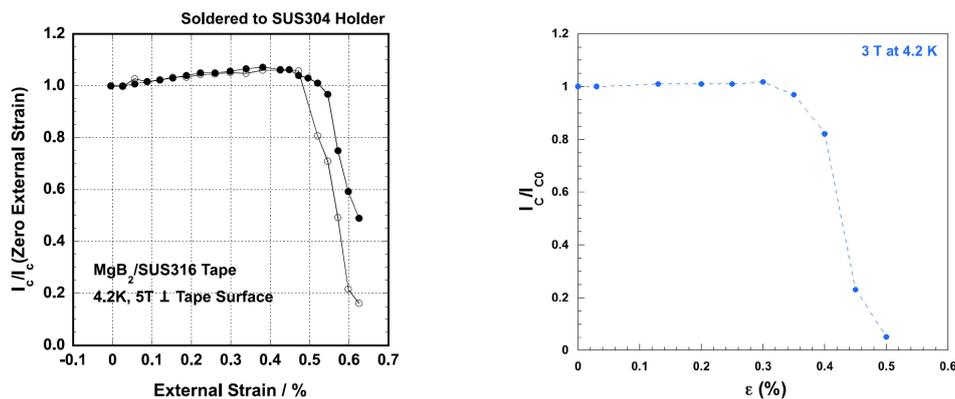


(a) Courant critique normalisé en fonction de la déformation de plusieurs brins Nb<sub>3</sub>Sn caractérisés à Twente [Nijhuis *et al.*, 2009a]. (b) Allure typique du courant critique en fonction de la déformation axiale d'un brin Nb<sub>3</sub>Sn à 4,2 K soumis à différents champs magnétiques [Muzzi *et al.*, 2015] reproduit à partir des résultats de [Mondonico *et al.*, 2010].

FIGURE I.6 – Mise en évidence de la dépendance du domaine supraconducteur du Nb<sub>3</sub>Sn avec la déformation.

Bien que découvert plus récemment ([Nagamatsu *et al.*, 2001]), le faible prix et la température critique élevée du MgB<sub>2</sub> ont entraîné un grand intérêt. Les composites

basés sur le  $\text{MgB}_2$ , qu'ils soient sous forme de ruban ou de brin mono ou multifilamentaires, présentent également une dépendance des propriétés électriques à la déformation mécanique [Kitaguchi *et al.*, 2001], [Katagiri *et al.*, 2003], [Kováč *et al.*, 2013]. La figure I.7a présente le résultat obtenu par Kitaguchi *et al.* [2001] pour un ruban de  $\text{MgB}_2$  et la figure I.7b présente la dépendance d'un brin multifilamentaire  $\text{MgB}_2$  de structure quasi-identique à celle du brin étudié dans ce projet. On observe sur ces courbes une diminution très rapide du courant critique au-delà de 0,3 à 0,4 % de déformation suivant les brins et les conditions d'usage (champ magnétique, température, etc.).



(a) Évolution du courant critique avec la déformation pour un ruban  $\text{MgB}_2$ /acier inoxydable à 4,2 K [Kitaguchi *et al.*, 2001] et 5 T. (b) Évolution du courant critique avec la déformation d'un brin  $\text{MgB}_2$  multifilamentaire [Konstantopoulou *et al.*, 2016].

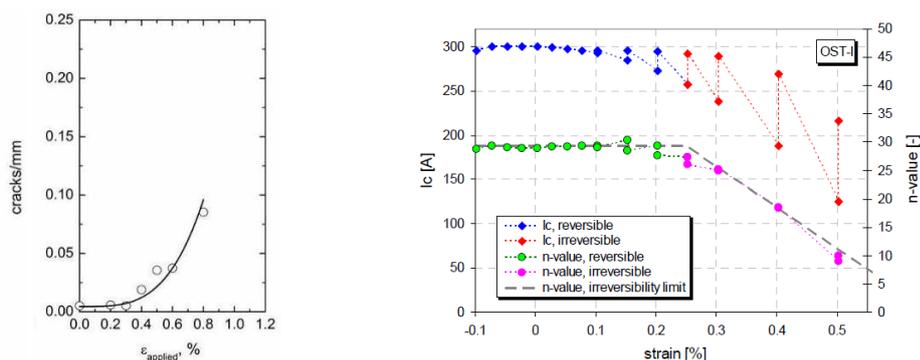
FIGURE I.7 – Mise en évidence de la dépendance du  $\text{MgB}_2$  avec la déformation sous la forme d'un (a) ruban et d'un (b) brin multifilamentaire.

## b Dégradation réversible et irréversible du courant critique

Dans cette dépendance du courant critique avec la déformation mécanique, il a été montré qu'en dessous d'une certaine valeur de déformation ( $\epsilon_{irr}$ ), l'évolution du courant critique est réversible. Dès lors que cette valeur est atteinte, des phénomènes d'endommagement empêchent de recouvrir les propriétés électriques initiales.

Cette dégradation irréversible des propriétés électriques est attribuée dans les brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  à la fissuration des filaments supraconducteurs [Jewell, 2008], [Miyoshi *et al.*, 2009]. Dans [Bajas, 2011], on peut voir une corrélation réalisée entre les résultats de Miyoshi *et al.* [2009] sur la densité de fissures et de Nijhuis *et al.* [2008] sur la mesure du courant critique et du  $n$ -index réalisés sur un même type de brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ . Cette analyse est présentée figure I.8. On peut remarquer l'augmentation de la densité de fissures au-delà de 0,3 % de déformation et la chute du courant critique et du  $n$ -index aux alentours de cette même valeur.

Cette hypothèse permet d'expliquer les pertes électriques au-delà de 0,4 % de déformation. En revanche, en-dessous de 0,3 % de déformation, les fissures sont peu



(a) Augmentation de la densité de fissures à partir de 0,3 % de déformation [Miyoshi *et al.*, 2009]. (b) Mesure du courant critique et du  $n$ -index en fonction de la déformation [Nijhuis *et al.*, 2008].

**FIGURE I.8** – Parallèle réalisée par Bajas [2011] montrant le lien entre chute du courant critique et du  $n$ -index avec l'apparition de fissures dans un brin multifilamentaire Nb<sub>3</sub>Sn de même structure et de même fabrication.

nombreuses (ou peu visibles). Plusieurs pistes ont été explorées dans la littérature pour expliquer les pertes sans toutefois apporter une réponse claire sur les phénomènes à l'œuvre en dessous des 0,3 % de déformation [Nijhuis *et al.*, 2005], [Chiesa, 2006], [Ciazynski *et al.*, 2008], [Jewell, 2008], [Sanabria *et al.*, 2012], [Sheth *et al.*, 2012b], [Martovetsky, 2013], [Zhou, 2014], etc.

### c *Scaling law*

Les données expérimentales utilisées pour caractériser le domaine supraconducteurs des brins Nb<sub>3</sub>Sn et de nombreux travaux pour relier les différents paramètres de ce domaine, dont les travaux de Ekin [1980] puis de Godeke *et al.* [1999], ont permis la mise en place d'une relation reliant la densité de courant critique, la température, le champ magnétique et la déformation. Cette relation peut s'écrire sous la forme :  $J_c = f(B, T, \varepsilon)$  et est couramment appelée *Scaling Law*.

Bien qu'initialement développée sur les brins basés sur le Nb<sub>3</sub>Sn, ce type de loi peut être appliqué aux brins basés sur le MgB<sub>2</sub> [Dhalle *et al.*, 2005].

À partir des *Scaling laws*, des modèles électriques peuvent être réalisés pour prédire le comportement et les performances électriques des brins supraconducteurs [Ciazynski et Torre, 2010], [Miyoshi *et al.*, 2012], [Torre *et al.*, 2013], [Ciazynski *et al.*, 2016].

## I.1.5 Applications des supraconducteurs

Les principaux domaines d'utilisation dans lesquels on retrouve actuellement les supraconducteurs sont les machines de fusion, la physique des hautes énergies, l'Imagerie par Résonance Magnétique (IRM), la lévitation (ou suspension) magnétique, le

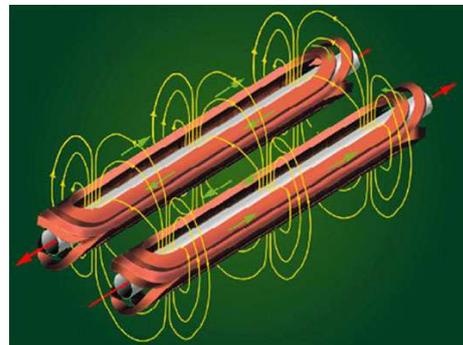
transport et le stockage de l'électricité (SMES pour *Superconducting Magnetic Energy Storage*).

Nous allons voir dans la suite plus précisément dans quel but et comment sont employés les supraconducteurs dans les domaines visés par ce projet.

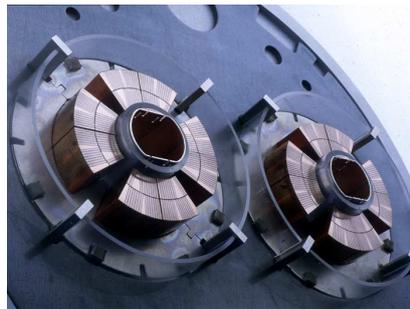
### a Aimants à haut champs–LHC

Le besoin en hauts champs magnétiques dans la physique des hautes énergies a amené à l'utilisation d'aimants supraconducteurs dans la mesure où ceux utilisés traditionnellement (en cuivre par exemple) n'étaient plus assez performants.

Par exemple, dans les accélérateurs de particules, les aimants supraconducteurs sont utilisés pour accélérer, focaliser et analyser les particules. Le plus grand et le plus puissant accélérateur de particules du monde, le *Large Hadron Collider* (LHC) se situe à la frontière entre la France et la Suisse dans le complexe du CERN. Plus de 1500 aimants supraconducteurs sont utilisés (dipolaires et quadripolaires). La figure I.9a montre une coupe de l'aimant dipolaire qui permet de courber les faisceaux avec, figure I.9b, une représentation de la forme des bobines et des champs générés. Un aimant dipolaire a une longueur de 15 m. La figure I.9c montre quant à elle l'aimant quadripolaire du LHC qui permet de concentrer les faisceaux. Ces derniers ont une longueur plus faible : de 5 à 7 m.



(a) Coupe d'un dipole du LHC [Evans, 2012]. (b) Représentation des bobines dans le dipole du LHC avec les couplages magnétiques [Evans, 2012].



(c) Coupe d'un quadripole du LHC (crédit :CERN).

**FIGURE I.9** – Aimants utilisés dans le LHC.

On remarque la forme particulière des bobines utilisées dans ces aimants. Pour réaliser cette forme, les supraconducteurs sont utilisés dans un câble plat appelé câble Rutherford (figure I.10) à partir de brins basés sur le NbTi ou sur le Nb<sub>3</sub>Sn.

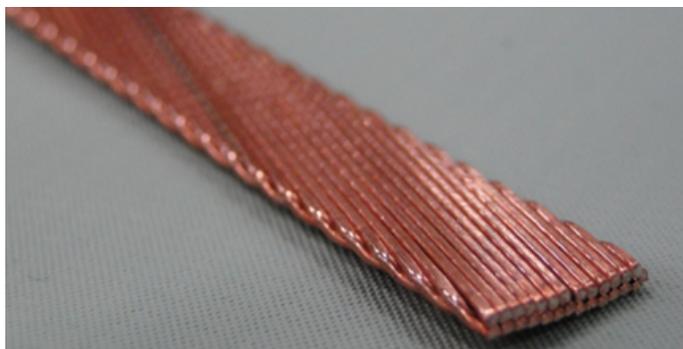


FIGURE I.10 – Câble Rutherford développé et fabriqué au Fermilab [Fermilab, 2017].

## b Machine de fusion–ITER

Un des projets les plus ambitieux utilisant des aimants supraconducteurs est sans aucun doute le réacteur expérimental de fusion nucléaire ITER (*International Thermonuclear Experimental Reactor* - figure I.11). Actuellement en construction à Cadarache dans le sud de la France, ce projet regroupe de nombreuses nations (Europe, Japon, Chine, Russie, États-Unis, Corée et Inde).

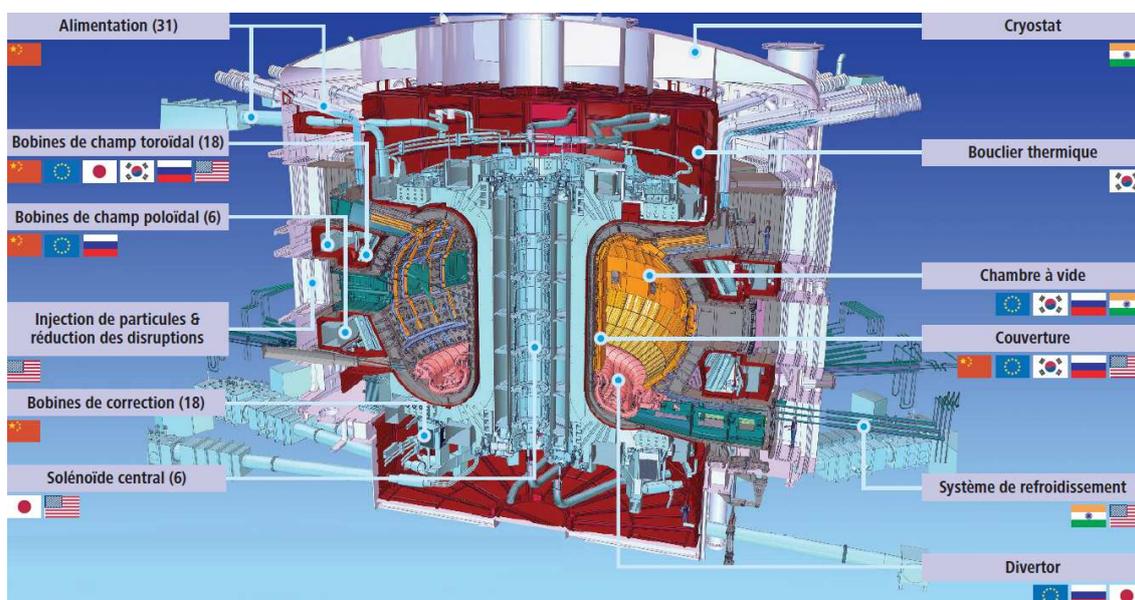
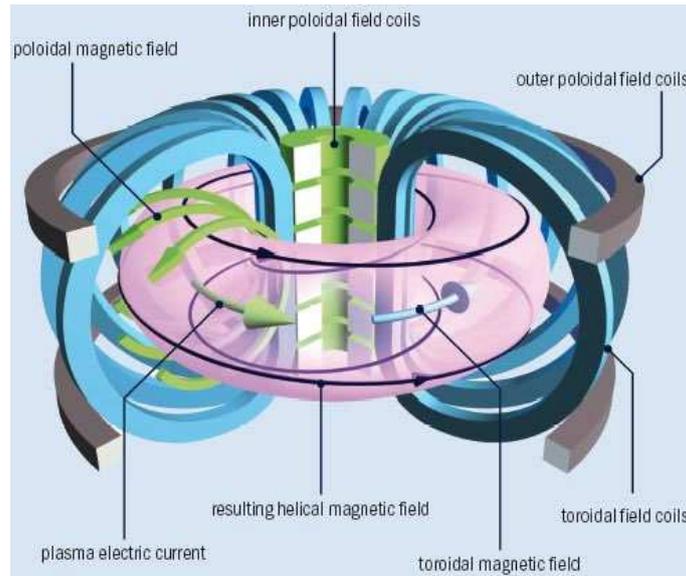


FIGURE I.11 – Structure d'ITER [ITER, 2014].

Le principe est de réaliser la fusion entre du deutérium et du tritium pour générer une puissance de fusion de 500 MW pour une puissance d'entrée de 50 MW. Le plus grand challenge de ce projet est de réunir toutes les conditions nécessaires à générer

et contrôler la fusion. Pour obtenir une réaction de fusion sur Terre, il faut générer un plasma à une température très élevée ( $10^8$  K) pendant un temps suffisamment long (400 s). La solution retenue pour contenir et former le plasma est le confinement magnétique. Cette technique est réalisée dans ITER par une structure appelée Tokamak composée d'un ensemble d'aimants générant un ensemble de champs magnétiques (figure I.12).



**FIGURE I.12** – Principe du Tokamak pour le confinement magnétique du plasma [Bajas, 2011].

Le champ magnétique toroïdal d'ITER est créé par un ensemble de 48 bobines supraconductrices (figure I.11) : un solénoïde central (CS) composés de 6 modules qui entraînent et forment le plasma, 18 bobines de champ toroïdal (TF) et 6 bobines de champ poloïdal (PF) qui génèrent le champ de confinement et contribuent à la forme du plasma et 18 bobines de correction (CC) qui corrigent les erreurs dans les champs [Mitchell *et al.*, 2009].

Ces bobines sont composées de câbles supraconducteurs transportant le courant en parallèle et générant ainsi les champs requis. La figure I.13 représente la structure d'une des bobines de champ toroïdal avec une vue d'un des conducteurs qui la compose. Les câbles des bobines de champ poloïdal et de correction sont composés de brin supraconducteur en niobium-titane (NbTi) tandis que les câbles des bobines de champ toroïdal et du solénoïde central sont composés de brin en niobium-étain ( $Nb_3Sn$ ). Le NbTi n'est pas capable de générer le champ requis par les bobines TF et CS pour le plasma. Le choix du  $Nb_3Sn$  tient dans ses propriétés supraconductrices (champ critique, courant critique, température critique) combinées à sa capacité à être fabriqué et produit actuellement de manière industrielle ainsi que dans son coût. Le refroidissement à une température de 4,2 K est nécessaire pour maintenir l'état supraconducteur avec un champ magnétique extérieur de 14 T.

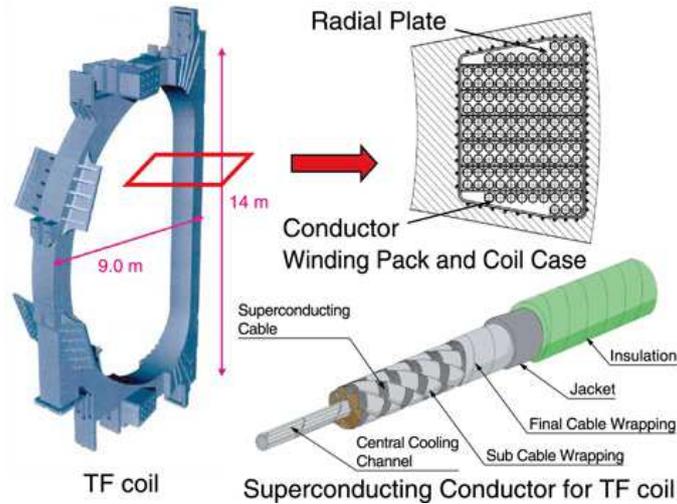


FIGURE I.13 – Structure de la bobine de champs toroïdal et du câble-en-conduit [JAEA, 2012].

### c Transport de l'électricité

Depuis quelques années l'utilisation des supraconducteurs s'est étendue au domaine du transport de l'énergie. Déjà utilisé pour les arrivées de courant dans les grandes infrastructures (tel que le LHC), il a toutefois fallu attendre la découverte et la maîtrise des matériaux supraconducteurs à plus haute température critique pour que les applications courantes puissent être rentables. Plus particulièrement, le coût de refroidissement des supraconducteurs à basse température, qui est réalisé par circulation d'hélium liquide, est trop important comparé au gain de ce type d'installation.

L'avantage principal est toutefois que la capacité de transport d'un câble supraconducteur est 3 à 5 fois plus élevée pour un encombrement donné, compte tenu de la place requise par le système de refroidissement.

Les câbles électriques actuels en cuivre ou aluminium ne peuvent transporter que des densités de courants limitées dans la mesure où ils peuvent chauffer et fondre. Les câbles supraconducteurs peuvent transporter une densité de courant plus élevée dans une section plus faible. Par exemple, la figure I.14 présente deux types de câbles de transport de courant pour alimenter les aimants du LHC. Ces deux câbles peuvent transporter la même quantité de courant. De plus, le câble en cuivre présente des pertes dues à la résistance électrique. Le câble supraconducteur doit cependant être refroidi à 1,9 K.

Les supraconducteurs à haute température peuvent quant à eux être refroidis à l'azote liquide, ce qui en fait une solution très intéressante. La figure I.15 présente une comparaison de l'encombrement entre une ligne à haute tension conventionnelle et un câble supraconducteur fournissant la même puissance.

Des lignes supraconductrices sont déjà en fonctionnement dans le monde. Aux États-Unis, Nexans et l'*American Superconductor Corporation* ont installé une ligne de

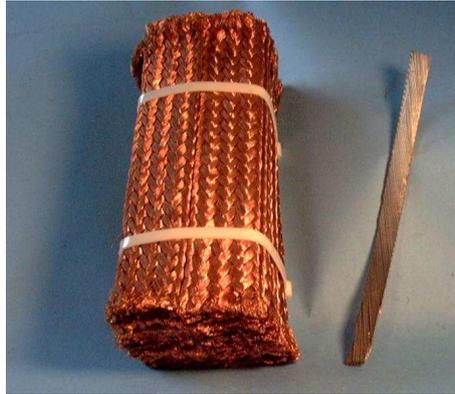


FIGURE I.14 – À gauche, un câble en cuivre pouvant transporter 12,5kA à température ambiante et à droite un câble supraconducteur en NbTi pouvant transporter le même courant à 1,9 K [CERN, 2017].

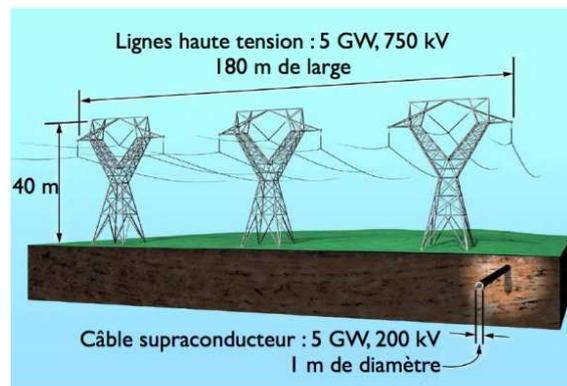


FIGURE I.15 – Ligne à haute tension comparée à un câble supraconducteur transportant la même puissance [LNCMI, 2017].

600 m de long à Long Island (figure I.16). Le matériau utilisé est un HTS, le  $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10-x}$  (ou Bi2223) basé sur du bismuth. La température critique de ce composé est de 110 K, ce qui permet de le refroidir à l'azote liquide. Le câble permet de transporter environ 570 MW pour une tension électrique d'à peine 140 kV avec une intensité maximale par câble de 2,4 kA, largement supérieure à ce que pourrait transporter un câble en cuivre. Le coût engendré par le refroidissement du système est rattrapé par le gain sur l'encombrement, l'impact environnemental, les pertes, etc.

Récemment, un projet collaboratif européen, le projet BEST PATHS (pour *BEyond State-of-the-art Technologies for rePowering Ac corridors and multi-Terminal HVDC Systems*), vise à développer de nouvelles technologies pour les grilles de transmission de l'énergie à travers l'Europe. Une des solutions proposées consiste en un câble supraconducteur basés sur le matériau  $\text{MgB}_2$  pouvant transporter jusqu'à 10kA/320V développés en collaboration par Nexans, le CERN et *Colombus Superconductors* [Ballarino *et al.*, 2016]. En effet, même si le  $\text{MgB}_2$  nécessite de refroidir les brins à température cryogénique, le faible coût des brins et ses hautes performances le rendent attractif.

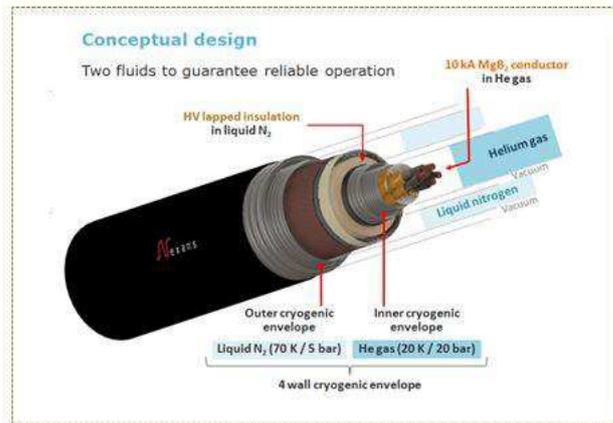


(a) Les trois câbles plongeant dans le sol sur 600 m (crédit : American Superconductor Corporation).



(b) Câble supraconducteur basé sur le Bi2223 (crédit : Nexans).

FIGURE I.16 – Ligne supraconductrice installée à Long Island aux États-Unis assurant le rôle de 150 câbles de cuivre.



(a) Câble supraconducteur basé sur le  $MgB_2$ .



(b) Un des pétales Cu/ $MgB_2$  avec une pièce de 1 euros pour échelle.

FIGURE I.17 – Câble supraconducteur HVDC 10kA/320V développé par Nexans pour le projet BEST PATHS [Nexans, 2017].

## I.2 De la structure au brin

Dans la partie précédente, nous avons vu des applications de la supraconductivité. Dans les différentes applications abordées, le matériau supraconducteur n'est pas employé seul. Il compose un brin (un fil composite) qui lui-même fait partie d'un câble. Ces câbles peuvent ensuite être bobinés ou utilisés tels quels.

Les matériaux concernés dans ce projet ont déjà été définis : le diborure de magnésium ( $MgB_2$ ) et le niobium-étain ( $Nb_3Sn$ ), utilisés respectivement dans le transport de courant et les aimants à haut champ.

Dans cette partie, nous allons aborder les différentes structures des câbles utilisés dans les applications en lien avec ce projet et descendre de l'échelle du câble jusqu'à la

microstructure des brins étudiés en passant par les processus de fabrication. Cette partie va nous permettre de connaître l'architecture des brins et d'appréhender les problématiques qui ont donné lieu à ce projet.

Un câble supraconducteur est un assemblage de brins torsadés entre eux. Plusieurs types de câbles existent en fonction des utilisations. Nous allons étudier quatre brins différents utilisés dans trois câbles : trois brins basés sur le  $Nb_3Sn$  utilisés dans les câbles Rutherford (structure abordée figure I.10) et les Câbles-en-Conduit (Cable-In-Conduct-Conductor CICC) (utilisés dans les bobines TF et CS d'ITER figure I.13) et un brin basé sur le diborure de magnésium ( $MgB_2$ ) qui est utilisé dans les câbles développés par Nexans (figure I.33a) pour le transport de l'électricité.

## I.2.1 Câble CICC et brins $Nb_3Sn$ -IT

### a Le câble-en-conduit

La technologie de câble-en-conduit (ou Cable-In-Conduct Conductor CICC) [Dresner, 1995] est utilisée dans les bobines de champ toroïdale et du solénoïde central d'ITER. C'est une des seules solutions techniques répondant aux spécifications requises pour ces bobines [Duchateau, 2002]. Un CICC se compose de plus d'un millier de brins câblés ensemble par "pétales" (ou sous-câbles) torsadés eux-mêmes autour d'une spirale centrale et insérés dans une gaine métallique (figures I.18a et I.18b). Son diamètre est d'environ 40 mm et il est composé de brins supraconducteurs de 0,8 mm de diamètre et de fils de cuivre OFHC. Le refroidissement est réalisé par de l'hélium superfluide s'écoulant par la spirale centrale et dans les espaces entre brins pour atteindre 4,2 K, permettant d'être dans le domaine supraconducteur.



(a) CICC utilisé dans les bobines de champs toroïdal (TF). Vue en coupe (à gauche) et vue éclatée (à droite) [Dresner, 1995]. (b) Vue éclatée du CICC utilisée dans le solénoïde central (CS) [ITER, 2016].

FIGURE I.18 – Câble-en-conduit utilisé dans ITER.

## b Architecture et fabrication du Nb<sub>3</sub>Sn-IT

### Architecture du brin

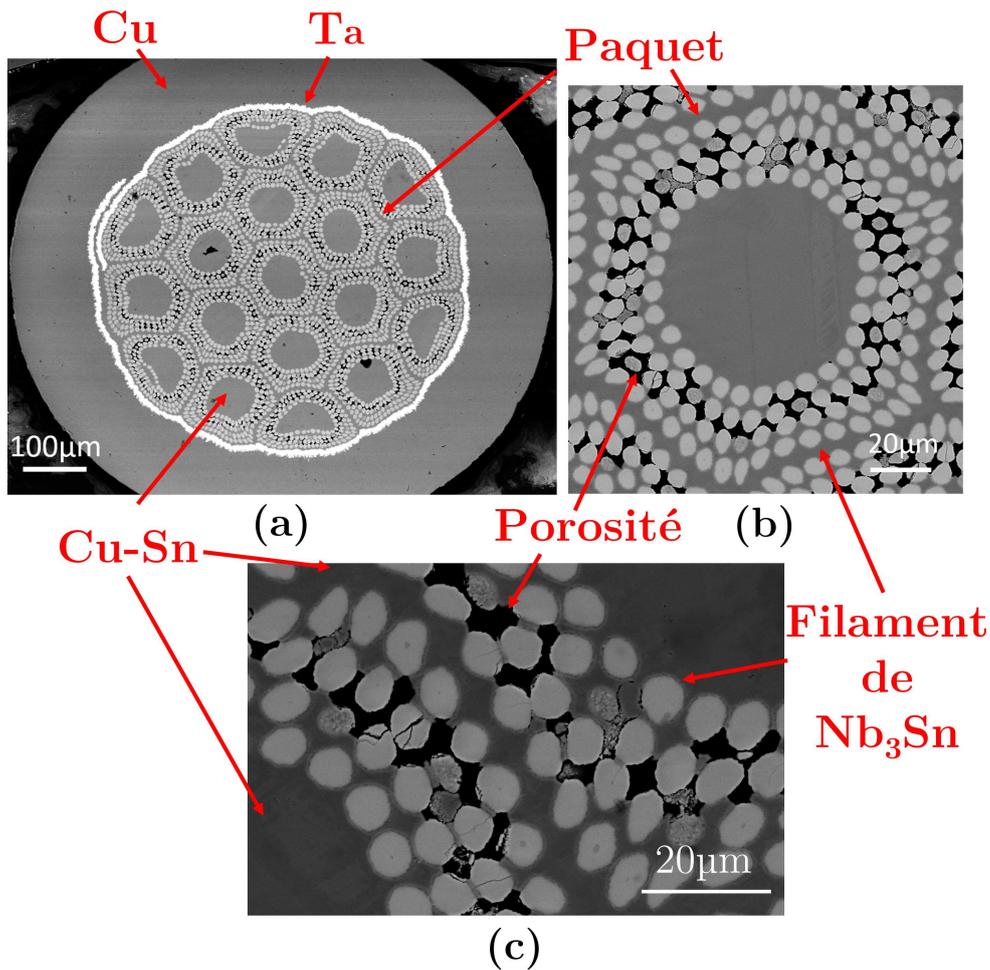
Descendons maintenant à l'échelle du brin utilisée dans ce type de câble. Deux processus de fabrication différents sont utilisés pour produire les brins d'ITER : le *Bronze Route* et le processus d'étain interne (IT pour "*Internal-Tin*"). Nous ne nous intéresserons qu'à ce dernier dans notre étude et que nous noterons Nb<sub>3</sub>Sn-IT par la suite. Le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT étudié est fourni par l'Institut de Recherche sur la fusion par confinement Magnétique (IRFM) du Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives (CEA) situé à Cadarache dans le cadre de l'ANR COCASCOPE. C'est un brin de fabrication industrielle fourni par l'Europe et utilisé dans ITER. La figure I.19 montre l'architecture de ce brin au travers d'observations réalisées au Microscope Électronique à Balayage (MEB) du brin complet, d'un zoom sur un paquet de filaments et d'un filament supraconducteur au sein d'un paquet. Les échantillons pour observation sont préparés par plusieurs étapes de polissage manuel et automatique puis par une étape de finition par vibro-polissage pour supprimer les traces d'endommagement induites par les étapes précédentes. Le détail de la démarche de préparation est décrit dans le chapitre II (partie II.5, page 94) et est basé sur la méthode décrite dans [Jewell, 2008] et [Bajas, 2011].

Le brin observé est un brin dit réagi. Ce qui signifie que le brin a subi un traitement thermique visant à créer le composé supraconducteur. Le diamètre du brin est de 0,82 mm. Il est composé de 19 paquets avec environ 160 filaments par paquet pour un total d'environ 3040 filaments dans le brin. Le diamètre d'un filament est d'approximativement 5 à 6 µm. Les filaments sont en Nb<sub>3</sub>Sn et sont torsadés entre eux au sein d'une phase Cu-Sn. Une couronne extérieure de cuivre de 120 µm d'épaisseur entoure la zone interfilamentaire pour des raisons de stabilité thermique et électrique. Dans ce brin, il existe une barrière en tantale d'environ 8 µm pour éviter la diffusion de l'étain dans le cuivre lors du traitement thermique de création du composé supraconducteur.

On peut remarquer la présence de porosités au sein du cœur des paquets de filaments et également entre filaments. Un faible nombre de filaments, principalement situés sur la périphérie de la zone interfilamentaire, n'ont pas totalement réagi (figure I.20). Ces filaments possèdent un cœur résiduel de niobium et une périphérie en Nb<sub>3</sub>Sn. Au niveau des propriétés mécaniques et pour le reste de l'étude, nous considérerons la phase de niobium résiduelle comme étant négligeable.

### Fabrication de l'Internal-Tin

Le composé supraconducteur utilisé dans ces brins est le Nb<sub>3</sub>Sn. La création du Nb<sub>3</sub>Sn est réalisée par diffusion de l'étain contenu au centre des paquets dans les filaments de niobium lors d'un traitement thermique. Lorsqu'un brin a subi le traitement thermique, on parle de brin réagi.

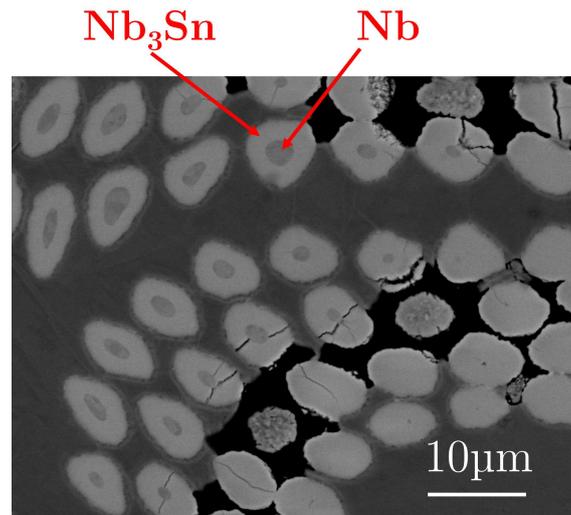


**FIGURE I.19** – Observation au Microscopie Électronique à Balayage (MEB) d'une coupe transverse du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT (a) complet, (b) zoom sur un paquet de filaments et (c) zoom sur des filaments.

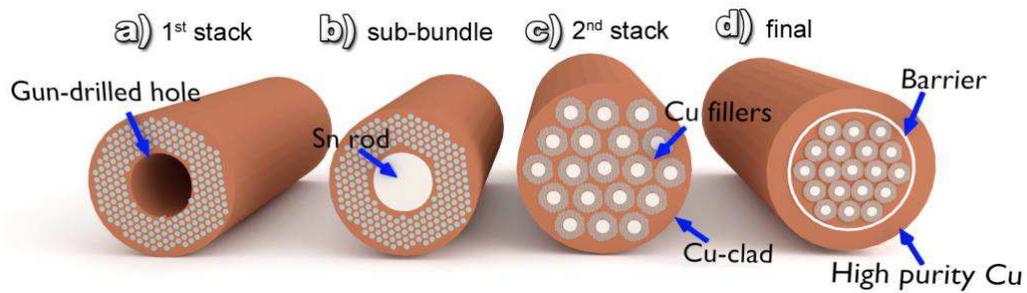
La fabrication des brins non-réagis est réalisée en plusieurs étapes. La figure I.21, tirée du manuscrit de thèse de Sanabria [2017], représente les différentes étapes d'empilements menant à la billette du brin IT.

La première étape consiste à réaliser un monofilament : une tige de niobium est insérée dans un tube de cuivre. Plusieurs monofilaments sont ensuite entreposés dans un tube de cuivre. La figure I.22 montre un exemple de monofilaments entreposé dans un tube de cuivre. Sur cette figure, les filaments sont basés sur le niobium-titane mais le principe reste le même.

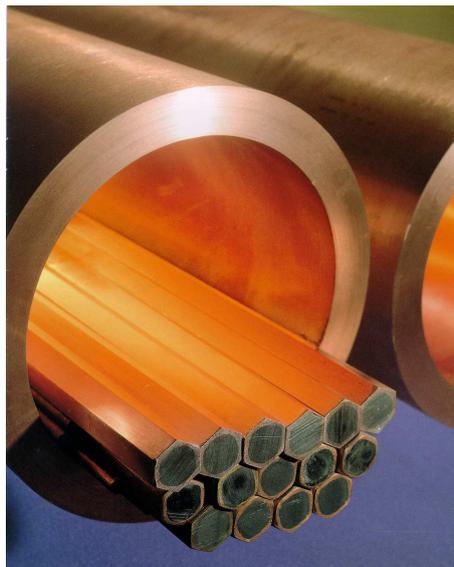
Un cœur en étain est inséré au centre d'un paquet de filament. Plusieurs paquets de filaments sont ensuite empilés, entourés de la barrière de tantale et disposés dans un tube de cuivre pour former ce qu'on appelle une billette. Viennent les étapes de filage et d'étirage pour amener la billette aux dimensions souhaitées.



**FIGURE I.20** – Observation MEB de filaments qui n’ont pas totalement réagis. La partie centrale correspond à du Niobium résiduel dans lequel l’Étain n’a pas diffusé pour créer le Nb<sub>3</sub>Sn.

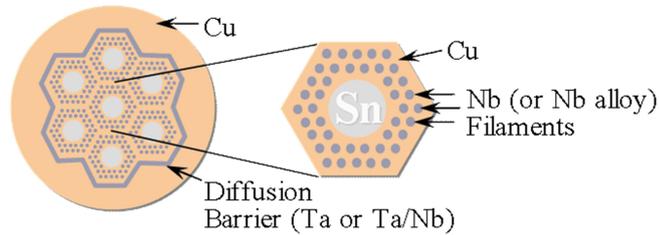


**FIGURE I.21** – Étape de fabrication d’un brin *Internal Tin* [Sanabria, 2017].



**FIGURE I.22** – Empilement de tige monofilamentaires de NbTi. Photo de *Furukawa Electric Company* tiré de [Devred, 2002].

Une fois que la billette est aux dimensions finales, on obtient le brin non réagi. La figure I.23 montre une représentation du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT non-réagi.



**FIGURE I.23** – Schéma d'un brin Nb<sub>3</sub>Sn fabriqué selon la méthode de l'étain interne. Image de Peter J. Lee tirée de [Jewell, 2008].

Le traitement thermique est réalisé à une température d'environ 650 °C pendant plusieurs centaines d'heures pour permettre à l'étain de diffuser. Le Niobium-Étain (Nb<sub>3</sub>Sn) est un composé intermétallique fragile. Si le traitement thermique est réalisé avant l'assemblage en câble et la fabrication de la bobine, les déformations subies par le brin l'endommageraient irrémédiablement. Il est donc nécessaire de former la structure définitive avant de créer l'intermétallique. Les brins sont donc fabriqués, assemblés en câble, les câbles sont assemblés entre eux pour former la bobine et le traitement thermique est réalisé. Ce procédé est appelé Wind-and-React (W&R) et peut mener à des installations impressionnantes. La figure I.24 montre une bobine de champ toroïdale composant le Tokamak d'ITER placée dans le four pour subir le traitement thermique. Pour rappel, une bobine TF mesure 14 m de hauteur.



**FIGURE I.24** – Four pour le traitement thermique des bobines de champ toroïdale du tokamak d'ITER [ITER, 2016]

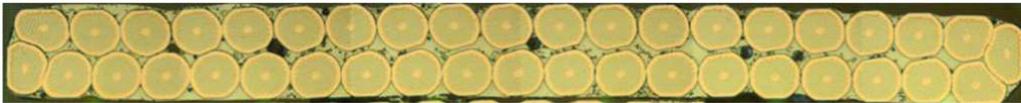
## I.2.2 Câble Rutherford et brins $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT et RRP

### a Structure du câble

Le câble Rutherford [Thomas et Wilson, 1972] est un câble rectangulaire ou trapézoïdal composé de quelques dizaines de brins. Il est surtout utilisé dans la composition des bobines pour les accélérateurs de particules comme le LHC. Pour le fabriquer, les brins sont torsadés entre eux et passent entre un ensemble de galets afin de les déformer plastiquement et former le conducteur plat à deux couches (figure I.25).



(a) Câble Rutherford ouvert à une extrémité pour mettre en évidence le pas de transposition des brins [Sanabria, 2017].



(b) Vue en coupe [Oberli, 2013].

FIGURE I.25 – Câble Rutherford

Les câbles sont assemblés de manière à former une bobine à plusieurs étages et sont imprégnés d'un mélange de résine et de durcisseur. La bobine subit ensuite un traitement thermique afin de former le composant supraconducteur dans les brins. La figure I.26 montre la décomposition de la structure multi-échelle de la bobine de test FRESCA2 (projet décrit plus loin) développé avec des câbles Rutherford [Manil *et al.*, 2014]. On peut remarquer sur les figures I.25 et I.26 que les brins sont très fortement déformés lors de la fabrication du câble. Comme pour le CICC, la méthode utilisée pour la fabrication repose sur le Wind-and-React (W&R).

### b Architecture des brins $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT et RRP

Dans le projet FRESCA2 utilisant des câbles Rutherford, deux brins basés sur l'intermétallique  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  ont été retenus [Bordini *et al.*, 2012] : le premier est fabriqué par la

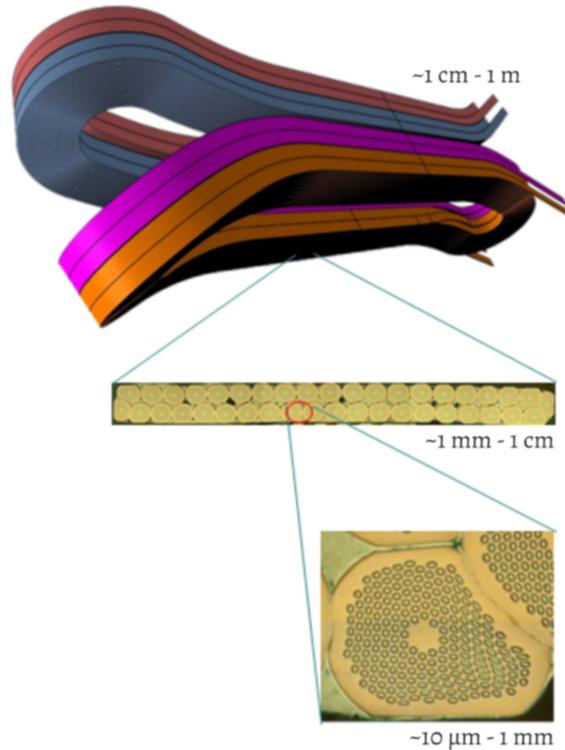


FIGURE I.26 – Structure multi-échelle de la bobine FRESCA2 utilisée au LHC [Manil *et al.*, 2016].

méthode des poudres (*Powder-In-Tube-PIT*) et le second est fabriqué par la méthode *Rod Restacked-Rod Process* (RRP ®).

### *Powder-In-Tube*

Le principe de fabrication du PIT est présenté sur la figure I.27.

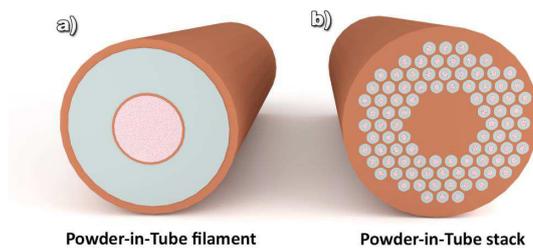
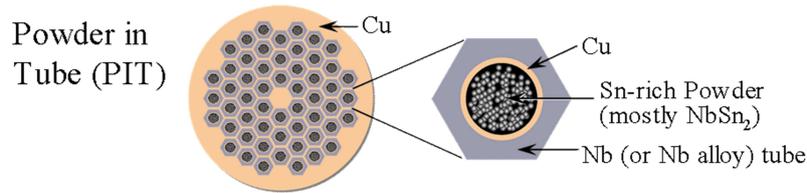


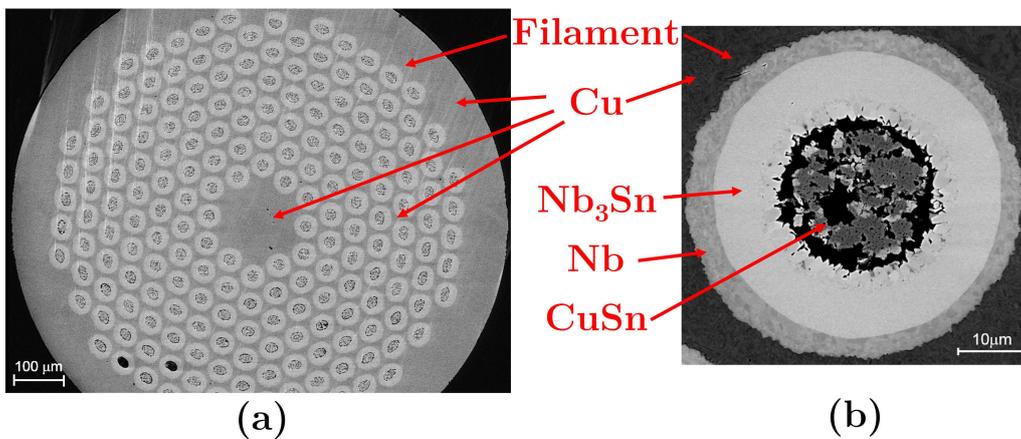
FIGURE I.27 – Représentation de : (a) un monofilament et (b) la billette multifilamentaire du brin PIT [Sanabria, 2017].

Le monofilament est fabriqué à partir de tubes de niobium remplis avec de la poudre de  $\text{NbSn}_2$  (mélangée à des poudres d'étain et de cuivre) recouvert d'une fine couche de cuivre. Ces tiges monofilamentaires sont ensuite empilées dans un tube de cuivre avec une tige de cuivre au centre. Cette assemblée forme la billette multifilamentaire qui est étirée jusqu'au diamètre final. La figure I.28 montre le schéma de composition d'un brin PIT non-réagi.



**FIGURE I.28** – Schéma d'un brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  fabriqué selon la méthode des poudres. Image de Peter J. Lee tirée de [Jewell, 2008].

La figure I.29 présente la structure du brin PIT au travers d'une observation MEB du brin complet après traitement thermique ainsi qu'un zoom sur un filament.



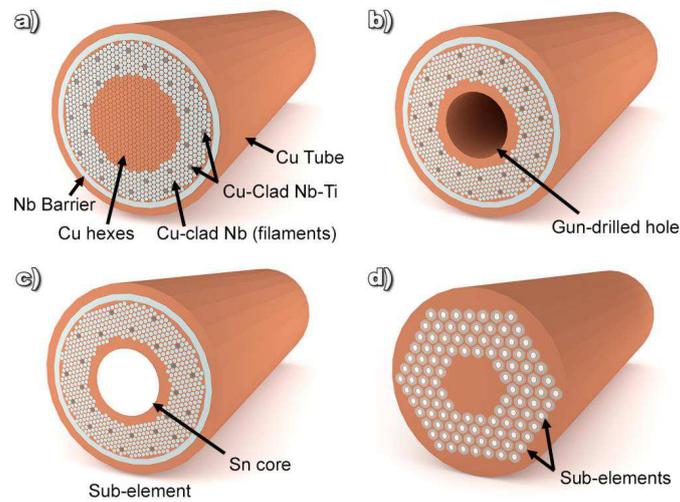
**FIGURE I.29** – Observation au Microscopie Électronique à Balayage (MEB) d'une coupe transverse du brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT (a) complet, (b) zoom sur un filament.

Le brin PIT réagi est composé de 192 filaments en  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ . Le diamètre du brin est de 1 mm et chaque filament a un diamètre d'environ  $50\ \mu\text{m}$ . Le traitement thermique est réalisé de manière à ce qu'il y ait une barrière de niobium résiduelle autour de chaque filament. Cette barrière joue le rôle de renfort mécanique et empêche la diffusion de l'étain dans le cuivre de la matrice lors de la réaction de formation du composé supraconducteur.

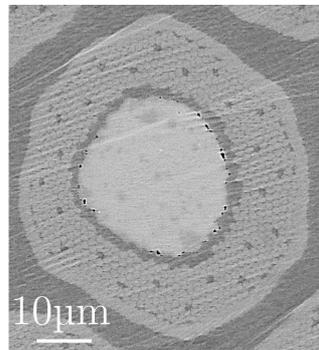
### ***Restacked-Rod Process***

Le brin RRP est basé sur la méthode de l'étain interne (IT). Il est souvent décrit comme : *distributed-barrier IT* du fait que sa structure ressemble à un IT avec une barrière de niobium autour de chaque paquet. Quelques étapes de la fabrication du brin sont présentées figure I.30. Avant traitement thermique, de nombreux filaments de niobium sont regroupés en paquet entre lesquels des filaments dopants de NbTi (faiblement alliés) ont été insérés (figure I.31). Ces paquets sont assemblés autour d'un réservoir d'étain et entourés d'une barrière de niobium. Une observation MEB d'un paquet de filaments d'un brin non réagi est visible à la figure I.31. On peut y voir le cœur servant de réservoir d'étain, les filaments de niobium parsemés de filaments dopants

et la barrière de niobium protégeant la matrice de cuivre de la diffusion de l'étain lors du traitement thermique.



**FIGURE I.30** – Représentation de quelques étapes de fabrication du brin RRP. **(a)** Cette première étape consiste à réaliser ce qui sera le filament macroscopique après réaction. Elle est obtenue de la même manière que pour l'IT. **(b)** et **(c)** Insertion de la source d'étain. **(d)** Après empilement des différents paquets et tréfilage, on obtient la billette multifilamentaire [Sanabria, 2017].



**FIGURE I.31** – Observation au Microscope Électronique à Balayage (MEB) d'un filament du brin Nb<sub>3</sub>Sn-RRP non réagi.

La différence avec l'IT est nettement visible après réaction. Les filaments de Nb de chaque paquet s'agglomèrent pour former ce que nous appellerons par la suite un filament pour le RRP. Ce filament est donc composé d'un cœur avec une phase CuSn, d'une phase Nb<sub>3</sub>Sn dopée et d'une couronne de niobium résiduel. Une observation MEB d'un brin RRP réagi et un zoom sur un filament sont présentés à la figure I.32

Ce brin présente une structure assez complexe. Plusieurs études sont disponibles par rapport à la structure de ce brin et à l'influence du traitement thermique [Jewell, 2008], [Sanabria, 2017].

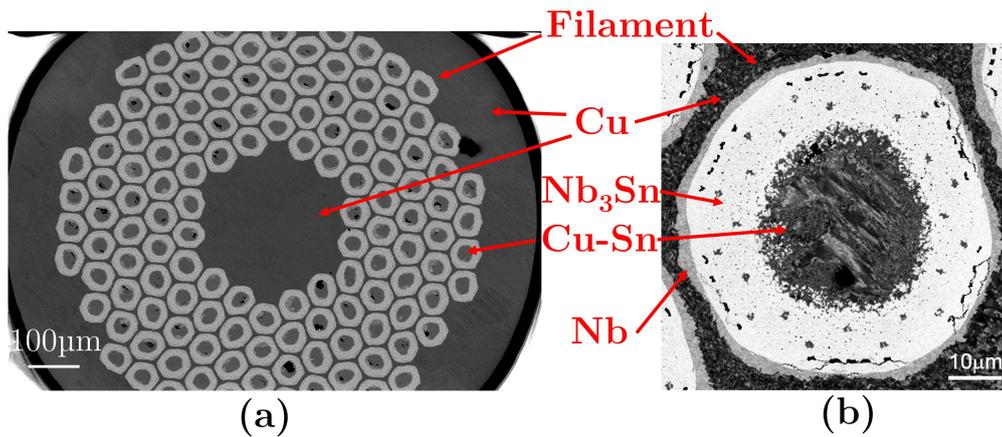
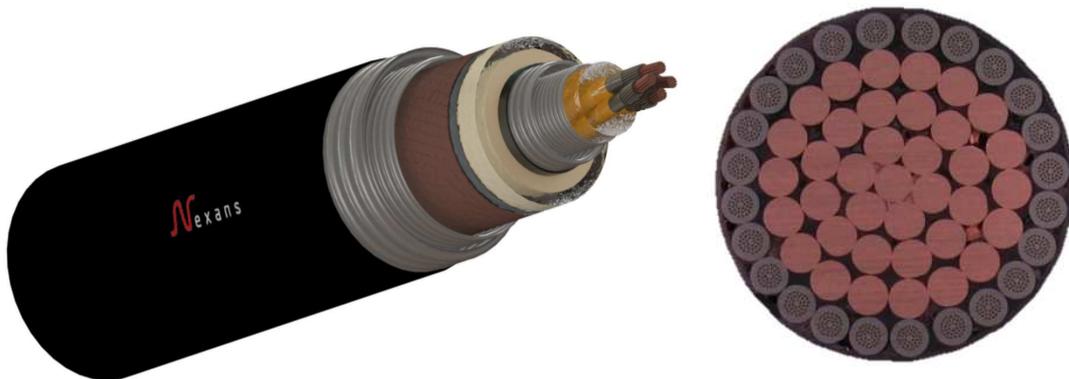


FIGURE I.32 – Observation au Microscope Électronique à Balayage (MEB) d’une coupe transverse du brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -RRP (a) complet, (b) zoom sur un filament.

### I.2.3 Câble pour le transport de l’électricité et brins $\text{MgB}_2$ -PIT

L’utilisation de matériaux supraconducteurs se développe de plus en plus pour le transport de l’énergie. Dans le cadre de projet de distribution de l’énergie, des câbles supraconducteurs basés sur le matériau  $\text{MgB}_2$  pouvant transporter jusqu’à 10kA/320V sont développés en collaboration par Nexans, le CERN et *Colombus Superconductors* [Ballarino *et al.*, 2016].

#### a Câble développé par Nexans



(a) Vue complète du câble composés de quatre pétales. (b) Coupe transverse d’un pétale composé de fils de cuivre sur les 3 couches intérieures et de brins  $\text{MgB}_2$  sur la couche extérieure.

FIGURE I.33 – Câble pour le transport de l’électricité [Ballarino *et al.*, 2016].

Le câble conçu par Nexans et présenté au début de ce chapitre est rappelé figure I.33a. Il se compose de plusieurs pétales entourés d’hélium liquide pour le refroidissement.

Plusieurs couches de rubans permettent de protéger le câble. Un pétale (figure I.33b) est composé de fils de cuivre dans les couches internes et de brins supraconducteurs sur la dernière couche.

### **b Fabrication et architecture du brin $\text{MgB}_2$ -PIT *ex situ***

Le brin utilisé dans ce câble est basé sur le matériau supraconducteur diborure de magnésium ( $\text{MgB}_2$ ). Le brin étudié est fourni par Nexans et fabriqué par Columbus Superconductors dans le cadre du projet BEST PATHS [Ballarino *et al.*, 2016].

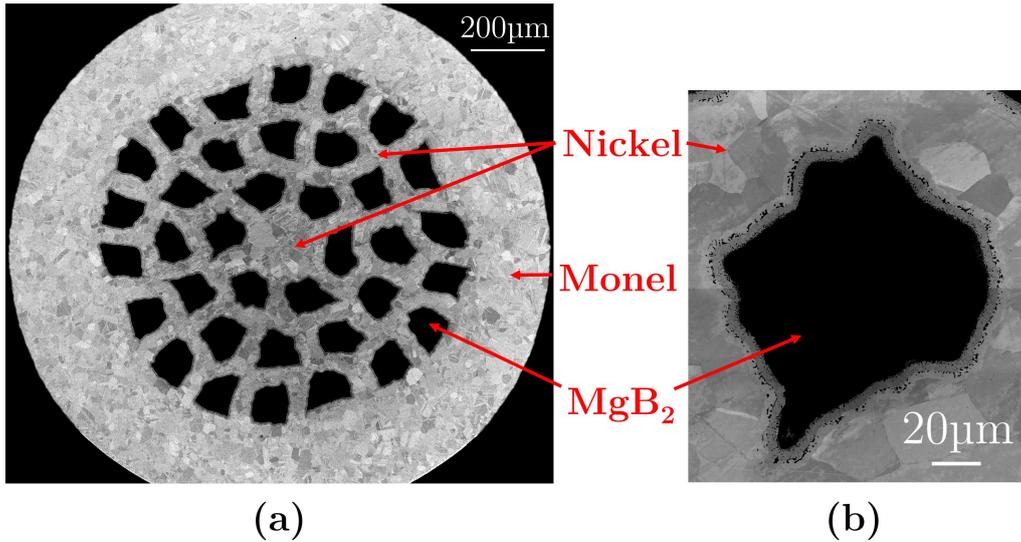
Le brin est fabriqué par un procédé *Powder-In-Tube*, déjà abordé pour la fabrication d'un des brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  étudiés. Toutefois, le procédé PIT décrit pour le  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  consiste à la création du composé supraconducteur après réalisation du brin, on parle de PIT *in situ*. Pour le brin  $\text{MgB}_2$  étudié ici, le procédé est un PIT *ex situ* [Braccini *et al.*, 2007].

Le composé supraconducteur est réalisé avant la fabrication du brin en mélangeant de la poudre de bore et de la poudre de magnésium. Un traitement thermique vient finaliser la création du  $\text{MgB}_2$ . Cette poudre est ensuite compactée dans des tubes de nickel pour réaliser une tige monofilamentaire. Ces tiges sont empilées dans un tube de Monel pour former la billette multifilamentaire qui est étirée jusqu'au diamètre final. Un traitement thermique est réalisé ensuite sur le brin pour homogénéiser la structure et relâcher les contraintes internes dues à la fabrication. Trois diamètres de brin ont été fournis pour ce projet : 1,13 mm, 1,33 mm et 1,52 mm.

Contrairement à la méthode du *Wind-and-React* utilisée avec les brins basés sur le  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ , ce brin est utilisé en *React-and-Wind* (R&W). Le composé supraconducteur est donc déjà créé avant fabrication de la structure finale. Des précautions doivent donc être prises pour le câblage et le bobinage afin d'éviter une dégradation des brins. C'est une des principales problématiques des brins en *React-and-Wind*.

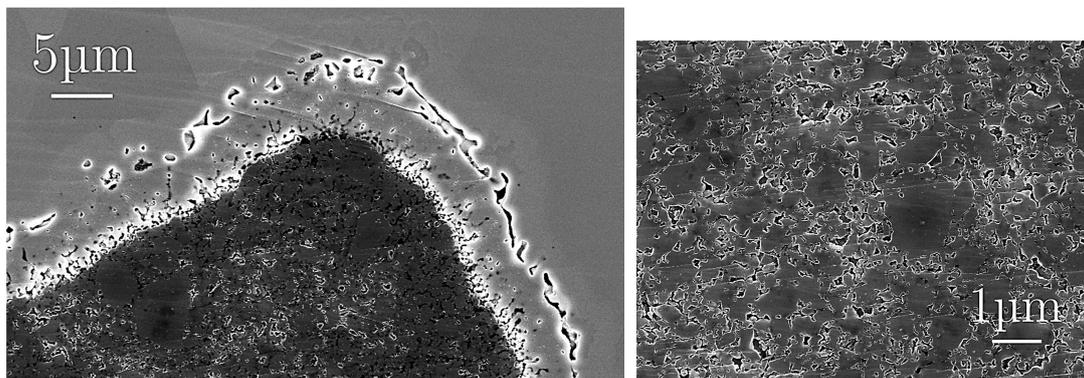
L'architecture du brin est détaillée sur les observations MEB de la figure I.34 avec une observation du brin complet et un zoom sur un filament. Le brin se compose d'une couronne extérieure de Monel, d'un cœur et d'une matrice en nickel et de filaments de  $\text{MgB}_2$ .

De la même manière que pour les brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ , ces échantillons ont été préparés par polissage manuel et automatique avec une étape de finition par vibro-polissage. Pendant ce processus, une faible attaque chimique est réalisée. Cela entraîne une différence de niveau entre la surface du nickel et le filament de  $\text{MgB}_2$  qui ne permet pas d'observer la phase supraconductrice sur la figure I.34. Une coupe transverse du brin a donc été préparée par abrasion ionique grâce à un *Cross-section Polisher* (CP). Cette technique de préparation, présentée en détail dans le chapitre IV (IV.3.2, page 200),



**FIGURE I.34** – Observation au Microscope Électronique à Balayage (MEB) d’une coupe transverse du brin  $\text{MgB}_2$ -PIT (a) complet, (b) zoom sur un filament.

permet d’abraser sur plusieurs dizaines de  $\mu\text{m}$  la surface de l’échantillon par un faisceau ionique. La surface observée ne subit par ce moyen de préparation qu’un très faible endommagement en surface, il n’y a aucun risque d’obstruer des fissures ou les porosités et il n’y a pas d’attaque chimique. La figure I.35a présente une observation de l’interface entre la phase  $\text{MgB}_2$  et le nickel et la figure I.35b, un zoom sur la phase  $\text{MgB}_2$ .

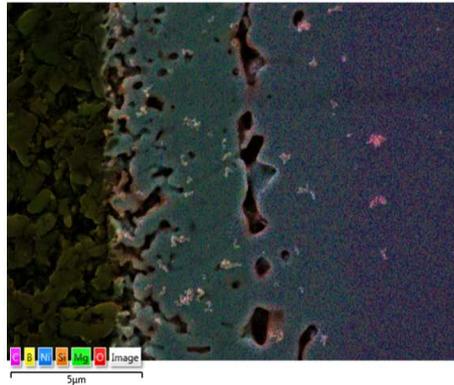


(a) Interface entre la phase  $\text{MgB}_2$  et le nickel de la matrice. (b) Zoom sur la phase poreuse de  $\text{MgB}_2$  composant un filament.

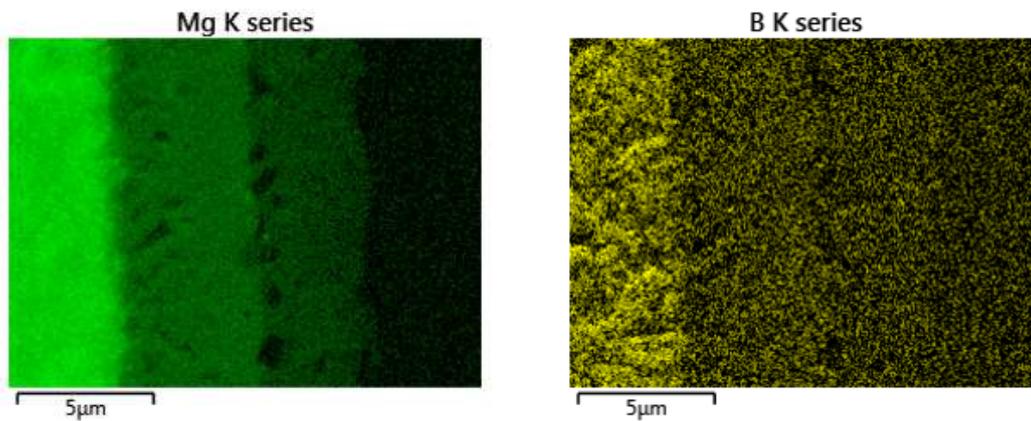
**FIGURE I.35** – Observations MEB d’une coupe transverse d’un brin  $\text{MgB}_2$  préparé par abrasion ionique dans un *Cross-section Polisher*.

On remarque bien la phase poreuse de  $\text{MgB}_2$  due à son procédé de fabrication. On peut également remarquer des porosités à l’interface entre le  $\text{MgB}_2$  et le nickel mais également dans la matrice de nickel. Lorsque l’on regarde attentivement la figure I.34, on peut remarquer autour du filament une phase plus sombre que le nickel de la matrice entourée par un liseré de porosités. Une analyse EDS a été réalisée afin de

connaître plus précisément la composition chimique à l'interface (figure I.36). L'analyse montre la présence de magnésium (figure I.36b) et de bore (figure I.36c) en plus du nickel. On observe un gradient de composition avec une première couche riche en magnésium et en bore, à l'interface avec le filament de  $MgB_2$ , puis une deuxième couche contenant un taux de magnésium plus faible, avant d'arriver à la matrice de nickel.



(a) Zones concernées par l'analyse EDS. À gauche, la phase poreuse de  $MgB_2$  et à droite, la matrice de nickel.



(b) Présence du magnésium.

(c) Présence du bore.

**FIGURE I.36** – Analyse EDS à l'interface entre la phase  $MgB_2$  et le nickel.

Cette présence s'explique par le traitement thermique effectué après tréfilage qui entraîne une diffusion du magnésium et du bore contenus dans la poudre de  $MgB_2$  dans la matrice de nickel.

La figure I.37 montre maintenant l'interface entre la phase  $MgB_2$  et le nickel réalisée en utilisant un détecteur d'électrons rétrodiffusés, permettant ainsi de mieux distinguer les phases. Il y a présence de deux zones de diffusion autour de chaque filament. Ce type de diffusion a déjà été observé dans des rubans supraconducteurs  $Ni/MgB_2$ , formant un composé  $MgB_2Ni_{2.5}$  [Malagoli *et al.*, 2003].

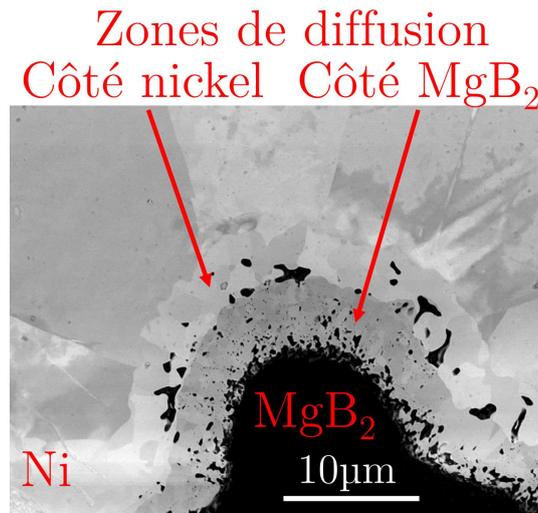


FIGURE I.37 – Observation MEB de l’interface entre la phase MgB<sub>2</sub> et le nickel de la matrice avec un détecteur d’électrons rétrodiffusés.

## I.3 Problématiques liées aux câbles supraconducteurs

Nous avons posé les bases de la supraconductivité et décrit les objets de l’étude. Dans cette partie, nous allons aborder les problématiques liées à la mécanique dans les câbles supraconducteurs.

### I.3.1 Dégradations des performances électriques des câbles

Déjà abordé dans la partie traitant de la supraconductivité, le domaine supraconducteur et plus particulièrement le courant maximal pouvant circuler dans un brin ( $I_c$ ) évolue avec la déformation mécanique. Cette dépendance est bien connue pour le Nb<sub>3</sub>Sn et des *Scaling law* sont disponibles pour les différents brins.

Toutefois, des campagnes d’essais réalisés sur CICC dans le cadre d’ITER ont montré que les performances des câbles étaient nettement dégradées par rapport aux performances nominales des brins [Ciazynski, 2007]. L’application de chargements cycliques (thermiques ou électromagnétiques) ont également entraîné une dégradation irréversible des performances [Bruzzone *et al.*, 2008], [Bruzzone *et al.*, 2009], [Breschi *et al.*, 2012].

Ces dégradations sont expliquées par les sollicitations auxquelles sont soumis les brins dans les CICC et le design des câbles [Ciazynski *et al.*, 2008]. Les brins sont soumis à plusieurs chargements dans les câbles : un chargement thermique entre la température de traitement thermique de 650 °C et le refroidissement à 4 K et un chargement électromagnétique générant une force de Lorentz dans le conducteur. Cette force peut mettre en mouvement certains brins au sein du câble à cause de la présence de vide nécessaire à la circulation de l’hélium [Mitchell, 2005c]. Ces sollicitations mènent à de la flexion ainsi qu’à des efforts de contacts entre les brins [Nijhuis et Ilyin, 2006], [Mit-

chell *et al.*, 2013]. Des phénomènes cycliques peuvent également apparaître et peuvent mener à l'endommagement des brins supraconducteurs [Jewell *et al.*, 2003], [Sanabria *et al.*, 2012]. Ce sont les deux principaux chargements s'appliquant aux câbles supraconducteurs.

Des efforts ont donc été menés afin de comprendre les phénomènes en jeu dans la mécanique des câbles. Il s'agit également de prédire le comportement électrique des câbles. Cela passe par la modélisation numérique. Pour pouvoir prédire le comportement électrique d'un câble, il est nécessaire de connaître les déformations locales au sein d'un brin.

### I.3.2 Modèle électromécanique couplé de câbles supraconducteurs

Plusieurs approches ont été développées pour prédire les propriétés électriques à l'échelle du câble à partir des propriétés à l'échelle des brins.

#### Approches analytiques

Basés sur les modèles analytiques de flexion de poutre, le modèle TEMLOP (*Transverse Electro-Magnetic Load Optimisation*) permet d'estimer les déformations induites par les efforts magnétiques transverses [Nijhuis et Ilyin, 2006]. Zhai et Bird [2008] ont enrichi le modèle TEMLOP de l'Université de Twente et développé le FEMCAM au *National High Field Laboratory* de la *Florida State University*. Leur modèle permet de déterminer les courants circulant dans chaque brin en fonction des déformations subies. Qin *et al.* [2011] ont ensuite développé le CORD, avec une définition hélicoïdale de la trajectoire des brins et basé sur les modèles analytiques de Costello [1997] pour les câbles.

#### Approches géométriques

Schild *et al.* [2000] ont proposé une approche purement géométrique pour prédire les trajectoires initiales des brins dans un CICC en déplaçant les brins par un procédé heuristique jusqu'à la géométrie finale sans interpénétrations entre les brins à partir d'un arrangement arbitraire initial. Cette approche a été utilisée pour la prédiction des zones de contact entre les brins par Van Lanen et Nijhuis [2010].

#### Approches par simulation par éléments finis-codes commerciaux

Nemov *et al.* [2010] ont proposé une approche pour simuler le comportement mécanique de câble en utilisant des codes de calcul commerciaux (ABAQUS/Explicit, LS-DYNA et MSC.Marc). Différents éléments et contacts sont utilisés pour modéliser les brins (éléments finis volumiques ou éléments de poutres enveloppées de coques pour la prise en charge du contact). Le comportement des brins est défini comme isotrope

et implémenté dans le modèle éléments finis sous la forme de données de contrainte-déformation. Le principe est de partir d'une configuration de départ avec une description des brins par des combinaisons d'hélices et de compacter le câble pour obtenir la configuration initiale. Les modèles obtenus sont ensuite soumis à de la traction.

Les petits assemblages (triplets et 3x3) présentent des résultats satisfaisants mais les conditions aux limites ne permettent pas d'obtenir une configuration initiale satisfaisante pour les assemblages de plus de trois niveaux. Il est également reporté des difficultés à modéliser le contact dans les trois codes employés.

Toutefois, ce type d'approche reste intéressant lorsque l'on considère des câbles avec un faible nombre de brins et certaines conditions (périodicité spatiale). Une modélisation de ce type est notamment utilisée pour modéliser les câbles de type Rutherford (figure I.38) [Arbelaez *et al.*, 2010], [Manil *et al.*, 2012]. La géométrie des surfaces de contacts entre brins est accessible et l'étude de phénomènes tels que la décohesion survenant lors de la fabrication ou l'utilisation des câbles de type Rutherford est possible par un modèle par éléments finis.

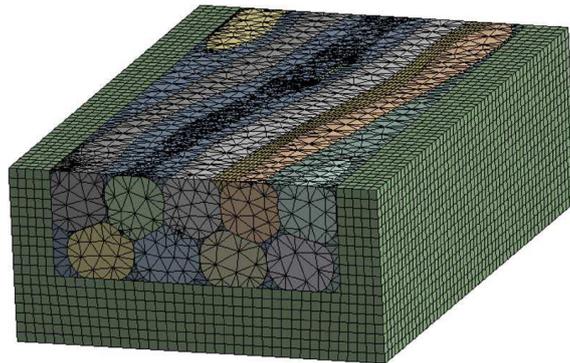


FIGURE I.38 – Modélisation par éléments finis d'une portion d'un câble Rutherford réalisé sous ANSYS et LS-DYNA [Manil *et al.*, 2012].

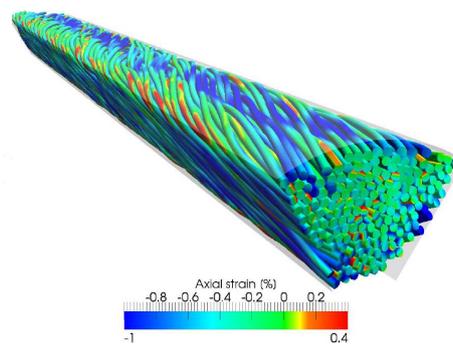
#### Approches par éléments finis-code dédié : Multifil

Une autre approche pour la simulation par éléments finis des câbles est proposée par le code Multifil. Initialement développé pour la modélisation de la mécanique interne des câbles métalliques, Multifil a été étendu à la simulation des milieux enchevêtrés généralisés et des matériaux textiles [Durville, 2005], [Durville, 2010], [Durville, 2012].

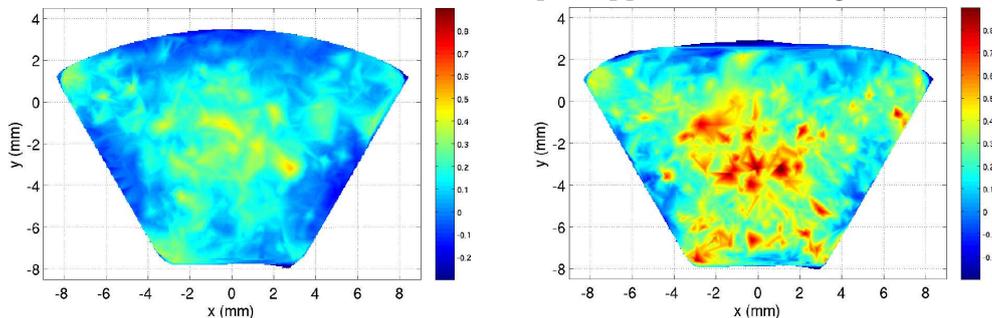
Au cours de sa thèse, H. Bajas a simulé plusieurs configurations de câbles dans lesquels chaque brin possède un comportement global homogène. Le câble est initialement modélisé dans son ensemble par des fonctions hélicoïdales correspondants aux différentes étapes de câblage et plusieurs opérations (déformations et compactions) sont réalisées pour obtenir la configuration géométrique du câble. La simulation utilise un modèle de poutre à cinématique enrichie pour décrire la cinématique du fil et

le contact est modélisé par de la friction. La simulation des chargements de compression axiale résultant du retrait thermique (figure I.39b) et de l'application des forces de Lorentz (figure I.39c) a permis de mettre en avant une importante hétérogénéité des déformations à l'échelle du brin.

Le modèle cinématique de poutre à 9 degrés de liberté est moins onéreux qu'une approche par éléments volumiques qui nécessite une discrétisation relativement fine dans le volume. Une telle approche permet de simuler des câbles composés de plusieurs centaines de brins.



(a) Simulation du câble et déformations axiales après application du chargement thermique.



(b) Carte de déformations axiales après application du chargement thermique. (c) Carte de déformations axiales après application des forces de Lorentz.

FIGURE I.39 – Modélisation et résultats de simulation d'un pétale (sous-câble) CICC réalisée par Bajas [2011].

La thèse de Bajas [2011] a montré l'intérêt de ce type d'approche pour la simulation des CICC et la détermination des déformations induites dans les câbles (figure I.39). À partir des déformations prédites, une simulation du comportement électrique est réalisée en utilisant le modèle CARMEN développé au CEA Cadarache [Torre *et al.*, 2011], [Torre *et al.*, 2013] et [Torre *et al.*, 2014]. Le code CARMEN (pour *Coupled Algorithm for Resistive Modeling of Electrical Networks* [Zani *et al.*, 2009]) est basé sur un modèle de réseau électrique et permet de prédire le comportement électrique des câbles en prenant en compte les redistributions de courants entre brins supraconducteurs.

## I.4 Conclusion

Ce chapitre a permis de mettre en place le contexte pour appréhender les différents objectifs de la thèse.

Les matériaux supraconducteurs présentent un intérêt de premier ordre dans de nombreux domaines. Leur utilisation et la recherche de meilleures performances poussent les brins supraconducteurs dans leur limite mécanique. La dépendance des performances électriques avec le comportement mécanique des brins ainsi que les dégradations des propriétés électriques des câbles sous chargement cyclique imposent une connaissance du comportement mécanique pour améliorer les performances et optimiser les solutions déjà existantes.

La structure complexe des différents brins a été présentée. Cependant, cette structure implique des difficultés spécifiques pour caractériser le comportement. Plus particulièrement, il s'agit d'effectuer des essais fournissant des données pertinentes sur une structure composite multi-phasée associant des matériaux élasto-plastique et élastique fragile. Ces essais nécessitent des précautions spécifiques qui sont développées dans le chapitre suivant.

Le manque de connaissance concernant l'endommagement des brins supraconducteurs est également abordé. Au-delà de la simulation électromécanique couplée des câbles qui permet une amélioration du design et des performances, la compréhension de l'origine de l'endommagement et de son évolution est primordiale pour permettre la résolution de ces problématiques et présente un intérêt scientifique.

Les résultats obtenus lors de la thèse de H. Bajas [[Bajas, 2011](#)] ont montré l'intérêt de la simulation de l'état mécanique d'un câble CICC sous Multifil. Le travail de modélisation effectué dans cette thèse s'inscrit dans la continuité du travail de [Bajas \[2011\]](#). En effet, dans le travail d'H. Bajas, le comportement des brins était modélisé par une loi de type puissance en considérant un modèle de brin homogénéisé. L'objectif est de modéliser le comportement du brin par un modèle élasto-plastique prenant en compte la structure composite du brin.

L'objectif final du modèle est d'être utilisé pour simuler le comportement de câble supraconducteur. Les résultats des simulations à l'échelle du câble serviront ensuite de donnée d'entrée au modèle électrique (type CARMEN) pour prédire le comportement électrique du conducteur dans son intégralité. Ces prédictions permettent d'identifier les zones où il y a dégradation des performances et d'améliorer la structure et la fabrication des câbles.

La première étape de cette étude est de mettre en place des protocoles expérimentaux et de construire une base de données expérimentales adaptées à la structure com-

posite des brins et aux problématiques liées aux dégradations des performances électriques présentées dans ce chapitre.

# Chapitre II

## Étude expérimentale des brins supraconducteurs

### Sommaire

---

<b>II.1 Objectifs de la caractérisation</b>	<b>48</b>
II.1.1 Sollicitations	48
II.1.2 Besoins	49
II.1.3 Bilan des essais mécaniques nécessaires	50
a Types d'essais	51
b Types d'éprouvettes	51
c Température	51
<b>II.2 Études disponibles dans la littérature</b>	<b>52</b>
II.2.1 Brins Nb <sub>3</sub> Sn	52
a TARSIS	52
b Round Robin Test et norme	54
c Autres études	58
II.2.2 Brins MgB <sub>2</sub>	62
II.2.3 Discussion	69
a Réponse mécanique	69
b Matériel et protocole expérimental	70
c Propriétés et post-traitement	72
<b>II.3 Essais de traction monotone avec décharges</b>	<b>72</b>
II.3.1 Protocole expérimental et outils	72
a Matériels	72
b Dispositif SCUTT	73
c Échantillons brins interfilamentaires	76
d Protocole d'essais	77
II.3.2 Post-traitement des données	79
a Données mesurées et calculées	79
b Évaluation du module d'élasticité	80
c Courbe contrainte-déformation	80
II.3.3 Résultats des essais	80
a Analyse du comportement global des différents brins	80
b Résultats de traction du brin MgB <sub>2</sub>	82

c	Résultats de traction du brin Nb <sub>3</sub> Sn-IT . . . . .	85
d	Résultats de traction du brin Nb <sub>3</sub> Sn-PIT . . . . .	86
e	Résultats de traction du brin Nb <sub>3</sub> Sn-RRP . . . . .	88
<b>II.4</b>	<b>Essais de traction-compression . . . . .</b>	<b>89</b>
II.4.1	Matériel et protocole expérimental . . . . .	89
II.4.2	Post-traitement des données . . . . .	89
II.4.3	Résultats de traction-compression sur brin MgB <sub>2</sub> . . . . .	90
<b>II.5</b>	<b>Essais de nano-indentation . . . . .</b>	<b>94</b>
II.5.1	Principe . . . . .	94
a	Méthode traditionnelle . . . . .	94
b	<i>Continuous Stiffness Measurement</i> . . . . .	96
II.5.2	Matériels, protocole et méthode de préparation . . . . .	96
a	Préparation de l'échantillon . . . . .	97
b	Protocole et données d'entrées . . . . .	97
II.5.3	Post-traitement des données . . . . .	99
II.5.4	Résultats des essais . . . . .	101
a	Résultats de nano-indentation sur le brin MgB <sub>2</sub> . . . . .	101
b	Résultats de nano-indentation sur le brin Nb <sub>3</sub> Sn-IT . . . . .	103
c	Résultats de nano-indentation sur le brin Nb <sub>3</sub> Sn-PIT . . . . .	105
d	Résultats de nano-indentation sur le brin Nb <sub>3</sub> Sn-RRP . . . . .	105
II.5.5	Discussion sur les propriétés locales des brins Nb <sub>3</sub> Sn . . . . .	105
<b>II.6</b>	<b>Conclusion . . . . .</b>	<b>109</b>

---

---

La dépendance des propriétés électriques avec la déformation pousse à étudier le comportement mécanique des brins supraconducteurs. Les objectifs sont la compréhension des phénomènes mis en jeu dans la mécanique des brins comme l'endommagement, mais également la modélisation pour la prédiction du comportement mécanique et électrique.

Un des objectifs de ce projet est de développer une base expérimentale adaptée à la structure composite complexe des brins supraconducteurs. Nous avons décrit les quatre brins étudiés dans ce projet au chapitre précédent. Ces brins ont chacun une composition, une structure et un processus de fabrication différents. Il est donc nécessaire de les caractériser séparément. Des essais mécaniques de différents types et à plusieurs échelles, allant des essais de traction sur brin complet aux essais de nano-indentations sur les différentes phases d'un brin, ont été réalisés. Les brins supraconducteurs étant des fils fragiles de faible diamètre, des protocoles et des outils spécifiques ont été développés.

Notre objectif n'est pas de présenter une base de données exhaustive mais de répondre à un besoin. Nous repartirons donc des sollicitations auxquelles sont soumis les brins lors de leurs utilisations ainsi que les données expérimentales nécessaires dans ce projet afin de choisir les essais mécaniques à réaliser.

Des études ont déjà été menées dans la littérature sur le comportement mécanique de certains brins supraconducteurs. Nous aborderons les outils qui ont pu être développés en rapport avec les essais que nous réalisons ainsi que les résultats obtenus dans ces études. Cela nous permet d'avoir une première idée du comportement mécanique des brins, des grandeurs mises en jeu dans les mesures ainsi que les conditions des essais réalisés.

À partir des études de la littérature et de leurs résultats, les protocoles développés seront décrits pour chaque essai en partant de la machine employée et de la préparation des éprouvettes jusqu'au traitement des données expérimentales. Au-delà de la caractérisation des brins, ce projet vise à développer des protocoles rigoureux d'essais mécaniques pour la caractérisation des fils composites supraconducteurs. Pour construire des modèles robustes, des données claires et pertinentes dans lesquelles on peut avoir confiance doivent être fournies. La description complète des essais réalisés associés à des protocoles adaptés permet d'assurer ce type de données.

Associés à la description des différents essais mis en place seront présentés les résultats sur les brins de l'étude. Les résultats sont analysés et comparés aux données de la littérature. Certains résultats ouvrent sur l'étude de l'endommagement traitée dans le chapitre IV.

## II.1 Objectifs de la caractérisation

### II.1.1 Sollicitations

Pour les brins de type *React-and-Wind* ( $MgB_2$ ), les étapes de câblage et de bobinage sont réalisés avec des brins réagis, c'est-à-dire que le composé supraconducteur fragile est déjà créé. Ces étapes peuvent entraîner des sollicitations complexes de torsion, de flexion et de traction. La torsion est souvent réduite à son minimum par des technologies spécifiques de câblage et d'appareillage (retordage) lors de la fabrication du câble. Elle peut donc être négligée.

Plus généralement, lors de l'utilisation des câbles et des bobines, les brins sont soumis à des sollicitations provenant du refroidissement à température cryogénique, des forces de Lorentz dues au champ magnétique et au courant traversant les brins ainsi qu'à des mouvements relatifs possible au sein du câble [Mitchell, 2005c].

Bajas [2011] a simulé le comportement de plusieurs configurations de câbles CICC (composés de brins  $Nb_3Sn$ ) soumis à une sollicitation de compression thermique ainsi qu'à des forces de Lorentz (figure II.1a). Les simulations ont été réalisées en utilisant le code Multifil développé par D. Durville au laboratoire MSSMat de l'École Centrale-Supélec [Durville, 2012]. Les brins sont modélisés avec un comportement mécanique non-linéaire. Ces simulations mettent en avant que les sollicitations en service mènent majoritairement à des efforts de flexion-compression cyclique. La figure II.1b montre une coupe du câble et met clairement en évidence le haut niveau de flexion de certains brins. On constate de plus que, quelle que soit la déformation axiale moyenne des brins, en traction ou en compression, ils sont tous soumis à une composante de flexion.

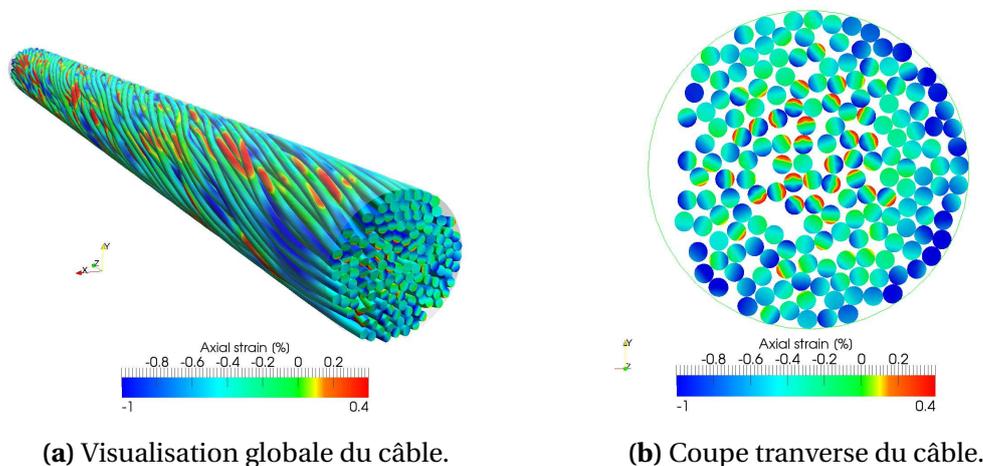


FIGURE II.1 – Champ de déformation axiale après application des forces de Lorentz à  $1.35N/mm$  [Bajas, 2011].

D'un point de vue expérimental, l'application d'une sollicitation de flexion-compression cyclique sur les brins composites fragiles est compliquée. La mesure des contraintes locales s'exerçant sur les différents composants du brin avec ce type de sollicitation s'avère également critique. Si l'on considère un volume élémentaire dans une section de brin dans le câble CICC, la sollicitation de flexion-compression peut être considérée par des composantes de traction et de compression. La caractérisation des brins peut donc être menée en considérant des essais uni-axiaux de traction et compression dans la direction du brin.

### II.1.2 Besoins

Les données expérimentales sont nécessaires dans notre projet pour caractériser et étudier le comportement mécanique des brins et également identifier et valider des paramètres de modèles de comportement mécanique.

#### Littérature

La plupart des études sur la caractérisation mécanique de brins supraconducteurs dans la littérature sont principalement centrées sur la relation entre déformation et propriétés électriques, les améliorations apportées par un processus de fabrication ou encore l'étude de l'endommagement dans les filaments. Les dispositifs et les résultats disponibles permettent d'appréhender la mécanique des brins supraconducteurs mais restent très focalisés sur ces problématiques, comme le montrent les résultats résumés dans [Nijhuis *et al.*, 2013]. L'analyse des résultats expérimentaux ne concerne souvent que les propriétés mécaniques nécessaires à la caractérisation électrique (module d'élasticité du brin et déformation irréversible  $\epsilon_{irr}$ ) [Katagiri *et al.*, 2005], [van den Eijnden *et al.*, 2005], [Osamura *et al.*, 2008], [Liu *et al.*, 2011].

Une problématique se pose également concernant la validité des données matériaux et des résultats utilisés pour la modélisation. Les mêmes articles sont utilisés depuis plusieurs années ([Mitchell, 2005a], [van den Eijnden *et al.*, 2005]) et définissent des propriétés générales ou bien des résultats sur des brins spécifiques. Elles ne sont donc plus toujours adaptées à certaines utilisations qui en sont faites.

L'utilisation dans les bobines d'ITER des brins Nb<sub>3</sub>Sn fabriqués par la méthode du bronze (*Bronze Route*) et de l'étain interne (*Internal-Tin-IT*) et la problématique de dépendance à la déformation ont poussé l'étude de leur comportement mécanique. Par rapport aux brins étudiés dans ce projet, des résultats sont donc disponibles pour l'IT. Cependant, les brins *Powder-In-Tube* (PIT) et *Rod Restack Process* (RRP) sont encore peu caractérisés. L'utilisation de ces brins dans des projets du CERN a toutefois amené à certaines études qui sont décrites par la suite.

La récente découverte et l'extension rapide de l'utilisation de brins basés sur le  $MgB_2$  entraînent des études plus centrées sur le développement de technologie et de procédés de fabrication ([Katagiri *et al.*, 2007], [Nishijima *et al.*, 2012]) ou sur la caractérisation mécanique d'un brin particulier [Saglietti *et al.*, 2010]. Les résultats sont donc peu nombreux et ne concernent pas forcément la structure d'un brin multifilamentaire mais de ruban [Kitaguchi et Kumakura, 2005] ou de brin unifilamentaire [Hanna *et al.*, 2007].

Finalement, les différents processus de fabrication ainsi que des besoins très spécifiques (scaling laws, influence du traitement thermique ou d'un composé en particulier, propriétés élastiques) limitent les éléments utilisables de la littérature. Il y a donc un besoin en données expérimentales pour comprendre le comportement des brins et le modéliser rigoureusement.

### Modélisation

Le brin  $MgB_2$  et le brin  $Nb_3Sn$ -IT font l'objet d'une modélisation traitée dans le chapitre III. Des modèles d'homogénéisation sont également développés par l'IRFU pour les brins  $Nb_3Sn$ -PIT et RRP. Des données expérimentales sont nécessaires afin de modéliser, identifier et valider les modèles de comportement.

Nous avons vu que les sollicitations auxquelles sont soumis les brins lors de leur utilisation peuvent être obtenues dans une première approximation par des essais uniaxiaux. L'essai le plus simple à réaliser est l'essai de traction monotone. Il permet d'obtenir des propriétés mécaniques mais les informations que l'on peut mesurer sur ce type d'essai sont insuffisantes pour réaliser un modèle robuste. Une décharge élastoplastique mettant en évidence l'effet Bauschinger (ouverture de la boucle de charge/décharge ou boucle d'hystérésis) permet d'accéder à des informations supplémentaires sur le comportement.

Par ailleurs, le comportement cyclique des brins est encore peu connu. La modélisation des brins  $MgB_2$  et le brin  $Nb_3Sn$ -IT a pour objectif de proposer une première prédiction du comportement cyclique. Des essais cycliques sont donc nécessaires pour identifier des paramètres cycliques.

Les brins possèdent une structure composite. Pour comprendre et modéliser le comportement mécanique, la connaissance des propriétés de chaque matériau présent dans cette structure est indispensable. Des informations locales sont donc nécessaires.

### II.1.3 Bilan des essais mécaniques nécessaires

Les essais considérés doivent remplir plusieurs fonctions : permettre de connaître et étudier le comportement des brins, identifier et valider des modèles et être exploi-

tables et reproductibles. Plusieurs types d'essais ont donc été réalisés sur différents types d'éprouvettes.

### a Types d'essais

**Essais de traction monotone** Des essais de traction uniaxiale monotone avec et sans décharge sont réalisés. La décharge nous permet de remonter à certaines propriétés du matériau comme le module d'élasticité ou l'évaluation des écrouissages.

**Essais de traction/traction-compression cyclique** Des essais cycliques uniaxiaux sont réalisés sur les brins. Les essais sont réalisés à faible nombre de cycles pour correspondre à leur utilisation en service.

Les brins  $\text{MgB}_2$  sont disponibles avec un diamètre de 1,52 mm, les essais ont donc été réalisés en traction-compression ( $R_\sigma < 0$ ). Le diamètre des autres brins étant trop faibles, seuls des essais cycliques de traction ondulée ont été réalisés ( $0 < R_\sigma < 1$ ).

**Essais de nano-indentation** Étant donné la taille de la microstructure, la nano-indentation est tout à fait adaptée pour accéder aux propriétés locales. Ces essais nous permettent de mesurer les propriétés élastiques des différents matériaux au sein de la structure brin et ne sont pas tirés de valeurs génériques présentes dans la littérature.

### b Types d'éprouvettes

Les essais de nano-indentation ne nous ont permis d'obtenir que des informations sur le domaine élastique de chaque matériau. Afin d'accéder à des informations sur le comportement mécanique plus global des différents brins, des essais sur des éprouvettes dont la couronne extérieure (cuivre ou monel) a été dissoute ont été mis en place. Une méthode a été développée afin de préserver l'intégrité de la structure du brin suite au retrait de la couronne et pour faciliter la manipulation des éprouvettes fragiles. Un brin dont la couronne a été dissoute est appelé par la suite brin interfilaire.

Les essais sont donc réalisés sur des éprouvettes "brin complet" et "brin interfilaire" pour chacun des brins de l'étude.

### c Température

Le procédé *React-and-Wind* (R&W) utilisé dans la fabrication des brins  $\text{MgB}_2$ , consiste à réaliser le composé supraconducteur avant câblage. Cela induit donc des manipulations et une mise en forme à température ambiante avant le refroidissement à température cryogénique. Le procédé *Wind-and-React* (W&R), utilisé dans la fabrication des brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ , présente quant à lui une étape de traitement thermique après manipulations et mise en forme, pour créer le composé supraconducteur avant l'étape

de refroidissement à température cryogénique. Il y a donc un besoin de connaître et de comprendre le comportement mécanique à température cryogénique, la température d'utilisation des brins supraconducteurs mais également à température ambiante pour répondre aux problématiques qui peuvent se poser lors des manipulations et de la mise en forme.

Cette étude est une première étape dans la démarche de caractérisation et de modélisation multi-échelle des câbles, nous nous limitons donc à la température ambiante. Les essais sont donc réalisés à température ambiante.

## II.2 Études disponibles dans la littérature

Les brins supraconducteurs sont des fils de faibles diamètres composés de matériaux fragiles. La manipulation ainsi que le protocole expérimental doivent être adaptés à ce type d'éprouvette. Une attention particulière est apportée aux dispositifs développés dans la littérature et au traitement des données expérimentales.

Les travaux concernant les brins supraconducteurs sont assez inégaux. Plus de résultats sont disponibles concernant le  $Nb_3Sn$  que le  $MgB_2$ . Au sein même des études sur le  $Nb_3Sn$ , les brins *PIT* et *RRP* sont moins représentés.

Cette partie est donc scindée entre les études portant sur le  $Nb_3Sn$  et celles portant sur le  $MgB_2$ , en présentant les dispositifs expérimentaux utilisés associés aux résultats de chaque étude. Une discussion finale est réalisée sur les points primordiaux retenus dans la littérature. Les résultats extraits ne sont pas analysés en détails mais simplement exposés pour permettre d'avoir une première idée du comportement mécanique des brins ainsi que des données disponibles. Les résultats de la littérature sur des brins se rapprochant le plus de ceux de notre étude seront comparés à ceux obtenus lors de nos essais dans la présentation des résultats (II.3.3).

Cette section a pour objectif de dresser un bilan des études expérimentales disponibles afin de caractériser le comportement mécanique des brins et de développer un protocole expérimental. Il n'est donc question ici que des travaux présents dans la littérature concernant les essais expérimentaux décrivant à la fois le protocole et les résultats. Il ne sera donc pas reporté ici les études regroupant des données matériaux ([[Mitchell, 2005a](#)] par exemple). Ces travaux seront utilisés lors de l'exploitation des résultats obtenus (II.5.4 et chapitre III).

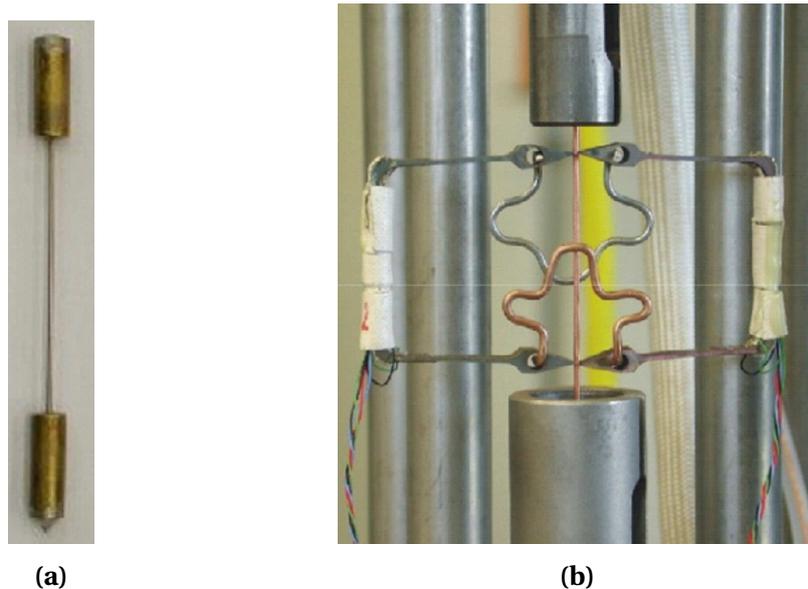
### II.2.1 Brins $Nb_3Sn$

#### a *TARSIS*

Un des acteurs majeurs dans la caractérisation mécanique des brins pour ITER est l'Université de Twente aux Pays-Bas. L'équipe autour de A. Nijhuis a développé plu-

sieurs dispositifs permettant de solliciter et mesurer le courant critique et la déformation du brin au cours de différents essais mécaniques (flexion et traction) [Godeke *et al.*, 2004], [Nijhuis *et al.*, 2005], [van den Eijnden *et al.*, 2005].

La figure II.2 montre le dispositif de traction mis en place dans la plate-forme d'essais TARSIS ("Test ARrangement for Strain Influence on Strands"). Ce dispositif permet de réaliser des essais de traction à très basse température.



**FIGURE II.2** – Dispositif de traction TARSIS : (a) un brin soudé avec les tubes et (b) l'échantillon avec l'extensomètre monté dans la machine d'essais [van den Eijnden *et al.*, 2005].

Un double extensomètre développé par A. Nyilas est employé [Nyilas, 2005] pour éviter d'ajouter un effort de flexion au niveau des lames de l'extensomètre. Pour monter l'échantillon sur la machine, deux tubes de laiton avec un diamètre intérieur de 0,90 mm sont soudés aux extrémités du brin et servent à transmettre l'effort. Une attention particulière lors de la préparation des échantillons est prise, selon van den Eijnden *et al.* [2005], pour que le brin soit aligné avec la force appliquée. D'après van den Eijnden *et al.* [2005], cette méthode assure l'alignement de l'éprouvette, un minimum de manipulation du brin et un effort de traction uniaxial. Cependant, les tubes sont soudés au brin, le moindre désalignement entraîne donc non plus un effort de traction uniaxial mais également de la flexion au niveau de la soudure. De plus, souder les extrémités des brins directement sur des tubes engendre des manipulations qui auraient pu être évitées. Toute sollicitation appliquée aux tubes sera transmise au brin du fait de cette liaison encastrement. Finalement, le dispositif a de grande chance d'entraîner un endommagement précoce des brins lors de la manipulation ou de l'installation sur la machine d'essais.

Un point important à retenir est qu'une étude sur l'impact de la soudure a été me-

née sur plusieurs types d'échantillons. Aucune différence de comportement n'a été remarquée entre les échantillons soudés et les non soudés.

Plusieurs types de brins ont été testés dans [van den Eijnden *et al.*, 2005]. Nous ne citerons que les résultats concernant le brin IT fabriqué par Europa Metall-LMI (appelé *IT-LMI*) et le PIT fabriqué par ShapeMetal Innovation (SMI). Ces deux brins ne sont pas produits par les mêmes fabricants que ceux de notre étude mais la structure et le processus de fabrication sont similaires. Les courbes contrainte-déformation suite aux essais de traction sur les brins sont présentés figure II.3. Les essais ont été réalisés à une vitesse de déformation de  $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et à différentes températures (ambiante, 77 K et 4,2 K). Il est précisé que les ruptures surviennent près des tubes de laiton ou au niveau des lames des extensomètres.

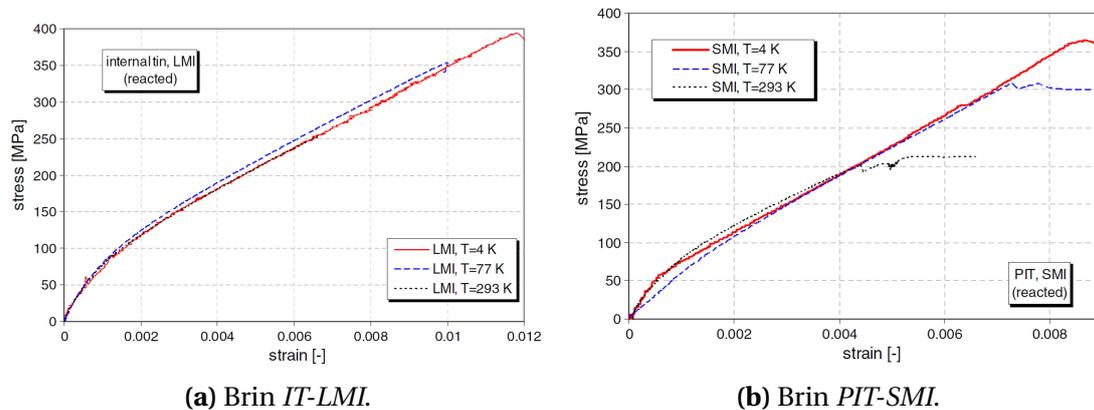


FIGURE II.3 – Courbes contrainte-déformation mesurées à différentes températures réalisées avec TARSIS [van den Eijnden *et al.*, 2005].

Ces données ont été et sont encore utilisées dans de nombreuses études pour valider des modèles de comportement ou des résultats de simulations numériques que ce soit au niveau du brin ([Boso, 2013], [Wang *et al.*, 2016]) ou au niveau du câble ([Ilyin *et al.*, 2006], [Nemov *et al.*, 2010], [Bajas *et al.*, 2012]).

### b Round Robin Test et norme

Une norme ([IEC/CEI 61788-19, 2013]) existe concernant les essais de traction à température ambiante de brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ . Cette norme s'appuie sur plusieurs études dans lesquelles ont été testées plusieurs méthodes d'essais et de post-traitement différents des propriétés mécaniques [Katagiri *et al.*, 2001], [Nyilas, 2006] et [Osamura *et al.*, 2008].

Osamura *et al.* [2008] définissent, aux travers d'un *Round Robin Test* (campagne d'essais interlaboratoire internationale), des recommandations décrivant une méthode de test appelée *test 50316* pour la définition de la norme IEC/CEI 61788-19 [2013]. Différentes méthodes d'essais ont été testées, mettant en parallèle les machines d'essais

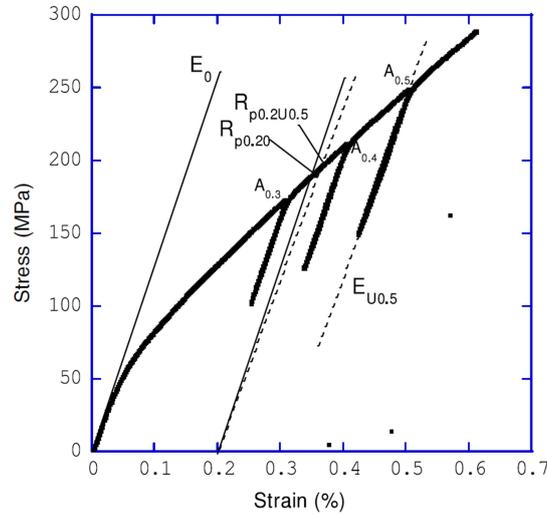
utilisées, les méthodes de fixations de l'éprouvette dans les mors, les méthodes de mesures de la force et du déplacement et les vitesses de déformations appliquées. Trois types de fixations sont testées :

- la première consiste à serrer le brin entre deux mors avec mordaches plats. Un papier abrasif peut être intercalé entre le mordache et le brin pour avoir une bonne adhérence lors de la sollicitation sans serrer excessivement le brin,
- la seconde est de serrer le brin dans un mandrin à trois mâchoires,
- la dernière est de souder deux tubes de cuivre aux deux extrémités du brin, méthode décrite précédemment et utilisée dans le dispositif de traction *TARSIS*.

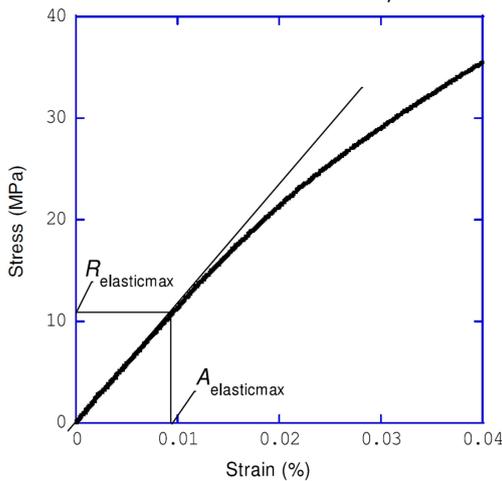
Les machines d'essais utilisées vont de la machine spécialement conçue [van den Eijnden *et al.*, 2005] aux machines commerciales (INSTRON, MTS, SHIMADZU). Les mesures de déformation sont réalisées avec des extensomètres du commerce ou un double extensomètre identique à celui employé dans *TARSIS* [Nyilas, 2005] pour une longueur de jauge allant de 10 à 50 mm. Il est recommandé d'utiliser un extensomètre d'un poids inférieur à 30 g et si possible un double extensomètre.

Des recommandations sont également décrites pour les mesures de module d'élasticité et de résistances élastiques. Des différences sont fréquemment observées dans la partie initiale de la courbe contrainte-déformation lors des essais de traction sur les brins. À plus haut taux de contrainte, les courbes réalisées à partir des essais avec les différentes méthodes deviennent quasi-identiques. La mesure d'un module d'élasticité initial est dépendant de nombreux facteurs comme la manipulation des éprouvettes, la méthode de fixation (pour *TARSIS* par exemple, la mise en contact correcte des tubes sur la surface des mors), la reprise du désalignement entre les deux mors ou une courbure initiale du brin. Des recommandations sont donc décrites afin que les propriétés soient mesurées dans les mêmes conditions. La mesure du module d'élasticité est effectuée à plusieurs moments : sur la partie linéaire initiale ainsi que sur la partie linéaire de plusieurs décharges effectuées lors de l'essai (figures II.4a et II.4b). Concernant la résistance élastique, il est recommandé de mesurer la résistance pratique à 0,2 % en utilisant la valeur du module élastique mesurée sur la pente initiale ainsi que celles des décharges (figure II.4a). La connaissance du domaine élastique étant importante, Osamura *et al.* [2008] définissent deux grandeurs utilisées pour le définir : la résistance maximale élastique ( $R_{elasticmax}$ ) qui correspond à la contrainte pour laquelle il y a transition entre comportement élastique et plastique. Cette contrainte est définie par :  $R_{elasticmax} = F_{elasticmax} / S_0$  avec  $F_{elasticmax}$  la force (en Newton) pour lequel le comportement n'est plus linéaire et  $S_0$  la section de l'éprouvette. La déformation élastique correspondant à cette transition est notée ( $A_{elasticmax}$ ). On peut toutefois constater que la définition de  $R_{elasticmax}$  et  $A_{elasticmax}$  n'est pas précise. La détection de la non-linéarité dépend de la manière dont on la caractérise. Ces grandeurs n'ont qu'un rôle indicatif sur l'essai, il est plutôt recommandé d'utiliser la résistance pratique à 0,2 %.

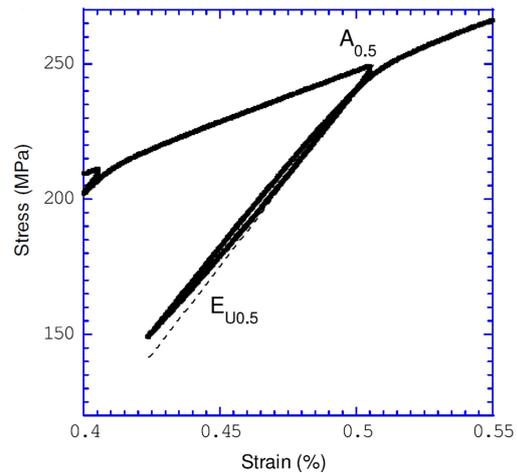
Ces grandeurs définissent la partie linéaire initiale comme représentée sur la figure II.4c.



(a) Courbe complète avec la mesure de  $E_0$  sur la pente initiale et l'évaluation de  $R_{p0.2}$  en utilisant  $E_0$  et  $R_{p0.2U0.5}$  en utilisant  $E_{U0.5}$ .



(b) Zoom sur le début de la courbe pour la mesure de  $R_{elasticmax}$  et  $A_{elasticmax}$ .



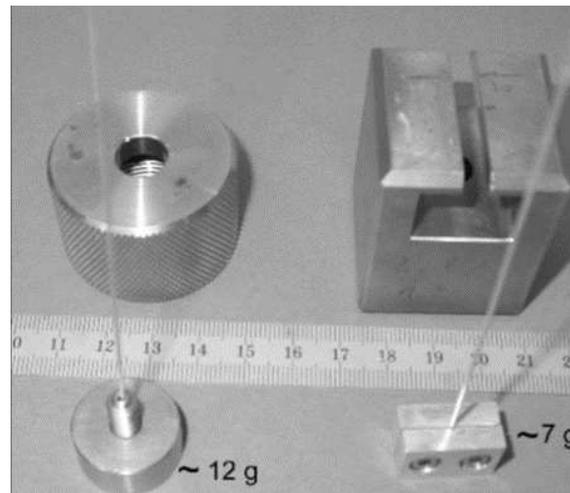
(c) Zoom sur la décharge effectuée à 0,5 % avec l'évaluation de la partie linéaire pour la mesure de  $E_{U0.5}$ .

**FIGURE II.4** – Courbes contrainte-déformation d'un essai de traction avec décharges afin de montrer la méthode de mesure des propriétés mécaniques [Osamura *et al.*, 2008].

Les recommandations faites par [Osamura *et al.*, 2008] ont servi en partie à la rédaction de la norme IEC/CEI 61788-19 [2013] intitulée *Supraconductivité–Partie 19 : Mesure des propriétés mécaniques–Essais de traction à température ambiante des supraconducteurs composites de Nb<sub>3</sub>Sn mis en réaction*. Cette norme décrit succinctement comment mener des essais de traction sur des brins Nb<sub>3</sub>Sn et comment mesurer et calculer les propriétés mécaniques.

Deux systèmes de serrage du brin sont recommandés dans la norme (figure II.5) en plus de celles présentées dans [Osamura *et al.*, 2008]. À gauche, le brin est soudé

dans une tige filetée et inséré dans le bloc cylindrique. Ce bloc est ensuite serré dans les mors de la machine d'essais. À droite, le brin est directement serré dans une rainure en V d'un bloc d'aluminium et introduit dans un support pour transmettre la sollicitation. Aucune description d'un quelconque protocole n'est spécifié pour assurer l'alignement dans la machine ou que le serrage n'endommage pas l'échantillon.



**FIGURE II.5** – Dispositifs de fixation d'un brin dans la machine d'essais recommandés par la norme [IEC/CEI 61788-19, 2013].

L'utilisation de l'extensomètre double développé par A. Nyilas [Nyilas, 2005] est recommandée. Toutefois, il est possible d'utiliser un extensomètre simple si l'équilibrage de l'extensomètre autour du fil supraconducteur est réalisé. Comme pour le serrage de l'éprouvette, aucun protocole n'est décrit pour éviter un endommagement de l'éprouvette lors du montage de l'extensomètre. La fixation de l'extensomètre simple avec masses d'équilibrages est décrite comme étant réalisée par un ressort à barre.

La longueur de l'éprouvette est spécifiée au minimum de 60 mm. L'essai doit être contrôlé en déplacement par une vitesse de traverse entre 0,1 mm et 0,5 mm.min<sup>-1</sup>. Si l'on considère la longueur utile pour l'éprouvette de 60 mm, cela correspond à une vitesse de déformation comprise entre environ  $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Une décharge entre 0,3 % et 0,4 % de déformation totale doit être réalisée. La validité de l'essai est évaluée par la valeur du rapport  $E_0/E_u$  avec  $E_0$  le module d'élasticité initial et  $E_u$  celui évalué sur la décharge. Ce rapport doit être compris entre 0.7 et 1.3 pour être valide. Ce critère est défini à partir d'une étude d'incertitude basée sur l'observation d'une plus forte dispersion sur la pente initiale que sur les décharges.

Il n'y a pas d'autres informations dans cette norme détaillant un protocole adéquat pour réaliser un essai de traction sur les brins supraconducteurs fragiles. Finalement, les recommandations de la norme IEC/CEI 61788-19 [2013] ne suffisent pas à garantir qu'un essai mécanique sur brin Nb<sub>3</sub>Sn sera exploitable.

### c Autres études

Dans son manuscrit de thèse, [Bajas \[2011\]](#) a réalisé des essais de traction sur des brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -IT et *Bronze Route* en utilisant une machine électro-mécanique commerciale. Plusieurs méthodes d'essais ont été testées.

La première méthode testée consistait à serrer directement le brin dans des mors standards équipés de mordaches plats (figure [II.6a](#)). Cependant, il est reporté que ce type de fixation présente un endommagement et une concentration de contrainte importante au niveau des mors, entraînant une rupture des éprouvettes dans les mors à chaque essai. Un essai a également été réalisé en insérant des tubes de cuivre aux extrémités d'un brin pour protéger de la pression des mors, sans succès.

Des mandrins à quatre mâchoires ont également été testés (figure [II.6b](#)). Pour améliorer la tenue du serrage, un dépôt d'argent d'1 cm a été réalisé aux extrémités. Ce type de serrage a été écarté du fait du glissement des brins dans le mandrin, même avec le dépôt d'argent.

Une solution a été développée en utilisant deux cabestans (figure [II.6c](#)). Les brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  ont été réagis sur des structures en titane de la forme adéquate pour pouvoir être positionnés sur les cabestans après réaction. Il est toutefois apparu un glissement se produisant entre le brin et les cabestans lorsque le chargement était relâché, entraînant des résultats singuliers lors d'essais cycliques.

L'utilisation de mors auto-serrants conçus pour des échantillons de petite taille (figure [II.6d](#)) a montré une reproductibilité correcte avec une rupture au milieu des brins testés. C'est cette solution qui a été retenue par H. Bajas.

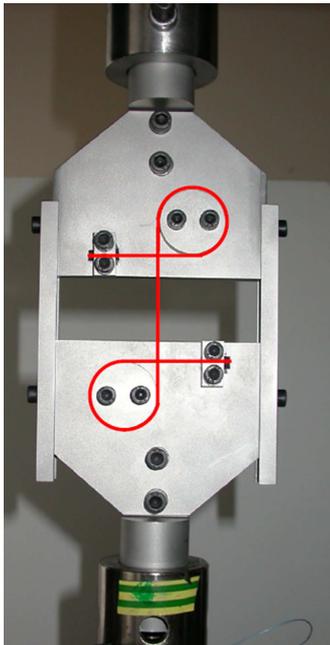
Le brin IT testé par [Bajas \[2011\]](#) est un brin fabriqué par ALSTOM et d'une structure et composition très proche de l'IT de notre étude. Les résultats sont présentés figure [II.7a](#) et [II.7b](#) avec une courbe de traction monotone avec décharge et un essai de traction cyclique (15 cycles).



(a) Mors 100kN avec mordache plat. Deux tubes de cuivre sont insérés aux extrémités du brin.



(b) Mandrins à quatre mâchoires avec dépôt d'argent sur le brin.

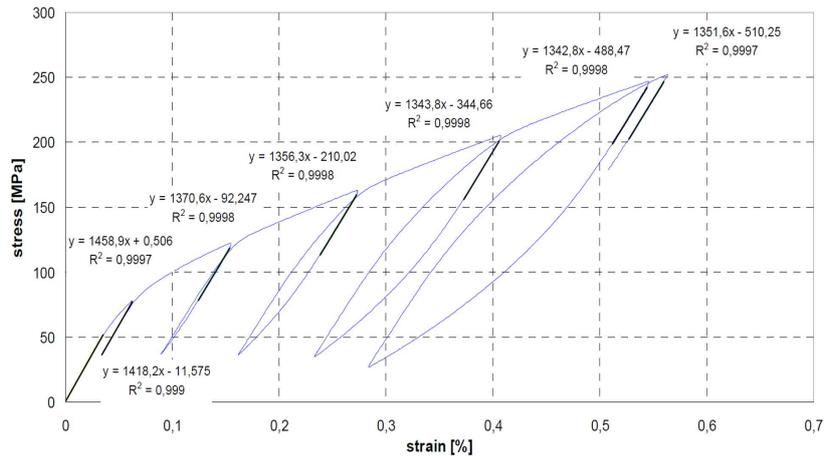


(c) Jeu de cabestans développés par [Bajas, 2011]. L'éprouvette est symbolisée par le fil rouge

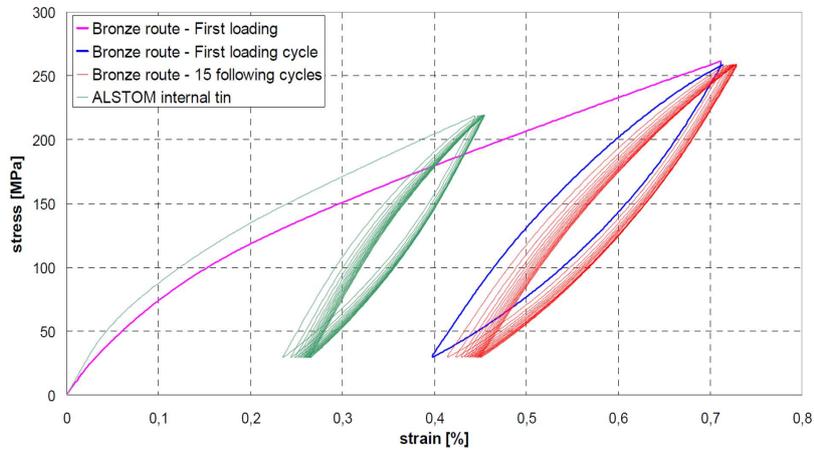


(d) Mors auto-serrant 2 kN.

FIGURE II.6 – Méthodes de serrage des brins sur une machine de traction testées par Bajas [2011].



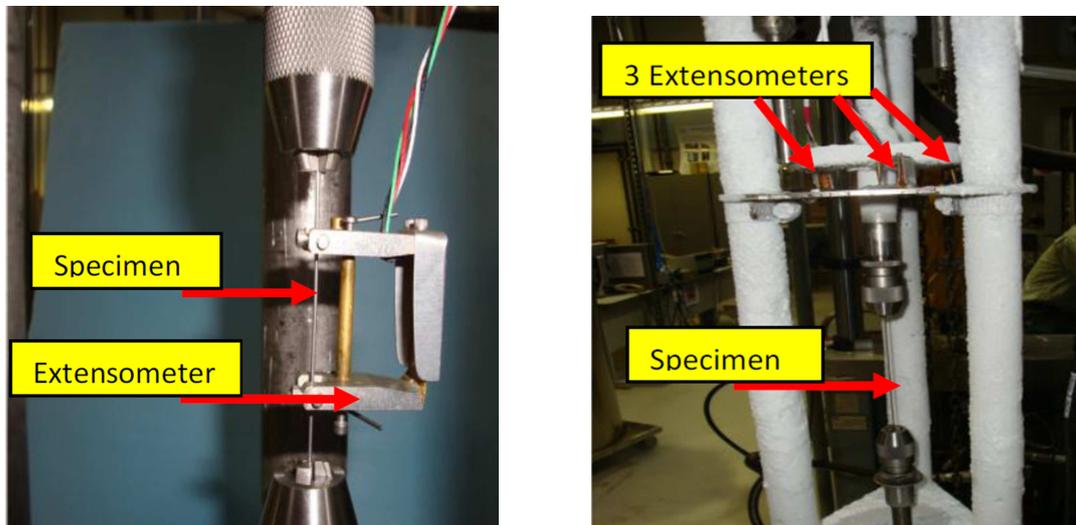
(a) Traction monotone avec décharge d'un brin  $Nb_3Sn-IT$  et évaluation des modules d'élasticité sur la partie linéaire.



(b) Traction cyclique sur *Bronze Route* et *IT*.

FIGURE II.7 – Courbes contrainte-déformation suite aux essais de traction monotone et cyclique de [Bajas \[2011\]](#).

Sheth *et al.* [2012b] ont utilisé un jeu de mandrins à trois mâchoires pour réaliser des essais de traction (figure II.8a) ainsi que des essais de fatigue (figure II.8b) sur des brins fabriqué par la méthode *Bronze Route* et *Internal Tin* à 77 K.



(a) Dispositif de traction avec extensomètre.

(b) Dispositif de fatigue avec trois extensomètres fixés sur la traverse.

**FIGURE II.8** – Dispositifs de traction et de fatigue utilisés par Sheth *et al.* [2012b].

Les essais de traction ont été réalisés jusqu'à rupture avec un extensomètre afin d'évaluer les niveaux de chargement utilisés pour le pilotage des essais de fatigue. Les essais de fatigue ont été pilotés en force et la mesure de déformation a été réalisée par des extensomètres fixés sur la traverse afin de ne pas endommager le brin. Les essais ont pour but l'étude de l'endommagement sous sollicitation cyclique. Aucun glissement du brin dans les mandrins n'est reporté dans cette étude. Aucune information n'est disponible concernant les extensomètres employés. La figure II.9 montre un résultat de traction pour le brin IT testé.

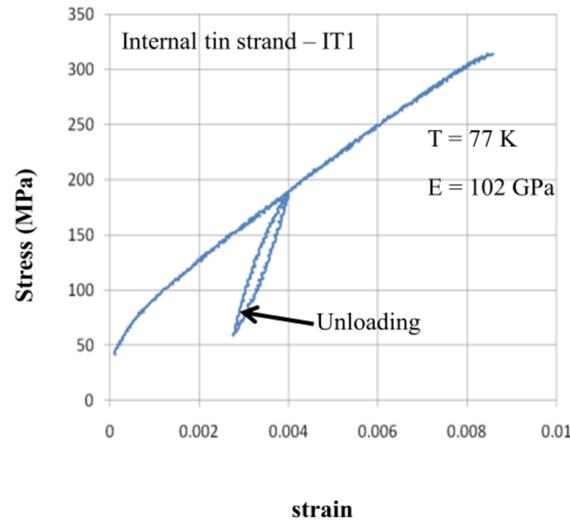


FIGURE II.9 – Courbe de contrainte-déformation avec mesure du module d'élasticité sur la décharge pour le brin IT testé [Sheth *et al.*, 2012b].

Dans le cadre du développement d'aimants à haut champ, le CERN s'intéresse aux brins Nb<sub>3</sub>Sn-PIT et RRP d'une structure identique aux brins de cette étude [Bordini *et al.*, 2012]. Allant de la mesure des orientations cristallines du Nb<sub>3</sub>Sn aux essais de traction, plusieurs études ont été menées.

Parmi elles, Mallon *et al.* [2013] ont publié les résultats d'essais de traction réalisés au *Federal Laboratory for Material Research and Testing* (BAM) de Berlin en suivant les recommandations de la norme IEC/CEI 61788-6 de Juillet 2011 pour les "Essais de traction à température ambiante des supraconducteurs composites Cu/Nb-Ti". Cependant, cette norme concerne des brins dont les filaments sont en Nb-Ti, qui ne sont pas fragiles et ne présentent pas la même dépendance à la déformation que le Nb<sub>3</sub>Sn. Le protocole d'essais n'est donc pas transposable aux brins Nb<sub>3</sub>Sn, comme le souligne Osamura *et al.* [2008], et doit être adapté en conséquence. Il est cependant intéressant de noter l'utilisation d'un extensomètre INSTRON 2620-601, d'une longueur de 87 mm. Cet extensomètre a été testé (partie II.3) et nous avons pu montrer qu'il impose un moment de flexion non négligeable au brin du fait de son poids et de sa longueur.

## II.2.2 Brins MgB<sub>2</sub>

Les études des brins basés sur le MgB<sub>2</sub> sont encore rares et ne concernent principalement que des résultats sur l'évolution du courant critique avec la déformation. Cette partie regroupe les études de la littérature pour la caractérisation du comportement mécanique des brins basés sur le MgB<sub>2</sub>.

Katagiri *et al.* [2005] ont réalisé une caractérisation de l'évolution du courant critique avec la déformation lors d'un essai de traction. Les brins étudiés sont basés sur le MgB<sub>2</sub> mono-filamentaire fabriqué par un processus *ex situ* avec une couronne de

Nickel et par un processus *in situ* avec une couronne de Cuivre. Ces essais sont réalisés en utilisant un dispositif mis en place par [Katagiri et al. \[1990\]](#). L'objectif est de mesurer le courant critique. L'échantillon est soudé directement sur un bloc de cuivre qui sert à transmettre la sollicitation. La déformation est mesurée par un extensomètre fixé sur les blocs de cuivre.

En 2007, [Katagiri et al. \[2007\]](#) ont testé plusieurs types de brins MgB<sub>2</sub> mono-filamentaire fabriqués par un processus PIT *in situ*. Deux types d'essais ont été réalisés :

- des caractérisations de l'évolution du courant critique avec la déformation en utilisant le dispositif évoqué précédemment ([\[Katagiri et al., 1990\]](#)),
- des essais de traction à température ambiante en utilisant une machine 5 kN SHIMADZU AUTOGRAPH avec un extensomètre double développé par A. Nyilas [\[Nyilas, 2005\]](#). Aucune information complémentaire sur le système de fixation des brins dans la machine ne figure dans l'étude.

Finalement, les résultats montrent un comportement élasto-plastique classique pour un matériau composite. Aucun système particulier n'est mentionné pour les essais et une machine commerciale est utilisée.

[Hanna et al. \[2007\]](#) ont étudié les propriétés mécaniques de brins MgB<sub>2</sub>-PIT mono-filamentaire avec une couronne de fer, de titane et de cuivre. Peu d'informations sont disponibles sur la méthode d'essais, la figure [II.10](#) montre les mors utilisés pour les essais de traction. On peut remarquer que le brin est directement serré dans les mors. Comme pour l'étude précédente, les résultats des différents brins testés ne sont pas pertinents pour notre étude car ils concernent des brins mono-filamentaire.



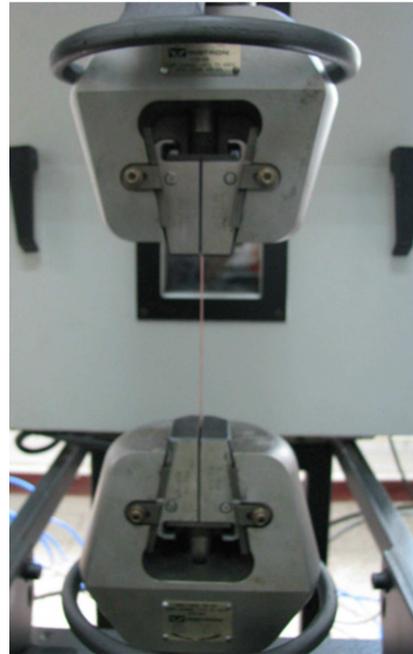
**FIGURE II.10** – Dispositif de traction utilisé dans [\[Hanna et al., 2007\]](#). On peut voir le brin serré directement dans les mors.

[Sun et al. \[2012\]](#) ont réalisé des essais sur différents brins MgB<sub>2</sub> avec un objectif de comparaison des performances mécaniques et électriques des différents brins. Les

brins considérés sont relativement différents de ceux de cette étude. Cependant, il est intéressant de remarquer que la méthode d'essais décrite consiste également à serrer l'échantillon dans les mors d'une machine d'essais commerciale (figure II.11).



(a) Dispositif de traction utilisé.

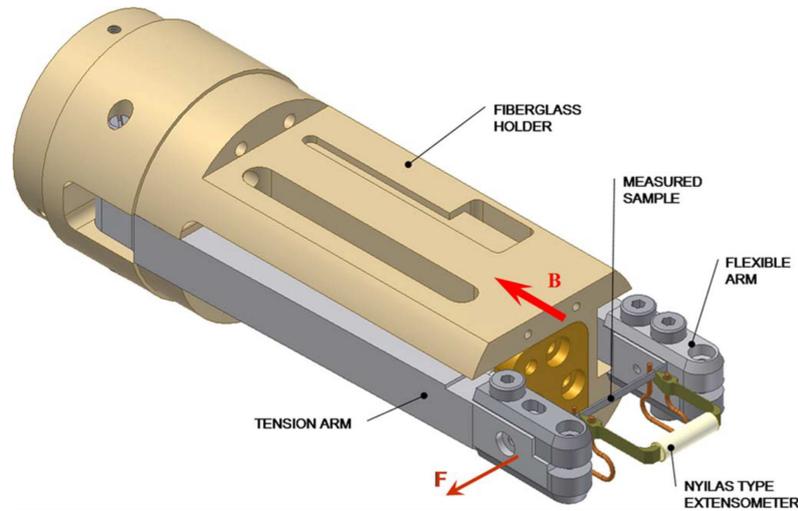


(b) Zoom sur les mors et le serrage de l'échantillon.

FIGURE II.11 – Dispositifs de traction utilisé dans [Sun *et al.*, 2012].

Toujours avec un objectif de caractériser les performances électriques en fonction de la déformation mécanique, Kopera *et al.* [2008] ont développé un dispositif de traction avec mesure de courant pour ruban et fil (figure II.12). La méthode de fixation demeure par serrage de l'échantillon directement dans les mors.

En utilisant ce dispositif, Kováč *et al.* [2013] ont caractérisé plusieurs brins basés sur le  $MgB_2$  provenant de différents fabricants. La figure II.13a montre un des brins caractérisés dont la structure et la composition se rapproche le plus du brin de notre étude. Deux nuances de ce brin ont été réalisés par IFW-Dresden par la méthode PIT. Les différences résident dans l'emploi de deux Monel 400 différents pour les couronnes : un appelé *hard Monel* contenant du manganèse et l'autre *soft Monel* sans manganèse. On peut remarquer sur la figure II.13b, présentant les résultats de traction, que la courbe du brin avec le *soft Monel* (désignée par \*Ms) se situe sous celle du brin avec le *hard Monel* (désignée par \*Mh), ce qui correspond bien à l'impact du manganèse dans le comportement mécanique du Monel. Les deux courbes avec une couronne de *hard Monel* (\*fMh et \*Mh) présentent une différence de facteur de remplissage des filaments supraconducteurs. On constate une différence de comportement pouvant être liée à la

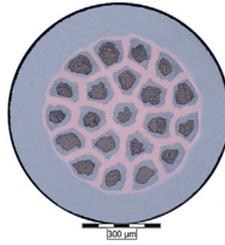


**FIGURE II.12** – Dispositif de caractérisation de traction et de dégradation des performances électriques sous champ magnétique développé par [Kopera et al. \[2008\]](#).

rupture de filaments ne survenant pas aux mêmes instants. En effet, sur la figure [II.13c](#), présentant l'évolution du courant critique  $I_c$  en fonction de la déformation, on peut constater que le brin  $fMh$  présente une perte de  $I_c$  plus rapide que le brin  $Mh$ . L'hypothèse est que cette perte provient de rupture de filaments, qui modifient également le comportement mécanique. Le facteur de remplissage influe donc sur le comportement mécanique et électrique des brins.

Le CERN s'intéresse également aux brins basés sur le  $MgB_2$  dans le cadre du projet *Superconducting Link* pour l'amélioration *High Luminosity-Large Hadron Collider* [[Ballarino, 2014](#)]. Récemment, des collaborations entre le CERN et différents instituts ont permis de réaliser plusieurs études sur le comportement mécanique des brins  $MgB_2$  ([[Sugano et al., 2015](#)], [[Alknes et al., 2016](#)], [[Konstantopoulou et al., 2016](#)], [[Sugano et al., 2016](#)]) mais également sur les brins  $Nb_3Sn$ -PIT et RRP comme nous avons pu le voir précédemment ([[Mallon et al., 2013](#)], [[Scheuerlein et al., 2015](#)]). Les essais de traction ont été réalisés en utilisant une machine INSPEKT TABLE BLUE 05 fabriquée par HEGWALD & PESCHKE avec une cellule de force de 1 kN. La déformation est mesurée en utilisant un extensomètre 632.27F-21 d'une longueur de 44,1 mm. Le dispositif utilisé dans ces différentes études est visible figure [II.14](#). On peut noter que la liaison entre les lames et le brin est réalisée par des ressorts. Les brins faisant 0,8 à 1 mm de diamètre, la mise en place des ressorts peut entraîner un endommagement du brin.

Les brins caractérisés dans [[Sugano et al., 2015](#)], [[Alknes et al., 2016](#)], [[Konstantopoulou et al., 2016](#)], [[Sugano et al., 2016](#)] sont présentés figure [II.15](#). Leur structure est très proche du brin étudié ici avec quelques différences comme du cuivre ou un filament au cœur du brin, une barrière de niobium autour de chaque filament ou bien une matrice de niobium. Les brins ont également un diamètre plus petit que le  $MgB_2$  de notre étude avec des diamètres de 0,83 mm et 0,99 mm.



(a) Brin caractérisé par Kováč *et al.* [2013] se rapprochant le plus de la structure et de la composition du brin de notre étude.

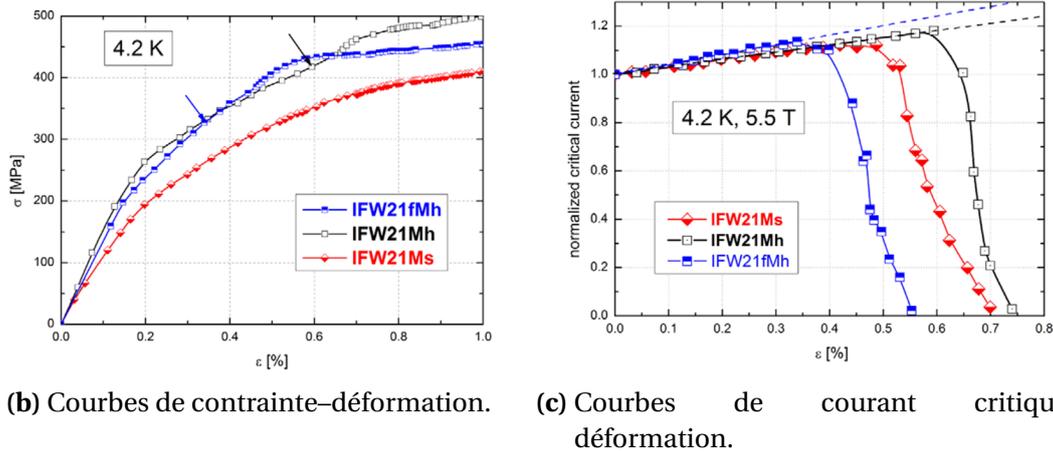


FIGURE II.13 – Brins avec couronne de Monel et résultats d’essais de traction avec mesure du courant critique dans un champ magnétique [Kováč *et al.*, 2013].

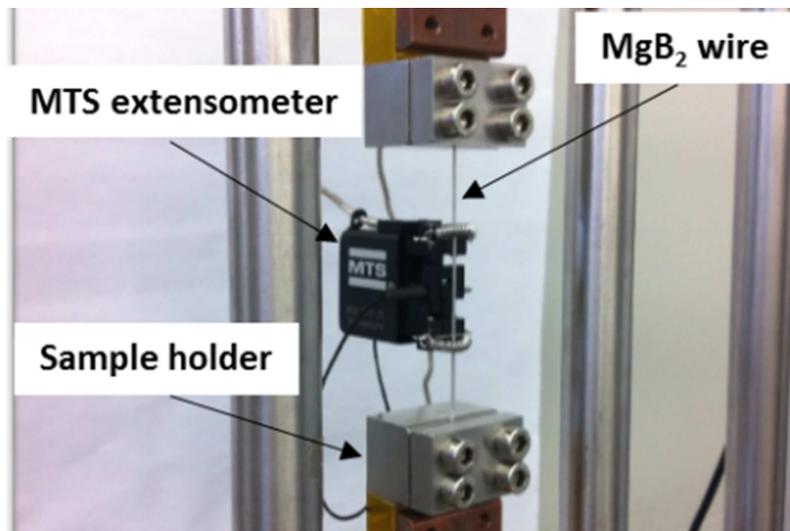
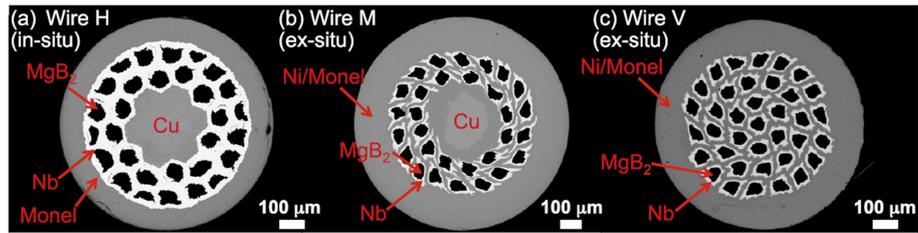
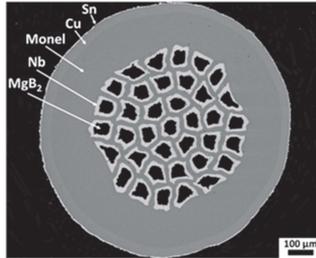


FIGURE II.14 – Dispositif utilisé pour fixer les brins sur la machine de traction INSPEKT TABLE BLUE 05 fabriquée par HEGWALD & PESCHKE [Konstantopoulou *et al.*, 2016].

Dans un objectif d’évaluer le module d’élasticité des filaments  $\text{MgB}_2$ , Sugano *et al.* [2015] et Sugano *et al.* [2016] présentent différents essais de traction sur les brins de la figure II.15a. La courbe de contrainte-déformation pour le brin M est visible figure II.16a. Des essais sur le brin désigné par la lettre H après dissolution chimique du monel ont été réalisés (figure II.16b). Des essais de traction sur des filaments extraits



(a) [Sugano *et al.*, 2015].

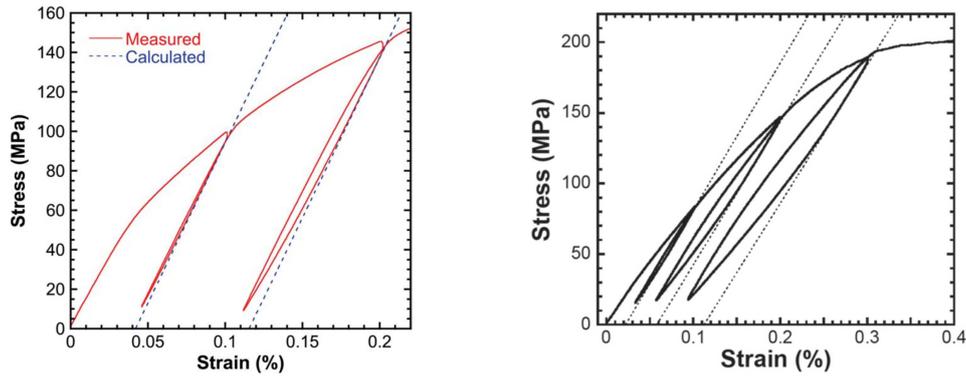


(b) [Konstantopoulou *et al.*, 2016].

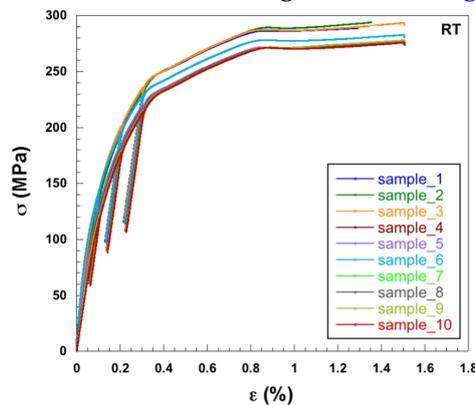
FIGURE II.15 – Brins  $MgB_2$  étudiés par le CERN dans plusieurs études.

des brins sont également présentés. Les essais de traction ont été réalisés à température ambiante en suivant un protocole d'essais pour fibre. La déformation a été mesurée par le déplacement de la traverse et une cellule de force spécifique de 2,5 N a été utilisée. Ces essais ont permis de calculer le module d'élasticité des filaments  $MgB_2$  en utilisant une loi des mélanges. Les données utilisées et les résultats concernant les modules d'élasticité sont très intéressants pour comparer nos résultats et sont utilisés dans la section II.3.3.

Konstantopoulou *et al.* [2016] présentent plusieurs résultats (figure II.16c) suite à des essais de traction réalisés sur le brin figure II.15b. Le module d'élasticité a été mesuré sur les décharges à 0,1 % et la limite d'élasticité à 0,2 % a été mesurée.



(a) Brin M (figure II.15a) [Sugano *et al.*, 2015], (b) Brin H sans couronne de monel (figure II.15a) [Sugano *et al.*, 2016].



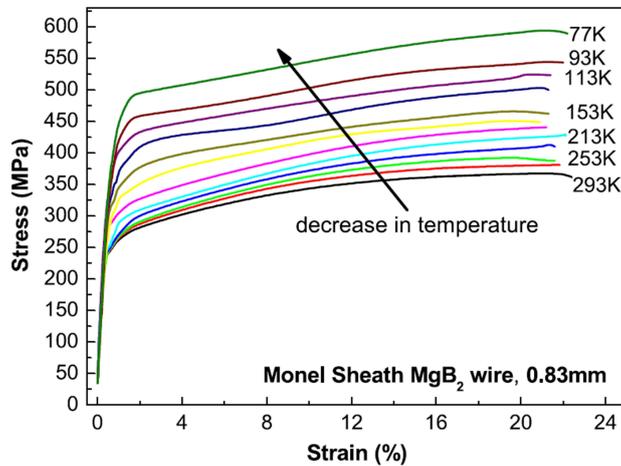
(c) Brin figure II.15b [Konstantopoulou *et al.*, 2016].

FIGURE II.16 – Résultats des essais de traction réalisés au CERN avec le dispositif décrit figure II.14.

Enfin, Xin *et al.* [2016] ont étudié le comportement en traction à différentes températures d'un brin  $\text{MgB}_2$  avec matrice de cuivre dans une couronne de Monel d'un diamètre de 0,83 mm fabriqué par Hyper Tech (figure II.17a). Le dispositif utilisé pour les essais est présenté figure II.17b. La fixation du brin sur la machine n'est pas décrite clairement dans le papier et n'est pas nettement identifiable sur la photo. Le brin ne semble pas serré dans des mors mais il est mentionné un glissement dans les mors à basse température causé par de la vapeur entre les faces et les têtes des mors. On peut également voir l'extensomètre utilisé pour mesurer la déformation. Il est précisé que c'est un Epsilon 3542. Il n'a pas été possible de récupérer des informations sur le poids et la longueur de cet extensomètre. Cependant, on peut remarquer figure II.17b que les bras de cet extensomètre sont de grande longueur et engendrent donc un moment élevé sur l'échantillon, ce qui peut générer des endommagements supplémentaires pendant l'essai. De plus, il n'y a pas d'information sur la fixation des lames sur le brin. Les résultats relatifs à ces essais sont disponibles figure II.17c.



(a) Brin étudié. (b) Dispositif pour les essais de tractions à différentes températures.



(c) Courbes de traction suite aux essais.

FIGURE II.17 – Caractérisation de traction d’un brin  $MgB_2$  avec matrice de cuivre et couronne de monel [Xin *et al.*, 2016].

### II.2.3 Discussion

Les principaux travaux de la littérature relatifs à la caractérisation du comportement mécanique des brins se rapprochant de ceux de notre étude ont été présentés. Ce bilan bibliographique sert principalement à balayer l’état actuel des études disponibles mais également à appréhender la structure à caractériser. Comme précisé précédemment, certains papiers n’ont pas été cités mais contiennent de nombreuses données matériaux utiles. Ces données étant relatives aux différents brins, elles seront traitées et comparés à nos résultats dans les sections dédiées à chaque brin.

#### a Réponse mécanique

Même si les échantillons de notre étude ne sont pas exactement ceux caractérisés dans la littérature, cela nous permet d’avoir une idée de la réponse du brin sous une sollicitation uni-axiale. On peut déjà observer un comportement élasto-plastique

standard pour une structure composite. Les différents changements de pentes peuvent correspondre aux passages en plasticité des différents matériaux.

La déformation atteinte pour les essais à rupture est faible pour la plupart des brins. Il est également reconnu que la gamme d'utilisation en déformation des brins supraconducteurs est inférieure à 0,5 %. Il est donc question d'étudier principalement ce domaine de déformation.

### **b Matériel et protocole expérimental**

Pour tous les brins, les essais présentés montrent la gamme de déformation et de contrainte atteinte lors des essais. Cela permet d'orienter le choix pour la cellule de force et l'extensomètre à utiliser pour avoir une précision satisfaisante.

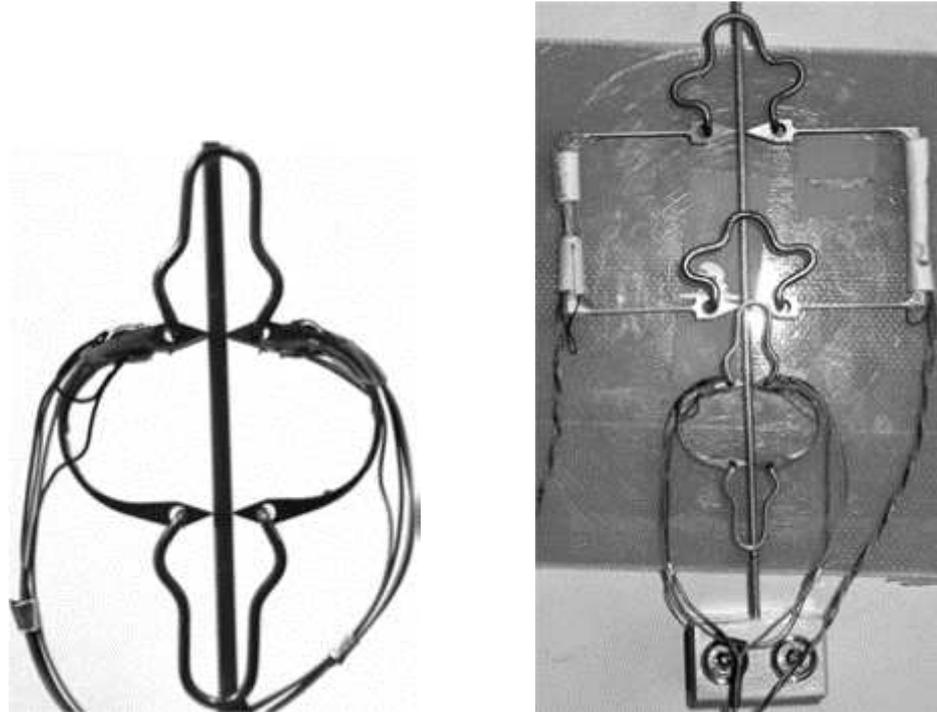
Bien qu'une norme a été développée au travers d'une campagne d'essais interlaboratoire internationale, elle reste encore peu utilisée. De fait, cette norme ne décrit aucun protocole expérimental précis et ne renseigne pas les utilisateurs sur les risques que représente la manipulation et l'installation de brins fragiles de faible diamètre sur une machine d'essais.

Concernant la mesure de déformation, l'emploi d'un double extensomètre [Nylas, 2005] est très intéressant car assure un moment minimal sur le brin lors de l'essai. Ce système de mesure reste assez rare et n'est pas reproductible simplement. On peut remarquer sur la figure II.2 (page 53) et sur la figure II.18 que les lames du double extensomètre sont maintenues sur le brin par des ressorts. Pour éviter le glissement des lames lors de l'essai, ces ressorts doivent avoir une raideur suffisante. L'installation de ce type d'extensomètre doit donc suivre un certain protocole pour éviter de solliciter le brin lors du montage. Malgré cela, aucun protocole d'installation n'est décrit dans les articles présentant ou utilisant ce type d'extensomètre.

Néanmoins, avec un protocole d'installation méticuleux et une fixation adapté, un extensomètre simple de petite dimension et de faible poids convient tout à fait à des brins de faible diamètre sans les endommager ou influencer leur comportement.

Finalement, deux points importants sont à considérer pour orienter le choix du montage à utiliser.

Le premier est qu'il s'agit ici de réaliser des essais sur des fils de faible diamètre composés de matériaux fragiles. Dès lors, la manipulation et le montage dans la machine d'essais par des moyens traditionnels ou non adaptés mènent à une sollicitation de la structure. Même si cette sollicitation est minime, elle peut amener à un changement dans le comportement mécanique observé durant l'essai. Dans la littérature, aucune description des précautions prises dans la manipulation et dans le montage n'est donnée. Par exemple, une simple installation d'un extensomètre avec des élastiques ou des ressorts peut solliciter le brin. Pour éviter que les lames glissent lors de



(a) Extensomètre jumelé de 12 mm de longueur de jauge. (b) Deux modèles de double extensomètres montés sur un brin.

FIGURE II.18 – Double extensomètre décrit par Nyilas [2005].

l'essai, on choisit des élastiques assez courts avec une forte raideur. Au moment de l'installation, il faut mettre en contact les lames sur le brin et tirer sur les élastiques pour faire le tour de l'échantillon. Cette étape dépend grandement des précautions et de la méticulosité de l'opérateur.

Le second point concerne l'objectif de la caractérisation : les contraintes de mise en œuvre seront différentes si l'on souhaite analyser le comportement cyclique des brins ou bien le comportement à forte déformation ou à rupture. Il est clair qu'une faible sollicitation lors de l'installation n'a pas un grand impact sur l'observation du comportement à forte déformation. Une courbure initiale ou un endommagement léger du brin peuvent être négligés. Cependant si l'on souhaite caractériser précisément le comportement du brin dans les premiers 0,5 % de déformation, assurer que le brin n'a subi que le minimum de sollicitation avant le début de l'essai est primordial.

Enfin, un de nos objectifs est de tester des échantillons sans couronne : les brins interfilamentaires. Il y a donc une nécessité supplémentaire de préserver la structure lors de l'essai mais également lors de la préparation.

Il a donc été décidé de mettre en place un protocole d'essais de traction sur fils de faibles diamètres associé à un matériel adapté. Ce matériel comprend la méthode de mesure (déformation et contrainte) mais également la manière de lier l'échantillon à la machine d'essais. Un dispositif a donc été conçu en s'inspirant des différentes mé-

thodes et limites de ceux déjà en usage. [Bajas \[2011\]](#) a testé plusieurs dispositifs employés dans la littérature, démontrant leur incapacité à fournir des résultats corrects dans le cadre d'essais uni-axiaux. Ses travaux seront repris et la méthode qu'il a sélectionnée sera testée pour fournir des premiers résultats sur les brins de notre étude et développer le dispositif spécifique.

### c Propriétés et post-traitement

Le calcul du module d'élasticité est réalisé par régression linéaire sur les décharges. Le choix de la partie linéaire relève de l'opérateur, la pertinence de la régression est évaluée par le coefficient de détermination  $R^2$  sans valeur particulière à respecter dans la littérature.

Le module d'élasticité peut être mesuré sur la pente initiale ainsi que sur la partie linéaire des décharges. Les brins peuvent toutefois présenter une courbure initiale. Les *Wind-and-React* (les trois brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  de l'étude) ont été réagis pour les essais dans des tubes de quartz, limitant la déformation lors du traitement thermique. Le brin  $\text{MgB}_2$  en *React-and-Wind* est placé après réaction sur des bobines à grand rayon de courbure, les brins présentent donc une faible courbure initiale, mais tout de même présente. Le procédé de fabrication (poudre, diffusion) à un niveau industriel peut également influencer le comportement mécanique et augmenter la dispersion dans les résultats. Comme nous avons pu le voir avec l'influence du facteur de remplissage des filaments dans les résultats de [Kováč et al. \[2013\]](#). La pente initiale sur les essais peut donc présenter une variation. Nous choisissons donc de mesurer le module d'élasticité sur les décharges plutôt que sur la pente initiale.

Il est également important de garder à l'esprit que le brin possède une structure composite et que les filaments sont fragiles. Le module d'élasticité varie donc avec l'endommagement du brin. Des fissures dans les filaments peuvent faire évoluer le module d'élasticité mesuré sur les décharges. [Konstantopoulou et al. \[2016\]](#) précise par exemple que lors des essais de traction réalisés au CERN sur des brins  $\text{MgB}_2$ , des décharges ont été effectuées à 0,1 %, 0,2 % et 0,3 % de déformation. Le module d'élasticité n'a toutefois été mesuré que sur les décharges effectuées à 0,1 %.

## II.3 Essais de traction monotone avec décharges

### II.3.1 Protocole expérimental et outils

#### a Matériels

Les essais sont réalisés sur une machine électro-mécanique INSTRON 4482 d'une capacité de 100 kN.

La mesure de la force est réalisée par une cellule de force INSTRON de 1 kN montée sur la traverse mobile.

La mesure du déplacement est réalisée en utilisant un extensomètre axial. Différents extensomètres ont été examinés, trois ont été testés (deux INSTRON et un EP-SILON) avec des lames plates ou en V (figure II.19). Plusieurs méthodes de fixation de l'extensomètre sur l'échantillon ont également été expérimentées, comme le fixer avec des élastiques (ou des ressorts) (figure II.19a), le coller directement sur le brin (figure II.19b, II.19c, II.19d) et également par serrage de l'échantillon entre des tiges métalliques et les lames de l'extensomètre (système d'attache rapide présent chez différents fabricants). La fixation de l'extensomètre par collage a été de loin la meilleure solution pour ne pas solliciter le brin. En effet, les autres types de mise en place entraînent invariablement une sollicitation du brin et un serrage excessif pour éviter un glissement des lames sur la surface du brin lors de l'essai.

Afin de coller correctement l'extensomètre, certains critères doivent être respectés comme une force de rappel des lames minimale (pour ne pas solliciter la colle en cisaillement en plus de la sollicitation de traction) et pouvoir maintenir la distance entre les lames pendant la durée du collage. L'extensomètre retenu est un INSTRON 2620-603 équipé de lames plates (figure II.19d). Il a un poids de moins de 20 g pour une longueur de 40 mm. La longueur entre les deux lames de l'extensomètre (appelée longueur de jauge) est de 10 mm et peut être maintenue en position zéro pour le collage par une goupille. Le faible poids et la taille réduite de l'extensomètre limitent l'effort de flexion appliqué au brin. La figure II.19d montre l'extensomètre retenu collé sur l'échantillon.

### **b Dispositif SCUTT**

Avant de développer un dispositif spécifique, différents systèmes de serrage ont été testés et analysés.

- Les mors auto-serrant 2 kN (figure II.19b) testés par Bajas [2011] entraînent un effort de torsion sur le brin à cause d'un jeu axial dans les mors. Le brin peut être aligné à peu près à la main.
- Le système de fixation par mandrin que l'on a pu voir dans [Bajas, 2011] et [Sheth *et al.*, 2012b] entraîne une concentration de contrainte trop importante au niveau du serrage pour éviter le glissement dans les mâchoires. L'alignement n'est ici pas possible et si la coaxialité des axes des deux mandrins n'est pas assurée, le brin subit un effort de flexion.
- Le système de traction TARSIS entraîne un effort de flexion sur le brin induit par

la méthode de fixation sur la machine. En effet, comme déjà discuté, le brin est soudé directement sur des tubes. Si les axes des deux tubes ne sont pas coaxiaux, le brin est en flexion. Cependant le fait de réaliser le serrage sur une autre pièce est intéressant.

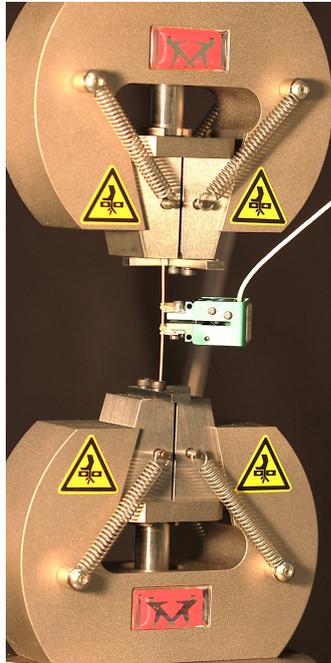
- Des mors pneumatiques avec mordaches en V ou mordaches plats avec règles d'alignements (figure II.19a) posent plusieurs problèmes. Un glissement a lieu dans les mors si la pression de serrage n'est pas assez importante. Cependant, une rupture se produit au niveau des mordaches avec des marques profondes sur l'échantillon si l'on augmente la pression de serrage. L'étape de serrage n'est également pas maîtrisée dans la mesure où la fermeture des mors est automatique. La coaxialité entre les mors, même avec les mordaches en V ou avec des règles d'alignements, est également insuffisante.

Dans les différentes méthodes testées, les mors auto-serrants 2 kN et les mors pneumatiques ont montrés des résultats convenables pour des valeurs de déformations supérieures à 0,5 %. Les ruptures surviennent au milieu de l'éprouvette pour les mors 2 kN et dans les mors pour les pneumatiques. Les mors auto-serrants présentent toutefois un jeu très important lors du serrage et on ne peut pas assurer qu'il n'y ai pas de couple imposé au brin. Pour les deux types de mors, les résultats à faible déformation ( $\varepsilon < 0,5\%$ ) présentent une grande dispersion dans les pentes initiales mais également dans les allures générales des courbes. Les brins supraconducteurs étant utilisés pour des faibles déformations, il est nécessaire de développer une solution assurant des essais satisfaisants dans cette gamme.

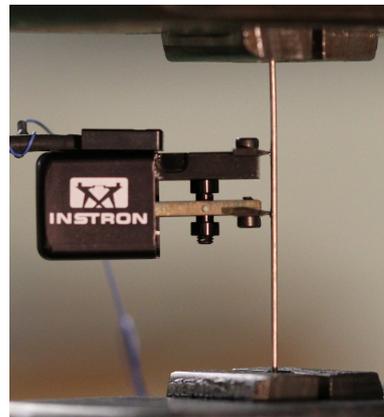
Pour répondre à la problématique de l'endommagement des brins lors de la manipulation ou de l'installation sur la machine d'essais, la solution proposée est de séparer le serrage des mors et la transmission de la sollicitation en intercalant un système entre le brin et les mors. La manipulation des brins peut donc être réalisée grâce à ce système sans solliciter le brin en autorisant des degrés de liberté entre le système et le brin.

Le dispositif SCUTT, pour *Strand Configuration for Uniaxial Tensile Test*, consiste à insérer un tube chanfreiné en acier à chaque extrémité du brin. Une bille en laiton est ensuite soudée aux extrémités. La figure II.20 décrit le dispositif SCUTT monté sur un brin avec à gauche une photo et à droite, une vue en coupe.

Le contact entre la bille et le tube est un contact sphère-cône. Il permet à la fois de transmettre l'effort de traction lors de l'essai mais est également lubrifié pour permettre la rotation du brin autour de son axe et autour du centre de la bille. Les tubes ont un diamètre extérieur de 5 mm, une longueur de 10 mm, un diamètre intérieur de 2,5 mm et les brins ont un diamètre allant de 0,8 à 1,33 mm. Ces rotations et le jeu entre l'intérieur des tubes et le brin permettent de récupérer un désalignement entre les deux mors mais éviter également un effort de torsion pouvant être transmis au brin lors du serrage des mors.



(a) Mors pneumatiques 3 kN, EPSILON lames (b) Mors auto-serrant 2 kN INSTRON 2620-602 lames plates collé.



(c) Mors mécaniques mordaches V, EPSILON lames V collé. (d) Mors mécaniques mordaches V, INSTRON 2620-603 collé sur le brin avec approche par crémaillère millimétrée.

FIGURE II.19 – Essais de différents mors, différents extensomètres avec différentes méthodes de fixations.

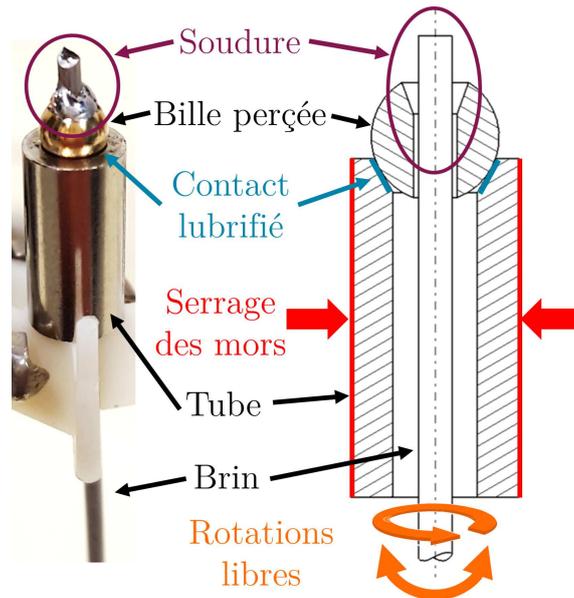


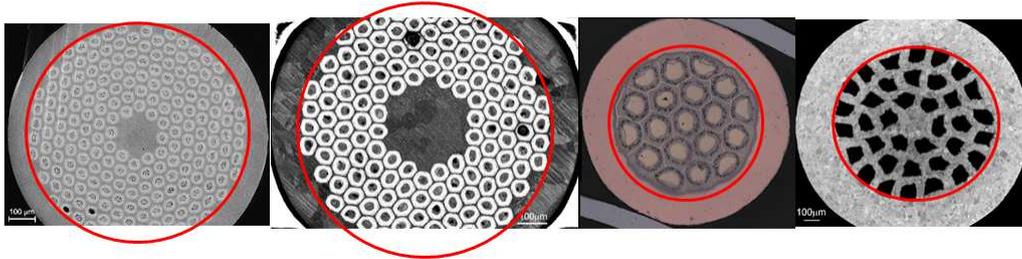
FIGURE II.20 – Dispositif d'essais SCUTT pour essais de traction sur fil fragile de faible diamètre.

L'assemblage du dispositif est réalisé en plusieurs étapes. Il faut tout d'abord étamer les extrémités du brin pour que le métal adhère au moment de la soudure. Cependant, un étamage traditionnel ne fonctionne pas à cause des matériaux de la couronne des différents brins. La surface nécessite préalablement une préparation par abrasion douce au papier abrasif et une attaque à l'acide orthophosphorique. L'étamage est ensuite réalisé en trempant les extrémités dans un bain d'étain liquide. Une bille est soudée à une extrémité en veillant à ne pas chauffer excessivement le brin. Les soudures sont réalisées à 300 °C. Les tubes sont ensuite insérés et la seconde bille est soudée à l'autre extrémité. La soudure est réalisée à une distance suffisante de la zone utile et à une température suffisamment basse pour ne pas impacter le comportement du brin. [van den Eijnden \*et al.\* \[2005\]](#) ont étudié l'impact de la soudure sur les brins dans le cadre de *TARSIS* et n'ont observé aucune influence sur les propriétés mécaniques.

À ce stade, le dispositif est assemblé avec le brin et la manipulation peut être effectuée exclusivement en tenant les tubes, n'entraînant aucune sollicitation sur le brin. De plus, un échantillon de ce type peut être utilisé avec la plupart des mors de machines d'essais. Nous utilisons donc des mors mécaniques avec des mordaches en V pour serrer l'échantillon sur la machine (figure [II.24a](#)).

### c Échantillons brins interfilamentaires

Nous avons abordé des essais sur des brins interfilamentaires. Ces échantillons sont des brins dont la couronne extérieure a été dissoute. Cela correspond pour chaque brin à la zone à l'intérieur des cercles rouges représentés sur des observations transverses des quatre brins de l'étude figure [II.21](#).



**FIGURE II.21** – Représentation de la zone interfilamentaire sur des observations transverses des brins complets. De gauche à droite : Nb<sub>3</sub>Sn-PIT, RRP, IT et MgB<sub>2</sub>.

L'état mécanique des brins après réaction n'étant pas nul, des contraintes internes peuvent être relâchées suite au retrait de la couronne. De plus, les filaments sont fragiles et twistés dans la matrice. Il faut donc assurer l'intégrité de la structure suite à la préparation et pendant l'essai. Le dispositif SCUTT ainsi qu'une dissolution contrôlée permettent de réduire l'impact de la dissolution de la couronne.

Le brin est tout d'abord assemblé avec le dispositif. Les extrémités sont ensuite protégées par un enrobage de silicone (figure II.22).



**FIGURE II.22** – Protection des extrémités d'un échantillon afin de dissoudre la couronne.

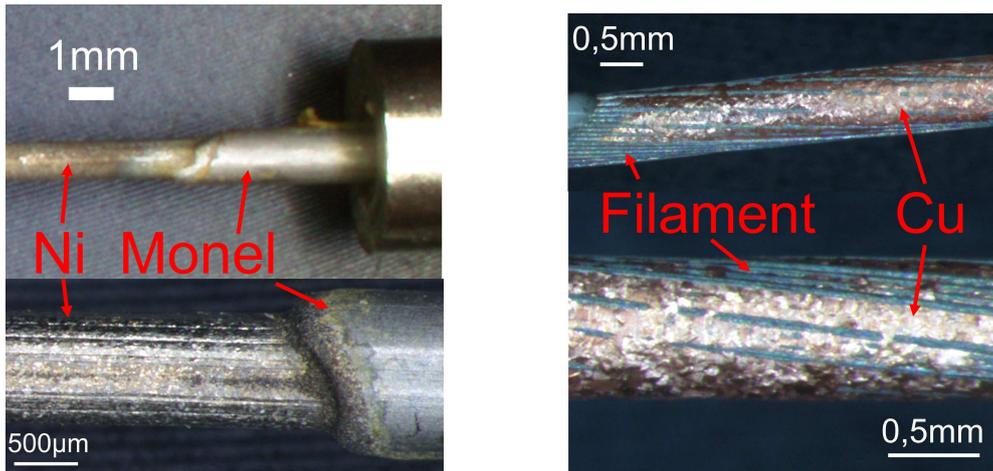
Les échantillons sont placés dans un bain d'acide (nitrique pour dissoudre le cuivre et une solution d'acides nitrique et acétique pour dissoudre le monel) pendant un temps défini pour dissoudre la bonne quantité de couronne sans dissoudre la matrice. La principale difficulté réside dans les brins PIT et RRP qui n'ont pas de différence de matériau entre la couronne et la matrice. Il faut donc stopper la dissolution lorsque les premiers filaments sont visibles et en respectant un diamètre minimum pour le brin. La figure II.23 montre des observations des brins dont la couronne a été dissoute.

#### d Protocole d'essais

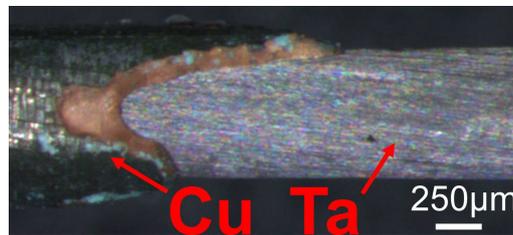
Le matériel utilisé n'est pas suffisant pour assurer une sollicitation minimale des échantillons lors de l'installation sur la machine d'essais. Un protocole a donc été défini en sus du matériel utilisé.

Les essais sont pilotés par le déplacement de la traverse de la machine. La vitesse de la traverse est définie en fonction de la longueur initiale de la zone utile de l'éprouvette  $L_0$  et de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  que l'on souhaite imposer :

$$V_{traverse} = \dot{\epsilon} * L_0 \quad (\text{II.1})$$



(a) Brin  $MgB_2$  avec nickel apparent et monel (b) Brin RRP avec filaments et du cuivre de la résiduel qui été protégé par le silicone. (c) Brin IT avec cuivre protégé sous le silicone et barrière de tantale après dissolution du cuivre.



(c) Brin IT avec cuivre protégé sous le silicone et barrière de tantale après dissolution du cuivre.

**FIGURE II.23** – Observations de brins interfilamentaire après dissolution de la couronne et retrait du silicone.

Les vitesses des différents essais ont toutes été calculées afin d'imposer une vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon} \approx 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . La zone utile d'un brin complet est celle mesurée entre les billes du dispositif et celle d'un brin interfilamentaire correspond à la zone où la couronne a été dissoute.

L'échantillon est installé dans le mors supérieur de la machine d'essai. Le serrage est effectué sur le tube et non sur le brin. La traverse est ensuite descendue afin de serrer le mors inférieur sur le second tube de l'échantillon avec un jeu entre le tube et la bille pour que le brin soit libre (figure II.24a).

L'extensomètre est ensuite collé sur le brin avec de la colle à jauge. Pour ce faire, il est tenu dans une pince montée sur une crémaillère millimétrique (figure II.24b). La crémaillère sert à approcher les lames de l'extenso du brin. Le jeu dans le dispositif permet le mouvement du brin, on peut donc venir mettre le brin en contact sans solliciter le brin. De la colle est appliquée sur les lames et le contact est réalisé.

Une fois collé, l'extensomètre doit être relâchée par la pince. Pendant la phase de desserrage de la pince maintenant l'extensomètre, la force et la mesure du déplacement par l'extensomètre sont mesurées afin d'évaluer si le collage a réussi et si le brin ne subit pas un effort. La mise en contact des billes avec les tubes est ensuite réalisée

en déplaçant la traverse à une vitesse très faible jusqu'à une valeur de force de 2 N.



(a) Serrage des mors avec mordaches en V sur les tubes du dispositif.



(b) Approche de l'extensomètre par une pince montée sur une crémaillère millimétrique.

**FIGURE II.24** – Montage de l'échantillon sur la machine d'essais et collage de l'extensomètre.

Une fois que l'on s'est assuré que la mise en place de l'essai n'a pas endommagé le brin et que l'extensomètre est bien collé, l'essai peut commencer.

### II.3.2 Post-traitement des données

#### a Données mesurées et calculées

Lors d'un essai, les données mesurées et enregistrées sont le temps en seconde, la force en Newton, le déplacement de la traverse et le déplacement mesuré par l'extensomètre en mm. Elles sont enregistrées toutes les 100 ms pour avoir un bon échantillonnage de l'essai.

À partir de ces mesures, la déformation est calculée par :

$$\varepsilon = \ln\left(1 + \frac{l}{l_0}\right) \quad (\text{II.2})$$

avec  $\varepsilon$  la déformation,  $l$  le déplacement mesuré et  $l_0$  la longueur de mesure initiale. La déformation est calculée par les mesures effectuées par l'extensomètre.  $l_0$  correspond alors à la longueur de jauge, dans notre cas,  $l_0 = 10$  mm. La contrainte est calculée par :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (\text{II.3})$$

avec  $\sigma$  la contrainte,  $F$  la force mesurée par la cellule de force et  $S$  la section instantanée, calculée à partir de la section initiale et en supposant la conservation du volume

par :

$$S = S_0 * \frac{l_0}{l} \quad (\text{II.4})$$

La section initiale  $S_0$  est calculée à partir du diamètre moyen du brin  $d$  mesurée sur plusieurs endroits de la zone utile de l'échantillon avant l'essai par  $S_0 = \pi \frac{d^2}{4}$ .

### **b Évaluation du module d'élasticité**

Certains essais sont réalisés avec des décharges élastiques. Comme discuté dans la section II.2.3, le module d'élasticité est évalué sur la partie linéaire des décharges effectuées à différents instants.

La partie linéaire est sélectionnée sur des portions de courbes définies préalablement (initiale et sur chaque décharge) en évaluant la meilleure régression linéaire par un polynôme de 1<sup>er</sup> ordre. Le polynôme est considéré satisfaisant lorsque son coefficient de détermination  $R^2$  est supérieur à 0,99. Les points définitifs servant à la régression sont sélectionnés à la main afin d'obtenir le meilleur rapport régression/nombre de points possible mais également afin d'éviter une potentielle première partie de décharge visqueuse. Afin de s'assurer que l'ensemble de points considéré pour le calcul du module soit correct, un certain nombre de points avant et après le début et la fin de ceux retenus sont testés pour vérifier l'impact sur la valeur du module.

La valeur finale est calculée en moyennant les valeurs mesurées sur les décharges de plusieurs échantillons. Les décharges considérées ne sont celles que dans les premiers 0,15 % de déformation. En effet, au-delà de cette valeur, une évolution du module d'élasticité a pu être observée, traduisant un changement mécanique dans les brins.

### **c Courbe contrainte-déformation**

Les résultats sont présentés sous forme de courbe représentant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation mesurée par l'extensomètre. Il est précisé dans le protocole que la mise en contact des billes est réalisée en déplaçant la traverse jusqu'à ce que la force atteigne une valeur de 2 N. La mesure commence donc à une valeur de contrainte non nulle. Pour la visualisation, les courbes sont toutefois décalées en déformation à partir du point de mesure initial pour reconstruire une partie linéaire jusqu'à l'origine (figure II.25).

## **II.3.3 Résultats des essais**

### **a Analyse du comportement global des différents brins**

La figure II.26a présentent les résultats de traction jusqu'à rupture des différents brins de l'étude avec figure II.26b un zoom sur les premiers 0,5 % de déformation.

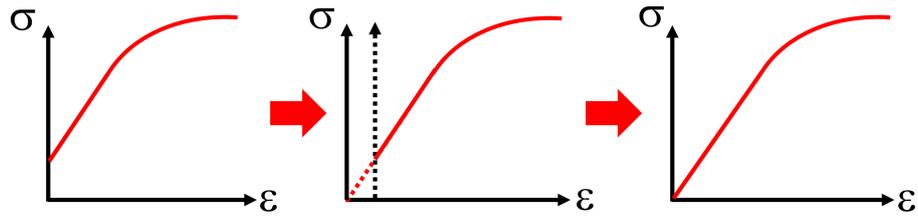
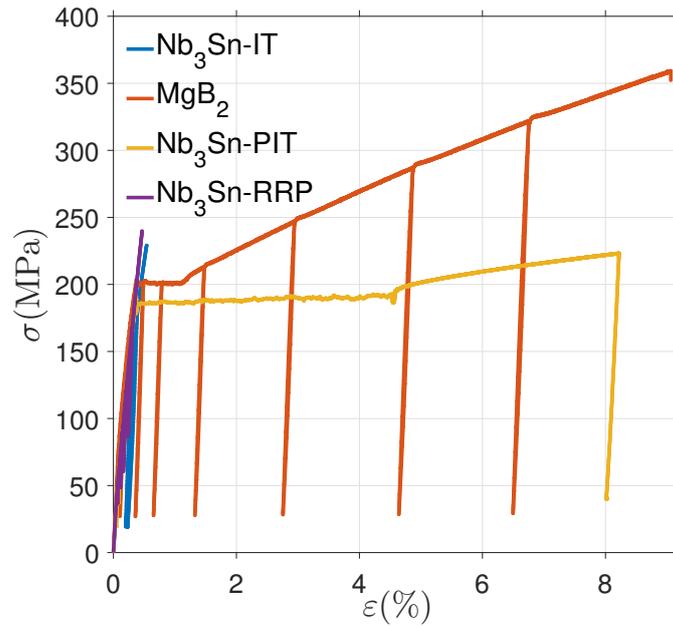
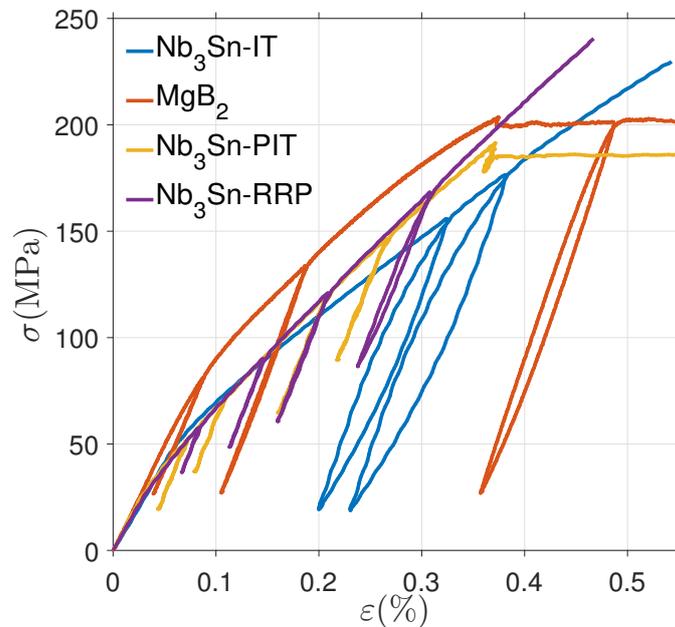


FIGURE II.25 – Schématisation du décalage en déformation et de la reconstruction d'une courbe pour visualisation.



(a) Essais à rupture.



(b) Zoom sur zone d'intérêt.

FIGURE II.26 – Courbes contrainte-déformation représentatives du comportement en traction des brins complets caractérisés.

On peut remarquer la présence d'un plateau sur les courbes  $\text{MgB}_2$  et  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT. Ce plateau fait l'objet d'une étude particulière dans le chapitre IV. Il n'est pas incohérent avec la littérature et a déjà été remarqué pour le  $\text{MgB}_2$  par [Alknes \*et al.\* \[2016\]](#) sur un brin similaire étudié au CERN (brin désigné par la lettre V, figure II.15a, page 67). Pour le brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT, on peut le remarquer sur les résultats de [van den Eijnden \*et al.\* \[2005\]](#) (présentés figure II.3, page 54) également sur des brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT.

Il peut être intéressant de noter que le plateau n'apparaît pas sur les brins IT et RRP et que le brin  $\text{MgB}_2$  est également un PIT. Pour rappel, nous avons décrit le processus de fabrication du RRP comme étant similaire à celle d'un IT avec une étape en plus de *restack* ou de "rempilage". Le plateau est donc présent sur les deux brins fabriqués par la méthode des poudres, bien que d'une composition différente. Les brins PIT et  $\text{MgB}_2$  ont également un allongement à rupture beaucoup plus important.

Si l'on considère les premiers 0,5 %, on peut observer que l'allure globale des courbes est similaire, avec un comportement quasi-identique pour le PIT et le RRP autant dans le domaine élastique que dans le domaine élasto-plastique (avant le plateau pour le PIT). La structure des brins PIT et RRP est similaire après réaction. Ils ont également de commun la dimension finale des filaments, beaucoup plus grande ( $\approx 50$  à  $60 \mu\text{m}$ ) que pour l'IT ( $\approx 5 \mu\text{m}$ ).

Tous les brins présentent une limite d'utilisation en déformation à température ambiante comprise entre 0,3 % et 0,5 %.

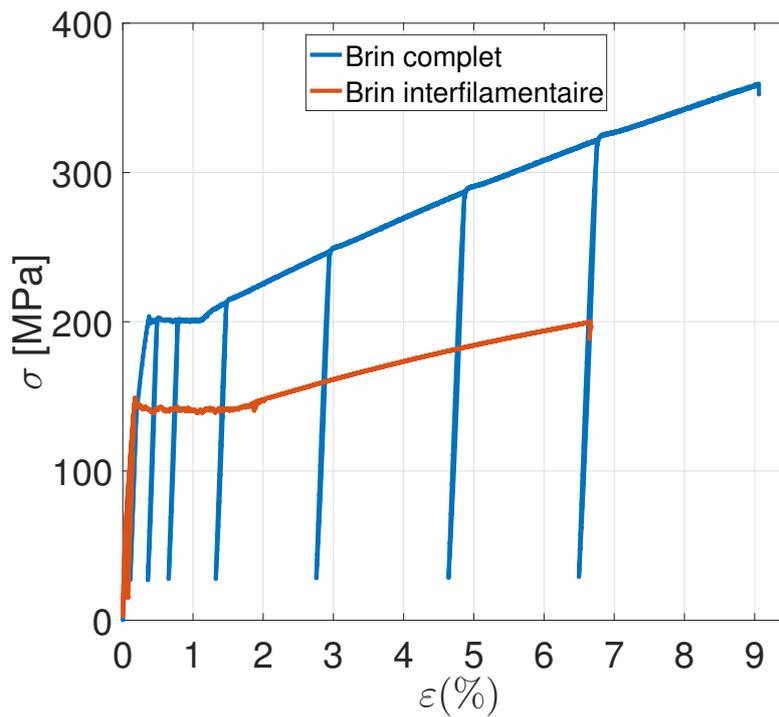
## **b Résultats de traction du brin $\text{MgB}_2$**

Deux courbes contrainte-déformation représentatives du comportement du brin  $\text{MgB}_2$  complet et interfilamentaire en traction avec décharges sont présentés à la figure II.27. Les essais ont été réalisés jusqu'à rupture (figure II.27a). Le domaine d'utilisation des brins  $\text{MgB}_2$  recommandé par Nexans concerne les premiers 0,3 % de déformation. Un zoom sur la première partie de la courbe est disponible figure II.27b.

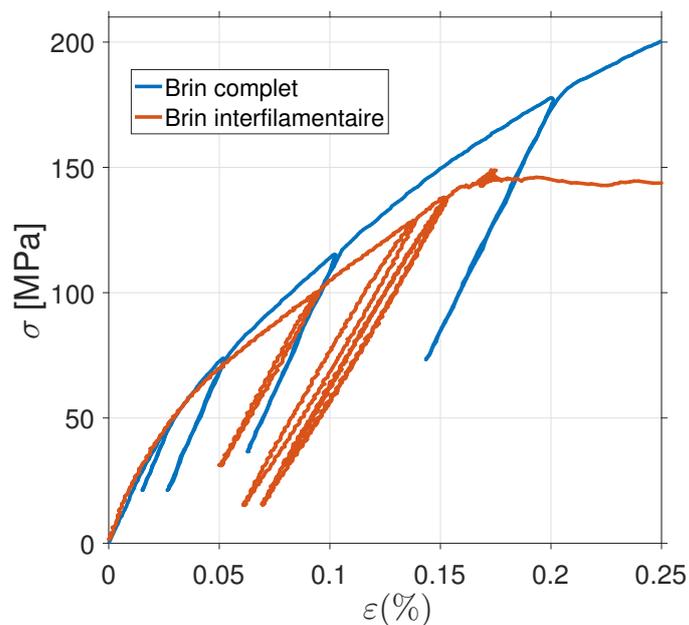
Les comportements du brin complet et interfilamentaire sont semblables. Une première partie élasto-plastique, un plateau puis à nouveau un comportement élasto-plastique.

Comme précisé dans la partie précédente, le plateau n'est pas incohérent avec la littérature et est traité dans le chapitre IV sur l'endommagement.

Afin d'obtenir des résultats caractéristiques et évaluer la reproductibilité des essais sur le brin  $\text{MgB}_2$ , quinze essais ont été réalisés sur brins complets et quatre sur brin interfilamentaire avec le dispositif SCUTT. La figure II.28 présente des essais sur brin



(a) Essais à rupture.



(b) Zoom sur zone d'intérêt.

**FIGURE II.27** – Courbes contrainte-déformation représentatives du comportement en traction du brin  $\text{MgB}_2$  complet et interfilamentaire.

complet représentatifs de la dispersion observée.

Plusieurs observations peuvent être faites sur les différents essais.

- Le module d'élasticité évalué sur les différentes décharges est constant mais différent du module de la pente initial.
- L'allure du comportement élasto-plastique (partie de la courbe entre le domaine

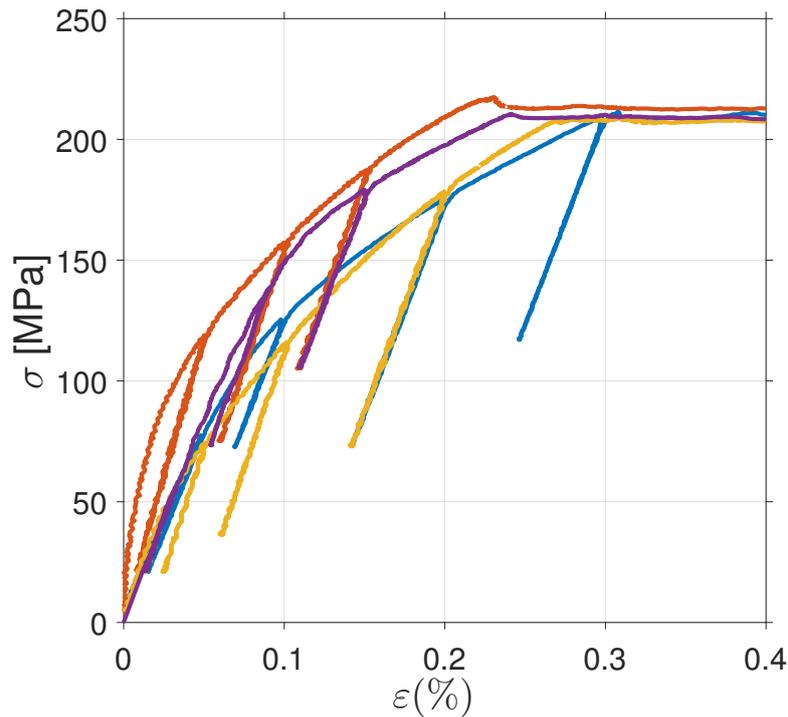


FIGURE II.28 – Courbes contrainte–déformation de traction obtenues sur plusieurs brins  $MgB_2$  complets.

élastique et le plateau) est différent suivant les essais. Il y a donc une forte dispersion dans les résultats.

- Le plateau est présent pour une déformation comprise entre 0,23 % et 0,4 % jusqu'à 1 % pour le brin complet et entre 0,15 % et 0,25 % jusqu'à 2 % pour le brin interfilamentaire. Il y a donc une forte dispersion sur la valeur de départ en déformation. Le plateau survient toutefois toujours aux alentours de 200 MPa.

Ces dispersions peuvent être expliquées par une différence de taille de grains de la poudre  $MgB_2$  et par la courbure initiale que présentent les brins, qui pour rappel sont réagis puis bobinés. La dispersion provient donc de la fabrication du brin.

Les modules d'élasticité pour les brins  $MgB_2$  complet et interfilamentaire calculés à partir de la moyenne des pentes mesurées comme décrit section II.3 sont donnés dans le tableau II.1.

TABLEAU II.1 – Modules d'élasticités du brin  $MgB_2$ .

Brins	$E$ (GPa)	Écart-type (GPa)
Complet	176	10
Interfilamentaire	157	8

À titre de comparaison, les résultats sur les brins complets similaires à celui de

notre étude caractérisé par le CERN (figure II.15, page 67) sont regroupés dans le tableau II.2.

TABLEAU II.2 – Modules d'élasticité de brins MgB<sub>2</sub> similaires.

Désignation du brin	$E$ (GPa)	Référence
Brin M	158	[Sugano <i>et al.</i> , 2015]
Brin V	157	[Sugano <i>et al.</i> , 2015]
	163	[Alknes <i>et al.</i> , 2016]
Similaire brin V avec couche de cuivre	151	[Konstantopoulou <i>et al.</i> , 2016]

Ces brins possèdent tous une barrière de niobium autour des filaments pour éviter la création d'intermétalliques "fragilisant" aux interfaces. Le brin M est composé d'un cœur de cuivre et le brin V un filament au niveau du cœur. Avec le même procédé de fabrication (*ex situ* Powder-In-Tube) mais quelques différences dans les matériaux et la structure, les résultats sont dans les mêmes ordres de grandeur que ceux de la littérature.

### c Résultats de traction du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT

Six essais sur brin complet et huit sur brin interfilamentaire ont été réalisés avec le dispositif SCUTT. Les essais présentent une très bonne reproductibilité, excepté sur la pente initiale des courbes contrainte-déformation où une faible variation peut être observée due à une légère courbure initiale des brins.

Deux courbes contrainte-déformation représentatives du comportement du brin Nb<sub>3</sub>Sn-Internal Tin complet et interfilamentaire en traction avec décharges sont présentés figures II.29. Les essais ont été réalisés jusqu'à rupture. Aucun plateau n'est visible sur les brins IT.

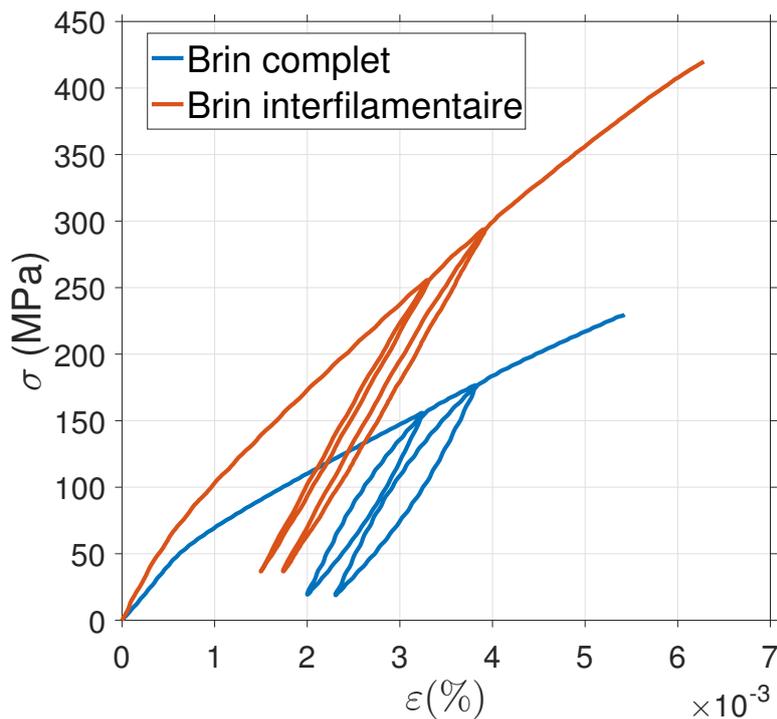
Les allures des courbes obtenues sont similaires à celles des courbes présentes dans la littérature et présentées dans la section II.2.

Les modules d'élasticité pour les brins Nb<sub>3</sub>Sn-IT complet et interfilamentaires sont présentés dans le tableau II.3.

TABLEAU II.3 – Modules d'élasticité du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT.

Brins	$E$ (GPa)	Écart-type (GPa)
Complet	132	3
Interfilamentaire	123	5

Le module d'élasticité mesuré pour le brin complet est en accord avec les résultats de la littérature. Parmi les études les plus utilisées, Mitchell [2005a] a mesuré un module d'élasticité de 130 GPa sur un brin IT avec une barrière de niobium. Un module



**FIGURE II.29** – Courbes contrainte–déformation représentatives du comportement en traction à rupture du brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -IT complet et interfilamentaire.

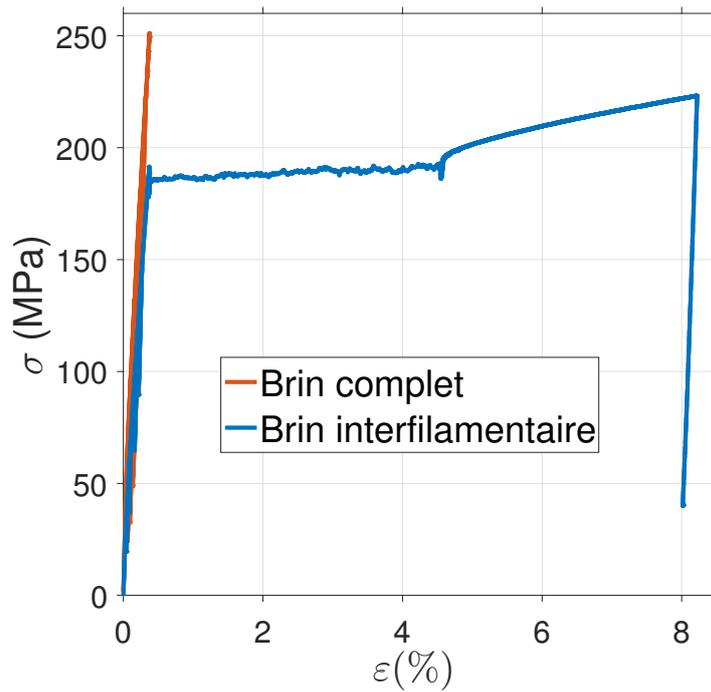
de 130 GPa est également fourni dans [van den Eijnden *et al.*, 2005] concernant un IT fabriqué par LMI. Bajas [2011] quant à lui, trouve un module d'élasticité évoluant avec la déformation entre 135 GPa et 145 GPa pour un brin IT fabriqué par ALSTOM avec une barrière de tantale.

#### d Résultats de traction du brin $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT

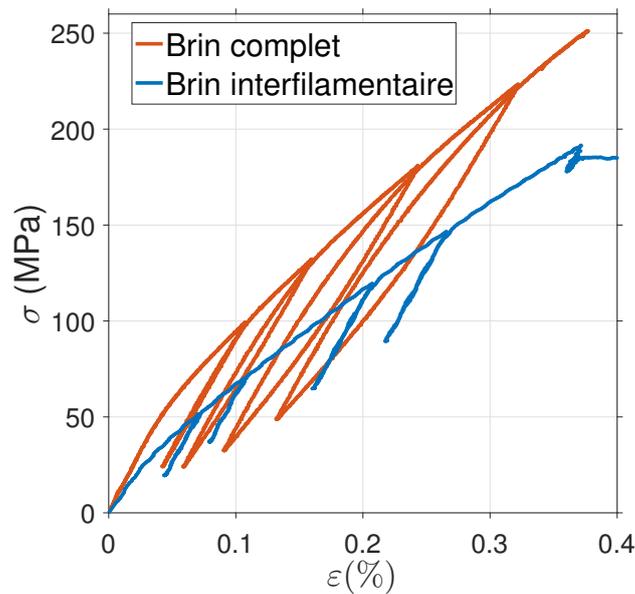
Le brin PIT a été utilisé afin de tester les différents mors et les différentes méthodes de mesure de la déformation. De nombreux essais sont donc disponibles avec une reproductibilité satisfaisante à forte déformation mais présentant des différences de pentes initiales et également sur l'allure du comportement élasto-plastique avant le plateau. Deux essais sur brin complet et deux sur brin interfilamentaire ont donc été réalisés avec le dispositif SCUTT. Ces essais présentent une très bonne reproductibilité aux faibles déformations et sur le départ du plateau.

Deux courbes contrainte–déformation représentatives du comportement du brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -Powder-In-Tube complet et interfilamentaire en traction avec décharges sont présentés figure II.30. Les essais sont réalisés jusqu'à rupture (figure II.30a). Un zoom sur la première partie de la courbe est réalisé figure II.30b.

Les modules d'élasticité des brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT complet et interfilamentaire sont présentés dans le tableau II.4.



(a) Essais à rupture.



(b) Zoom sur zone d'intérêt.

**FIGURE II.30** – Courbes contrainte–déformation représentatives du comportement en traction du brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT complet et interfilamentaire.

Dans la littérature, [Mitchell \[2005a\]](#) donne un module d'élasticité de 110 GPa pour un brin PIT basé sur le  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ . [van den Eijnden \*et al.\* \[2005\]](#) caractérisent un brin PIT fabriqué par LMI (figure II.3, page 54) et calculent un module de 122 GPa. Plus récemment, [Scheuerlein \*et al.\* \[2015\]](#) ont réalisé des essais de traction au CERN sur des brins quasi-identiques à ceux de cette étude et ont reporté un module d'élasticité pour le PIT

TABLEAU II.4 – Modules d'élasticité du brin Nb<sub>3</sub>Sn-PIT.

Brins	$E$ (GPa)	Écart-type (GPa)
Complet	123	3
Interfilamentaire	116	1

de 116,0(23) GPa.

### e Résultats de traction du brin Nb<sub>3</sub>Sn-RRP

Deux courbes contrainte-déformation représentatives du comportement du brin Nb<sub>3</sub>Sn-Rod Restacked Process complet et interfilamentaire en traction avec décharges sont présentés figures II.31. Deux essais sur brin complet et deux essais sur brin interfilamentaire ont été réalisés avec le dispositif SCUTT. Les résultats obtenus présentent une très bonne reproductibilité.

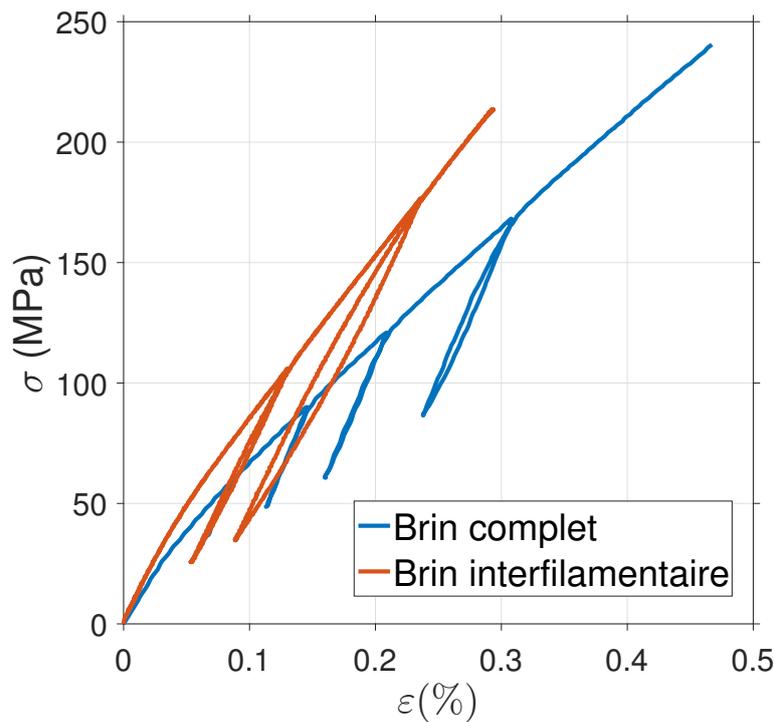


FIGURE II.31 – Courbes contrainte-déformation représentatives du comportement en traction à rupture du brin Nb<sub>3</sub>Sn-RRP complet et interfilamentaire.

Les modules d'élasticité mesurés pour les brins Nb<sub>3</sub>Sn-RRP complet et interfilamentaire sont présentés dans le tableau II.5.

Peu de résultats sont disponibles dans la littérature concernant ce brin. [Scheuerlein et al. \[2015\]](#) a également caractérisé le brin RRP au CERN en parallèle du brin PIT. La valeur de module d'élasticité reportée est de  $124 \pm 1.7$  GPa. Nos résultats sont donc en accord avec ceux trouvés pour un brin quasi-identique.

TABLEAU II.5 – Modules d'élasticité du brin Nb<sub>3</sub>Sn-RRP.

Brins	$E$ (GPa)	Écart-type (GPa)
Complet	125	1
Interfilamentaire	115	2

## II.4 Essais de traction-compression

Les essais de traction-compression n'ont été réalisés que sur les brins MgB<sub>2</sub>. En effet, la mise en compression d'un fil de faible diamètre nécessite des précautions pour éviter le flambement. Avec le matériel disponible, les brins Nb<sub>3</sub>Sn-IT, RRP et PIT (d'un diamètre de 0,8 mm et 1 mm) n'ont pu être sollicités en traction-compression cyclique. Le MgB<sub>2</sub>, disponible à un diamètre de 1,52 mm a pu être sollicité cycliquement en compression à une faible contrainte.

### II.4.1 Matériel et protocole expérimental

Les essais ont été réalisés avec une machine bi-axiale électro-mécanique Electro-Puls E10kN. Des mors pneumatiques avec mordaches plats ont été utilisés afin d'assurer un serrage constant tout au long de l'essai et une longueur suffisante du brin serrée dans les mors pour assurer un effort de compression maximal. L'alignement a été contrôlé par des règles positionnées sur les mordaches. La figure II.32 montre un échantillon monté sur la machine d'essais.

La fixation de l'échantillon entraîne une sollicitation initiale. Cependant, ces essais n'ont pas le même objectif que les essais de traction. Il s'agit ici d'assurer une fixation évitant le flambement lors du passage en compression. L'emploi du dispositif SCUTT n'est donc pas possible.

L'objectif de ces essais est d'étudier l'évolution de la déformation avec le nombre de cycles, les essais sont donc pilotés en contrainte. Une rampe initiale à une vitesse de contrainte de 5 MPa.s<sup>-1</sup> permet d'atteindre la valeur de contrainte moyenne. L'essai est ensuite piloté en contrainte moyenne  $\sigma_m$  et en amplitude de contrainte  $\sigma_a$  en suivant un chargement cyclique triangulaire (figure II.33) à une fréquence de 0,25 Hz et une vitesse de contrainte de 110 MPa.s<sup>-1</sup>. Les essais ont été réalisés jusqu'à 300 cycles.

### II.4.2 Post-traitement des données

La contrainte et la déformation sont calculées comme décrit précédemment. Les informations extraites en plus sont la déformation moyenne  $\varepsilon_m$  et l'amplitude de déformation  $\varepsilon_a$ . Ces données sont calculées à partir des valeurs min et max sur chaque

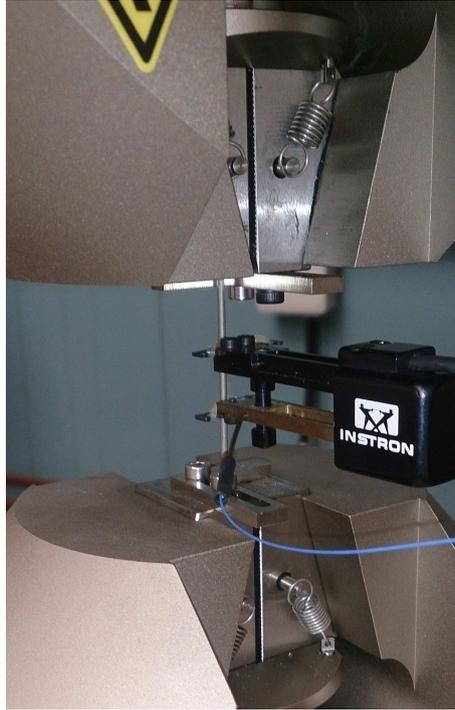


FIGURE II.32 – Brin  $MgB_2$  serré dans les mors pneumatiques pour un essai de traction-compression cyclique.

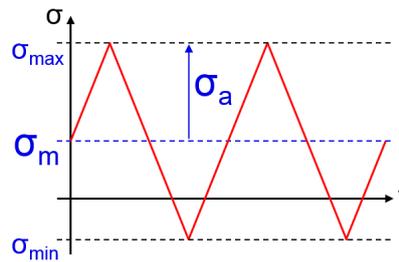


FIGURE II.33 – Forme du signal de chargement pour les essais de traction-compression cyclique.

cycle à partir du premier cycle par :

$$\begin{aligned} \varepsilon_m &= \frac{\varepsilon_{max} + \varepsilon_{min}}{2}, \\ \varepsilon_a &= \frac{\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min}}{2}. \end{aligned} \quad (II.5)$$

### II.4.3 Résultats de traction-compression sur brin $MgB_2$

L'objectif de ces essais est d'évaluer l'impact d'une sollicitation cyclique sur le comportement du brin. Quatre essais cycliques ont été réalisés avec quatre niveaux de sollicitations différents.

La figure II.34a présente une courbe contrainte-déformation en traction monotone. Sur cette figure sont représentés les valeurs de contrainte maximale atteinte pour les quatre essais cycliques réalisés. Deux limites sur les contraintes maximales et mini-

males imposables sont à prendre en compte :

- il faut s’assurer de ne pas flamber lors de la sollicitation de compression, imposant une contrainte minimale à ne pas dépasser et,
- il faut également solliciter le brin autour de la zone d’utilisation et veiller à rester dans une zone stable, c’est-à-dire en dessous du plateau, imposant une contrainte maximale à ne pas dépasser.

Ces valeurs de contrainte maximale et minimale à imposer permettent de construire le domaine en amplitude de contrainte  $\sigma_a$  et en contrainte moyenne  $\sigma_m$ , définies telles que :

$$\begin{aligned}\sigma_m &= \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2} \\ \sigma_a &= \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2}.\end{aligned}\tag{II.6}$$

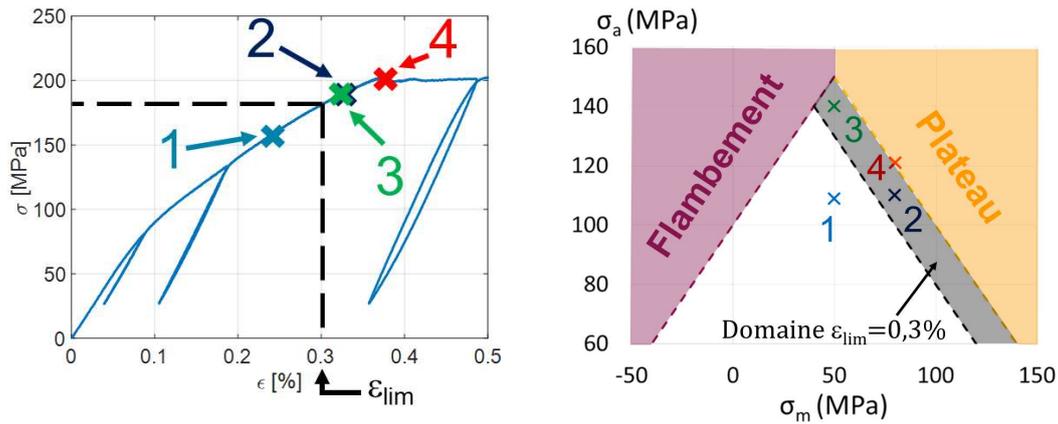
Le domaine de sollicitation explorable pour le brin MgB<sub>2</sub> est présenté figure II.34b. Il y est également représentés les valeurs de pilotages définies pour les quatre essais cycliques. Ces valeurs sont données dans le tableau II.6.

Sur les figures II.34a et II.34b est également donné la valeur limite d’utilisation de 0,3 %. Cette valeur correspond à la limite à ne pas dépasser communément recommandée dans la profession pour le brin MgB<sub>2</sub>. Cette valeur de 0,3 % de déformation est définie en traction monotone et correspond à une chute de courant critique à ne pas franchir. Les essais cycliques sont pilotés en contrainte et la limite est définie en déformation. Pour obtenir une évaluation de ce critère sur le domaine accessible en ( $\sigma_a - \sigma_m$ ), nous avons évalué la valeur de contrainte équivalente à 0,3 % de déformation sur une courbe monotone, comme montré sur la figure II.34a. Cette contrainte est considérée comme la contrainte maximale pour un essai cyclique et permet de définir les valeurs de contrainte moyenne et d’amplitude de contrainte. Nous avons toutefois reporté une forte dispersion des résultats lors des essais de traction sur le brin MgB<sub>2</sub> (figure II.28). Sur les différents essais réalisés, une déformation de 0,3 % ne correspond donc pas à une même valeur de contrainte. Le plateau observé sur les courbes  $\sigma - \epsilon$  apparaît entre 0,23 % et 0,4 % de déformation pour une contrainte constante sur tous les essais de 200 MPa. Le critère de 0,3 % correspond donc à une contrainte variant de 180 à 200 MPa, ce qui correspond à la bande représentée sur la figure II.34b.

TABLEAU II.6 – Essais cycliques de traction-compression sur MgB<sub>2</sub>.

	Essais n°1	Essais n°2	Essais n°3	Essais n°4
$\sigma_m$	50	80	50	80
$\sigma_a$	110	110	140	121

L’essai n°4 ( $80 \pm 121$ MPa) correspond à une valeur de contrainte maximale égale à



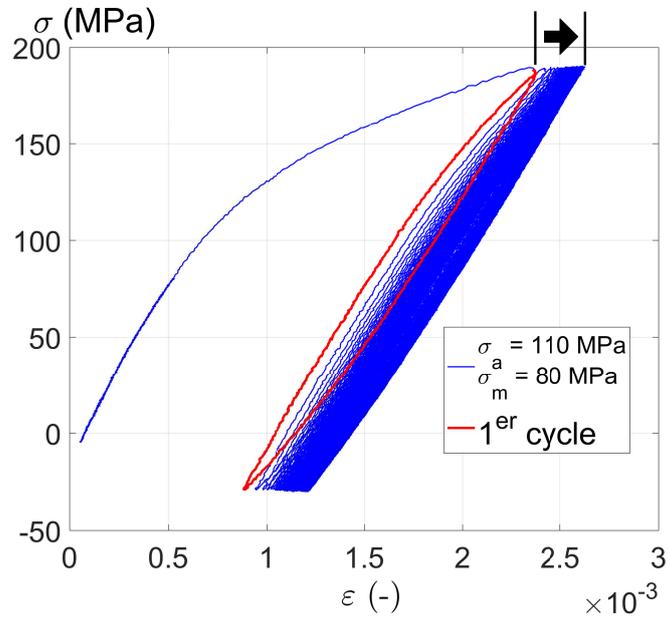
(a) Courbe contrainte-déformation sur laquelle sont représentées les contraintes maximales atteintes lors des essais cycliques. (b) Domaine accessible pour les essais cyclique de traction-compression en  $(\sigma_a - \sigma_m)$  et essais réalisés.

FIGURE II.34 – Domaine de sollicitation exploré lors des essais cycliques.

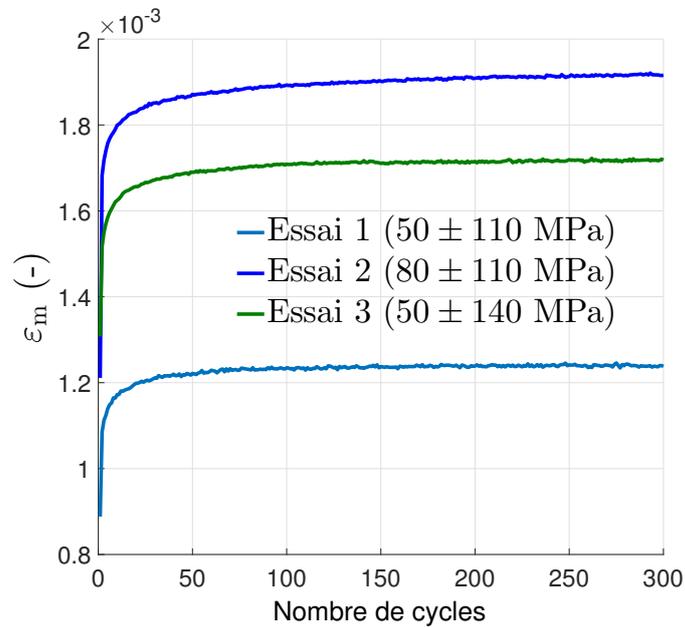
la contrainte à laquelle survient le plateau. Cet essai fait l'objet d'une analyse dans la partie de l'étude du plateau dans le chapitre endommagement, il ne sera donc pas présenté ici.

La figure II.35a montre la courbe contrainte-déformation de l'essai cyclique n°2 ( $80 \pm 110$ MPa). Les allures des courbes des essais 1 et 3 sont similaires. On peut constater l'apparition d'une accumulation de déformation plastique avec les cycles, également appelée rochet. Ce phénomène mène à une évolution de la déformation avec les cycles, qui peut se stabiliser ou non. Pour mieux observer ce phénomène, l'évolution de la déformation moyenne avec le nombre de cycles pour les trois essais est tracée figure II.35b. On observe que le niveau de rochet augmente lorsque la moyenne ou l'amplitude de contrainte augmente. La vitesse d'évolution du rochet est stabilisée pour les essais n°1,2 et 3 à 300 cycles avec une valeur nulle pour l'essai n°1 et constante pour les essais 2 et 3.

La présence d'un effet rochet avec un certain niveau et une vitesse constante remet en question la définition de la limite d'utilisation en monotone. En effet, une utilisation des brins  $MgB_2$  dans des conditions chargements cycliques même inférieures à la limite définie en monotone peut conduire à une déformation supérieure à la déformation prédite avec une approche basée sur la traction monotone.



(a) Courbe contrainte-déformation de l'essai n°2 ( $80 \pm 110$ MPa).



(b) Évolution de la déformation moyenne avec le nombre de cycles.

FIGURE II.35 – Résultats des essais de traction-compression cycliques sur le brin MgB<sub>2</sub>.

## II.5 Essais de nano-indentation

La nano-indentation permet de réaliser des essais à petite échelle. Étant donné la microstructure des brins, ce type d'essais est parfaitement adapté pour mesurer les propriétés locales des différents matériaux composant les brins. Les essais de nano-indentation nous permettent de mesurer le module d'élasticité ainsi que la dureté. La dureté mesurée par nano-indentation n'est pas la même que celle mesurée par des méthodes à l'échelle microscopique. Nous l'appellerons donc par la suite nano-dureté.

### II.5.1 Principe

#### a Méthode traditionnelle

Le principe de la nano-indentation est de réaliser une empreinte (une indentation) sur la surface d'un échantillon à l'aide d'une pointe (un indenteur) jusqu'à une certaine valeur de force ou de profondeur et de retirer complètement la charge, laissant une empreinte résiduelle sur la surface du matériau (figure II.36a). La force et la profondeur de pénétration de l'indenteur dans la surface sont enregistrées durant toute la durée de l'indentation.

Oliver et Pharr [1992] ont montré qu'il est possible de déterminer le module d'élasticité ainsi que la nano-dureté à partir de la courbe charge-déplacement mesurée durant un essai présentant une charge et une décharge. La figure II.36c montre l'allure typique d'une telle courbe et la figure II.36b décrit la géométrie de la surface d'un matériau suite à une charge et une décharge.

La nano-dureté est définie par :

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (II.7)$$

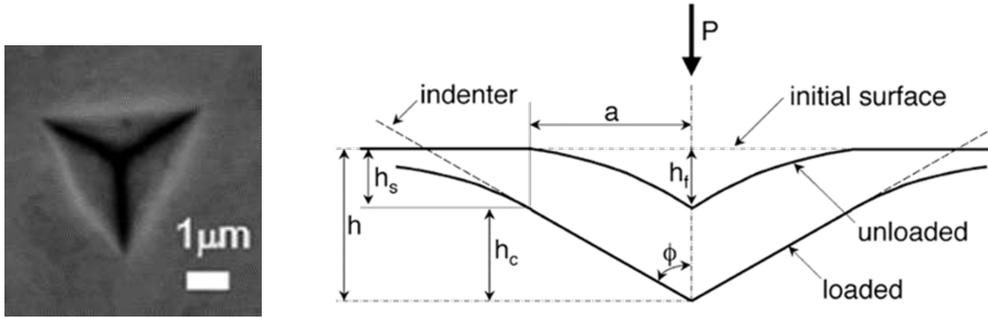
avec  $P_{max}$  la valeur de la force maximale et  $A$  l'aire de contact projetée. Cette dernière est définie par la relation semi-empirique proposée par Oliver et Pharr [1992] :

$$A = \sum_{n=0}^8 C_n (h_c)^{2-n} = C_0 h_c^2 + C_2 h_c + C_2 h_c^{1/2} + \dots + C_8 h_c^{1/128} \quad (II.8)$$

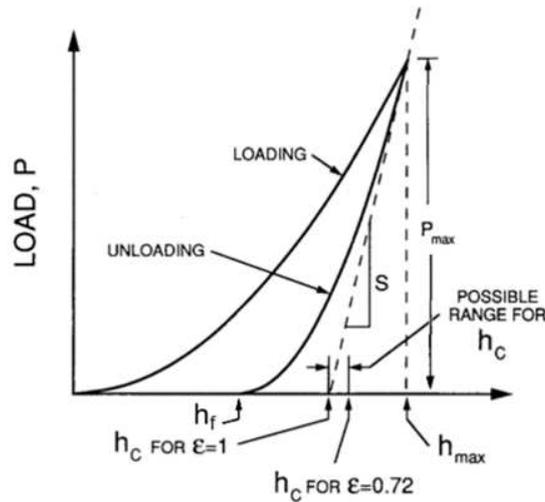
avec  $C_0, \dots, C_8$  des constantes traduisant la géométrie de l'indenteur et ses imperfections (à réévaluer avec l'usure) et  $h_c$  la profondeur de contact. La profondeur de contact correspond à la profondeur durant laquelle il y a contact entre l'indenteur et le matériau,  $h_c = h_{max} - h_s$ , qui peut être calculée par :

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max}}{S}. \quad (II.9)$$

avec  $\epsilon$  une constante dépendant de la géométrie de l'indenteur (0.75 pour les pyramides), appelée également facteur d'interception et  $S$  la rigidité du contact.



(a) Indentation réalisée avec une pointe Berkovich. (b) Illustration du processus de charge-décharge montrant les paramètres caractéristiques du contact [Oliver et Pharr, 2004].



(c) Illustration d'une courbe de charge-déplacement avec les principaux paramètres [Oliver et Pharr, 2004].

FIGURE II.36 – Principe de la nano-indentation.

La rigidité du contact  $S$  correspond à la pente de la courbe de la décharge au sommet (figure II.36c).

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{max}} \quad (II.10)$$

avec  $P$  la force de chargement et  $h$  le déplacement de l'indenteur dans le matériau. La décharge peut être approximée par une loi puissance telle que :

$$P = \alpha(h - h_f)^m \quad (II.11)$$

et

$$\frac{dP}{dh} = \alpha m (h - h_f)^{m-1} \quad (II.12)$$

avec  $\alpha$  et  $m$  des constantes de la loi puissance [Oliver et Pharr, 2004]. Ce qui nous permet de calculer la rigidité du contact et la nano-dureté.

Il est également connu que [Oliver et Pharr, 1992]

$$S = 2\beta E_r \sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad (\text{II.13})$$

avec  $\beta$  une constante dépendant de la géométrie de l'indenteur (1.034 pour les pointes Berkovich [Maciejak et Aubert, 2007]),  $A$  l'air de contact projeté et  $E_r$  le module d'élasticité réduit. Le module d'élasticité réduit prend en compte le fait que des déplacements élastiques surviennent dans le matériau que l'on caractérise mais également dans l'indenteur tel que :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (\text{II.14})$$

avec respectivement  $E$ ,  $\nu$  et  $E_i$ ,  $\nu_i$  le module d'élasticité et le coefficient de poisson du matériau et de l'indenteur.

La détermination du module d'élasticité et de la nano-dureté d'un matériau est donc possible à partir de la rigidité de contact mesurée sur une courbe chargement-déplacement d'un essai de nano-indentation présentant une charge-décharge.

### **b Continuous Stiffness Measurement**

En plus de la méthode traditionnelle de nano-indentation développée par Oliver et Pharr [1992], nous avons employé la technique de la mesure continue de la rigidité ou *Continuous Stiffness Measurement* (CSM). Cette technique permet de fournir des résultats en continu en fonction de la profondeur d'indentation. Le principe est d'imposer un signal sinusoïdal de faible amplitude sur le signal de pilotage (force ou déplacement-figure II.37) et de mesurer l'amplitude et le déphasage du signal de réponse (déplacement ou force) [Li et Bhushan, 2002]. La rigidité du contact peut ainsi être évaluée à chaque instant en fonction de paramètres de la machine, de l'amplitude et du déphasage de la réponse. On obtient donc une mesure du module d'élasticité et la nano-dureté du matériau en continu durant l'essai et en fonction de la profondeur de pénétration de l'indenteur dans le matériau.

## **II.5.2 Matériels, protocole et méthode de préparation**

Les essais de nano-indentation ont été réalisés avec un nano-indenteur commercial MTS XP.

Pour chaque matériau, les mesures ont été réalisées de manière statistique afin d'assurer une plus grande confiance et une plus grande représentativité dans les résultats. Il s'agit donc de réaliser des grilles d'indentations à plusieurs endroits sur la surface du brin et de moyenner les résultats.

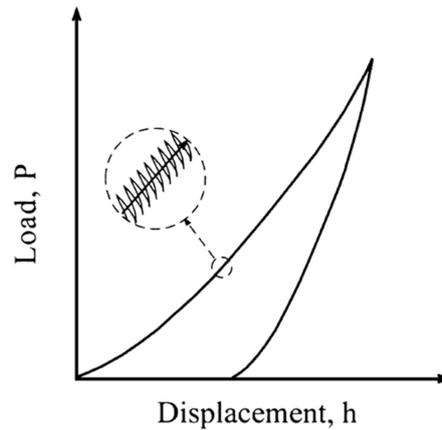


FIGURE II.37 – Représentation de la courbe chargement–déplacement obtenue avec la technique CSM [Li et Bhushan, 2002].

### a Préparation de l'échantillon

Les indentations sont réalisées sur des coupes transverses des brins. Une coupe longitudinale présente une trop forte hétérogénéité dans la profondeur. Au cours d'une indentation, l'indenteur a de grande chance de rencontrer deux matériaux différents.

La préparation de la surface de l'échantillon requiert une grande importance pour la nano-indentation. La mesure étant très sensible au relief de surface, une bonne planéité est requise. Il est également nécessaire de limiter la déformation de la surface de l'échantillon induite par la préparation (polissage).

Les étapes de préparations sont tirées de [Jewell, 2008] et [Bajas, 2011]. Les brins sont imprégnés à froid dans un cylindre de résine EPOXY. L'échantillon est ensuite poli manuellement en différentes étapes de polissage utilisant successivement des papiers abrasifs avec des grains de plus en plus faibles (GRIT P320 pour une taille de grains de  $46\mu\text{m}$  à P2400 pour une taille de grains de  $10\mu\text{m}$ ). Deux étapes de polissage automatique sont ensuite réalisées avec une solution de suspension diamantée de 3 puis  $1\mu\text{m}$  avec un drap de polissage doux. L'étape de finition est réalisée par vibro-polissage en utilisant un *VIBROMET* et une solution de  $\text{SiO}_2$  ( $0,06\mu\text{m}$ ) en suspension pour éviter une déformation trop importante de la surface.

### b Protocole et données d'entrées

Les grilles d'indentation sont des grilles rectangulaires qui sont définies par un point de départ, un nombre d'indentations sur la longueur et sur la largeur ainsi que la distance entre indentations dans chaque direction.

Les essais sont pilotés en déplacement de l'indenteur avec une profondeur de pénétration imposée de 200 nm. Les indentations ont une largeur moyenne de  $1,4\mu\text{m}$  (dépendant du matériau), ce qui permet d'aller réaliser des essais même dans les filaments  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  du brin IT qui ont un diamètre d'environ  $5\mu\text{m}$ . La profondeur de pénétration de 200 nm a été choisie pour répondre à plusieurs critères.

- L'objectif est de réaliser des indentations dans certaines zones de faible dimension. Il est donc nécessaire que les indentations aient une largeur suffisamment petite pour atteindre tous les matériaux. En effet, plus la profondeur d'indentation est grande, plus la largeur de l'indentation l'est également. Il devient donc plus difficile d'obtenir des résultats dans certaines phases de faible dimension.
- Plusieurs études montrent des phénomènes lors de l'utilisation du CSM pour certains matériaux (comme le Nickel [Cordill *et al.*, 2008], le Cuivre [Pharr *et al.*, 2009] ou encore l'Aluminium [Siu et Ngan, 2013]) liés à la sollicitation dynamique. Cordill *et al.* [2008] précisent que lorsque la profondeur d'indentation est inférieure à 200 nm, la charge mesurée sur du Nickel est inférieure en CSM à la mesure quasi-statique par la méthode Oliver&Pharr. Pharr *et al.* [2009] montrent une amélioration dans la précision des mesures sur du Cuivre lorsque l'amplitude du CSM est réduite. Siu et Ngan [2013] montrent une erreur dans l'évaluation de la nano-dureté sur de l'aluminium lorsque le CSM est utilisé avec un ratio *profondeur d'indentation / amplitude du CSM* > 150 .

Nous avons décidé de réaliser les essais à une profondeur de 200 nm avec une amplitude d'oscillation de 2 nm. Cette configuration est utilisée dans la littérature et permet de prendre en compte les remarques abordées précédemment sur les phénomènes liés au CSM. Les phénomènes dynamiques sont également plus importants dans des matériaux présentant un adoucissement cyclique. Les mesures que nous pouvons effectuer sur les intermétalliques sont certainement moins impactées que dans l'aluminium par exemple.

Finalement, pour valider ces paramètres d'essais, des mesures ont été effectuées sur des fils de cuivre fournis par l'IRFU et l'IRFM et un barreau commercial de monel de même composition et microstructure que celui présent dans le brin MgB<sub>2</sub>. Nous avons comparé le module d'élasticité et la nano-dureté mesurés en nano-indentation avec CSM et en utilisant la méthode traditionnelle d'Oliver et Pharr [1992]. Les résultats montrent une différence d'environ 5 % sur le module d'élasticité et de 10 % sur la nano-dureté.

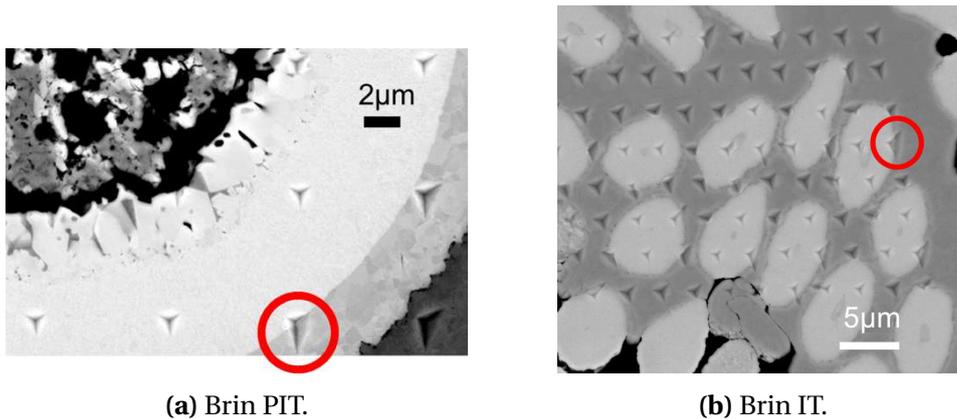
De plus, nous avons effectué des mesures du module d'élasticité sur des décharges effectuées sur des essais de traction sur le barreau de monel. Nous avons mesuré un module de 170 GPa, identique à celui mesuré par nano-indentation avec CSM sur une moyenne de 100 indentations avec un écart-type de 7 GPa.

Enfin, les valeurs de nano-dureté ne sont utilisées que dans un objectif comparatif. La nano-dureté est liée à la taille du domaine élastique. En fonction de la nano-dureté obtenue pour un matériau, on peut déduire s'il va entrer en plasticité avant ou après un autre matériau avec une nano-dureté différente. Une erreur sur ces valeurs a peu d'importance si toutes les valeurs sont obtenues dans les mêmes conditions.

### II.5.3 Post-traitement des données

Nous avons vu que des grilles d'indentations sont réalisées sur des coupes transverses d'un brin composite. Au sein d'une grille, il convient donc de classer les indentations en fonction du matériau dans lequel elles sont effectuées mais également de valider l'indentation en question. Deux étapes rentrent en compte dans la validation et la répartition des indentations :

1. Comme les grilles sont définies par un nombre d'indentations et une distance entre indentations dans chaque direction, il se peut qu'une empreinte soit réalisée dans une porosité, un joint de grain ou encore une interface entre deux matériaux. Il est également nécessaire de répartir les indentations dans les différents matériaux en présence. Des observations des brins au Microscope Électronique à Balayage (MEB) suivies d'analyses des images obtenues sont effectuées. La figure II.38 présente des observations MEB de grilles de nano-indentation réalisées sur les brins Nb<sub>3</sub>Sn-PIT et IT. Des exemples d'indentations non valides sont entourés en rouge sur ces figures.



**FIGURE II.38** – Observations MEB de grilles d'indentations de brins Nb<sub>3</sub>Sn zoomés sur un ou des filaments.

2. Une observation de l'indentation n'est cependant pas suffisante. Certaines indentations peuvent sembler bonnes mais les résultats de module d'élasticité et de nano-dureté ne correspondent pas à ce que l'on devrait trouver. Il peut également être nécessaire de redéfinir le point de contact entre la pointe et la surface du matériau. Pour ce faire, deux courbes sont analysées pour chaque indentation : le module d'élasticité et la rigidité harmonique du contact en fonction de la profondeur d'indentation. La rigidité harmonique du contact est calculée en fonction du déphasage et de l'amplitude de la réponse [Li et Bhushan, 2002].

La figure II.39a montre trois résultats différents correspondant à trois indentations différentes pour le module d'élasticité. On peut y voir :

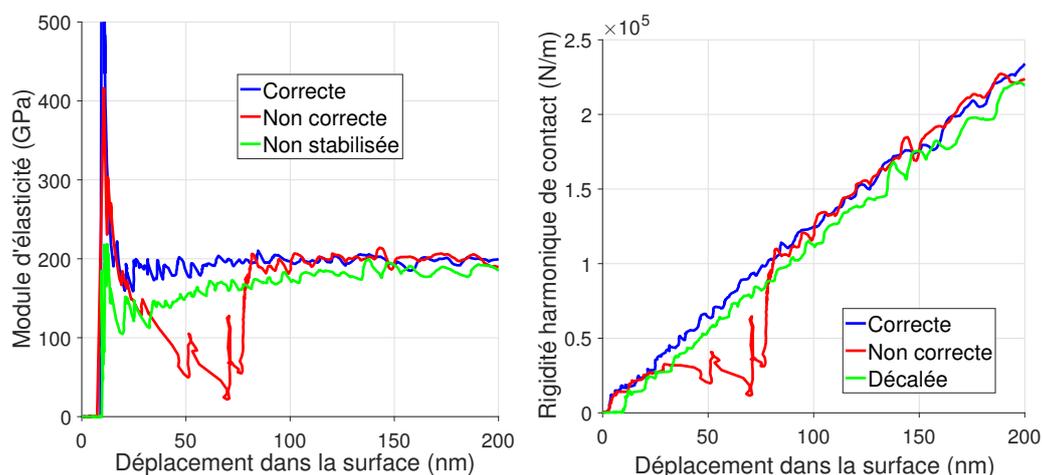
- une courbe avec un comportement considéré comme correct, dans laquelle le module d'élasticité atteint une valeur stabilisée sur une certaine distance,

- une courbe non correcte où une chute et une reprise de l'évolution du module peuvent être remarquées, cela peut correspondre à une porosité puis la pointe rencontre à nouveau un matériau et,
- une courbe où l'évolution semble correcte mais où il n'y a pas de stabilisation acceptable,

La figure II.39b montre trois résultats différents correspondant à trois indentations différentes pour la rigidité harmonique de contact. On peut y voir :

- une courbe avec une allure considérée comme correcte, c'est-à-dire qui est en accord avec les résultats de la littérature [Oliver et Pharr, 2004], [Pharr *et al.*, 2009],
- une courbe non correcte où l'évolution est similaire à celle observée pour le module d'élasticité et,
- une courbe où l'évolution semble correcte mais sur laquelle on peut remarquer un décalage dû à une erreur dans l'évaluation du début du contact entre la pointe et la surface du matériau. Ce type d'erreur peut être résolu pendant le post-traitement en spécifiant manuellement le point de contact sur la courbe.

Dans les cas où l'évolution d'une des courbes semble anormale, l'indentation en question n'est pas considérée comme valide et n'est pas prise en compte dans le calcul des résultats.



(a) Évolution du module d'élasticité avec la profondeur d'indentation. (b) Évolution de la rigidité harmonique de contact avec la profondeur d'indentation.

FIGURE II.39 – Évolution du module d'élasticité et de la rigidité harmonique du contact en fonction de la profondeur d'indentation pour trois indentations différentes.

Une grille comptant jusqu'à 300 indentations, l'analyse de ces données est donc relativement lourde et ne peut être automatisée. Cependant, ce type de post-traitement

des données assure la confiance dans nos résultats. Dès lors que nous avons une incertitude concernant une indentation, celle-ci est écartée.

Finalement, le module d'élasticité et la nano-dureté de chaque matériau correspondent à une moyenne sur un grand nombre de points de mesure. Les résultats sont présentés dans la partie suivante pour chaque brin avec le nombre d'indentations retenues pour la mesure et l'écart-type pour chaque valeur.

Les valeurs obtenues pour chaque matériau sont comparées aux valeurs de la littérature. En effet, nous avons vu que des différences peuvent être observées qui peuvent être dues à la profondeur d'indentation qui est trop faible, à l'impact de la sollicitation dynamique du CSM ou intrinsèque au matériau caractérisé.

## II.5.4 Résultats des essais

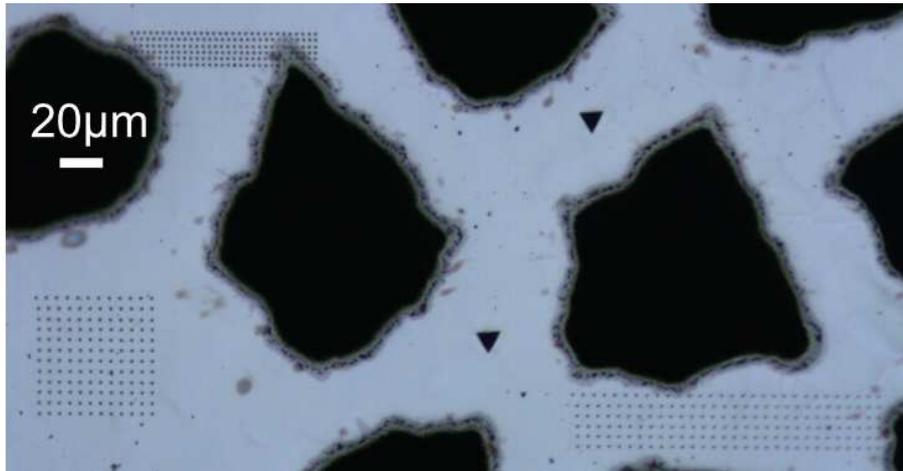
### a Résultats de nano-indentation sur le brin MgB<sub>2</sub>

Plusieurs grilles d'essais ont été effectuées sur la surface afin d'obtenir des résultats dans les différents matériaux. Les objectifs de caractérisations sont d'aller réaliser des indentations dans la couronne extérieure de monel, dans le nickel en évaluant si le comportement est identique entre le nickel présent dans le cœur du brin et dans la zone entre les filaments et dans les deux zones de diffusion se situant à l'interface entre les filaments et la matrice de nickel. Nous n'avons pas réalisé d'indentations dans le MgB<sub>2</sub> dans la mesure où la structure est poreuse. Le module d'élasticité de la structure MgB<sub>2</sub> peut-être évaluée par loi des mélanges, comme décrit dans le chapitre III.3.1.

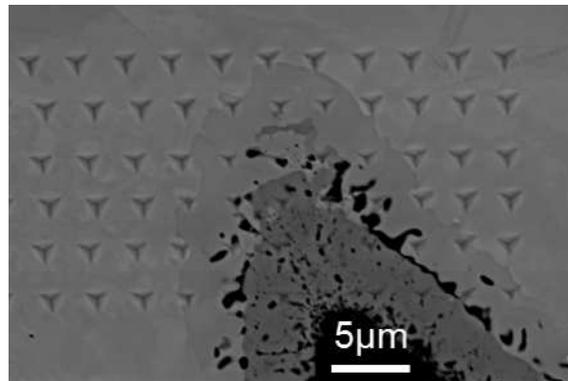
Un exemple de trois grilles est visible figure II.40a. La taille des indentations nous a permis d'obtenir des résultats dans les zones de diffusion, comme visible sur la figure II.40b. De nombreuses indentations n'étaient pas exploitables mais un certain nombre ont pu donner des résultats satisfaisants.

Pour calculer le module d'élasticité des différents matériaux à partir de l'équation (II.14), le coefficient de Poisson du nickel a été utilisé  $\nu_{Ni} = 0.31$  [Davis *et al.*, 2000]. Suite au post-traitement des essais de nano-indentations, le module d'élasticité et la nano-dureté et leurs écarts-types sont donnés dans le tableau II.7. Il y figure également les résultats obtenus sur le barreau de monel.

**Monel** Le module d'élasticité mesuré sur le monel présent dans le brin montre un résultat légèrement inférieur à la valeur mesurée sur le barreau. Il est inférieur également aux valeurs souvent utilisées dans la littérature se situant entre 179 GPa et 185 GPa [Davis *et al.*, 2000], [Sugano *et al.*, 2015], [Goodfellow, 2016]. Les nano-duretés mesurées dans les deux monels sont voisines, permettant de faire l'hypothèse que leur comportement élastique est le même.



(a) Grille dans le nickel au cœur du brin et entre les filaments.



(b) Indentations réalisées dans les zones de diffusion à l'interface entre  $MgB_2$  et nickel.

**FIGURE II.40** – Observations au microscope optique et au MEB de grilles d'indentations sur une coupe transverse d'un brin  $MgB_2$ .

**TABLEAU II.7** – Résultats de nano-indentation pour le brin  $MgB_2$ .

	Nombre d'indentations	$E$ (GPa)	Écart-type (GPa)	$H$ (GPa)	Écart-type (GPa)
Ni Matrice	513	204	7	1.6	0.1
Ni Cœur	144	204	5	1.7	0.2
Zone de diff. adj. Ni	24	191	15	11	1.4
Zone de diff. adj. $MgB_2$	39	215	6	12	0.8
Monel	40	160	5	2.1	0.1
Barreau de monel	100	170	7	1.9	0.1

**Nickel** On peut constater que le nickel possède des propriétés homogènes dans le cœur et entre les filaments. Les résultats de nos essais de nano-indentation sont en accord avec la littérature :

- [Mirshams et Pothapragada \[2006\]](#) ont effectué des essais de nano-indentation sur du nickel pure nano-cristallin et micro-cristallin pour des résultats compris entre 186 GPa et 206 GPa,
- dans le domaine des brins supraconducteurs, le module d'élasticité du nickel est considéré entre 186 GPa et 207 GPa [[Fu et al., 2004](#)], [[Sugano et al., 2015](#)], [[Davis et al., 2000](#)].

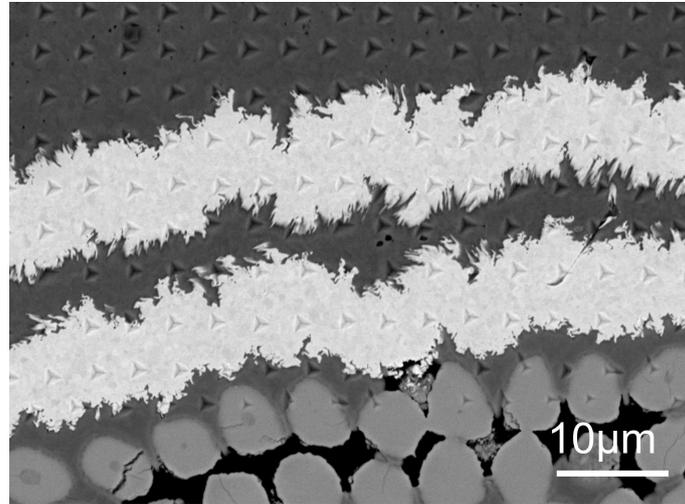
**Zones de diffusion** Les zones de diffusion présentent un module d'élasticité qui encadre celui du nickel. La valeur de nano-dureté nous montre néanmoins un domaine élastique assez grand. À titre de comparaison, la limite d'élasticité évaluée lors des essais de traction sur le barreau de monel donne 130 MPa. Si on associe proportionnellement le  $\sigma_y$  à la nano-dureté mesurée par nano-indentation, nous pouvons déduire que la limite d'élasticité des zones de diffusion sera de l'ordre de 700-800 MPa. Étant donné la valeur maximale de contrainte atteinte lors d'un essai de traction sur le brin, les zones de diffusion peuvent donc être considérées comme élastiques.

#### **b Résultats de nano-indentation sur le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT**

Les essais de nano-indentation prennent tous leur intérêt avec le brin IT. Il a été possible d'obtenir des résultats dans les filaments de Nb<sub>3</sub>Sn qui ont une taille de 5  $\mu\text{m}$  et également dans la barrière de tantale d'environ 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

La figure [II.41](#) montre une observation MEB des indentations réalisées sur une coupe transverse d'un brin IT au niveau de la barrière de tantale. Une observation MEB des indentations réalisées au niveau des filaments dans la zone interfilamentaire a déjà été présentée sur la figure [II.38b](#) (page 99). Les critères de validation sur les observations MEB pour les indentations réalisées dans les filaments Nb<sub>3</sub>Sn sont stricts. Il est important d'exclure toutes les indentations ayant été effectuées dans des filaments dans lesquels la diffusion n'a pas été complète et qui présentent du niobium résiduel à cœur.

Les résultats de nano-indentation pour les brins Nb<sub>3</sub>Sn sont comparés à ceux de la littérature dans la partie [II.5.5](#) (page 105).



**FIGURE II.41** – Observation MEB d'indentations réalisées au niveau de la barrière de tantale d'un brin IT.

**TABLEAU II.8** – Résultats de nano-indentation pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT.

	Nombre d'indentations	$E$ (GPa)	Écart-type (GPa)	$H$ (GPa)	Écart-type (GPa)
Cu	507	135	5	1.5	0.18
CuSn cœur paquet	121	110	7	1.8	0.1
CuSn entre paquets	57	128	5	2.5	0.2
CuSn entre filaments	42	130	8	2.5	0.3
Ta	98	183	5	2.8	0.3
Nb <sub>3</sub> Sn	62	182	12	13.7	1.6

**c Résultats de nano-indentation sur le brin Nb<sub>3</sub>Sn-PIT**

Les essais de nano-indentation ont également permis de mesurer le module d'élasticité des différents matériaux présents dans le brin PIT. Les valeurs sont reportés dans le tableau II.9. La figure II.38a (page 99) montre une observation d'indentations réalisés dans le Nb<sub>3</sub>Sn.

**TABLEAU II.9** – Résultats de nano-indentation pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn-PIT.

	Nombre d'indentations	$E$ (GPa)	Écart-type (GPa)	$H$ (GPa)	Écart-type (GPa)
Cu couronne	18	133	5	1.25	0.08
Cu cœur	15	125	4	1.14	0.07
Cu entre filaments	92	132	6	1.33	0.13
Nb <sub>3</sub> Sn	35	171	6	13.1	0.56
Nb	13	125	13	1.68	0.43

Comme pour l'IT, les résultats pour chaque matériau sont discutés dans la partie II.5.5 (page 105).

**d Résultats de nano-indentation sur le brin Nb<sub>3</sub>Sn-RRP**

Étant donné la structure du brin RRP, nous n'avons pas réalisé d'essais de nano-indentation. Les résultats du PIT sont considérés comme transposable pour le brin RRP.

**II.5.5 Discussion sur les propriétés locales des brins Nb<sub>3</sub>Sn**

Un de nos objectifs est de nous affranchir des bases de données présentes dans la littérature et d'utiliser nos propres valeurs. Pour cela, nous avons mesuré les propriétés locales des brins par des essais de nano-indentation. Après avoir discuté des limites pouvant se poser avec la nano-indentation, la validation des propriétés mesurées doit être réalisée par la comparaison avec les données disponibles dans la littérature. Les données du brin MgB<sub>2</sub> ont déjà été traitées, cette partie ne concerne que les données relatives aux brins Nb<sub>3</sub>Sn.

Le tableau II.10 dresse une liste des principales données utilisées dans le domaine des supraconducteurs, sauf pour le tantale pour lequel nous avons utilisé des données provenant de [Colas, 2013] car les études disponibles sont limitées. Les valeurs que nous avons mesurées par nano-indentation sur les brins IT et PIT sont également rappelées. Les résultats séparés par un tiret correspondent aux températures 293 K et 4 K

dans cet ordre.

**TABLEAU II.10** – Modules d'élasticité couramment utilisés dans la littérature comparés aux résultats de nano-indentations mesurés précédemment.

Matériau	Nano-ind.		Littérature	
	Brin	$E$ (GPa)	$E$ (GPa)	Référence
Cu	PIT cœur	125	80	[Bajas, 2011]
	PIT entre fil.	132	116	[Alknes <i>et al.</i> , 2016]
	PIT couronne	133	118	[Sugano <i>et al.</i> , 2016]
	IT couronne	135	128–137	[Mitchell, 2005a]
CuSn	IT cœur paquet	110	121–127	[Boso, 2013]
	IT entre paquet	128	125–132	[Mitchell, 2005a]
	IT entre fil.	130		
Ta	IT	183	180–188	[Mitchell, 2005a]
			185	[Colas, 2013]
Nb <sub>3</sub> Sn	PIT	171	124	[Dylla <i>et al.</i> , 2016]
			127	[Hojo <i>et al.</i> , 2006]
			132	[Bussiere <i>et al.</i> , 1980]
	IT	182	135–100	[Mitchell, 2005a]
			136	[Scheuerlein <i>et al.</i> , 2015]
			137	[Keller et Hanak, 1967]
			144	[Poirier <i>et al.</i> , 1984]
			150 ± 15 – 65 ± 15	[Bray <i>et al.</i> , 1997]
			165	[Easton <i>et al.</i> , 1980]
	179–168	[West et Rawlings, 1979]		
Nb	PIT	125	92	[Alknes <i>et al.</i> , 2016]
			103	[Sugano <i>et al.</i> , 2015]
			105–110	[Mitchell, 2005a]

De nombreux articles utilisent les résultats provenant de [Mitchell, 2005a]. Lui-même regroupe les résultats de différentes sources, réalisant une des principales bases de données utilisées.

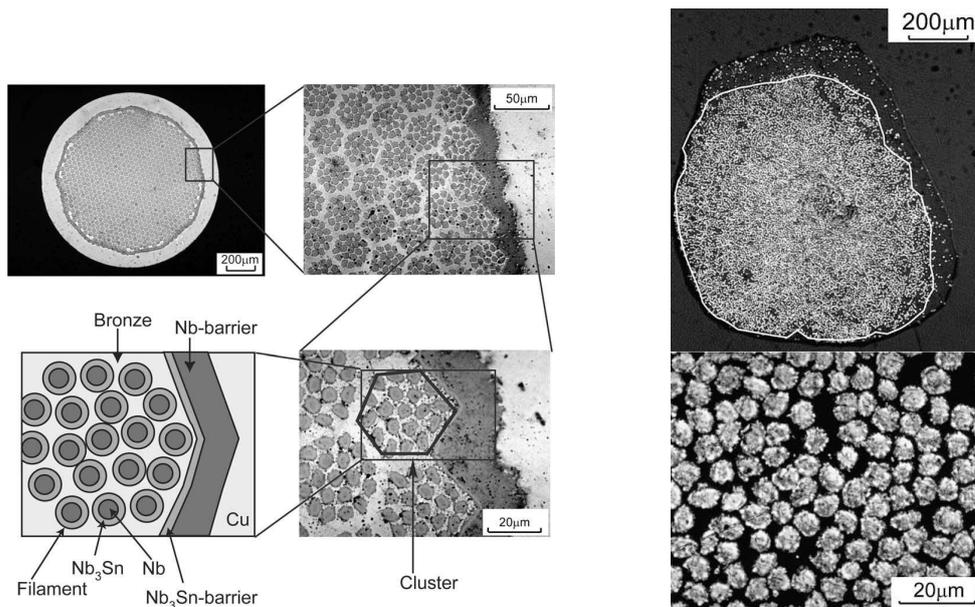
Certains autres tirent leurs données de bases génériques telle que l'ASM INTERNATIONAL pour le nickel et le monel [Davis *et al.*, 2000] dans [Hojo *et al.*, 2006], [Sugano *et al.*, 2015], [Alknes *et al.*, 2016], [Sugano *et al.*, 2016].

La majorité des valeurs obtenues par nano-indentation sont en accord avec la littérature. On remarque toutefois que le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn que nous avons mesuré est le plus élevé dans toutes les valeurs reportées jusqu'à maintenant. Les données citées ont été obtenues par des méthodes diverses et variées et peuvent également

être anciennes. Il convient donc d'étudier la manière dont les principaux résultats sur le Nb<sub>3</sub>Sn sont obtenus pour effectuer une analyse critique.

Les résultats de [Dylla et al. \[2016\]](#) et [Hojo et al. \[2006\]](#) proviennent d'essais de traction sur des filaments extraits d'un brin Nb<sub>3</sub>Sn. Ces deux résultats sont similaires mais ne sont pas réalisés de la même façon et les brins sont fabriqués différemment.

Le brin étudié par [Hojo et al. \[2006\]](#) est fabriqué par la méthode *Bronze Route* (figure II.42a). Les essais ne sont pas réalisés sur un unique filament extrait mais sur l'ensemble des filaments du brin après des étapes de dissolution successives de la couronne, de la barrière et de la matrice. L'ensemble des filaments (appelé *bundle*) est ensuite imprégné de résine. C'est sur cette ensemble que l'essai de traction est réalisé. La figure II.42b montre le *bundle* après rupture. Un filament est composé de Nb<sub>3</sub>Sn et de Nb, le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn est calculé par loi des mélanges à partir du module d'élasticité du Nb (tiré de la littérature) et des fractions volumiques. Les extrémités du *bundle* sont collées dans des plaques d'aluminium qui transmettent la sollicitation. La déformation est mesurée par extensométrie optique.



(a) Observations et schéma d'une coupe transverse du brin Nb<sub>3</sub>Sn. (b) *bundle* de filaments après rupture avec en haut la vue complète et en bas un zoom sur quelques filaments.

FIGURE II.42 – Brin étudié et ensemble de filaments considéré pour la mesure du module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn par [Hojo et al. \[2006\]](#).

Plus récemment, [Dylla et al. \[2016\]](#) présentent des résultats provenant d'essais de traction réalisés sur des filaments extraits d'un brin Nb<sub>3</sub>Sn-Internal Tin fabriqué par OST (Oxford Superconducting Technologies) semblable à l'IT caractérisé dans notre étude. On remarque une différence de 58 GPa sur la valeur du module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn entre leur mesure et la nôtre. Ils assurent des filaments complètement réagis (sans Nb résiduel) par un traitement thermique spécifique. Des étapes successives de

dissolution permettent d'extraire les filaments du brin. Les filaments au centre du brin ont été sélectionnés pour minimiser le rayon d'hélice que présente les filaments dans le brin. Une attention particulière est prise pour la réalisation de l'essai. La mesure de la déformation est réalisée par extensométrie optique et analyse d'image.

Mitchell [2005a] a rassemblé des données de [Easton *et al.*, 1980], [Bussière *et al.*, 1982] et [Bussière *et al.*, 1984] pour définir la valeur de 135 GPa à 293 K.

Bussière *et al.* [1982] mesurent le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn à partir d'essai de flexion trois points sur des bandes de Nb<sub>3</sub>Sn/Nb/Nb<sub>3</sub>Sn et par loi des mélanges. Le module d'élasticité du Nb est pris dans la littérature comme étant  $E_{\text{Nb}} = 105$  GPa. Le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn obtenu à 300 K est :  $E_{\text{Nb}_3\text{Sn}} = 132$  GPa. Ce résultat est comparé aux valeurs de Keller et Hanak [1967] et Rehwald [1968] effectuées par la mesure de la vitesse des ultrasons dans un mono-cristal donnant une moyenne de  $E_{\text{Nb}_3\text{Sn}} = 137$  GPa.

Les mesures de Bussière *et al.* [1984] sont réalisées sur des rubans avec de fines couches de Nb<sub>3</sub>Sn de chaque côté d'un substrat ductile. Le Nb<sub>3</sub>Sn est obtenu par diffusion à partir de Nb et de bronze. Le module d'élasticité à différentes températures est obtenu par RUS (*Resonant Ultrasound Spectroscopy*) en mesurant la fréquence de résonance du ruban soumis à une sollicitation vibratoire. À 300 K, le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn est de 130 GPa. Il est cependant comparé à la valeur de 207 GPa reporté dans [Testardi *et al.*, 1967] obtenue par propagation d'onde. Cette différence est expliquée dans [Bussière *et al.*, 1984] par la différence de matériaux entre les deux études.

Easton *et al.* [1980] reportent une valeur moyenne de 165 GPa pour le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn provenant de plusieurs sources dont [Keller et Hanak, 1967] et Rehwald [1968] déjà abordé. Ils mentionnent également les travaux de [Testardi et Mason, 1973], dont les résultats correspondent à ceux cités par Bussière *et al.* [1984]. Easton *et al.* [1980] citent également [Old et Charlesworth, 1974], non publié mais dont le résultat est également reporté dans [West et Rawlings, 1979] pour une valeur de 179 GPa.

[Poirier *et al.*, 1984] présentent une valeur également élevée de 144 GPa obtenue par RUS dans un polycristal de Nb<sub>3</sub>Sn.

Les résultats de Scheuerlein *et al.* [2015] sont calculés à partir de la texture cristallographique mesurée par EBSD sur des brins RRP et PIT et en considérant les propriétés élastiques d'un mono-cristal de Nb<sub>3</sub>Sn tirées de [Keller et Hanak, 1966]. La valeur citée dans le tableau correspond au module d'élasticité de l'agrégat isotrope. Le Nb<sub>3</sub>Sn sur lequel ont été réalisées les mesures correspond normalement au Nb<sub>3</sub>Sn présent dans le PIT.

Nous avons résumé ici une liste conséquente des principaux résultats pour le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn. Des résultats différents sont obtenus suivant différentes

méthodes de mesures. Les études plus récentes sur des brins similaires aux nôtres nous amènent à remettre en question les résultats de nano-indentations pour le Nb<sub>3</sub>Sn.

La nano-indentation et plus particulièrement l'emploi du CSM peut entraîner des erreurs lors de mesures sur des matériaux mous ou présentant un adoucissement cyclique. Le Nb<sub>3</sub>Sn est un inter-métallique présentant un comportement élastique fragile. Une différence allant de 30 à 50 GPa entre nos valeurs et celles de la littérature pose question. De plus, les mesures par nano-indentation présentées dans notre étude sont des mesures effectuées directement sur le Nb<sub>3</sub>Sn sans influence d'autres constituants, ce qui en fait une méthode de caractérisation très intéressante. Une investigation particulière des différences dans les résultats est donc à mener. Une des possibilités est d'augmenter la profondeur de l'indentation afin de limiter les effets dues à la surface. Cependant, cette augmentation est limitée par la faible taille des filaments.

Toutefois, les différentes méthodes décrites présentent également des limites comme l'extraction des filaments où la méthode d'extraction, d'essai, de mesure de la contrainte et de la déformation peuvent être remises en question. Il faut également garder à l'esprit qu'un module d'élasticité mesuré lors d'un essai de traction est souvent plus faible qu'un module d'élasticité obtenu par une mesure ultrasonore par exemple.

## II.6 Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre une étude exhaustive des données bibliographiques disponibles relatives à la caractérisation du comportement mécanique des matériaux supraconducteurs. Il a été montré les limites des techniques employées pour la réalisation des essais mécaniques mais également le manque de données expérimentales, ou bien une trop grande diversité des résultats, sur les différents brins supraconducteurs.

Cette étude bibliographique ainsi que différents tests de matériels et de méthodes ont permis la conception d'un dispositif spécifique pour des essais de traction monotone et cyclique sur des fils fragile de faible diamètre. L'intérêt de ce dispositif est de réaliser des essais mécaniques sur des brins n'ayant subi aucune altération suite à la manipulation ou l'installation dans la machine d'essais et d'assurer une sollicitation uni-axiale.

La problématique de la réponse des brins supraconducteurs sous chargement cyclique a été abordée au travers du brin MgB<sub>2</sub>. Nous avons pu observer la présence d'un effet rochet, déjà observé dans les brins Nb<sub>3</sub>Sn *Internal Tin* et *Bronze Route* par [Bajas \[2011\]](#). Des essais reproduisant plus fidèlement les sollicitations durant la vie des brins doivent donc être réalisés si une prédiction plus précise est nécessaire et également

afin d'évaluer l'impact sur les performances des câbles supraconducteurs.

Des essais de nano-indentation associés à un post-traitement relativement robuste ont permis de mesurer des propriétés locales des matériaux dans les brins. Cette technique, encore peu employée dans le domaine des supraconducteurs, mérite d'être approfondie, notamment pour des mesures à basse température. Une étude particulière doit être menée afin de comprendre les différences entre les résultats de module d'élasticité pour le  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  obtenus dans cette étude et dans la littérature.

Finalement, une base de données expérimentale a été générée pour répondre aux différents besoins. Nous allons voir dans le chapitre suivant comment sont utilisées ces données pour modéliser le comportement des brins  $\text{MgB}_2$  et  $\text{Nb}_3\text{Sn-IT}$ .

# Chapitre III

## Modélisation et identification du comportement mécanique de brins composites supraconducteurs

### Sommaire

---

<b>III.1 Représentation de la structure et du comportement mécanique d'un brin composite</b> . . . . .	<b>113</b>
III.1.1 Modèles mécaniques existants de brins supraconducteurs . . . . .	113
III.1.2 Représentation de la structure composite . . . . .	119
a Objectifs et contraintes . . . . .	119
b Simplification et représentation de la structure . . . . .	120
III.1.3 Modélisation élasto-plastique de la structure . . . . .	121
a Répartition dans la structure . . . . .	122
b Calcul du comportement local . . . . .	122
III.1.4 Bilan de la modélisation générale d'un brin composite . . . . .	126
<b>III.2 Stratégie d'identification et résolution numérique</b> . . . . .	<b>127</b>
III.2.1 Identification inverse et optimisation . . . . .	127
a Définition du problème d'optimisation . . . . .	128
b Généralités sur les problèmes d'optimisation . . . . .	130
III.2.2 Procédure d'identification . . . . .	132
a Difficultés d'identification des paramètres . . . . .	132
b Définition des paramètres . . . . .	133
c Identification inverse des paramètres restants . . . . .	134
<b>III.3 Applications de la démarche aux brins</b> . . . . .	<b>136</b>
III.3.1 Identification du comportement du brin $MgB_2$ . . . . .	136
a Modélisation du brin . . . . .	136
b Identification des paramètres . . . . .	140
c Bilan de la modélisation du $MgB_2$ . . . . .	159
III.3.2 Identification du comportement du brin $Nb_3Sn-IT$ . . . . .	160
a Modélisation du brin $Nb_3Sn-IT$ . . . . .	160
b Identification des paramètres . . . . .	163
c Bilan de la modélisation du $Nb_3Sn-IT$ . . . . .	176
<b>III.4 Conclusion</b> . . . . .	<b>177</b>

---

Ce chapitre est dédié à la modélisation du comportement mécanique des brins supraconducteurs et à l'identification des paramètres de ces modèles. Nous allons tout d'abord aborder la modélisation globale des brins composites et nous discuterons de la mise au point d'une démarche afin d'identifier les paramètres des lois de comportement. Cette définition générale sera suivie de l'application de la démarche de modélisation et d'identification aux brins  $MgB_2$  et  $Nb_3Sn$ –Internal Tin avec validation des modèles sur des données expérimentales indépendantes de l'identification.

Afin de bien comprendre l'objectif et la démarche, commençons par définir les termes de modélisation et d'identification du comportement mécanique.

Le but principal est de prédire le comportement mécanique des brins. Pour cela, il est nécessaire d'établir des relations mathématiques entre variables physiquement accessibles. Comme nous l'avons vu dans le chapitre II, ces variables sont les grandeurs mesurables classiques de la mécanique. Par ces mesures, la contrainte et la déformation peuvent être évaluées. En pratique, le modèle de comportement permet de calculer la déformation mécanique du brin à partir d'une contrainte qui lui est appliquée. L'inverse est également possible : calculer la contrainte si une déformation est appliquée. Plus généralement, il permet de calculer la réponse du brin à un chargement.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre I, le modèle de comportement a pour but de nourrir les simulations à l'échelle du câble. Il doit donc représenter le comportement mécanique en étant simple et peu coûteux. La première étape est de définir une représentation de la structure composite complexe des brins. Il est ensuite nécessaire de choisir des modèles de comportement associés aux éléments de la représentation.

Les modèles de comportement sont constitués d'équations mathématiques, dépendant de paramètres qu'il convient d'identifier. La réponse du modèle à un chargement est calculée à partir de l'ensemble {équations, paramètres}. La validité d'un modèle correspond à sa capacité à reproduire la réponse expérimentale. Une grande importance doit donc être attachée à la stratégie et aux outils utilisés pour l'identification. En effet, plusieurs jeux de paramètres différents peuvent donner une réponse calculée approchant la réponse expérimentale de manière équivalente. Mais ces paramètres n'ont pas tous une signification physique et ne correspondent pas forcément aux différents matériaux. Les essais à différentes échelles, présentés dans le chapitre II, vont permettre d'identifier le jeu de paramètres représentant au mieux le comportement macroscopique du brin mais aussi le comportement de chaque composant. Des essais nécessaires à une identification correcte viendront compléter ponctuellement cette base de données à certaines étapes de la modélisation.

## III.1 Représentation de la structure et du comportement mécanique d'un brin composite

La modélisation dépend de plusieurs facteurs, dont l'utilisation qui en est faite est un des plus importants. Plusieurs solutions pour modéliser les brins supraconducteurs ont été proposées dans la littérature dans différents buts. Nous allons donc aborder ces modèles dans une première partie. Nous définirons ensuite la représentation des brins utilisée pour la modélisation. Puis, nous verrons l'approche et les modèles mathématiques retenus qui vont permettre de calculer la réponse mécanique de la représentation de chaque brin de la manière la plus fidèle à la réponse expérimentale.

### III.1.1 Modèles mécaniques existants de brins supraconducteurs

Dans cette partie, nous allons voir les modélisations et les simulations qui ont été réalisées en lien avec la présente étude. Ces résultats sont abordés avec un regard critique et en ayant toujours à l'esprit l'objectif de ces modèles.

N. Mitchell a proposé, en 2003 et 2005, une simulation par éléments finis de brins  $Nb_3Sn$  afin d'évaluer leur état mécanique après les phases de traitement thermique et de refroidissement [Mitchell, 2003, 2005a,b]. Le modèle, développé sous le code ANSYS FE, représente une portion transverse d'un brin avec une symétrie axiale et comprend une couronne de cuivre, une barrière (Niobium ou Tantale), une matrice et des filaments (cf. figure III.1).

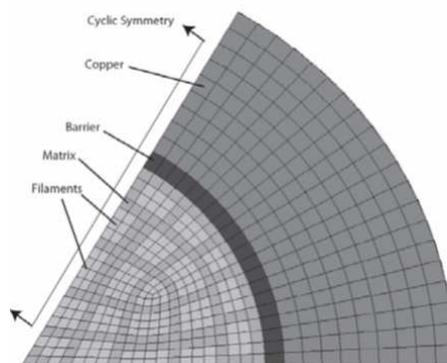


FIGURE III.1 – Modèle éléments finis réalisé par Mitchell [2005b]

En annexe de [Mitchell, 2005a], N. Mitchell a défini une base de données pour les paramètres matériaux associés au brin  $Nb_3Sn$ . Il a également décrit les comportements élasto-plastiques de la couronne et de la matrice par une loi puissance. Ce type de modélisation est une première étape dans l'évaluation de l'état des déformations dans le brin après chargements thermiques. Cependant, le comportement élasto-plastique modélisé par une loi puissance est limité dans son domaine de validité. Si l'on souhaite modéliser des chargements en dehors du cadre d'essais monotones, avec des

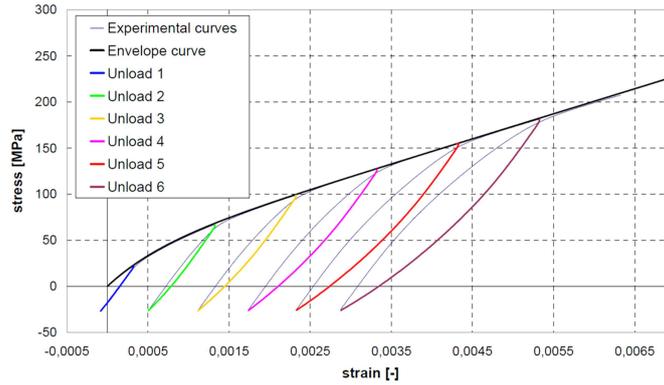
décharges, des changements de direction ou une sollicitation cyclique (thermique ou mécanique) ce type de modèle est inadapté. Les données matériaux qu'il définit dans l'annexe proviennent de plusieurs sources et ont un objectif de modélisation thermo-mécanique. Les relations régissant les paramètres dépendent globalement de la température, ce qui est suffisant pour la modélisation qu'il a réalisée. Mais les propriétés définies ne tiennent pas compte du passé mécanique ni du trajet de chargement auquel sont soumis les matériaux. Cette base de données et la modélisation par une loi puissance sont largement utilisées pour prédire le comportement des brins [Wang *et al.*, 2016], [Ta *et al.*, 2015], [Boso, 2013], [Bajas, 2011], [van den Eijnden *et al.*, 2005].

À l'échelle du câble, Bajas *et al.* [2012] ont simulé un câble CICC dans lequel chaque brin a un comportement global homogène. La simulation a été effectuée sous le code Multifil, développé par D. Durville au laboratoire MSSMat de l'École CentraleSupélec. Les lecteurs intéressés pourront consulter [Durville, 2012] pour la description du code Multifil. Le câble est d'abord modélisé dans son ensemble par des fonctions hélicoïdales correspondants aux différentes étapes de câblage et plusieurs opérations (déformations et compactations) sont réalisées pour obtenir la configuration géométrique du câble. La simulation utilise un modèle de poutre pour décrire la cinématique du fil et le contact est modélisé par de la friction. Le comportement est élasto-plastique dans la direction axiale des brins, modélisé par une loi de type puissance, et élastique orthotrope dans la direction transverse. Dans son manuscrit de thèse, Bajas [2011] identifie les coefficients de lois puissances à partir d'une courbe de traction avec décharge pour laquelle la partie élastique a été retirée (figure III.2a). Cette courbe de traction a été représentée en deux parties : une loi pour l'enveloppe de la courbe et une loi pour l'enveloppe des décharges (figures III.2b et III.2c).

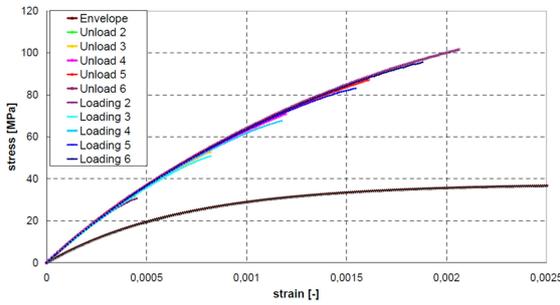
Cette modélisation est suffisante pour réaliser un "fit" de la courbe représentant l'essai sur lequel les paramètres de la loi ont été identifiés. Cependant, la prédiction du comportement réalisée par l'utilisation de ce modèle n'est pas valable pour prédire le comportement sous d'autres types de sollicitations (cycles, amplitudes de charges et décharges variées, etc.). Le modèle adopté pour le brin ne permet pas de simuler un comportement cyclique ni d'accéder aux déformations dans les filaments. Toutefois, l'objectif principal de cette étude n'était pas de modéliser précisément le comportement d'un brin mais de concevoir un modèle complet d'un câble CICC. Le modèle du brin développé est donc suffisant dans un objectif global de détermination de la géométrie du conducteur et pour obtenir une première approximation du comportement du câble sous sollicitations.

Entre 2005 et 2013, Boso *et al.* ont mené plusieurs études sur la modélisation thermo-mécanique des brins supraconducteurs par homogénéisation [Boso *et al.*, 2005, 2006; Boso et Lefik, 2009]. Ces travaux ont principalement été réalisés dans un objectif ana-

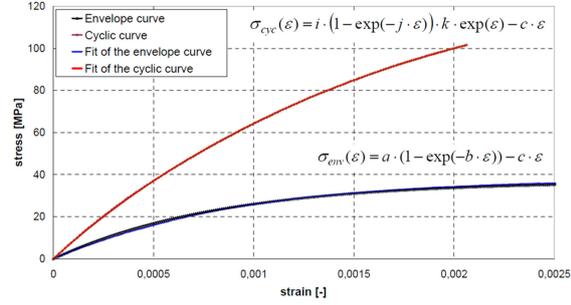
### III.1. REPRÉSENTATION DE LA STRUCTURE ET DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE D'UN BRIN COMPOSITE



(a) Partie plastique d'une courbe de traction avec décharge avec les parties sélectionnées pour l'identification.



(b) Illustrations des courbes utilisées pour l'identification.



(c) Résultats des courbes identifiées.

**FIGURE III.2** – Identification du comportement d'un brin à partir d'un essai de traction avec décharges en reliant séparément la contrainte et la déformation à la charge et à la décharge par des lois exponentielles [Bajas, 2011].

logue à celui de Mitchell : connaître l'état de déformation dans les filaments après traitement thermique et descente en température. Suivant la structure du brin étudié, plusieurs techniques ont été présentées. La première est une méthode d'homogénéisation entre différentes échelles [Boso *et al.*, 2005]. La figure III.3 montre comment sont définis les différents niveaux d'une part sur le brin réel (III.3a) et d'autre part sur la modélisation éléments finis (III.3b).

Plus récemment, Boso [2013] a proposé une approche d'homogénéisation numérique multi-échelles basée sur ses précédents travaux ([Boso *et al.*, 2005], [Boso *et al.*, 2006]). La modélisation thermo-mécanique de trois brins du commerce (figure III.4a) a été réalisée sur deux échelles. La figure III.4b montre les volumes élémentaires représentatifs définis à partir d'analyses d'images réalisées au Microscope Électronique à Balayage pour représenter la plus basse échelle. La discrétisation et la distribution de ces VER dans le brin sont représentées figure III.4c. Cependant, les propriétés élastiques des matériaux modélisés sont extrapolées de la littérature et la modélisation élasto-plastique reste encore très limitée avec un modèle d'évolution par module tangent [Boso, 2013].

Les filaments de Nb<sub>3</sub>Sn sont cependant trop fins pour être maillés à l'échelle du

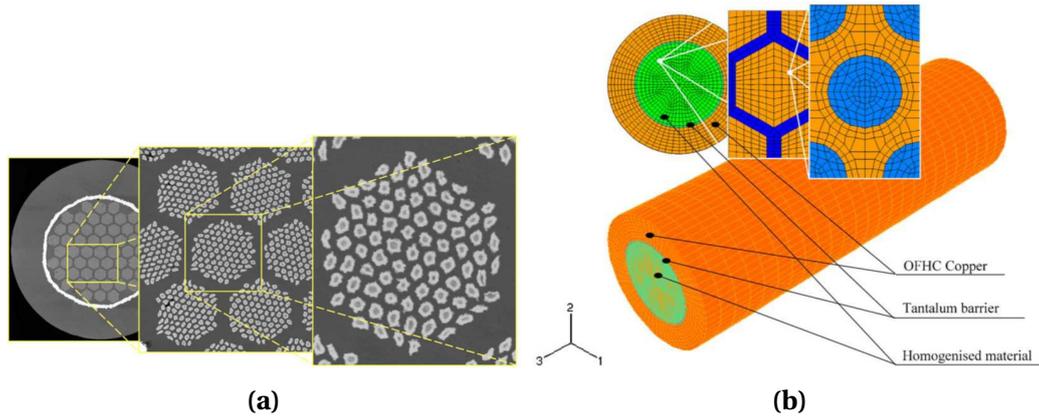
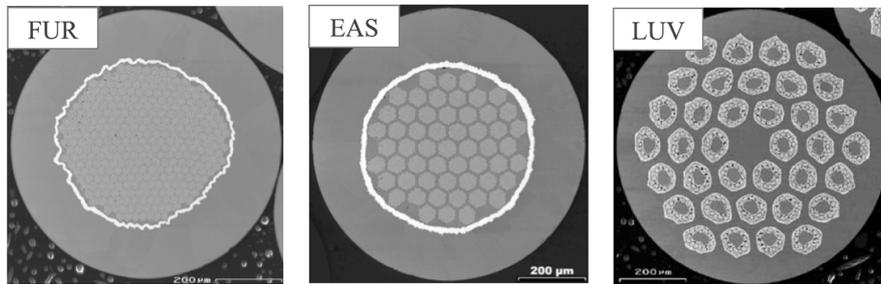
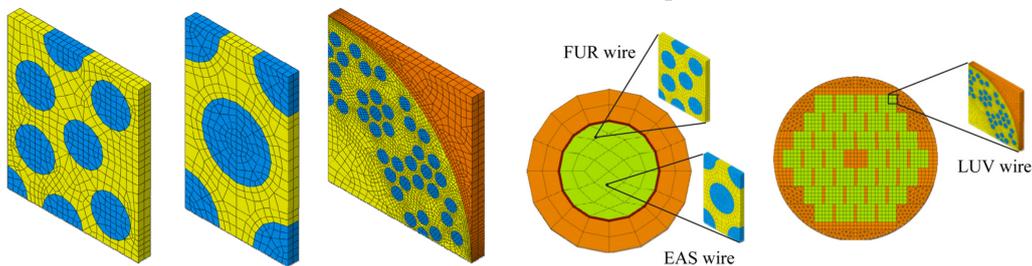


FIGURE III.3 – Structure hiérarchique (a) du brin réel et (b) de la modélisation EF [Boso *et al.*, 2005]



(a) Brins commerciaux  $Nb_3Sn$  modélisé par Boso [2013].



(b) Modélisation éléments finis des brins (c) Modélisation des volumes élémentaires représentatifs des trois brins.

FIGURE III.4 – Modèles éléments finis définis par Boso [2013] pour la simulation EF des trois brins par homogénéisation multi-échelles.

brin directement. Ils ont alors développé une méthode pour prédire le comportement de macro-filaments (ensemble de filaments noyés dans la matrice) dans une approche auto-cohérente généralisée [Lefik *et al.*, 2009]. Le domaine considéré dans le modèle auto-cohérent est défini par une inclusion (ici le filament supraconducteur) entourée d'une matrice (la matrice métallique) au sein du matériau équivalent (figure III.5). Ceci permet de déterminer l'état de contrainte et de déformation après refroidissement [Boso et Lefik, 2009].

L'accès aux déformations dans les filaments est possible après résolution du problème au niveau macroscopique et reboilage entre les différentes échelles. Le comportement du modèle macroscopique défini par Boso [2013] montre un comporte-

### III.1. REPRÉSENTATION DE LA STRUCTURE ET DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE D'UN BRIN COMPOSITE

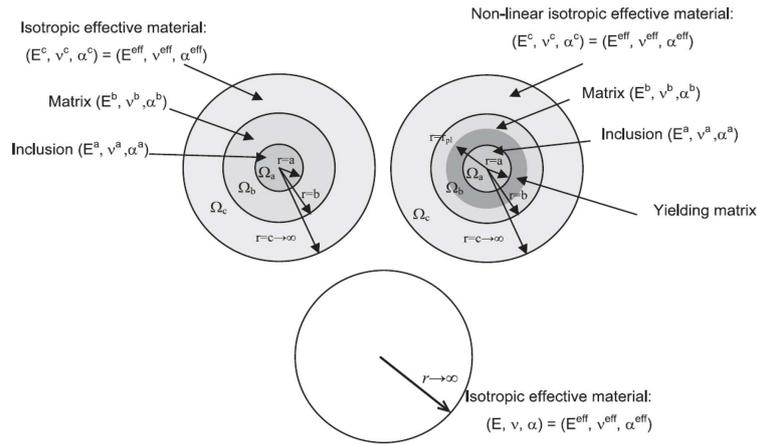


FIGURE III.5 – Modélisation à l'échelle microscopique [Boso et Lefik, 2009]

ment élastique. La matrice de bronze dans les VER est définie avec un comportement élasto-plastique décrit par un *module plastique*. Lefik *et al.* [2009] semblent définir un comportement élasto-plastique en prenant en compte l'évolution de variables internes pour représenter l'écoulement plastique dans la méthode *GSCL*. Il est précisé qu'une surface de charge de type Hubert-Hencky-von Mises avec un écrouissage isotrope est utilisée. Cependant, la loi d'évolution de l'écrouissage isotrope n'est pas mentionnée et aucun paramètre n'est défini. Le manque d'informations concernant le type de loi retenu ainsi que les paramètres définis ne permettent pas d'appréhender la modélisation du comportement élasto-plastique réalisée.

Une approche différente basée sur la micro-mécanique a été proposée par Chen *et al.* [2011]. L'estimation de la déformation locale dans les filaments est réalisée par une méthode analytique. Dans le modèle présenté, des filaments droits de  $Nb_3Sn$  sont distribués au sein d'une matrice de  $CuSn$ . Les filaments sont considérés comme des inclusions dans la matrice, générant un champ de contrainte dans la matrice et les inclusions. La théorie utilisée considère des inclusions de forme elliptique. Pour représenter un filament, le choix a été fait de considérer un des rayons de l'ellipse infini, définissant ainsi le filament comme un cylindre elliptique. Seul le comportement élastique est considéré par Chen *et al.* et ils se sont principalement intéressés à l'influence de la forme des filaments sur les déformations locales. Cette approche ouvre la voie à une prise en compte de la plasticité dans leur modèle.

Plus récemment, Wang *et al.* [2016] ont proposé une modélisation 3D par éléments finis d'un brin LMI (IT). La figure III.6a montre une micrographie du brin en question et la figure III.6b montre la représentation de ce brin. Le modèle, nommé "Multi-filament twist model", prend en compte le twist des filaments au sein de la matrice, visible sur la figure III.6c. Plusieurs simplifications ont été réalisées avec l'intégration de la barrière de Tantale dans la matrice de bronze.

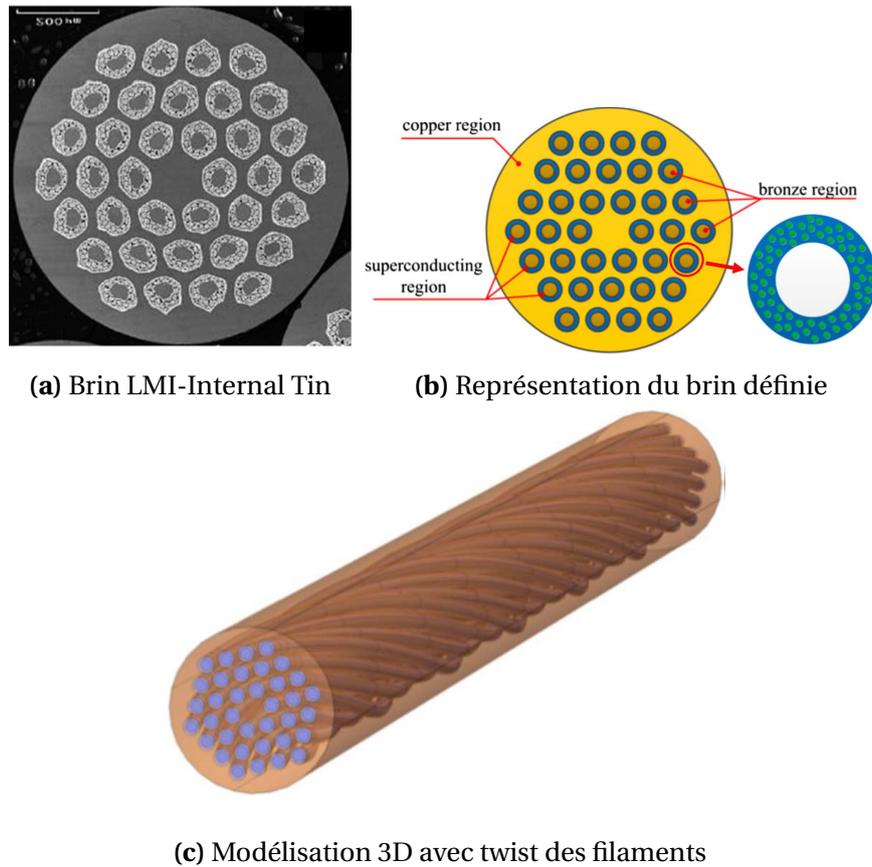


FIGURE III.6 – Représentation et modèle 3D réalisé par Wang *et al.* [2016].

Les surfaces entre les composants ont été collées dans la simulation numérique, ne permettant aucun déplacement relatif entre les surfaces. Le modèle a été réalisé sous Abaqus en utilisant des éléments 3D à huit nœuds (C3D8R). Concernant le comportement mécanique implémenté, les paramètres matériaux sont principalement tirés de [Mitchell, 2005a]. Le comportement élasto-plastique est défini de manière générale dans l'article. Une surface de von Mises est utilisée avec plusieurs écrouissages cinématiques. Il est également précisé que le type de modèle d'écrouissage choisi sur-estime l'accumulation de déformation plastique (effet rochet) qui est observable dans les brins lors de sollicitations cycliques et dont nous avons discuté au chapitre II. Les contraintes résiduelles sont également implémentées dans l'étape initiale de la simulation. Finalement, un module de Weibull a été utilisé pour modéliser l'endommagement survenant dans le brin au cours de la sollicitation. Cet article est un des rares modélisant le comportement mécanique par de l'écrouissage cinématique, permettant de prendre en compte le caractère cyclique dans le comportement des brins supraconducteurs. Cependant, les paramètres composant le modèle d'écrouissage utilisé ne sont pas discutés dans l'article, seul les paramètres élastiques sont précisés et sont tirés de la littérature ([Mitchell, 2005a]). Pour définir le comportement du cuivre et du bronze, l'article fait référence à [Mitchell, 2005a] pour une considération isotrope et à [Bajas *et al.*, 2012] pour une considération cinématique. Cependant, dans ces deux ar-

ticles, il n'y a pas de définition isotrope ou cinématique de ces matériaux. Ces informations sont primordiales dans la compréhension de la modélisation du comportement mécanique. Cela nous amène au contenu de ce projet.

Nous pouvons donc constater qu'il existe des modèles pertinents pour la modélisation de la structure des brins supraconducteurs. Cependant, les différents comportements mécaniques des brins définis dans ces modèles sont limités. Comme abordé dans le chapitre II, il existe également une nécessité d'approfondir les propriétés mécaniques des matériaux présents et d'utiliser des données expérimentales plus variées pour définir et valider les modèles. On peut remarquer que de nombreuses propriétés sont tirées de [Mitchell, 2005a] et appliquées dans des situations parfois éloignées du domaine de validité initiale.

Cette partie a pour objectif de nourrir les modèles et les simulations numériques avec une description du comportement mécanique visant une gamme d'utilisation plus large. La description rigoureuse des propriétés et des paramètres utilisés dans ces modèles est un point de première importance pour justifier de leur pertinence.

### III.1.2 Représentation de la structure composite

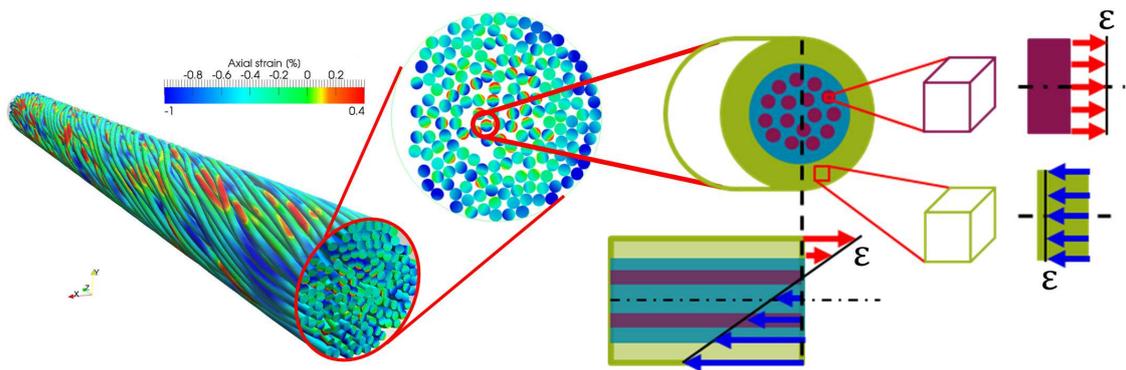
#### a Objectifs et contraintes

Deux points sont à prendre en compte pour modéliser les brins : la structure composite et l'utilisation qui sera faite du modèle.

Les travaux de [Bajas, 2011], abordés dans les chapitres I (page 42) et II (page 48) montrent que les sollicitations sur les brins sont majoritairement des efforts de flexion-compression. À une échelle locale, si l'on considère une section d'un brin dans le câble, le chargement peut être représenté par des composantes uniaxiales dans un petit élément de volume (figure III.7).

Les modèles développés dans cette étude ont également pour but d'être implémentés dans des simulations multi-échelles par éléments finis. Plus particulièrement dans le code Multifil, dans lequel les modèles vont être utilisés, la cinématique de poutre utilisée actuellement implique que les déformations plastiques ne sont prises en compte que dans la direction du brin [Bajas, 2011]. Pour cette implémentation, une formulation uniaxiale du modèle est donc suffisante. Pour d'autres codes éléments finis, dans Abaqus par exemple, une formulation tridimensionnelle sera nécessaire, afin d'associer à chaque élément de volume une loi de comportement 3D.

Nous avons vu au chapitre I que les brins supraconducteurs possèdent une structure composite complexe. Avec un objectif de nourrir des simulations numériques multi-échelles, la simplification de cette structure est indispensable. La représentation



**FIGURE III.7** – Schématisation des composantes uniaxiales d'un petit élément de volume d'un brin à partir d'une simulation Multifil de [Bajas \[2011\]](#) d'un câble après chargement thermique et magnétique (force de Lorentz).

doit cependant être suffisamment détaillée pour que la réponse du modèle calculée soit satisfaisante.

Les simulations par éléments finis utilisant les modèles développés dans cette étude ont également comme objectif un couplage entre modélisation mécanique et électrique ([[Ciazynski et al., 2016](#)]). La prédiction du comportement électrique des brins est basée sur les scaling laws que nous avons abordées au chapitre I. Ces lois électriques requièrent l'état mécanique, et plus particulièrement la déformation, dans les filaments. Il est donc nécessaire de représenter de manière indépendante les filaments supraconducteurs.

Une modélisation s'appliquant à tous les brins supraconducteurs n'est cependant pas possible. En effet, il existe de nombreux procédés de fabrication et différents objectifs de modélisation. Cependant, la structure reste constante d'un point de vue macroscopique : des filaments supraconducteurs torsadés dans une matrice et entourés d'une couronne. Nous pouvons donc dégager une méthode générale pour représenter chaque type de brin. Cette méthode est basée sur le même principe mais varie pour s'adapter en fonction de la microstructure, du processus de fabrication, de l'application, etc.

### **b Simplification et représentation numérique de la structure**

Nous avons choisi de définir globalement un brin par trois sets : un set "couronne", un set "matrice" et un set "filaments", représentés sur la figure [III.8](#). Chaque set possède un comportement propre représenté par une loi de comportement.

Cette structure sert de base à la représentation. Lorsque la structure ou le comportement d'un des composants l'exige, des sets supplémentaires peuvent être ajoutés. Par exemple dans le cas du  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -IT, la barrière de Tantale peut être incluse dans un

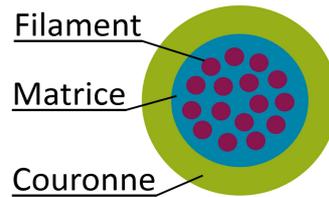


FIGURE III.8 – Représentation générale d'un brin supraconducteur.

des sets déjà défini ou dans un set indépendant. De la même manière, les zones de diffusion dans le brin  $MgB_2$  peuvent être considérées indépendantes ou appartenant au set matrice ou au set filaments, suivant si leurs propriétés sont proches ou non d'un set existant, et selon la précision recherchée.

Pour définir les différents sets il est nécessaire de connaître l'importance de chaque constituant et leur comportement respectif. Dans le chapitre II, des essais de nano-indentation ont été réalisés pour accéder à certaines propriétés mécaniques locales. Il a également fallu quantifier la présence de chaque phase dans le brin. Ces résultats permettent de définir mécaniquement (module et limite d'élasticité) et géométriquement (fraction volumique) les sets de la représentation. Des contraintes associées à chaque brin et aux matériaux qui les composent peuvent également entrer en jeu. Étant donné la nature et la structure différente des brins  $Nb_3Sn$ -IT et  $MgB_2$ , chaque représentation est traitée séparément dans la partie d'application de la démarche de modélisation aux brins (partie III.3.1 pour le brin  $MgB_2$  et partie III.3.2 pour le brin  $Nb_3Sn$ -IT).

### III.1.3 Modélisation élasto-plastique de la structure

Le comportement mécanique d'un matériau peut être décrit par des lois mathématiques appelées lois de comportement. Elles mettent en jeu des équations régissant l'évolution de variables thermodynamiques internes dépendant du matériau. Ces équations sont appelées lois d'écrouissage. Différents types de lois d'écrouissage existent et ont la capacité à représenter le comportement mécanique dans différents domaines de sollicitations et avec différentes précisions. Le choix du modèle mathématique représentant le comportement mécanique et le choix des lois d'écrouissage est piloté par l'utilisation de ces modèles ainsi que les propriétés du matériau étudié.

Nous avons vu précédemment comment représenter la structure du brin composite. Dans cette partie, nous allons d'abord définir les hypothèses considérées et comment sont réparties les contraintes et les déformations dans les sets en fonction des contraintes et déformations dans le brin macroscopique. Nous expliciterons l'approche et les lois d'écrouissages choisies pour calculer la réponse du modèle à un chargement.

### a Répartition dans la structure

Nous supposons être dans le cadre des petites perturbations (petits déplacements et petites déformations) et nous faisons l'hypothèse de l'incompressibilité plastique. Nous considérons le découplage entre comportement élastique et comportement plastique possible. Nous pouvons donc écrire la partition du tenseur de la déformation totale  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  en déformation élastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$  et déformation plastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$  telle que :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^p. \quad (\text{III.1})$$

Nous avons vu que le brin composite peut être représenté par différents sets de matériaux qui sont définis à partir de la structure du brin et des propriétés locales. Lorsque l'on réalise un essai expérimental, les contraintes et les déformations sont mesurées au niveau du brin macroscopique. Il faut donc définir comment elles sont "distribuées" entre les différents sets.

Nous avons vu que la modélisation est uni-axiale. Nous considérons le modèle du brin comme une structure composite en parallèle sans interactions entre les sets. Dans les équations qui suivent, dans un souci de simplicité, seules les contraintes normales sont prises en compte, les contraintes transversales et tangentielles sont négligées. Il faut cependant noter qu'on peut exprimer ce modèle sous forme 3D pour l'utiliser dans n'importe quel code de calcul.

La contrainte est répartie en fonction des fractions volumiques de chaque set dans la section et suit :

$$\sigma_{brin} = \sum_{set} f_{v_{set}} \sigma_{set} \quad (\text{III.2})$$

où  $\sigma_{brin}$  désigne la contrainte mesurée dans le brin,  $f_{v_{set}}$  désigne la fraction volumique d'un set et  $\sigma_{set}$  la contrainte dans un set.

La déformation est considérée comme homogène dans la section et suit :

$$\varepsilon_{brin} = \varepsilon_{set} \quad (\text{III.3})$$

### b Calcul du comportement local

Dans cette partie, nous allons voir comment est calculée la réponse d'un matériau à une sollicitation. Plus particulièrement, les modèles mis en place considèrent un comportement élasto-plastique. Pour modéliser ce comportement, nous allons expliciter le principe et la formulation de modèles de comportement à écrouissage cinématique et isotrope non-linéaires. Toutefois, les principes de la thermodynamique et la formulation générale des lois de comportement desquels découle ce type de modèle ne seront pas abordés ici. Les lecteurs intéressés pourront consulter les ouvrages de [Germain \[1973\]](#) et [Lemaitre \*et al.\* \[2009\]](#).

De nombreuses études et résultats expérimentaux ont pu mettre en évidence l'existence d'un domaine à l'intérieur duquel le comportement est élastique. Sur le bord de ce domaine, le comportement est élasto-plastique. La surface du domaine, appelée surface de charge, est définie par  $f = 0$  avec  $f$  le critère de plasticité. Ce critère rend compte de la forme du domaine dans l'espace des contraintes.  $f$  dépend de l'état de contrainte et des variables d'écoulements à l'instant considéré.

Pour évaluer l'état mécanique à un instant  $t + \Delta t$ , on utilise les données connues à l'instant  $t$ . Trois cas sont à considérer :

- le premier cas est celui où  $f < 0$  à l'instant  $t$  et à l'instant  $t + \Delta t$ . Dans ce cas, on se situe à l'intérieur du domaine et le comportement est élastique.
- le second cas est celui où on se situe sur la surface de charge à l'instant  $t$  et le chargement est tel que le point atteint à  $t + \Delta t$  ne reste pas sur la surface. Nous devons donc avoir  $f = 0$  et  $\dot{f} < 0$ . Dans ce cas, le chargement entraîne un retour à l'intérieur du domaine par une décharge élastique, le comportement est donc élastique.
- dans le troisième cas, on se situe sur la surface de charge à l'instant  $t$  et le chargement est tel que le point atteint à  $t + \Delta t$  reste sur la surface. Nous devons donc avoir  $f = 0$  et  $\dot{f} = 0$ . C'est la condition de cohérence. On parle alors d'écoulement plastique et le domaine élastique évolue : le comportement est élasto-plastique. Lors de l'écoulement plastique, le point représentatif de l'état de contrainte demeure sur la surface de charge et ne peut la quitter. Il est donc impossible d'avoir  $f > 0$ . La surface de charge est donc entraînée par le chargement et le domaine élastique évolue dans l'espace des contraintes.

### Comportement élastique

Lorsque l'on se situe à l'intérieur de la surface de charge,  $f < 0$  et on est dans le domaine élastique, le comportement est donc élastique. La loi linéaire de Hooke suffit à définir le comportement dans ce cas et est telle que :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \mathbb{E} * \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad (\text{III.4})$$

avec  $\underline{\underline{\sigma}}$  le tenseur des contraintes,  $\mathbb{E}$  le tenseur des rigidités élastiques du matériau considéré et  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$  le tenseur des déformations élastiques.

### Comportement plastique

Nous faisons l'hypothèse dans cette étude d'une surface de charge de type von Mises. Nous allons décrire la translation et la dilatation du domaine élastique, mettant ainsi de côté la distorsion et la rotation. Pour décrire cette évolution dans l'espace des contraintes, il est suffisant de décrire deux variables, appelées variables d'écrouissements. La variable scalaire  $R$  est appelée écoulement isotrope et représente la taille du

domaine d'élasticité. La variable tensorielle  $\underline{X}$  est appelée écrouissage cinématique et représente la position du centre du domaine élastique dans l'espace des contraintes. Leur évolution est définie par les lois d'écrouissages. La figure III.9 illustre la surface de charge dans l'espace des contraintes.

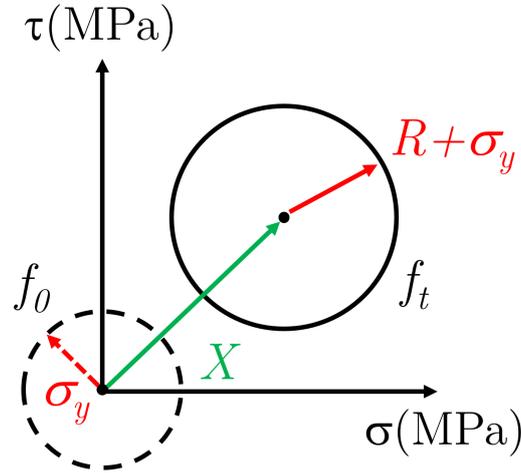


FIGURE III.9 – Schématisation de l'évolution de la surface de charge entre les états 0 et t.

Le critère de plasticité de von Mises est défini par :

$$f(\underline{\sigma}, \underline{X}, R) = J_2(\underline{\sigma} - \underline{X}) - R - \sigma_y \quad (\text{III.5})$$

où  $\sigma_y$  est la limite d'élasticité et correspond au rayon initial du domaine.  $J_2(\underline{\sigma} - \underline{X})$  est le deuxième invariant de la contrainte défini par :

$$J_2(\underline{\sigma} - \underline{X}) = \sqrt{\frac{3}{2}(\underline{s} - \underline{X}) : (\underline{s} - \underline{X})} \quad (\text{III.6})$$

avec  $\underline{s}$  la partie déviatorique du tenseur des contraintes  $\underline{\sigma}$  telle que :

$$\underline{s} = \underline{\sigma} - \frac{1}{3}\text{tr}(\underline{\sigma})\underline{I} \quad (\text{III.7})$$

où  $\text{tr}(\underline{\sigma})$  désigne la trace du tenseur des contraintes et  $\underline{I}$  est le tenseur identité d'ordre 3.

Connaître l'état mécanique du matériau revient à connaître la valeur des variables observables et des variables internes. À un instant  $t$ , nous connaissons les variables observables  $\underline{\sigma}$  et  $\underline{\varepsilon}$  ainsi que les variables internes  $\underline{\varepsilon}^p$  et  $p$ . Pour connaître vers quel état nous allons à  $t+\Delta t$ , il faut connaître l'expression des vitesses, ou des incréments, qui régissent l'évolution de ces variables.

Dans le cadre de l'écoulement associé, l'évolution de la déformation plastique est donnée par la règle de normalité, où la vitesse de déformation plastique est normale à

la surface de charge. La vitesse de déformation plastique suit alors :

$$\underline{\dot{\epsilon}}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} = \dot{\lambda} \underline{n} \quad (\text{III.8})$$

avec  $\dot{\lambda}$  le multiplicateur plastique et  $\underline{n}$  la normale à la surface de charge. Dans le cas d'une surface de type von Mises, cette dernière est définie comme :

$$\underline{n} = \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{3}{2} \frac{\underline{s} - \underline{X}}{J_2(\underline{\sigma} - \underline{X})} \quad (\text{III.9})$$

On définit la déformation plastique cumulée, variable interne associée à l'écoulement isotrope, tel que :

$$\dot{p} = \dot{\lambda} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\dot{\epsilon}}^p : \underline{\dot{\epsilon}}^p} \quad (\text{III.10})$$

Dans le cas où l'écoulement plastique a lieu, on a  $f = 0$  et  $\dot{f} = 0$ . La valeur du multiplicateur plastique peut être obtenue par la condition de cohérence :

$$\dot{f} = \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\dot{\sigma}} + \frac{\partial f}{\partial \underline{X}} : \underline{\dot{X}} + \frac{\partial f}{\partial R} : \dot{R} = 0 \quad (\text{III.11})$$

Soit :

$$\dot{f} = \underline{n} : \underline{\dot{\sigma}} - \underline{n} : \underline{\dot{X}} - \dot{R} = 0 \quad (\text{III.12})$$

L'écoulement isotrope représente l'évolution de la taille du domaine d'élasticité. Afin de calculer son évolution, nous avons choisis de la représenter par la loi d'écrouissage :

$$\dot{R} = b(Q - R)\dot{p} \quad (\text{III.13})$$

dans laquelle Q et b sont des paramètres matériaux. Q permet de définir le niveau d'écrouissage atteint à stabilisation et b représente la vitesse pour atteindre cette stabilisation, où vitesse d'écrouissage. Nous verrons par la suite que cette loi est suffisamment adaptée à l'évolution de l'écrouissage isotrope dans les matériaux composants les brins.

L'écrouissage cinématique représente la position du centre du domaine élastique dans l'espace des contraintes. Les lois avec évolution linéaire du type Prager [Prager, 1955; Ziegler, 1959] ne sont pas suffisantes pour décrire correctement l'écrouissage cyclique. Il peut être bien représenté par les lois non-linéaires initialement proposées par Armstrong et Frederick [1966] qui ajoute un terme de rappel au terme linéaire. Nous utilisons donc la loi d'écrouissage cinématique proposée par ces derniers :

$$\underline{\dot{X}} = \frac{2}{3} C \underline{\dot{\epsilon}}^p - \gamma \underline{X} \dot{p} \quad (\text{III.14})$$

où  $C$  et  $\gamma$  sont des paramètres matériaux.  $\gamma$  représente la vitesse à laquelle l'écroutissage va atteindre sa valeur de saturation  $C/\gamma$ .

En reprenant la condition de cohérence (équation (III.12)) et en remplaçant  $\dot{R}$  et  $\dot{X}$ , on obtient :

$$\underline{n} : \underline{\dot{\sigma}} - \underline{n} : \left( \frac{2}{3} C \dot{p} \underline{n} - \gamma \dot{p} \underline{X} \right) - b(Q - R) \dot{p} = 0 \quad (\text{III.15})$$

Finalement :

$$\dot{p} = \frac{\underline{n} : \underline{\dot{\sigma}}}{h} \quad (\text{III.16})$$

avec :

$$h = \frac{2}{3} C \underline{n} : \underline{n} - \gamma \underline{n} : \underline{X} + b(Q - R) \quad (\text{III.17})$$

Or,  $\underline{n} : \underline{n} = \frac{3}{2}$ , d'où :

$$h = C - \gamma \underline{n} : \underline{X} + b(Q - R) \quad (\text{III.18})$$

On obtient  $\dot{p}$  et les équations (III.8), (III.13) et (III.14) permettent de calculer les incréments  $\underline{\dot{\epsilon}}^p$ ,  $\underline{\dot{X}}$  et  $\dot{R}$ .

À partir de l'état mécanique à l'instant actuel et du calcul des incréments avec les équations précédentes, il est possible de calculer la réponse d'un matériau. La résolution de ces équations est présentée dans la partie traitant du code développé (A.A.3).

### III.1.4 Bilan de la modélisation générale d'un brin composite

Nous avons défini une représentation générale par la répartition des matériaux composant un brin dans des sets. Il existe différents processus de fabrication, différents matériaux et différentes applications, cette modélisation peut être modifiée pour s'adapter à chaque cas. Il s'agit donc dans un premier temps d'étudier la structure du brin (évaluer la fraction volumique des différents composants et mesurer certaines propriétés locales) afin de définir des sets adaptés à ce que l'on souhaite modéliser. Chaque set possède un comportement différent, purement élastique ou élasto-plastique, qu'il convient de définir en fonction des propriétés mesurées. Nous obtenons ainsi des sets auxquels est associé un ensemble de lois représentant le comportement de chacun.

L'approche mécanique pour la modélisation du comportement a été définie avec l'ensemble des équations régissant le calcul de la réponse à un chargement. Il convient maintenant de définir globalement l'ensemble des équations composant le modèle mécanique d'un brin supraconducteur.

Dans le cas général et dans l'intervalle de déformation étudié, la couronne et la matrice ont un comportement élasto-plastique et les filaments un comportement élastique. Le bilan des équations du modèle est résumé dans le tableau III.1.

TABLEAU III.1 – Bilan de la modélisation du brin composite

	Couronne	Matrice	Filaments
Comportement	Élasto-plastique	Élasto-plastique	Élastique
Critère de plasticité	$J_2(\underline{\sigma}_c - \underline{X}_c) - R_c - \sigma_{yc} = 0$	$J_2(\underline{\sigma}_m - \underline{X}_m) - R_m - \sigma_{ym} = 0$	-
Élastique	$\underline{\sigma}_c = \mathbb{E}_c * \underline{\varepsilon}_c^e$	$\underline{\sigma}_m = \mathbb{E}_m * \underline{\varepsilon}_m^e$	$\underline{\sigma}_f = \mathbb{E}_f * \underline{\varepsilon}_f^e$
Plastique	$\dot{R}_c = b_c(Q_c - R_c)\dot{p}_c$ $\dot{X}_c = \frac{2}{3}C_c\dot{\underline{\varepsilon}}_c^p - \gamma\underline{X}_c\dot{p}_c$	$\dot{R}_m = b_m(Q_m - R_m)\dot{p}_m$ $\dot{X}_m = \frac{2}{3}C_m\dot{\underline{\varepsilon}}_m^p - \gamma\underline{X}_m\dot{p}_m$	-

## III.2 Stratégie d'identification et résolution numérique

Dans la partie précédente, nous avons choisi tous les ingrédients pour modéliser le comportement mécanique. Parmi ces ingrédients, les lois d'écrouissage font intervenir des paramètres dépendant des matériaux, de leur histoire mécanique et thermique, etc. Les équations précédentes ne peuvent être résolues qu'avec les paramètres matériaux fixés.

Cependant, il ne s'agit pas de donner une valeur à ces paramètres en espérant obtenir un résultat satisfaisant. En effet, chaque paramètre représente une partie différente du comportement et est associé à un set spécifique dans le brin complet. Nous cherchons non seulement à simuler les essais expérimentaux de manière satisfaisante, mais également à obtenir des paramètres ayant un sens physique associés aux matériaux qu'ils représentent.

Une stratégie d'identification des paramètres de lois de comportement pour les brins composites supraconducteurs adaptée à chaque structure a donc été développée dans ce projet. La procédure d'identification a été réalisée numériquement sous le logiciel MATLAB par un ensemble de scripts développés dans le cadre de cette étude et intitulé ILCo (Identification de Loi de Comportement). La résolution numérique ainsi que l'écriture des scripts sont détaillés en annexe A (page 213).

### III.2.1 Identification inverse et optimisation

L'identification des paramètres matériaux est possible directement "à la main" lorsque leur nombre est faible. Plus on cherche à reproduire fidèlement le comportement, plus le nombre de paramètres augmente. Comme nous pouvons le voir dans le tableau III.1, les paramètres du modèle du brin général de notre étude s'élèvent à 8 si l'on considère seulement les lois d'écrouissage. L'identification devient alors impossible directement et nécessite de résoudre le problème par une formulation inverse [Andrade-Campos *et al.*, 2007].

Un problème d'identification inverse permet de trouver le jeu de paramètres approchant au mieux le comportement réel du matériau. Le principe est de calculer la réponse du modèle à un chargement expérimental en se fixant un jeu de paramètres. La réponse du modèle associée à ce jeu est comparée à la réponse réelle du matériau mesurée lors de l'essai. Le jeu de paramètres retenu est celui pour lequel la comparaison a été jugée satisfaisante. L'identification est réalisée en utilisant les variables expérimentales directement mesurables : la contrainte et la déformation. Durant le processus, des jeux de paramètres sont générés itérativement et la réponse du modèle est calculée et comparée à la réponse obtenue expérimentalement à chaque itération. La comparaison est réalisée en faisant la différence entre les deux réponses. Trouver les paramètres permettant d'obtenir une réponse du modèle la plus proche de la réponse expérimentale revient à minimiser cette différence. Nous en venons à poser un problème d'optimisation.

#### a Définition du problème d'optimisation

Une démarche d'optimisation consiste à trouver l'ensemble des paramètres d'un problème qui offre le meilleur résultat en minimisant ou maximisant une fonction objectif, ou fonction coût. Nous avons vu que nous utilisons la différence entre les deux réponses comme fonction à minimiser. La fonction objectif représente donc l'erreur entre la réponse expérimentale et la réponse simulée. À chaque jeu de paramètres testé correspond une réponse simulée ainsi qu'une valeur de fonction objectif. Optimiser notre problème consiste à rechercher le jeu de paramètres pour lequel la valeur de la fonction objectif est la plus faible. Suivant l'algorithme de recherche de minimum utilisé, il peut également être nécessaire de définir des intervalles de variation des paramètres ou contraindre leur évolution. Par exemple, la nano-dureté est reliée à la taille du domaine élastique d'un matériau. Il est donc possible d'utiliser ces résultats pour contraindre l'évolution des limites d'élasticité des différents sets représentant un brin.

Le principe global du processus d'optimisation est schématisé à la figure III.10.

La première étape consiste à calculer la réponse du modèle à un chargement expérimental. Cette étape est réalisée par la résolution numérique des équations différentielles présentées dans la partie III.1.3. Les outils numériques utilisés pour la résolution sont détaillés dans l'annexe A.3 (page 215). Pour cela, un jeu de paramètres est fixé préalablement pour le premier calcul ou est généré par l'algorithme d'optimisation.

La réponse du modèle est ensuite comparée à la réponse expérimentale en calculant la fonction objectif. Cette fonction, notée  $f_{obj}$ , représente l'erreur entre les deux réponses calculée par une méthode des moindres carrés normalisés explicitée dans

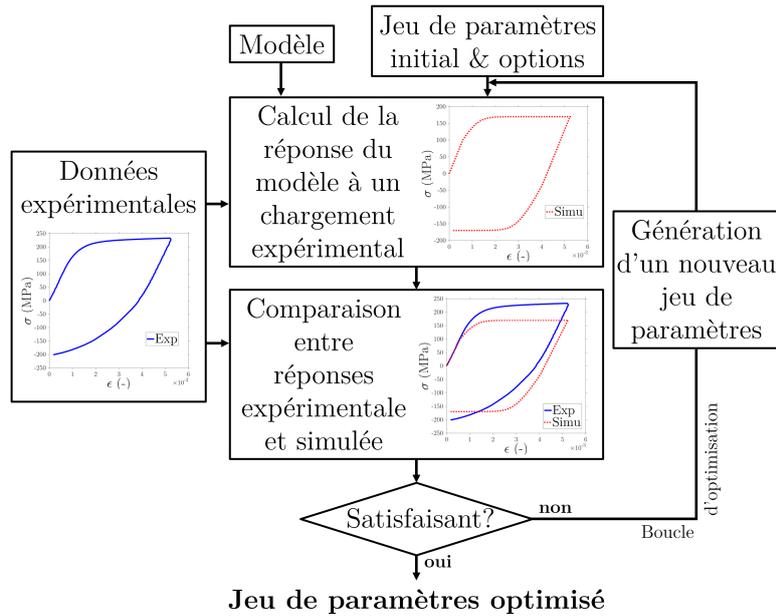


FIGURE III.10 – Principe du processus d'optimisation.

l'annexe A.4 (page 216). Dans cette partie, nous considérons que l'optimisation n'est réalisée que sur un essai expérimental. Le calcul de la fonction objectif si plusieurs essais sont utilisés est traité annexe A.4 (page 216).

La réponse calculée n'est pas parfaitement identique à la réponse expérimentale. Pour décider si un jeu de paramètres donné permet le calcul d'une réponse satisfaisante, plusieurs critères rentrent en compte. Les critères principaux portent sur la valeur de  $f_{obj}$ , calculée pour un jeu de paramètres spécifique. Par exemple, nous définissons une tolérance sur  $f_{obj}$  : si la valeur calculée est en dessous de la valeur de tolérance, le jeu de paramètres est considéré comme satisfaisant. Ces critères dépendent du type d'algorithme de résolution utilisé et sont explicités dans l'annexe A.5 (page 216). Ils nous permettent de "gérer" la précision recherchée entre la valeur calculée et la valeur expérimentale.

Dans le cas où la réponse simulée associée à un jeu de paramètres ne satisfait pas les critères, un nouveau jeu est généré et le processus recommence. Cette génération est une des étapes les plus importantes et est en lien direct avec le type d'algorithme d'optimisation utilisé. C'est cette étape qui conditionne le coût de calcul de l'optimisation. Comme pour les critères de tolérances, cette étape dépend du type d'algorithme utilisé et est présentée dans l'annexe A.5 (page 216).

Dans le cas où la réponse simulée répond aux critères de tolérances, le jeu de paramètres et les informations associées à cette optimisation (valeur de la fonction objectif, intervalles des paramètres balayés, etc.) sont enregistrés et l'optimisation s'arrête.

## b Généralités sur les problèmes d'optimisation

Nous avons vu comment est réalisée la procédure d'optimisation pour trouver un jeu de paramètres associés à des données expérimentales. Nous allons aborder ici quelques éléments généraux des problèmes d'optimisation qui sont nécessaires pour discuter de la stratégie d'identification.

### Minima locaux et minimum global.

La recherche du minimum d'une fonction peut conduire à un minimum local. C'est un certain jeu de paramètres pour lequel il n'existe aucun autre jeu dans le voisinage local donnant une fonction objectif inférieure. La figure III.11 montre l'évolution d'une fonction objectif non-linéaire associée au vecteur variable  $\underline{A}$  représentant le jeu de paramètres [Andrade-Campos *et al.*, 2007]. Elle illustre la présence de minima locaux associés à la résolution des problèmes de minimisation.

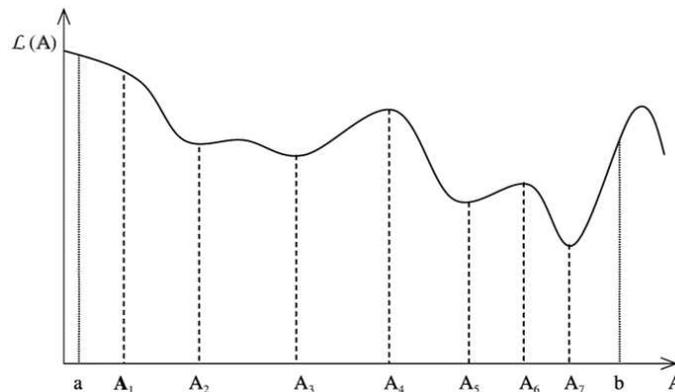


FIGURE III.11 – Minima locaux d'une fonction non-linéaire [Andrade-Campos *et al.*, 2007].

Dans l'intervalle  $[a, b]$ , plusieurs minima existent :  $A_2$ ,  $A_3$ ,  $A_5$  et  $A_7$ , mais seul  $A_7$  est minimum global.

Cet exemple est toutefois relativement simple. Les fonctions objectifs associées à la résolution des problèmes d'optimisation peuvent présenter plus de complexité (multi-dimensionnelles, gradient très faible ou très élevés, non continue, etc.). Les figures III.12a et III.12b représentent respectivement la fonction de Rastrigin [Torn et Zilinskas, 1989] suivant deux paramètres et la fonction de Rosenbrock [Rosenbrock, 1960]. La fonction de Rastrigin possède de nombreux minima locaux et un seul minimum global situé à l'origine. La fonction de Rosenbrock possède une vallée étroite de forme parabolique au fond de laquelle se situe le minimum global. Une vallée correspond à un ensemble de jeu de paramètres où la fonction objectif présente un gradient très faible, la convergence vers le minimum global est donc délicate par les algorithmes. Ces deux exemples illustrent les difficultés qu'on peut rencontrer lors de la résolution d'un problème d'optimisation.

### Techniques de résolutions

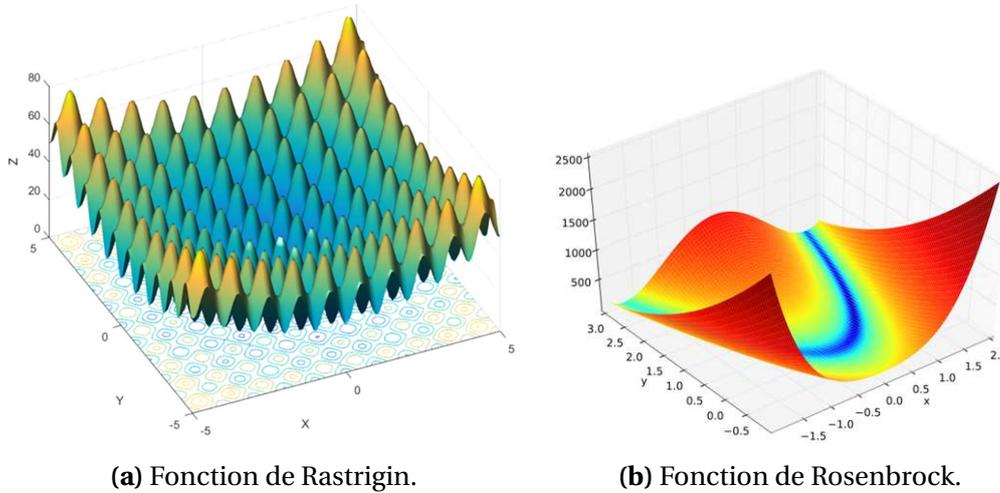


FIGURE III.12 – Représentation en trois dimensions de fonctions objectifs présentant des minimums locaux complexes générées sous MATLAB.

Il existe deux grandes familles de résolution des problèmes d'optimisation :

- Les méthodes dites exploratoires ou directes, tels que les algorithmes évolutifs (algorithmes génétiques), le recuit simulé et l'algorithme "*pattern search*" par exemple. Ces méthodes calculent à chaque itération la valeur de la fonction objectif suivant un jeu de paramètres. Cette évaluation fournit des informations utilisées pour générer le jeu de paramètres suivant et ainsi de suite. Au fur et à mesure des évaluations, on se rapproche de la solution permettant de donner la meilleure réponse. Ces algorithmes nécessitent de nombreux calculs de  $f_{obj}$  et sont à privilégier lorsque l'évaluation est peu coûteuse.
- Les méthodes basées sur la pente ou sur le gradient. Ces méthodes utilisent les informations de la fonction objectif mais également les gradients de la fonction à minimiser voire même du Hessien (matrice Jacobienne des dérivées). Ces méthodes nécessitent que la fonction soit dérivable ou deux fois dérivable suivant le cas. Le principe est de sélectionner le jeu de paramètres à évaluer en suivant la direction de la plus forte pente. Le point de départ influence grandement le résultat et avec ce type de méthode, le point obtenu est généralement un minimum local. Par exemple, si nous reprenons le cas de la figure III.11, l'utilisation d'un algorithme de descente en gradient ne donne le minimum global (à savoir  $A_7$ ) seulement si le point de départ de l'algorithme est dans l'intervalle  $[A_6, b]$  [Andrade-Campos *et al.*, 2007]. Ces méthodes sont cependant peu coûteuses, rapides à exécuter et précises. Il existe plusieurs types d'algorithmes de descente en gradient adaptés à différents types de problèmes d'optimisation.

Les algorithmes utilisés sont brièvement décrits dans la partie A-A.5 (page 216). Nous n'irons pas plus loin dans cette étude sur le principe des algorithmes de résolution des problèmes d'optimisation.

### III.2.2 Procédure d'identification

Pour décrire la procédure d'identification des paramètres développée dans cette étude, nous utilisons en exemple la représentation générale définie partie III.1.2 et représentée à la figure III.8 (page 121) : une couronne extérieure, une matrice et des filaments. Chaque brin ayant une représentation différente, des variantes de la stratégie d'identification peuvent exister dans la partie III.3 pour s'adapter aux brins de l'étude.

En considérant la représentation générale d'un brin, les paramètres du modèle sont :

- Couronne :  $fv_c/E_c/\sigma_{yc}/b_c/Q_c/C_c/\gamma_c$ ,
- Matrice :  $fv_m/E_m/\sigma_{ym}/b_m/Q_m/C_m/\gamma_m$ ,
- Filaments :  $fv_f/E_f$ .

#### a Difficultés d'identification des paramètres d'une structure composite

La démarche d'optimisation décrite précédemment est générale, elle ne nous permet pas de trouver directement le jeu de paramètres complet pour le brin composite supraconducteur au vu du nombre de paramètres du modèle. Lancer la procédure d'optimisation sur un essai macroscopique (brin complet) nous donnera certes une solution, mais l'unicité et la robustesse du modèle identifié ne seront pas garanties.

L'identification inverse appliquée à notre problème soulève d'autres difficultés :

- Si une optimisation est lancée sur un essai faisant intervenir plusieurs sets (brin complet par exemple), il est possible qu'un paramètre puisse être identifié à la place d'un autre. Par exemple, dans une optimisation impliquant le set couronne et le set matrice, le paramètre représentant la vitesse de saturation de l'écroutissage cinématique de la couronne  $\gamma_c$  peut être identifié à la place de la vitesse de saturation de l'écroutissage cinématique de la matrice  $\gamma_m$ . Leur rôle est cependant différent dans la mesure où ils ne représentent pas le même set. Rien n'assure une séparation entre les paramètres des différents sets si une optimisation est lancée sur un essai sur brin complet. Il est donc nécessaire de distinguer les différents paramètres entre les sets.
- La formulation mathématique de l'évolution des écroutissages isotrope et cinématique est similaire. Au sein d'un même set, les paramètres régissant l'évolution de  $X$  peuvent donc être identifiés comme étant ceux régissant  $R$ . Les écroutissages ont toutefois un rôle différent dans le modèle d'un set. Il est donc nécessaire de distinguer les paramètres des différents écroutissages dans un set.
- Initialement, la valeur des paramètres est totalement inconnue. Il est donc nécessaire de trouver une solution pour évaluer l'ordre de grandeur des paramètres à identifier dans les différents sets à partir des données expérimentales et d'évaluer vers une valeur précise physiquement représentative.

- Plus globalement, il faut également s'assurer qu'au terme d'une optimisation, un autre jeu de paramètres différent de celui que l'on aurait retenu ne donne pas une valeur de  $f_{obj}$  inférieure. Cela correspond à peu près à rechercher un minimum global et non local. "À peu près" car obtenir un minimum global assure le meilleur jeu de paramètres d'un point de vue mathématique. Mais dans le cas d'une structure composite, il n'assure pas que les paramètres soient physiquement représentatifs des différents matériaux. Un compromis est donc nécessaire entre minimiser l'erreur entre simulation/expérimental et sens physique du modèle.

Il ne s'agit donc pas ici d'identifier tous les paramètres du modèle en une étape. Il faut dégager une démarche, une stratégie pour identifier correctement les paramètres du modèle d'un brin composite.

### **b Définition des paramètres**

Le modèle proposé dans cette étude fait intervenir plusieurs propriétés et paramètres. Par souci de simplification, nous ne parlerons par la suite que de paramètres et non de propriétés et de paramètres.

Dans cet ensemble de paramètres, qu'on appelle jeu de paramètres, figurent des paramètres mesurés sur le matériau et des paramètres obtenus par identification inverse et optimisation.

- Les fractions volumiques  $f_{v_{set}}$  sont mesurées sur les observations de coupes transverses et restent fixes lors des optimisations.
- Les modules d'élasticité  $E_{set}$  sont mesurés à partir des essais de nano-indentation et restent fixes durant l'optimisation. Il peut toutefois y avoir des exceptions lorsque la mesure n'a pas été possible ou bien que la valeur mesurée est remise en question. Dans ces cas-là, ces paramètres font l'objet d'une procédure de détermination spécifique traitée au cas par cas et peuvent être déterminés partiellement par optimisation.
- Les limites d'élasticité  $\sigma_{y_{set}}$  sont évaluées dans un premier temps sur des essais de traction ou sont extraites dans la littérature. Ces valeurs servent de point de départ et sont identifiées ensuite précisément par optimisation. L'intervalle de variation lors de l'optimisation est cependant restreint et est défini par les essais de traction, par les valeurs de la littérature et en utilisant les résultats de nano-dureté mesurés lors des essais de nano-indentation.
- Les paramètres restants sont ceux des sets élasto-plastiques ( $b/Q/C/\gamma$ ) et sont associés aux lois d'érouissages cinématiques et isotropes.

**c Identification inverse des paramètres restants**

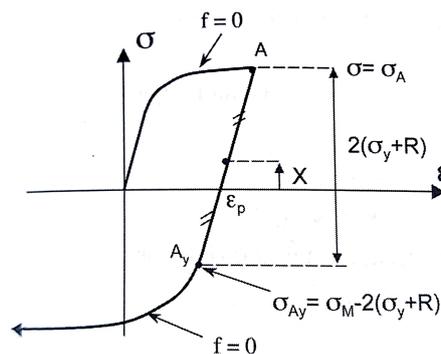
**Identification à différentes échelles**

La connaissance des problèmes qui peuvent se poser durant l'identification nous a permis de développer une stratégie basée sur une identification en plusieurs étapes :

1. **Identification à l'échelle mésoscopique**—Une première série d'optimisations est réalisée en utilisant des essais à l'échelle mésoscopique afin d'isoler au mieux chaque set. Par échelle mésoscopique nous entendons ici des essais ne mettant pas en jeu tous les sets, par exemple des essais indépendants sur les différents matériaux ou des essais sur brin interfilamentaire.

Idéalement, chaque composant est caractérisé indépendamment. Lorsque cela est possible, les paramètres sont identifiés séparément à partir d'essais provenant de la littérature ou réalisés sur des matériaux du commerce équivalent à ceux présents dans les brins. Il n'est toutefois pas possible d'identifier séparément les paramètres de tous les sets à partir de données ou d'essais indépendants. La base expérimentale multi-échelles présentée dans le chapitre II est donc utilisée afin d'isoler les paramètres de chaque set.

Il est possible de mettre en évidence la part de chaque écrouissage à un instant donné sur une boucle d'hystérésis. Lorsque l'on inverse le sens de chargement, une décharge dans un essai uni-axial par exemple, on peut mesurer la perte de linéarité lors du passage en plasticité [Lemaitre *et al.*, 2009]. La figure III.13 montre l'évaluation des écrouissages  $X$  et  $R$  à partir de  $\sigma_y$ ,  $A$  et  $A_y$ .



**FIGURE III.13** – Évaluation des variables d'écrouissages à partir de la boucle d'hystérésis en traction-compression [Lemaitre *et al.*, 2009].

Par exemple, sur certains des essais considérés dans cette étude l'écrouissage isotrope ( $R$ ) est évalué comme nul. Ces essais nous permettent donc d'identifier les paramètres de l'écrouissage cinématique uniquement. L'évaluation de la valeur que l'écrouissage cinématique atteint nous donne également un ordre de grandeur pour les paramètres et nous pouvons tester la réponse du modèle et définir des bornes pour les intervalles de variation des paramètres.

Ces optimisations permettent d'obtenir de manière indépendante un ordre de grandeur et une première valeur des paramètres associées à chaque set.

2. **Identification à l'échelle macroscopique**—Une deuxième vague d'optimisations est réalisée en incluant les essais sur brin complet, présentés au chapitre II, en initialisant sur les identifications faites à l'échelle mésoscopique. Ces optimisations nous permettent de prendre en compte l'aspect composite du brin en identifiant tous les paramètres des différents sets par rapport à leur comportement dans le brin complet. Les essais utilisés dans l'identification mésoscopique peuvent être inclus, lorsque c'est possible, avec les essais sur brin complet afin d'orienter l'identification.
3. **Validation et simulation multi-échelle**—Le jeu de paramètres retenu à l'issue des différentes optimisations est ensuite validé en calculant la réponse du modèle à différents types de chargement. Idéalement, la validation du modèle est réalisée sur des essais n'ayant pas servi à identifier les paramètres. Les essais disponibles sont toutefois en nombre limité pour certains brins. L'analyse des prédictions du modèle est dans ces cas-là évalué sur des essais de la littérature. Même si le brin et les matériaux ne sont pas strictement identiques, cela permet de vérifier la pertinence des paramètres identifiés et la transposabilité du modèle.

### Optimisations successives

Dans l'espace des paramètres, il peut exister plusieurs couples (vitesse; valeur de saturation) donnant une réponse acceptable au chargement expérimental. Pour trouver le couple de paramètres d'un écrouissage représentant physiquement le matériau, on peut s'appuyer sur l'évaluation des écrouissages à un instant donné (décrit précédemment). Cette évaluation donne une indication sur l'évolution de l'écrouissage mais pas sur les valeurs des paramètres dans la mesure où les essais que nous considérons sont réalisés dans un domaine de sollicitations spécifique. Le but des premières optimisations est de tester de manière relativement large l'espace des paramètres pour orienter vers des couples donnant l'erreur la plus faible.

Lors des premières optimisations, les données expérimentales sont utilisées pour définir des bornes de variations et sont associées à des algorithmes exploratoires. Ce type d'algorithme permet de balayer de manière large l'espace des paramètres et donc de tester de nombreux jeux différents dans un espace étendu. Bien que ceux-ci soient peu précis et coûteux, la forme de notre fonction objectif et les outils numériques utilisés (parallélisation des calculs et "légèreté" du code développé) nous permettent de réaliser ces optimisations dans un temps satisfaisant. Les algorithmes génétiques ne nécessitent pas de jeu initial pour réaliser l'optimisation, ce qui est préférable au début quand l'ordre de grandeur des différents paramètres n'est pas connu.

Les identifications aux échelles mésoscopique et macroscopiques sont donc réalisées par des optimisations successives avec une ou plusieurs étapes de balayage initial par des algorithmes exploratoires (ici des algorithmes génétiques). Toutefois, l'emploi d'un algorithme exploratoire ne fournit pas forcément un résultat précis ou correct. Des étapes d'optimisations employant des algorithmes de descente en gradient sont ensuite mise en place une fois qu'un ordre de grandeur et des premières valeurs pour les paramètres sont identifiés. En effet, ces algorithmes requièrent que l'on fournisse un point de départ (donc un jeu de paramètres initial) utilisé pour rechercher le minimum. Ce type d'algorithme nécessite d'avoir une idée de l'évolution de l'écroûissage ou au minimum de l'ordre de grandeur des paramètres, ce qui n'est pas le cas au début de l'identification. Ces algorithmes sont également relativement lents (pour un même ensemble d'essais près de deux fois plus lent).

Ce processus est décrit dans l'annexe A.5 (page 216) et est détaillé lors des applications de la procédure sur les deux brins modélisés.

### III.3 Applications de la démarche aux brins

Nous allons maintenant appliquer la démarche de modélisation et d'identification définie précédemment à deux types de brins de notre étude :

- le brin basé sur le  $MgB_2$  et utilisé dans les câbles pour le transport de l'électricité du projet BEST PATH et,
- le brin basé sur le  $Nb_3Sn$  fabriqué suivant la méthode de l'étain interne (IT) utilisé dans ITER.

Pour chaque cas, nous commencerons par rappeler la microstructure du brin au travers d'observations MEB. Puis nous définirons le modèle adapté à la structure grâce à l'analyse des propriétés locales et à la mesure des fractions volumiques. Enfin, nous nous appuierons sur la base de données développées au chapitre II et de résultats de la littérature afin d'identifier les paramètres des modèles en suivant la stratégie d'identification mise au point.

#### III.3.1 Identification du comportement du brin $MgB_2$

##### a Modélisation du brin

##### Rappel de la structure

Le brin  $MgB_2$  a été décrit au chapitre I (page 37). La figure III.14 rappelle sa structure au travers avec d'observations d'une coupe transverse du brin complet.

##### Mesure des fractions volumiques

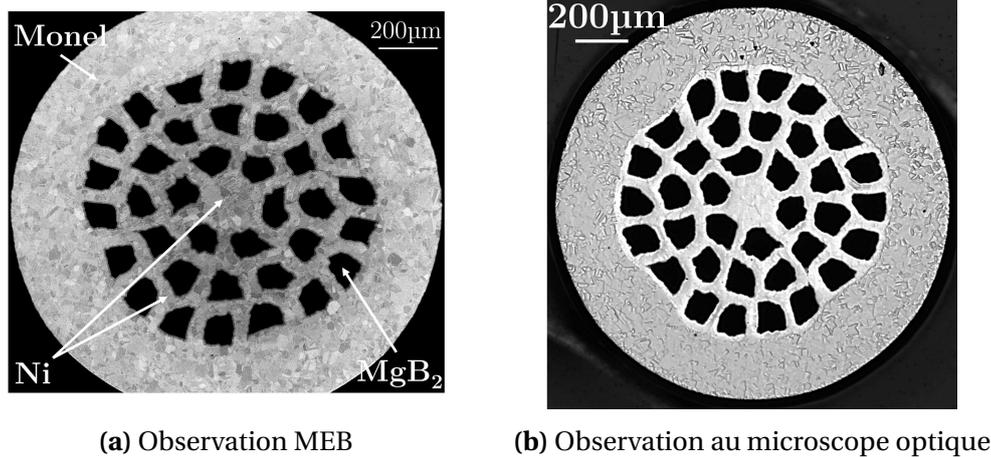


FIGURE III.14 – Observations d'une coupe transverse d'un brin  $MgB_2$ .

Afin de définir les sets de la représentation, il convient d'évaluer les fractions volumiques des différents composants. Pour cela, nous avons mesuré l'aire des différentes phases et l'aire totale du brin sur des observations de coupes transverses. Différents types d'observation nous ont permis de bien identifier les différentes phases. La figure III.14a présente une observation au Microscopie Electronique à Balayage et la figure III.14b une au microscope optique Alicona InfiniteFocus sur laquelle il est plus évident de distinguer le monel.

Les images ont d'abord été binarisées par seuillage sous ImageJ, un logiciel d'analyse d'image. La frontière entre monel et nickel est facilement identifiable sur les observations optiques. Nous avons déduit l'aire du monel en mesurant l'aire totale du brin et l'aire de la zone interfilamentaire, c'est-à-dire la zone à l'intérieur du monel.

La phase  $MgB_2$  est une phase poreuse. Nous avons décrit la structure du brin au chapitre I avec une observation de ces porosités (figure I.35, page 37) au sein des zones de diffusion et à l'interface entre la première zone de diffusion et le  $MgB_2$ . Il n'a pas été possible de mesurer l'aire de la phase de  $MgB_2$  seule lors de l'analyse des images. Nous avons donc considéré l'ensemble  $\{MgB_2, \text{porosités}\}$ . La figure III.15 montre le résultat des étapes de seuillages et de nettoyage de l'image utilisé pour mesurer l'aire de cet ensemble.

Sur les observations du brin complet, l'analyse d'images ne nous a pas permis de différencier les zones de diffusion de la phase de nickel. L'aire de l'ensemble  $\{\text{Nickel}, \text{zones de diffusion}\}$  a été calculée à partir des mesures des aires de la zone interfilamentaire et de  $\{MgB_2, \text{porosités}\}$ .

À partir de ces données, nous pouvons calculer la fraction volumique de chaque ensemble mesuré en divisant l'aire de l'élément par l'aire du brin. Les résultats sont résumés dans le tableau III.2. L'écart-type sur la fraction volumique traduit l'incertitude relative à la mesure (optique/MEB, opérateur).

On peut voir ici que l'écart-type est faible, ce qui nous conforte dans la méthode et les outils d'observations employés. Les résultats présentés ici ne concernent que le brin

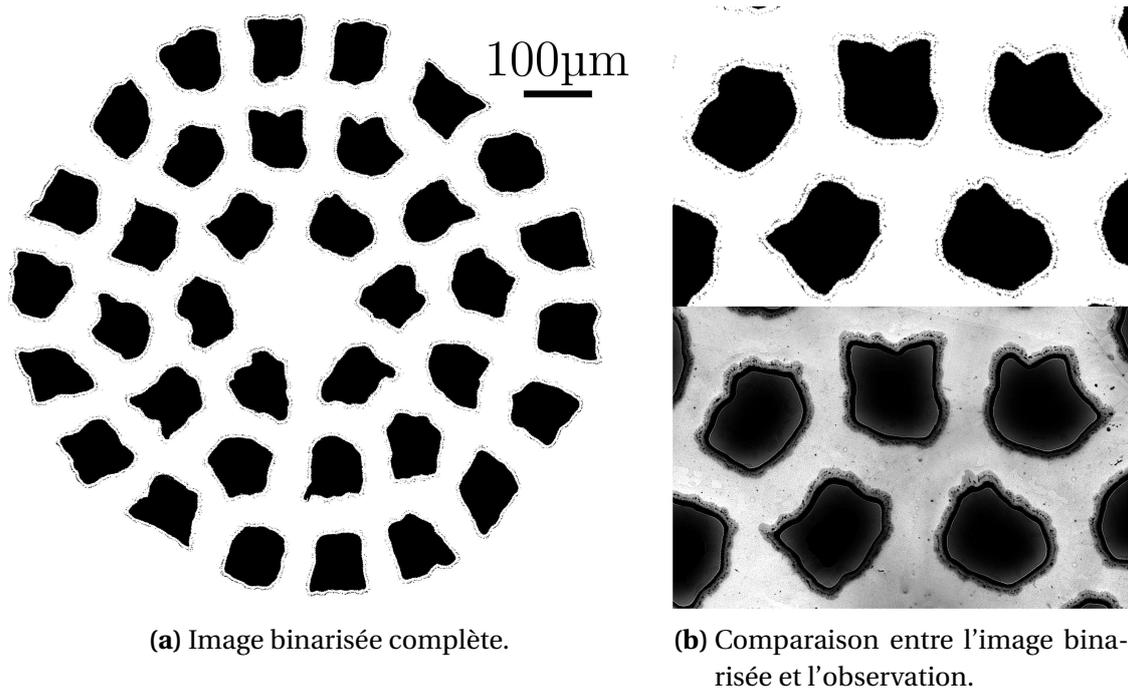


FIGURE III.15 – Images pour la mesure de l'aire de l'ensemble {MgB<sub>2</sub>, porosités}.

TABLEAU III.2 – Résultats des analyses d'images pour l'évaluation des fractions volumiques.

	Aires (mm <sup>2</sup> )	$f_V$	Écart-type( $f_V$ )
{Nickel, zones de diffusion}	0.419	0.305	$1,3 \times 10^{-3}$
{MgB <sub>2</sub> , porosités}	0.225	0.164	$0,2 \times 10^{-3}$
Monel	0.728	0.531	$1,1 \times 10^{-3}$

de diamètre intermédiaire : 1,33 mm. Des mesures similaires ont été effectuées à partir d'observations réalisées au MEB sur les brins de diamètres 1,13 mm et 1,52 mm. L'erreur moyenne sur les mesures des fractions volumiques des brins 1,13 mm et 1,52 mm par rapport au brin 1,33 mm est respectivement de 3,4 % et 6,1 %. Pour la suite de l'étude, les valeurs de fractions volumiques seront définies comme celles du brin de diamètre 1,33 mm.

### Définition de la représentation

Les essais de nano-indentation et les analyses d'images nous apportent les informations nécessaires pour définir les sets du modèle du brin. Les résultats de fractions volumiques et les propriétés locales mesurées sont rappelés dans le tableau III.3.

L'analyse de ces résultats nous amène aux conclusions suivantes.

Autant au niveau de la microstructure que des propriétés mécaniques mesurées, le monel peut être considéré seul. Dans le domaine mécanique d'utilisation du modèle, le monel a un comportement élasto-plastique. Le set couronne est donc constitué ex-

**TABLEAU III.3** – Résumé des propriétés locales et fraction volumique des composants du brin MgB<sub>2</sub>

(a) Propriétés locales			(b) Fractions volumiques	
	$E$ (GPa)	$H$ (GPa)		$fv$
Ni Matrice	204	1.6	{Nickel, zones de diffusion}	0.305
Ni Cœur	204	1.7	{MgB <sub>2</sub> , porosités}	0.164
Zone de diff. adj. Ni	191	11	Monel	0.531
Zone de diff. adj. MgB <sub>2</sub>	215	12		
Monel	160	2.1		

clusivement du monel avec une fraction volumique :  $fv_c = fv_{monel} = 0.531$  (l'indice c désignant la couronne) et possède un comportement élasto-plastique.

À partir des essais de nano-indentation, nous pouvons observer que le Nickel situé au cœur du brin a un module d'élasticité identique à celui du Nickel situé entre les filaments de MgB<sub>2</sub>. Nous pouvons observer une très faible différence dans la nano-dureté, liée à la limite d'élasticité. Le Nickel peut donc être considéré comme une seule phase dans la totalité du brin et compose le set matrice.

Concernant les zones de diffusion, nous avons vu que la mesure de la fraction volumique sur le brin complet n'a pu être effectuée. À partir de leur épaisseur mesurée sur un filament et connaissant le diamètre du filament il est possible d'évaluer l'aire des zones de diffusion sur un filament. Un brin étant composé de 36 filaments, la fraction volumique de chaque zone de diffusion est :  $fv_{zone\ diff.\ côté\ MgB_2} = 0.031$  et  $fv_{zone\ diff.\ côté\ Ni} = 0.024$ . Ces valeurs sont surestimées car elles incluent les porosités. La fraction volumique des deux zones de diffusion est donc d'environ 5 % sur le brin complet. Le module d'élasticité des zones de diffusion est plus proche de celui du Nickel que de celui du MgB<sub>2</sub> répertorié dans la littérature  $E_{MgB_2} = 76$  à 172 GPa [Sugano *et al.*, 2016], [Cordero *et al.*, 2001]. Enfin, la caractérisation du comportement mécanique de ces zones pose beaucoup de difficultés techniques. Considérer les zones de diffusion comme faisant partie du Nickel dans le set matrice mène donc à des erreurs négligeables. Nous avons fait le choix de considérer ces deux zones comme faisant partie du set nickel, ce qui mène à des erreurs négligeables.

Finalement, le set matrice est composé du Nickel et des zones de diffusion et est modélisé par un comportement élasto-plastique. Sa fraction volumique est définie comme :  $fv_m = fv_{\{Nickel, zones\ de\ diffusion\}} = 0.305$ , l'indice m désignant la matrice.

Nous avons vu que les fractions volumiques des porosités et la phase de MgB<sub>2</sub> n'ont pu être séparées. De plus, les propriétés locales du MgB<sub>2</sub> n'ont pu être déterminées par nano-indentation du fait de sa structure poreuse. Nous avons donc décidé de ras-

sembler la phase poreuse  $MgB_2$  et les porosités dans le set filaments avec une fraction volumique définie comme :  $f\nu_f = f\nu_{\{MgB_2, porosités\}} = 0.164$ , l'indice  $f$  désignant le set filaments. Les filaments sont définis avec un comportement élastique dans le domaine mécanique considéré.

Les composants du brin  $MgB_2$  sont donc répartis dans trois sets avec une fraction volumique et un comportement mécanique associé. Le tableau III.4 résume les choix de représentation du brin.

TABLEAU III.4 – Résumé des ensembles considérés pour la représentation du brin  $MgB_2$ .

Set	$f\nu$	Composants
Couronne	0.531	{ Monel
Matrice	0.305	{ Nickel Zone de diffusions
Filaments	0.164	{ $MgB_2$ Porosités

### Modèle de comportement du brin

**Distribution de la contrainte et de la déformation dans le brin** Le brin est donc représenté par ces trois sets : la couronne, la matrice et les filaments. Les équations III.2 et III.3 définissant la distribution de la contrainte et de la déformation dans la représentation générale sont appliquées à la représentation du  $MgB_2$  :

$$\begin{aligned}\sigma_{brin MgB_2} &= f\nu_c \sigma_c + f\nu_m \sigma_m + f\nu_f \sigma_f \\ \varepsilon_{brin MgB_2} &= \varepsilon_c = \varepsilon_m = \varepsilon_f\end{aligned}\tag{III.19}$$

où  $c$  désigne la couronne,  $m$  la matrice et  $f$  le set filaments.

**Bilan de la modélisation du brin  $MgB_2$**  Les équations du modèle de comportement du brin  $MgB_2$  sont résumées dans le tableau III.5.

### b Identification des paramètres

#### Stratégie d'identification

La stratégie globale d'identification a été présentée dans la section III.2. Pour le brin  $MgB_2$ , les propriétés et les paramètres du modèle sont :

- Couronne :  $f\nu_c/E_c/\sigma_{yc}/b_c/Q_c/C_c/\gamma_c$ ,
- Filaments :  $f\nu_f/E_f$ ,

TABLEAU III.5 – Modèle de comportement du brin MgB<sub>2</sub>

	Couronne	Matrice	Filaments
Comportement	Élasto-plastique	Élasto-plastique	Élastique
Critère de plasticité	$J_2(\underline{\sigma}_c - \underline{X}_c) - R_c - \sigma_{yc} = 0$	$J_2(\underline{\sigma}_m - \underline{X}_m) - R_m - \sigma_{ym} = 0$	-
Élastique	$\underline{\sigma}_c = \mathbb{E}_c * \underline{\varepsilon}_c^e$	$\underline{\sigma}_m = \mathbb{E}_m * \underline{\varepsilon}_m^e$	$\underline{\sigma}_f = \mathbb{E}_f * \underline{\varepsilon}_f^e$
Plastique	$\dot{R}_c = b_c(Q_c - R_c)\dot{p}_c$ $\dot{\underline{X}}_c = \frac{2}{3}C_c\dot{\underline{\varepsilon}}_c^p - \gamma\underline{X}_c\dot{p}_c$	$\dot{R}_m = b_m(Q_m - R_m)\dot{p}_m$ $\dot{\underline{X}}_m = \frac{2}{3}C_m\dot{\underline{\varepsilon}}_m^p - \gamma\underline{X}_m\dot{p}_m$	-

— Matrice :  $f\nu_m/E_m/\sigma_{ym}/b_m/Q_m/C_m/\gamma_m$ .

Comme abordé dans la partie **c** de la section III.2.2 (page 134), il serait idéal d'identifier les paramètres sur des essais réalisés sur chaque matériau du brin indépendamment. Ce n'est pas toujours possible et si nous faisons un bilan des essais disponibles pour avoir accès aux paramètres des différents sets, nous avons les essais de nano-indentations pour définir les propriétés élastiques, des essais sur brin interfilamentaire et des essais sur brin complet présentés au chapitre II.

Les essais sur brins dont la couronne de monel a été dissoute, appelés brins interfilamentaire, ont été réalisés et détaillés dans le chapitre II (II.3.3, page 80). Les filaments ayant un comportement élastique, ces essais nous permettent d'avoir accès aux paramètres de la matrice.

Nous nous sommes procuré en plus un barreau de monel de 3 mm de diamètre disponible dans le commerce avec la même composition que spécifiée par Columbus Superconductors et ayant subi un traitement thermique similaire. Un essai de traction monotone et un essai de traction-compression ont été réalisés sur ce barreau afin de fournir des données expérimentales supplémentaires pour l'identification des paramètres de la couronne.

Pour le nickel, les zones de diffusions ou encore le MgB<sub>2</sub>, il n'a pas été possible de trouver des équivalents massifs dans le commerce.

### Définition des propriétés des sets

Les fractions volumiques ont déjà été définies précédemment. Discutons des paramètres restants pour les différents sets.

**Couronne et matrice** Dans la partie II.5.4, page 101, nous avons vu que le module d'élasticité du monel mesuré par nano-indentation dans le brin est inférieur à celui mesuré sur le barreau et également à celui utilisé dans la littérature. Dans la mesure où

les essais sur le barreau de monel sont utilisés pour identifier les paramètres de la couronne, le module d'élasticité de la couronne est donc défini comme celui du barreau de monel :  $E_c = E_{Monel} = 170$  GPa. Le module d'élasticité du nickel mesurés par nano-indentation peut être directement associé à celui de la matrice :  $E_m = E_{Ni} = 204$  GPa. Les limites d'élasticité  $\sigma_{yc}$  et  $\sigma_{ym}$  sont évalués dans un premier temps sur les essais réalisés sur barreau de monel et sur brin interfilamentaire. Les valeurs définitives sont identifiées par optimisation en utilisant les résultats de nano-dureté et les valeurs de la littérature comme limites et contraintes des processus d'optimisation.

**Filaments** La phase  $MgB_2$  étant une phase poreuse, la mesure de son module d'élasticité par nano-indentation n'a pas été réalisée. Définir  $E_f$  par un module d'élasticité de la littérature n'est pas envisageable. D'une part à cause de la variabilité des résultats disponibles, comme discuté précédemment, mais également car le set filaments contient les porosités, qui ont des propriétés mécaniques nulles. Le module élastique du set filaments  $E_f$  peut être évalué en utilisant la nature composite du brin.

Pour cela, une loi des mélanges est exprimée à l'échelle du brin complet (équation (III.20)) et à l'échelle du brin interfilamentaire (équation (III.21)) :

$$E_{bc} = f\nu_f E_f + f\nu_m E_m + f\nu_c E_c \quad (III.20)$$

$$E_{ZI} = \frac{f\nu_f}{f\nu_f + f\nu_m} E_f + \frac{f\nu_m}{f\nu_f + f\nu_m} E_m \quad (III.21)$$

Les modules d'élasticité du brin complet  $E_{bc}$  et du brin interfilamentaire  $E_{ZI}$  sont obtenus à partir des essais décrits aux chapitre II (II.3.3, page 84). À partir des équations (III.20) et (III.21), il est possible de calculer le module du set filament  $E_f$ . Les résultats figurant dans le tableau III.6 montrent de grandes différences entre le module d'élasticité du filament calculé à partir du brin complet et celui calculé à partir du brin interfilamentaire.

**TABLEAU III.6** – Modules d'élasticité du brin complet et interfilamentaire mesurés à partir des essais mécaniques et module du filament calculé à partir des équations (III.20) et (III.21)

Brins	$E$ mesuré (GPa)	$E_f$ (GPa)
	Écart-type (GPa)	Écart-type (GPa)
Complet	176	143
	10	63
Inter-filamentaire	157	70
	8	23

Cette différence provient de la dissolution de la couronne. Le brin interfilamentaire a un diamètre plus petit, une plus faible proportion de phases élastoplastiques que le

brin complet. Il est donc plus susceptible de s'endommager lors des manipulations avant les essais. De plus, la poudre de  $MgB_2$  est comprimée pendant la phase de fabrication. La dissolution de la couronne extérieure favorise un retour à l'équilibre des contraintes internes dans le  $MgB_2$ , qui peut alors perdre de sa cohésion. Ces deux aspects induisent une baisse du module d'élasticité du  $MgB_2$  du brin interfilamentaire par rapport aux mêmes filaments de  $MgB_2$  dans le brin complet.

Il a alors été décidé d'inclure le module d'élasticité du filament dans le processus d'identification.  $E_f$  sera tout d'abord identifié en même temps que les paramètres de la matrice lors de l'identification à l'échelle mésoscopique (essai brin interfilamentaire). Cela permettra d'obtenir une valeur optimisée du module d'élasticité du set filament correspondant au brin interfilamentaire associé aux paramètres de la matrice.  $E_f$  sera ensuite identifié à l'échelle macroscopique en utilisant un essai sur brin complet indépendamment de l'essai sur brin interfilamentaire. Une fois déterminé, le module d'élasticité du set filament sera fixé pour identifier correctement les paramètres des lois d'érouissages des différents sets lors de l'identification à l'échelle macroscopique.

À ce stade, nous avons donc défini les paramètres  $f\nu_f$ ,  $f\nu_m$ ,  $f\nu_c$ ,  $E_m$  et  $E_c$ . Ces paramètres sont fixés pour la suite de la démarche d'identification. Il s'agit maintenant d'identifier les paramètres restants par identification inverse.

#### Identification à l'échelle mésoscopique.

La première étape de l'identification va nous permettre d'obtenir l'ordre de grandeur des paramètres de chaque set indépendamment ainsi que le module d'élasticité du set filament.

Pour cela, deux identifications séparées vont être réalisées :

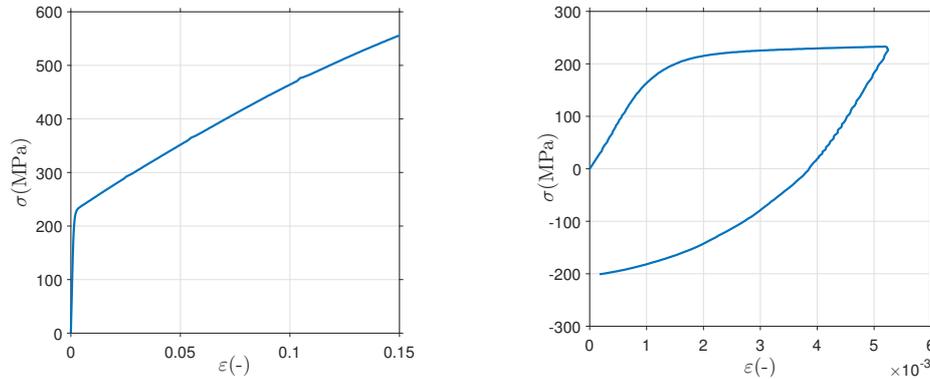
- une identification en utilisant deux essais le barreau de monel avec les paramètres :  $\sigma_{yc}$ ,  $b_c$ ,  $Q_c$ ,  $C_c$  et  $\gamma_c$  à identifier et,
- une sur une essai brin interfilamentaire, qui concernent les sets matrice et filaments avec les paramètres :  $E_f$ ,  $\sigma_{ym}$ ,  $b_m$ ,  $Q_m$ ,  $C_m$  et  $\gamma_m$  à identifier.

**Monel** Des essais ont été réalisés sur un barreau commercial de monel de 3 mm de diamètre :

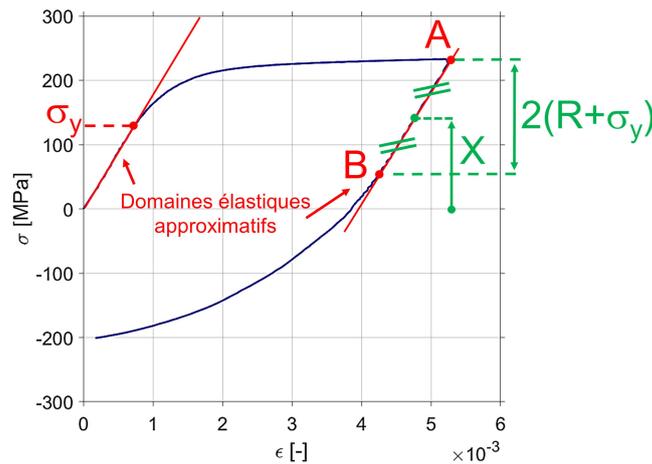
- un essai de traction monotone jusqu'à 15 % de déformation (figure III.16a) et,
- un essai de traction-compression avec un cycle jusqu'à 0,5 % de déformation avec  $\sigma_{max} = 250$  MPa et  $\sigma_{min} = -200$  MPa (figure III.16b). La gamme de déformation ciblée avec cet essai est celle dans laquelle va être utilisé le modèle. La boucle d'hystérésis (passage en plasticité lors de la décharge) permet d'identifier les paramètres de la loi d'érouissage cinématique.

Sur cet essai, nous pouvons évaluer à l'instant de la décharge la part de l'érouissage cinématique et de l'érouissage isotrope comme décrit dans la partie c de

la section III.2.2 (page 134) et tracés sur la figure III.16c. À partir de l'évaluation de la partie linéaire lors de la charge et lors de la décharge ( $\sigma_y = 135$  MPa,  $A = 233$  MPa et  $B = 60$  MPa), nous pouvons calculer la part de l'écrouissage isotrope et de l'écrouissage cinématique pour ce cycle. Nous avons évalué  $R \approx 0$  et  $X \approx 140$  MPa.



(a) Traction monotone à 15 % de déformation. (b) Traction-compression avec un cycle jusqu'à 0,5 % de déformation.



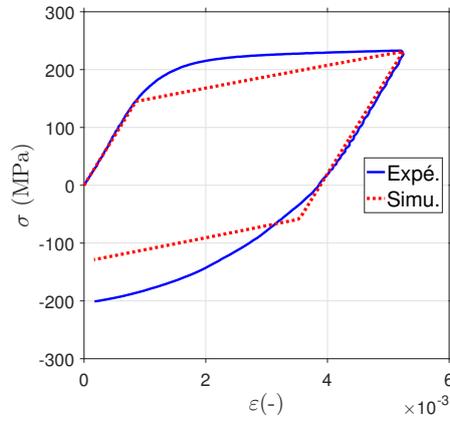
(c) Évaluation des variables d'écrouissages sur la décharge de l'essai de traction-compression sur barreau de monel.

FIGURE III.16 – Essais sur barreau de monel de 3 mm de diamètre.

Trois optimisations successives sont lancées pour identifier les paramètres du monel sur l'essai de traction-compression à un cycle et sur l'essai de traction monotone. Les données de ces optimisations ainsi que les résultats sont donnés dans le tableau III.7. Les courbes contrainte-déformation des réponses expérimentale et simulée des différentes optimisations sont disponibles aux figures : III.17 (optimisation 1), III.18 (optimisation 2) et III.19 (optimisation 3).

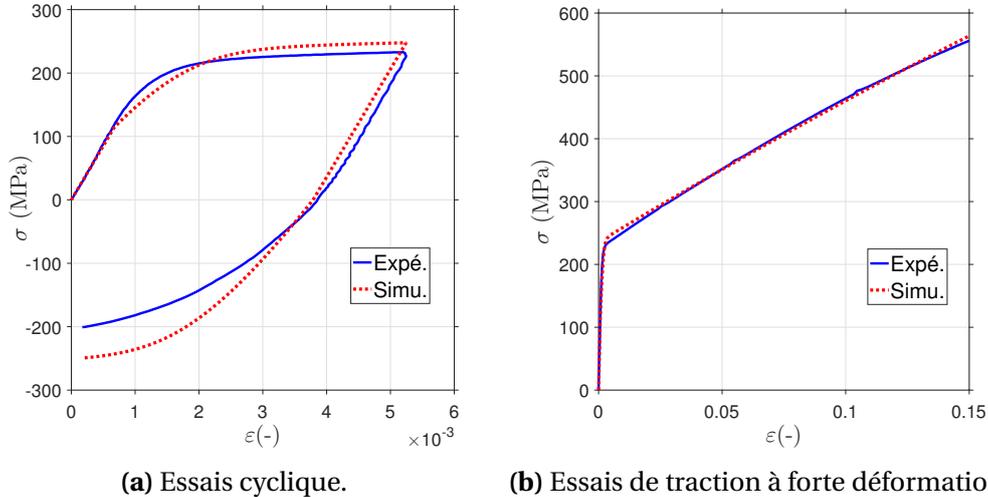
La première est lancée en utilisant un algorithme génétique et uniquement l'essai de traction-compression. L'écrouissage isotrope ayant été évalué comme nul, les paramètres mis en jeu dans cet essai sont :  $\sigma_{yc}$ ,  $C_c$  et  $\gamma_c$ . L'intervalle de variation pour  $\sigma_{yc}$  est défini à partir des données expérimentales. Des intervalles larges sont définis

pour  $C_c$  et  $\gamma_c$  dans un premier temps, ils seront affinés par la suite en utilisant la valeur évaluée sur la décharge.



**FIGURE III.17** – Optimisation 1-Courbes  $\sigma - \varepsilon$  représentant la réponse cyclique expérimentale et simulée du barreau de monel avec un écrouissage cinématique identifié avec un algorithme génétique.

La seconde optimisation intègre en plus de l’essai de traction-compression, l’essai monotone à forte déformation avec l’écrouissage isotrope.



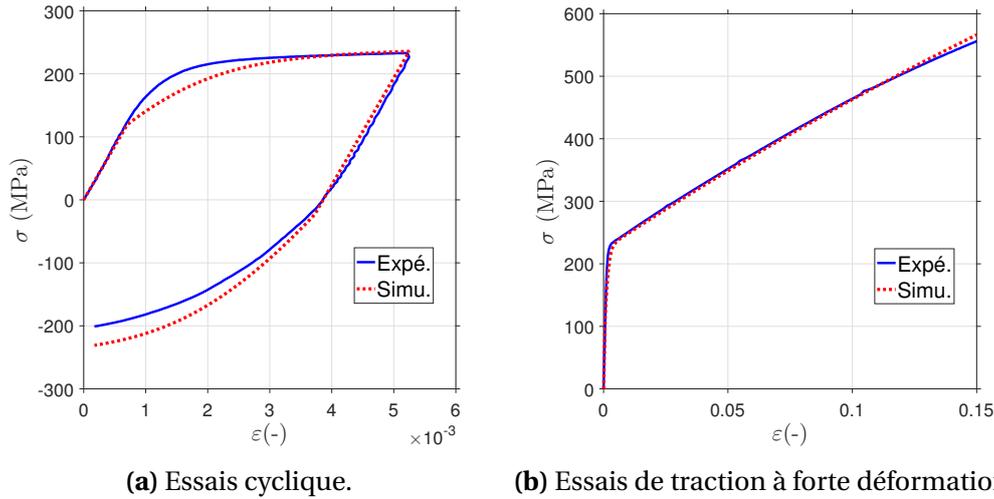
**(a)** Essais cyclique.

**(b)** Essais de traction à forte déformation.

**FIGURE III.18** – Optimisation 2-Courbes  $\sigma - \varepsilon$  de la réponse expérimentale et simulée du barreau de monel avec écrouissage cinématique et isotrope identifiés par un algorithme génétique.

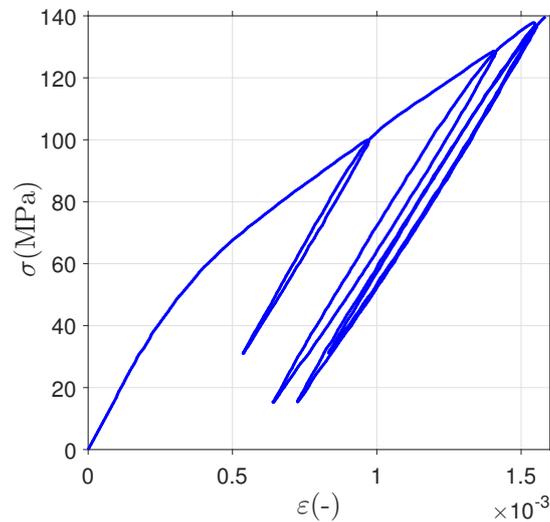
La troisième utilise un algorithme de descente en gradient pour identifier précisément les paramètres.

Nous avons donc identifié des premières valeurs pour les paramètres de la courbe ( $\sigma_{yc}$ ,  $b_c$ ,  $Q_c$ ,  $C_c$  et  $\gamma_c$ ) représentatives du matériau et identifiées en monotone et en cyclique.



**FIGURE III.19** – Optimisation 3-Courbes  $\sigma - \varepsilon$  de la réponse expérimentale et simulée du barreau de monel avec écrouissage cinématique et isotrope identifiés par un algorithme de descente en gradient lancé avec "Global Search".

**Zone Interfilamentaire** Dans le chapitre II (II.3.3, page 83), nous avons présenté les résultats d’essais sur brin dont la couronne de monel a été dissoute, que nous appelons zone interfilamentaire. La zone considérée pour les essais s’étend jusqu’à un peu avant l’apparition du plateau. La courbe contrainte-déformation de l’essai considéré pour les optimisations est tracée figure III.20.



**FIGURE III.20** – Courbe  $\sigma - \varepsilon$  d’un essai de traction avec décharges plastiques sur zone interfilamentaire.

De la même manière que pour le monel, nous évaluons tout d’abord les écrouissages pour cet essai. On peut approximer la limite élastique à  $Re \approx 30$  MPa. Pour qu’il y ait de l’écrouissage isotrope,  $R > 0$  et donc  $2(Re + R) > 60$ . En considérant la seconde décharge qui a lieu à  $\sigma = 128$  MPa, il faudrait que le moment où l’on entre en plasticité lors de cette décharge soit inférieur à 68 MPa pour que l’écrouissage isotrope soit supérieur à zéro. La figure III.21 montre un zoom sur la deuxième décharge. La partie

**TABEAU III.7** – Données des optimisations successives utilisant les essais sur le barreau de monel. Le tableau présente pour chaque étape les essais utilisés pour l'identification, le type d'algorithme et les paramètres identifiés avec pour chacun la valeur initiale et l'intervalle définis en entrée de l'optimisation ainsi que le résultat obtenu.

Étape d'optimisation	1	2	3	
Essais avec pondérations	Monel cyclique	Monel cyclique (0.6) Monel traction (0.4)		
Loi d'érouissages	Cinématique	Cinématique Isotrope		
Algorithme	Génétique	Génétique	Descente en gradient ( <i>Global Search</i> )	
Paramètres optimisés présentés sous la forme :	$Re_c$	-	114	
		[100;145]	[110;145]	
	$Q_c$	145	145	119.3
		x	-	2060
		x	[100;10 <sup>4</sup> ]	[100;5000]
	$b_c$	x	2060	1330
x		-	1.17	
Valeur initiale Intervalle Résultat	$C_c/\gamma_c$	x	[0.01;1000]	
		x	1.17	
	$\gamma_c$	-	1550	124
[1;10 <sup>5</sup> ]		[1;10 <sup>4</sup> ]	[50;1000]	
$\gamma_c$	1550	124	107	
	-	14.8	1981	
$\gamma_c$	[0.01;10 <sup>4</sup> ]	[0.01;5000]	[0.1;2000]	
	14.8	1981	1240.4	

linéaire y est schématisée par la droite rouge, non pas pour définir précisément le domaine élastique mais juste pour avoir un aperçu de la partie linéaire. Cela nous permet de remarquer que le passage en plasticité ne survient pas en dessous de cette valeur de 68 MPa. Nous pouvons donc considérer l'érouissage isotrope comme nul et représenter la matrice par un érouissage cinématique uniquement.

Une optimisation est lancée en utilisant un algorithme génétique sur l'essai zone interfilamentaire. Les filaments sont modélisés par un comportement élastique et la matrice par un comportement élasto-plastique. Les paramètres mis en jeu dans cette optimisation sont :  $E_f$ ,  $\sigma_{ym}$ ,  $C_m$  et  $\gamma_m$ .

Les intervalles d'optimisation de la vitesse et de la saturation de l'érouissage cinématique sont définis de manière large. Celui de  $\sigma_{ym}$  est défini autour de la valeur

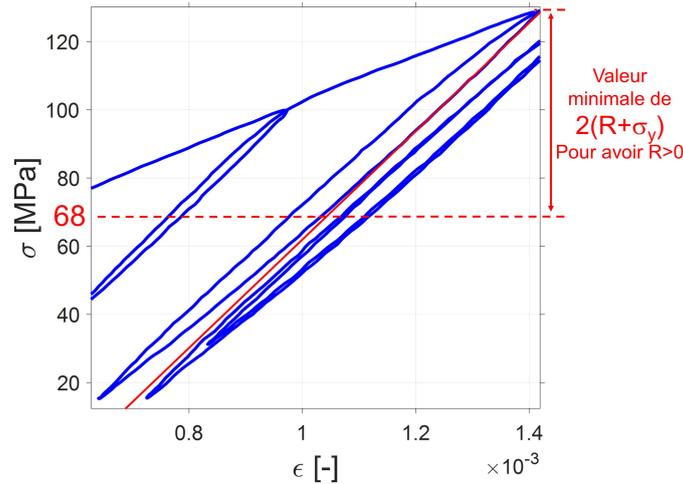


FIGURE III.21 – Zoom sur la seconde décharge de la courbe  $\sigma - \epsilon$  de la zone interfilamentaire. La droite rouge représente une évaluation de la partie linéaire de la décharge.

macroscopique de l'essai. Une première identification du module d'élasticité est réalisée en définissant un intervalle d'optimisation par rapport aux valeurs calculées par loi des mélanges appliquées aux échelles du brin interfilamentaire et du brin complet : entre 70 GPa et 145 GPa.

Les courbes contrainte-déformation des réponses expérimentale et simulée sont visibles sur la figure III.22 et les données de l'optimisation dans le tableau III.8 à la colonne de l'optimisation numéro mésoscopique sur l'essai brin interfilamentaire.

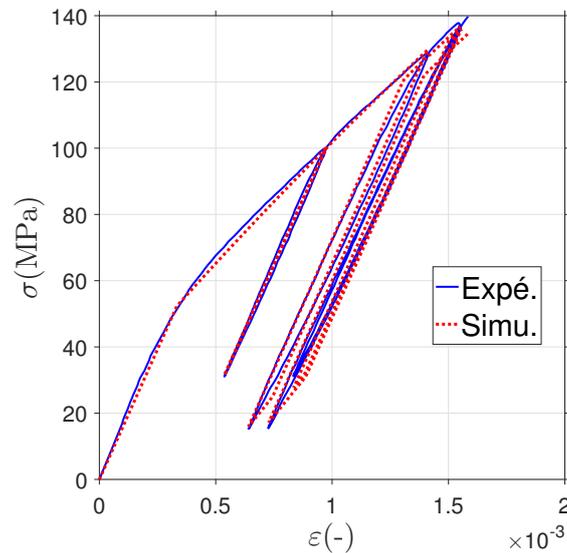


FIGURE III.22 – Courbes  $\sigma - \epsilon$  de la réponse expérimentale et simulée sur zone interfilamentaire avec écrouissage cinématique.

### Identification à l'échelle macroscopique.

Les optimisations précédentes permettent d'identifier un ordre de grandeur pour les différents paramètres.

**TABLEAU III.8** – Données des optimisations pour identifier un ordre de grandeur des paramètres et  $E_f$ .

Optimisation		Mésoscopique	Macroscopique
Essais avec pondérations		Interfil.	Complet traction (0.2) Complet cyclique (0.5) Monel cyclique (0.2) Monel traction (0.1)
Algorithmes		Génétique	Génétique
Paramètres	Fil.	$E_f$	- [70;145] 70
		$Re_m$	- [30;80] 68
			68 75
	Matrice	$C_m/\gamma_m$	- [10;5000] 233
			233 369
	$\gamma_m$	- [0.01;1000] 591	
		591 37	
	Couronne	$Re_c$	x x x
			119.3 [110;145] 128
			x x x
	$Q_c$	x x x	
		1330 [100;5000] 2412	
x x x			
$b_c$	x x x		
	2 [0.01;10] 1		
	x x x		
$C_c/\gamma_c$	x x x		
	107 [100;500] 105		
	x x x		
$\gamma_c$	x x x		
	1240.4 [10;3000] 1910		
	x x x		

Pour obtenir des valeurs pertinentes représentant le brin composite, deux essais sur brin complet présentés dans le chapitre II (II.3.3, page 83 et II.4.3, page 90) sont utilisés :

- un essai de traction monotone (figure III.23a) et,
- un essai cyclique réduit à 3 cycles avec  $\sigma_m = 80$  MPa et  $\sigma_a = 110$  MPa (figure III.23b).

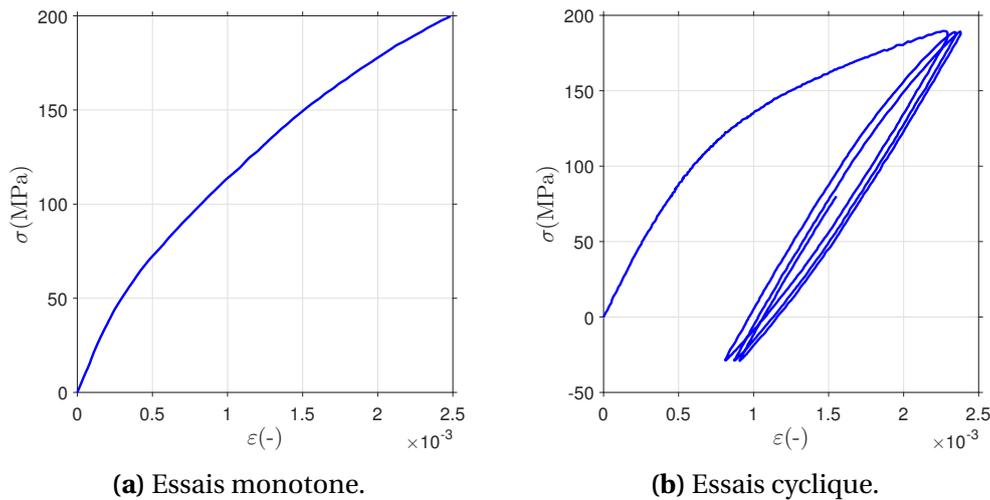


FIGURE III.23 – Courbes  $\sigma - \varepsilon$  des essais sur brin complet utilisés pour l'identification macro.

Pour orienter l'identification des paramètres et éviter d'identifier l'écrouissage d'un set à la place d'un autre, les essais sur le barreau de monel sont intégrés dans les optimisations à l'échelle macroscopique.

Cependant, ces essais ont une pondération plus faible dans la fonction coût que les essais sur brin complet.

**Identification de  $E_f$ .** Une optimisation est lancée avec un algorithme génétique pour identifier le module d'élasticité pour le set filaments sur les essais brin complet. Les données et résultats sont disponibles dans la colonne de l'optimisation macroscopique du tableau III.8 et les courbes contrainte-déformation à la figure III.24.

Les résultats de cette optimisation montrent que la valeur optimisée du module d'élasticité du set filament dans le modèle n'est pas identique entre le brin interfilaire et le brin complet. Cela confirme le résultat obtenu par loi de mélanges. La dissolution de la matrice influence donc le comportement du set filament. Plus particulièrement, le relâchement des contraintes internes impacte très certainement la structure même de la phase poreuse de  $MgB_2$ .

Suite à l'identification de  $E_f$ , sa valeur est fixée pour la suite à 110 GPa.

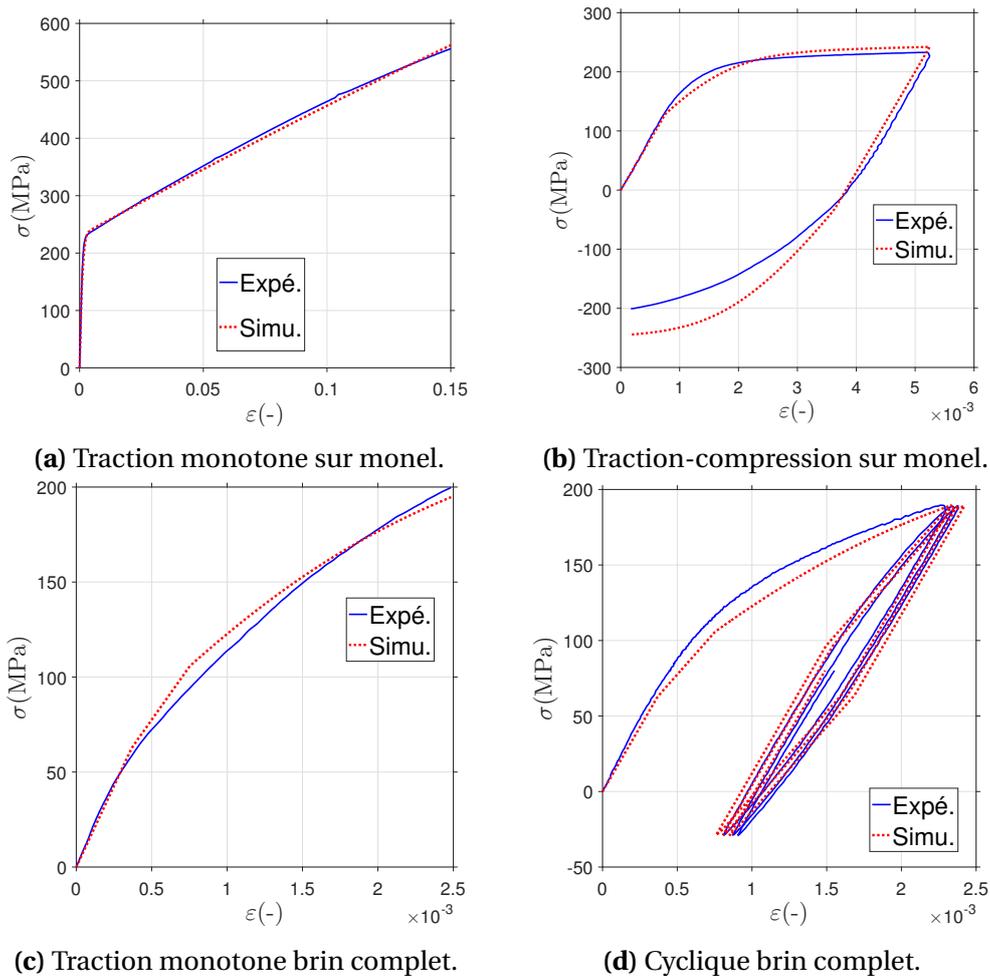


FIGURE III.24 – Courbes  $\sigma - \varepsilon$  expérimentales et simulées de l'optimisation macro pour l'identification de  $E_f$ .

**Identification des paramètres restants** Trois optimisations successives ont été effectuées sur les essais brins complet et sur les essais monel est ensuite lancée en utilisant un algorithme génétique. L'incompatibilité du module d'élasticité du filament ne permet pas d'inclure l'essai brin interfilaire dans les optimisations macroscopiques. Chaque optimisation  $n$  utilise le résultat de l'optimisation  $n - 1$  comme point de départ.

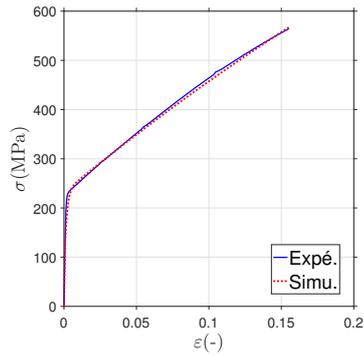
1. La première est effectuée avec un algorithme génétique pour explorer l'espace des paramètres.
2. La seconde en utilisant le lanceur *Global Search* et un algorithme de descente en gradient sur plusieurs points de départ. Ce "lanceur" utilise la valeur de la fonction objectif du point initial pour générer des points sur lesquels sont lancés des algorithmes de descente en gradient. Le principe est abordé un peu plus en détail en annexe A.5 (page 216).
3. La troisième est réalisée avec un algorithme *Pattern Search* pour identifier le jeu de paramètres final retenu en utilisant le jeu de paramètre identifié par l'optimi-

sation numéro 2 comme point de départ. Ce type d'algorithme est rapidement décrit en annexe A.5 (page 216). Le principe est de sonder les alentours du point actuel pour évaluer s'il n'y a pas un jeu de paramètres aux alentours présentant une fonction objectif plus faible.

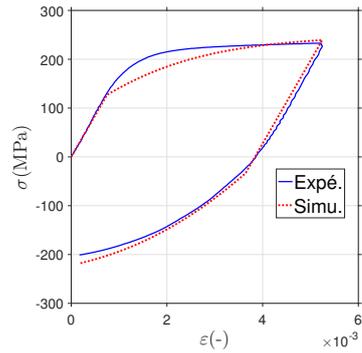
Les données et les résultats de ces trois optimisations sont disponibles dans le tableau III.9 et les courbes contrainte-déformation des réponses expérimentale et simulée aux figures : III.25 (optimisation 1), III.26 (optimisation 2) et III.27 (optimisation 3).

On peut remarquer que les paramètres identifiés par l'algorithme génétique étaient déjà très proche des valeurs identifiées par les algorithmes de descente. L'algorithme génétique présente donc des performances certaines pour résoudre ce problème d'optimisation.

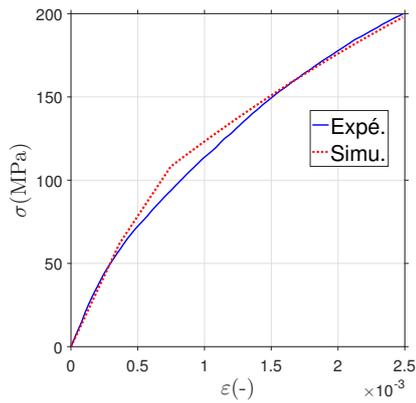
Les paramètres identifiés permettent de calculer des réponses satisfaisantes aux essais utilisés pendant l'identification. On remarque que la saturation de l'évolution de l'écrouissage sur le cycle du monel est bien représentée tout en respectant l'allure à forte déformation. Les essais sur brin complet sont simulés de manière satisfaisante. On peut constater une légère erreur sur la limite d'élasticité pour l'essai monotone sur brin complet. On remarque toutefois que la réponse pour l'essai cyclique est légèrement sous-estimée, l'identification a donc été réalisée au mieux pour les différents essais implémentés.



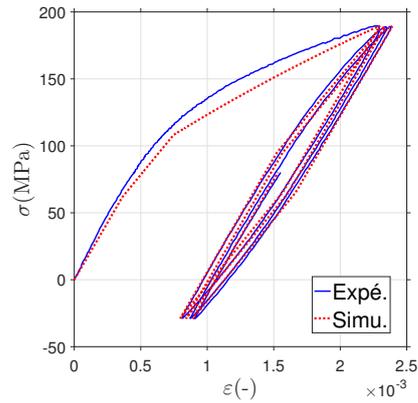
(a) Traction monotone sur monel.



(b) Traction-compression sur monel.

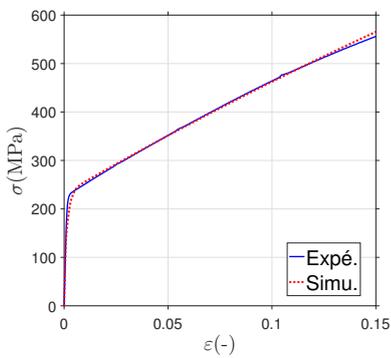


(c) Traction monotone brin complet.

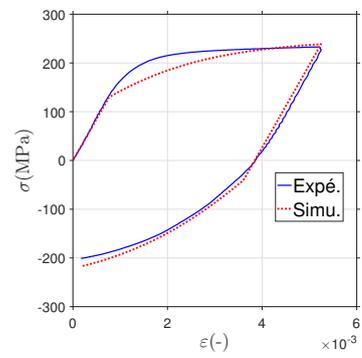


(d) Cyclique brin complet.

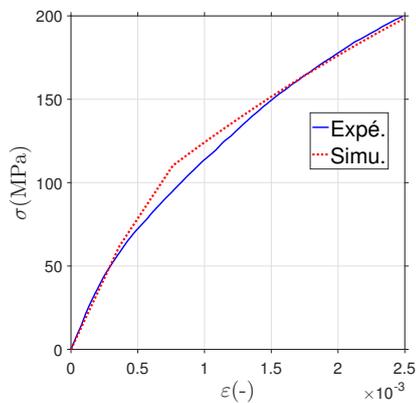
FIGURE III.25 – Courbes  $\sigma - \varepsilon$  expérimentales et simulées de l'optimisation 1.



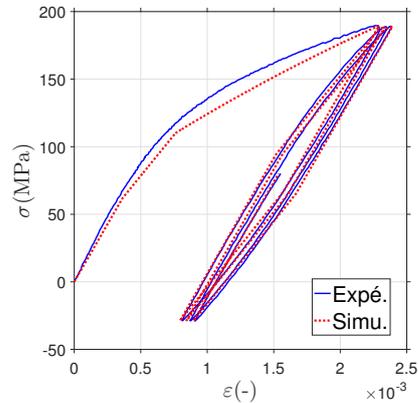
(a) Traction monotone sur monel.



(b) Traction-compression sur monel.



(c) Traction monotone brin complet.



(d) Cyclique brin complet.

FIGURE III.26 – Courbes  $\sigma - \varepsilon$  expérimentales et simulées de l'optimisation 2.

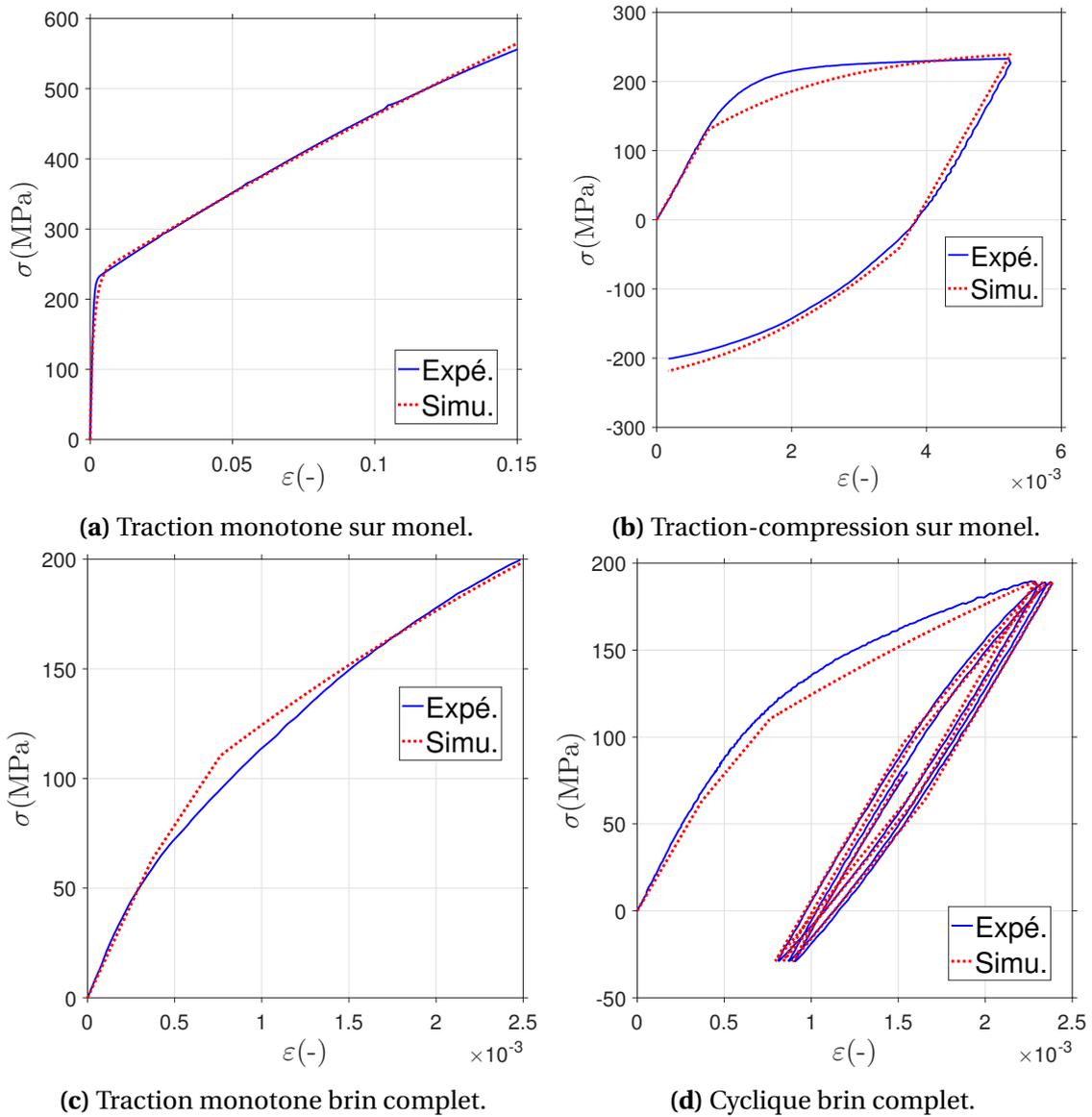


FIGURE III.27 – Courbes  $\sigma$ – $\varepsilon$  des réponses expérimentales et simulées de l’optimisation macro numéro 3 correspondant au jeu de paramètres final (*Pattern Search*).

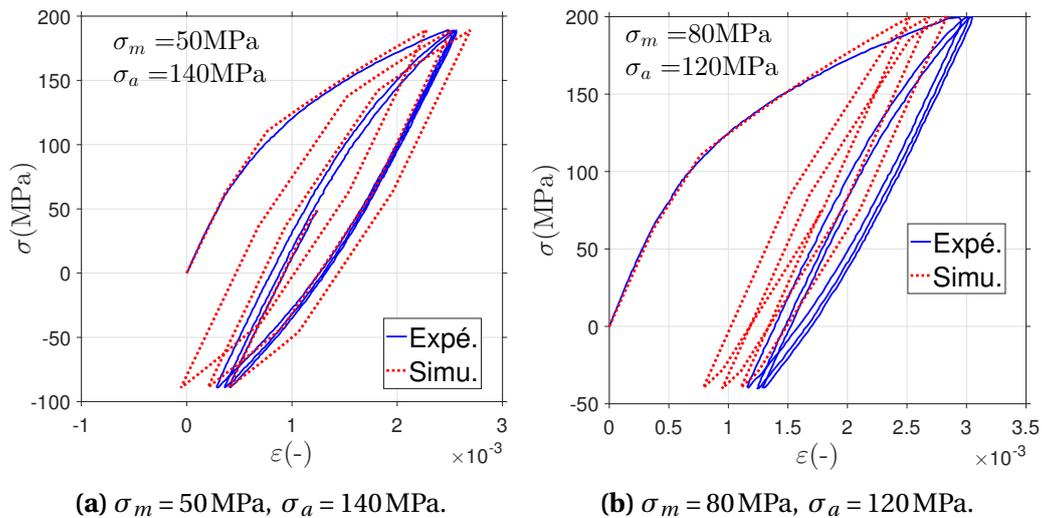
TABLEAU III.9 – Données des optimisations sur brin complet.

Étape d'optimisation	1	2	3		
Essais avec pondérations	Cyclique brin complet (0.5) Traction brin complet (0.2) Cyclique monel (0.2) Traction monel (0.1)				
Algorithme	Génétique	Descente en gradient ( <i>Global Search</i> )	<i>Pattern Search</i>		
Paramètres	$Re_m$	68 [40;80]	75 [40;80]	74 [40;80]	
		75	74	75	
		233 [200;2000]	322 [200;2000]	322.2 [200;2000]	
	$C_m/\gamma_m$	322	322.2	312	
		591 [10;600]	170 [10;600]	168.6 [10;600]	
	$\gamma_m$	170	168.6	168.6	
	Valeur initiale	$Re_c$	119.3	127	129.7
			[110;145]	[110;145]	[110;145]
	Intervalle	$Q_c$	1330.2 [100;5000]	1481 [100;5000]	1596 [500;3500]
			1481	1596	1610.8
Résultat	$b_c$	2 [0.01;10]	1.67 [0.01;10]	1.58 [0.1;10]	
		1.67	1.58	1.56	
Couronne	$C_c/\gamma_c$	107 [100;500]	108 [100;500]	104.9 [100;500]	
		108	104.9	105	
	$\gamma_c$	1240.4 [10;3000]	791 [10;3000]	760.2 [10;3000]	
		791	760.2	776.8	

**Validation du modèle.**

Les essais ayant servis à l'identification sont utilisés pour évaluer les prédictions du modèle mais ce n'est pas suffisant pour le valider. Il est nécessaire d'évaluer les performances du modèle sur des essais n'ayant pas servi à l'identification et sollicitant le modèle dans d'autres situations que les essais de l'identification. Les essais cycliques présentés dans le chapitre II sont utilisés :

- un essai à  $\sigma_m = 50 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_a = 140 \text{ MPa}$  et,
- un essai à  $\sigma_m = 80 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$ .



**FIGURE III.28** – Courbes  $\sigma - \varepsilon$  des réponses expérimentales et simulées des deux essais cycliques (3 cycles) de validation simulée avec le jeu de paramètres de l'optimisation n°3.

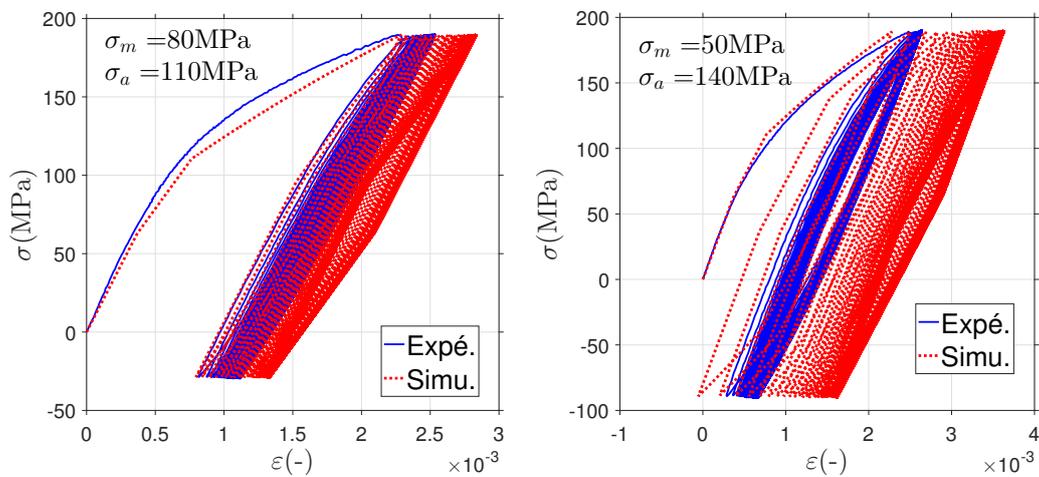
La validation du modèle est réalisée en considérant l'allure des courbes simulées et les performances de prédiction du comportement cyclique du modèle.

**Allures des courbes** Si l'on considère la première partie des courbes, c'est-à-dire la partie monotone, le modèle prédit assez bien le comportement du brin. On remarque toutefois que la valeur de déformation atteinte par la simulation pour un niveau de contrainte donné est inférieure à la valeur expérimentale passé les 0,2 % de déformation. Pour l'essai à  $\sigma_m = 80 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$ , on peut constater que le modèle n'est pas assez écroui au moment de la décharge. Les essais cycliques sont pilotés en contrainte (voir chapitre II, page 90) et comme le modèle "n'écrouit pas assez", une fois que la contrainte à laquelle la décharge survient est atteinte, le modèle sous-estime la déformation, induisant d'une erreur constante par la suite sur tous les cycles.

**Prédictions cycliques** Les données pertinentes à analyser lorsque l'on étudie un essai cyclique piloté en contrainte sont la déformation moyenne et l'amplitude de déformation à plus grand nombre de cycles. Comme décrit dans le chapitre II, le brin

MgB<sub>2</sub> présente sous chargement cyclique une accumulation de déformation plastique, ou rochet. Pour analyser les performances cycliques du modèle avec le jeu de paramètres identifié et mettre en évidence la vitesse et le niveau de rochet, l'évolution de la déformation moyenne et l'amplitude de déformation en fonction du nombre de cycles sont analysées.

L'essai cyclique d'identification ( $\sigma_m = 80$  MPa,  $\sigma_a = 110$  MPa) et un des essais cycliques de validation ( $\sigma_m = 50$  MPa,  $\sigma_a = 140$  MPa) sont simulés à 150 cycles. Les courbes de contrainte-déformation sur ces 150 cycles sont disponibles figure III.29. On peut remarquer sur cette courbe que le comportement cyclique est largement surestimé.



(a) Essai cyclique utilisé pour l'identification  $\sigma_m = 80$  MPa,  $\sigma_a = 110$  MPa. (b) Essai cyclique utilisé pour la validation  $\sigma_m = 50$  MPa,  $\sigma_a = 140$  MPa.

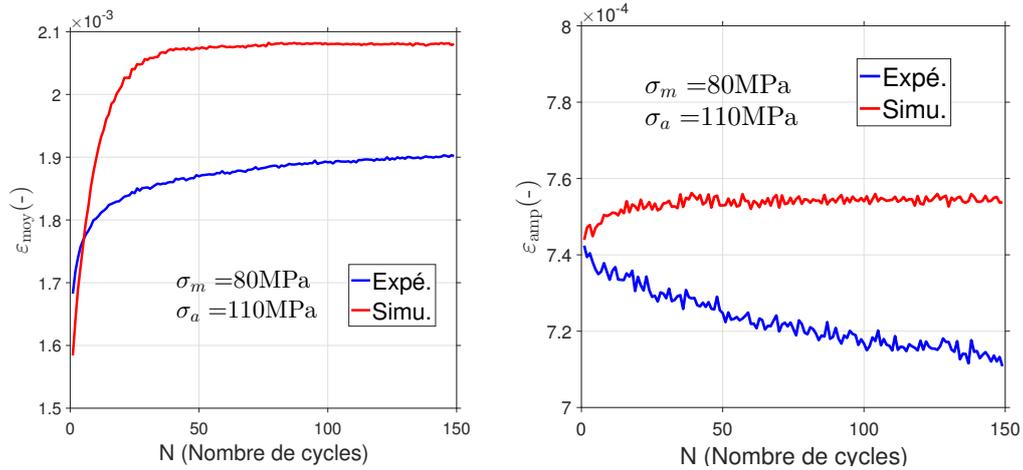
**FIGURE III.29** – Courbes  $\sigma - \varepsilon$  des réponses expérimentales et simulées des essais cycliques sur 150 cycles.

La figure III.30 présentent les résultats pour l'essai cyclique utilisé pour l'identification et la figure III.31 pour l'essai de validation simulés à 150 cycles.

L'essai d'identification est relativement bien simulé. À 150 cycles, l'erreur sur la déformation moyenne calculée est inférieure à 10 % et est d'environ 6 % sur l'amplitude de déformation.

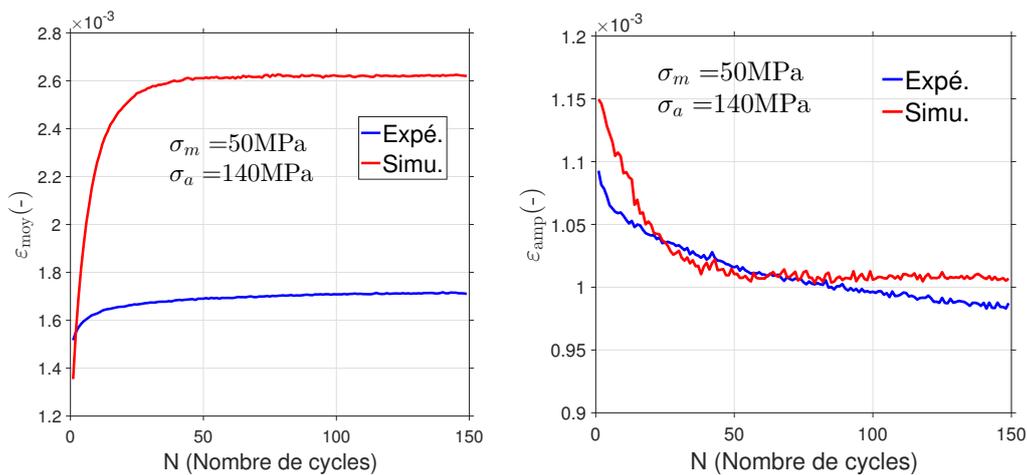
Sur l'essai indépendant, il y a cependant 50 % d'erreur sur la déformation moyenne et environ 2 % d'erreur sur l'amplitude de déformation.

On remarque pour les deux essais que la déformation moyenne expérimentale tend à se stabiliser. Pour l'essai de validation, on voit que la vitesse de la déformation moyenne tend vers zéro, tout comme le modèle. Cette asymptote est toutefois atteinte rapidement pour l'essai, la réponse du modèle présentant une évolution beaucoup plus lente et à un niveau de saturation trop élevé. Pour l'essai d'identification, on a constaté dans le chapitre II que la vitesse du rochet est stabilisée à 300 cycles. Elle semble encore évoluer à 150 cycles alors que celle prédite par le modèle stabilise dès les 50 premiers cycles.



(a) Déformation moyenne en fonction du nombre de cycles. (b) Amplitude de déformation en fonction du nombre de cycles.

FIGURE III.30 – Évaluation des performances cycliques pour l’essai utilisé pour l’identification  $\sigma_m = 80 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_a = 110 \text{ MPa}$ .



(a) Déformation moyenne en fonction du nombre de cycles. (b) Amplitude de déformation en fonction du nombre de cycles.

FIGURE III.31 – Évaluation des performances cycliques pour l’essai utilisé pour la validation  $\sigma_m = 50 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_a = 140 \text{ MPa}$ .

Le modèle prédit un rochet constant par cycle. Cela mène à une surestimation de la déformation avec les cycles, ce qui est normal vu la formulation du modèle. La prédiction du niveau de rochet est donc relativement bien prédite pour l’état actuel du modèle

De plus, les performances du modèle sont très limitées par la dispersion inhérente à la structure du brin. Comme décrit dans le chapitre II (partie II.3.3, figure II.28, page 84), une grande dispersion est constatée sur les résultats du brin  $\text{MgB}_2$ . Cette dispersion est due à la structure du brin et plus particulièrement par le process de fabrication de la poudre de  $\text{MgB}_2$ . Il est donc normal que le modèle ne puisse prédire

correctement le comportement d'essais présentant à l'origine une large dispersion.

#### **c Bilan de la modélisation du MgB<sub>2</sub>**

Outre les performances limitées du modèle, une démarche complète d'identification a été réalisée pour le brin MgB<sub>2</sub>. Des essais à plusieurs échelles ont été utilisés, permettant une identification structurée des paramètres des lois d'érouissages.

Le modèle ne se limite pas seulement à reproduire l'allure de la courbe de contrainte-déformation, mais prédit l'évolution des variables internes. Nous avons vu qu'il y a actuellement une sous-estimation de la contrainte sur les essais de validation. Une première amélioration peut être réalisée en ajoutant un ou plusieurs érouissage cinématiques en plus pour décrire de manière plus optimale l'érouissage des différents matériaux.

Si le modèle est utilisé sous sollicitation cyclique, il permet d'obtenir une première réponse mais des améliorations sont nécessaires pour reproduire les observations expérimentales. Les améliorations possibles visent à limiter l'activité du terme de rappel dans l'expression de l'érouissage cinématique [Ohno et Wang, 1993], [Geyer, 1995], [Bari et Hassan, 2000], [Rahman *et al.*, 2008].

La stratégie d'identification développée et l'évaluation des ordres de grandeurs des paramètres d'un brin supraconducteur basé sur le MgB<sub>2</sub> avec matrice de nickel et couronne de monel va permettre de réaliser rapidement des modèles de comportement des différentes structures de brin pour l'amélioration des performances des câbles de transport d'énergie.

### III.3.2 Identification du comportement du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT

#### a Modélisation du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT

##### Rappel de la structure

Le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT a été décrit au chapitre I (page 28). La figure III.32 rappelle sa structure avec une coupe transversale du brin complet.

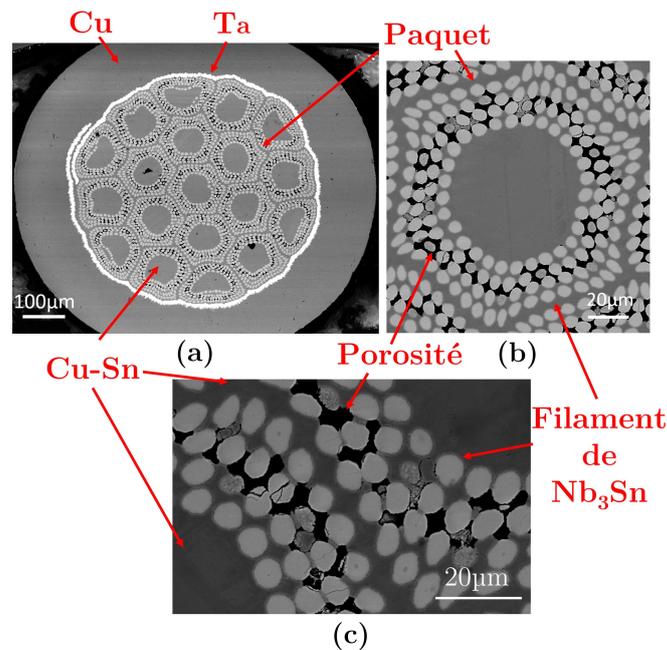


FIGURE III.32 – Rappel de la structure du brin IT à partir d’observations MEB d’une coupe transversale du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT (a) complet, (b) zoom sur un paquet de filaments et (c) zoom sur des filaments.

##### Mesure des fractions volumiques

De la même manière que pour le MgB<sub>2</sub>, il faut évaluer les fractions volumiques des différents composants pour construire la représentation du brin. Des observations au microscope optique de deux coupes transverses de l’IT ont été analysées sous ImageJ par différentes étapes de seuillages et de binarisation.

L’aire de la couronne de cuivre et de la barrière de tantale ont pu être mesurées directement. Il n’a pas été possible d’isoler précisément les autres composants. Toutefois, en jouant sur les différents paramètres de brillance, de contraste et de seuillage, nous avons pu évaluer l’aire de certains ensembles (par exemple : {Nb<sub>3</sub>Sn, Ta}, {Nb<sub>3</sub>Sn, porosités}, {Nb<sub>3</sub>Sn, porosités, Ta}, etc.). À partir de ces mesures, nous avons donc été capable de calculer la fraction volumique de porosité, de filaments de Nb<sub>3</sub>Sn et de CuSn en recoupant les différentes données des ensembles.

Le tableau III.10 présente les fractions volumiques des différents composants. L’écart-type de la fraction volumique correspond aux incertitudes de mesure et à la dispersion liée à la structure.

**TABLEAU III.10** – Fractions volumiques des différents composants du Nb<sub>3</sub>Sn-IT.

	$f\nu$	Écart-type( $f\nu$ )
Cuivre	0.5	$7 \times 10^{-3}$
Tantale	0.046	$2 \times 10^{-3}$
CuSn	0.168	$6 \times 10^{-3}$
Nb <sub>3</sub> Sn	0.232	$8 \times 10^{-3}$
Porosités	0.054	$11 \times 10^{-3}$

### Définition de la représentation

La définition d'une représentation simplifiée de la structure du brin est basée sur les résultats des essais de nano-indentation et de fraction volumique. Pour cela, ils sont rappelés dans le tableau III.11.

**TABLEAU III.11** – Résumé des propriétés locales et des fractions volumiques des composants du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT

(a) Propriétés locales			(b) Fractions volumiques	
	$E$ (GPa)	$H$ (GPa)		$f\nu$
Cu Couronne	135	1.5	Cuivre	0.5
CuSn cœur paquet	110	1.8	Ta	0.046
CuSn entre paquets	128	2.5	CuSn	0.168
CuSn entre filaments	130	2.5	{Nb <sub>3</sub> Sn;Nb}	0.232
Barrière de Tantale	183	2.8	Porosités	0.054
Nb <sub>3</sub> Sn	182	13.7		
Nb cœur filaments NR	152	5.3		

La microstructure et les résultats relatifs au cuivre amènent directement à le considérer comme composant unique du set couronne avec  $f\nu_c = f\nu_{Cuivre} = 0.5$ . Le comportement de la couronne est élasto-plastique.

La nano-dureté et le module d'élasticité mesurés pour le tantale montrent un comportement différent des autres matériaux du brin. Les résultats de la littérature sur le tantale reflètent de plus un écrouissage important [Mitchell, 2005a], [Colas, 2013]. Il ne peut donc pas être défini dans un des sets de la représentation générale. Un nouveau set est créé pour le prendre en compte indépendamment. Ce set est appelé barrière avec une fraction volumique :  $f\nu_b = f\nu_{Tantale} = 0.046$  (b désignant la barrière) et défini avec un comportement élasto-plastique.

Intéressons-nous maintenant au composé CuSn. Les mesures de nano-indentation

nous ont permis d'accéder à trois zones différentes : celle au cœur des paquets de filaments, celle entre les paquets et celle entre les filaments. Le module d'élasticité du CuSn présent au cœur des paquets est différent et inférieur à celui des autres zones. Il faudrait le considérer dans un set indépendant. Cependant, mesurer l'aire de ces zones séparément pour l'évaluation de la fraction volumique n'est pas possible. Avec en plus un objectif de modélisation et de représentation simplifiée, il n'est pas utile de considérer le CuSn dans deux sets distincts. Le CuSn est donc considéré comme homogène dans le brin et compose le set matrice. La fraction volumique de la matrice est égale à la fraction volumique de CuSn telle que :  $fv_m = fv_{CuSn} = 0.168$ . Le comportement de la matrice est défini comme élasto-plastique.

Les filaments Nb<sub>3</sub>Sn sont considérés seuls dans le set filaments. Le niobium résiduel au cœur de certains filaments est négligé dans un souci de simplification. Aucune différence n'est donc faite entre filaments Nb<sub>3</sub>Sn réagis entièrement ou non. Le set filaments est donc composé du Nb<sub>3</sub>Sn avec  $fv_f = fv_{Nb_3Sn} = 0.232$ . Le Nb<sub>3</sub>Sn est considéré comme élastique.

Sur les micrographies présentées au chapitre I et rappelées au début de cette section, nous avons pu remarquer de nombreuses porosités situées entre les filaments dans les paquets. Elles ne sont pas négligeables et ont un impact sur le comportement mécanique. Les porosités doivent donc être prises en compte dans le modèle. Un set porosité est donc défini en plus avec une fraction volumique :  $fv_p = fv_{Porosités} = 0.054$ .

Les composants du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT sont donc répartis dans cinq sets, avec une fraction volumique associée. Le tableau III.12 résume les choix de représentation du brin.

TABLEAU III.12 – Résumé des propriétés de la représentation du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT.

Set	$fv$	Composants
Couronne	0.5	Cuivre
Barrière	0.046	Tantale
Matrice	0.168	CuSn
Filaments	0.232	Nb <sub>3</sub> Sn
Porosités	0.054	-

## Modèle de comportement

**Distribution de la contrainte et de la déformation dans le brin** Les équations III.2 et III.3 définissant la distribution de la contrainte et la déformation dans la représen-

tation générale sont appliquées à la représentation du brin IT et donnent :

$$\begin{aligned}\sigma_{brin Nb_3Sn} &= f\nu_c\sigma_c + f\nu_m\sigma_m + f\nu_f\sigma_f + f\nu_b\sigma_b (+f\nu_p\sigma_p \text{ avec } \sigma_p = 0) \\ \varepsilon_{brin Nb_3Sn} &= \varepsilon_c = \varepsilon_m = \varepsilon_f = \varepsilon_b\end{aligned}\quad (III.22)$$

où  $c$  désigne la couronne,  $m$  la matrice,  $f$  le set filaments,  $b$  la barrière et  $p$  les porosités.

L'impact des porosités est pris en compte dans l'équation de la contrainte dans le brin. Elles peuvent être considérées comme ayant un module d'élasticité nul, entraînant une contrainte nulle associée à une fraction volumique non nulle telle que :  $f\nu_c + f\nu_b + f\nu_m + f\nu_f + f\nu_p = 1$ .

## b Identification des paramètres

### Stratégie d'identification

La stratégie globale d'identification a été présentée dans la section III.2. Les propriétés et les paramètres du modèle sont :

- Couronne :  $f\nu_c/E_c/\sigma_{yc}/b_c/Q_c/C_c/\gamma_c$ ,
- Barrière :  $f\nu_b/E_b/\sigma_{yb}/b_b/Q_b/C_b/\gamma_b$ ,
- Matrice :  $f\nu_m/E_m/\sigma_{ym}/b_m/Q_m/C_m/\gamma_m$ ,
- Filaments :  $f\nu_f/E_f$ .

Les essais disponibles pour identifier les paramètres des différents sets sont : les essais de nano-indentation pour définir les propriétés élastiques des sets, des essais sur brin interfilamentaire ainsi que des essais sur brin complet.

Une optimisation sur un essai brin interfilamentaire nous permet d'accéder aux paramètres de la matrice et de la barrière, les filaments étant élastiques. Cependant, une optimisation mettant en jeu l'ensemble des paramètres des deux sets n'assure pas d'identifier des valeurs représentant les matériaux. Nous nous sommes appuyés sur des résultats de la littérature afin d'orienter l'identification des paramètres pour le tantale. Nous avons sélectionné des données provenant d'essais de traction-compression cyclique de [Colas, 2013] à un niveau de déformation proche de celui recherché pour le modèle. En revanche, la phase CuSn présente certaines hétérogénéités et sa composition n'a pas été caractérisée (la teneur de Sn en particulier est inconnue), il n'a donc pas été possible de trouver des données équivalentes dans la littérature. Les paramètres de la phase CuSn sont identifiés avec l'essai brin interfilamentaire, les paramètres du tantale étant orientés par les essais de la littérature. Les données expérimentales nous permettent d'obtenir des premières valeurs et des ordres de grandeurs pour les paramètres de la matrice et la barrière.

Un essai brin complet permet quant à lui l'accès aux paramètres de la couronne de cuivre, une fois qu'un premier jeu de paramètres de la matrice et de la barrière a été identifié.

### Définition des propriétés des sets

Les fractions volumiques ont déjà été définies précédemment. Discutons des paramètres restants pour les différents sets.

**Couronne** La couronne se compose exclusivement de cuivre et le module d'élasticité mesuré par nano-indentation est en accord avec les valeurs de la littérature. Nous choisissons donc de définir :  $E_c = E_{\text{cuivre}} = 135$  GPa.

**Barrière** De la même manière, la barrière est composée de tantale et la valeur du module d'élasticité mesuré par nano-indentation est en adéquation avec la littérature :  $E_b = E_{\text{tantale}} = 183$  GPa.

**Matrice** La littérature indique un module d'élasticité compris entre 121 GPa et 125 GPa. Nous avons choisi de définir le module d'élasticité de la matrice comme la moyenne des modules d'élasticité mesurés par nano-indentation pour la phase CuSn de l'IT :  $E_m = E_{\text{CuSn}} = 123$  GPa.

**Filaments** Nous avons vu au chapitre II (page 106) que le module d'élasticité mesuré par nano-indentation est nettement supérieur aux valeurs de la littérature. Pour rappel, le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn est généralement compris entre 124 GPa et 165 GPa à l'exception d'une valeur peu utilisée de 179 GPa, la valeur supérieure étant usuellement reconnue comme 165 GPa.

Vu les différences avec la littérature, il est nécessaire de vérifier la compatibilité d'un module d'élasticité de 182 GPa pour le set filaments avec les données expérimentales. Les modules d'élasticité du brin complet et du brin interfilamentaire peuvent être calculés par une loi des mélanges appliquée aux deux échelles à partir des différentes données dont nous disposons :

$$E_{bc} = f\nu_f E_f + f\nu_m E_m + f\nu_b E_b + f\nu_c E_c \quad (\text{III.23})$$

$$E_{bi} = \frac{f\nu_f}{f\nu_f + f\nu_m + f\nu_b} E_f + \frac{f\nu_m}{f\nu_f + f\nu_m + f\nu_b} E_m + \frac{f\nu_b}{f\nu_f + f\nu_m + f\nu_b} E_b \quad (\text{III.24})$$

On obtient :  $E_{bc} = 139$  GPa et  $E_{bi} = 143$  GPa avec  $E_f = 182$  GPa. Nous avons reporté dans le chapitre II (tableau II.3, page 85) les valeurs mesurées expérimentalement :  $E_{bc\text{exp}} = 132$  GPa et  $E_{bi\text{exp}} = 123$  GPa. On constate que les modules d'élasticité expérimentaux sont plus faibles que ceux calculés par loi des mélanges et que  $E_{bc\text{exp}} > E_{bi\text{exp}}$  alors que l'inverse est calculé.

Il y a une incompatibilité entre les données définies et les valeurs expérimentales. Afin d'obtenir des résultats satisfaisants, il est nécessaire de diminuer les modules d'élasticité calculés au niveau du brin. En considérant que les modules d'élasticité des

différents sets sont corrects, on peut faire l'hypothèse que le brin est endommagé très rapidement et que des fissures voire des ruptures complètes de filaments surviennent. Cela peut se traduire simplement dans le modèle en augmentant la fraction volumique de porosités et en diminuant la fraction volumique de filaments. Pour obtenir des valeurs en adéquation avec les modules d'élasticité expérimentaux, la fraction volumique de porosités devrait être augmentée de 5 %.

Cette augmentation représente une diminution de la fraction volumique de Nb<sub>3</sub>Sn de 23,2 % à 18,2 %, soit une perte totale de près de 22 % de filaments dès le début de l'essai. Une telle perte de filaments n'est pas compatible avec les performances électriques des brins supraconducteurs ni avec les observations réalisées après un essai de traction interrompu à 0,2 % de déformation (présentées partie IV.3.2, page 199). Cette hypothèse n'est donc pas valable.

Il faut donc définir un module d'élasticité autre que celui mesuré par nano-indentation mais pertinent pour le Nb<sub>3</sub>Sn. Les valeurs de la littérature sont très variées, leur incertitude ne permet pas un choix à priori du module  $E_f$ .

Afin d'obtenir un module d'élasticité du set filament en accord avec les données expérimentales et la littérature,  $E_f$  est intégré à certaines étapes de l'identification.  $E_f$  sera tout d'abord identifié en même temps que les paramètres de la matrice et de la barrière lors de l'identification à l'échelle mésoscopique (essais brin interfilamentaire et tantale). Cela permettra d'obtenir une valeur optimisée du module d'élasticité du set filament correspondant au brin interfilamentaire.  $E_f$  sera ensuite identifié à l'échelle macroscopique en utilisant un essai sur brin complet indépendamment de l'essai sur brin interfilamentaire. Une fois déterminé, le module d'élasticité du set filament sera fixé pour identifier correctement les paramètres des lois d'érouissages des différents sets.

À ce stade, nous avons donc défini les paramètres  $f\nu_f$ ,  $f\nu_m$ ,  $f\nu_b$ ,  $f\nu_c$ ,  $E_m$ ,  $E_b$  et  $E_c$  sans optimisation, ces paramètres sont fixés. Il s'agit maintenant d'identifier les paramètres restants par identification inverse.

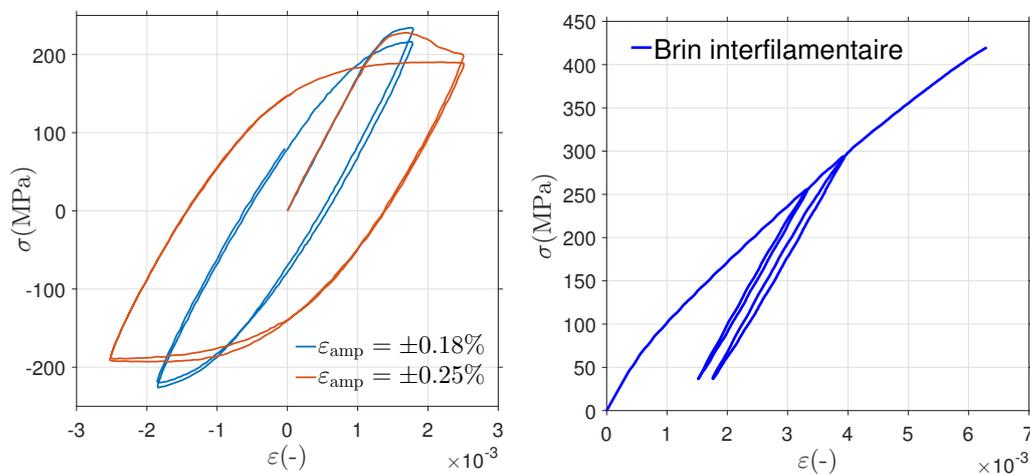
### Identification à l'échelle mésoscopique

L'identification à l'échelle mésoscopique a pour objectif d'identifier le module d'élasticité du set filament et d'obtenir un ordre de grandeur et une première valeur pour les paramètres de la matrice et de la barrière.

L'essai sur brin interfilamentaire utilisé pour l'identification est présenté figure III.33b. Il a été réalisé selon le protocole décrit chapitre II.3 (page 72) en utilisant le dispositif d'essais SCUTT.

Comme abordé dans la description de la stratégie d'identification pour l'IT, nous

avons besoin de plus de données que seulement un essai sur brin interfilamentaire. Deux essais de traction-compression cyclique sur le tantale extraits de Colas [2013] ont été utilisés pour l'identification. Les essais sont réalisés à des amplitudes de déformation imposées de  $\pm 0,18\%$  et  $\pm 0,25\%$  à une vitesse de déformation de  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Ces essais sont présentés figure III.33a. Seuls les deux premiers cycles ont été utilisé pour l'identification. On peut constater un adoucissement sur la courbe à  $\pm 0,25\%$  pouvant affecter le processus d'optimisation. Pour cette raison, la portion comprise entre la fin du domaine d'élasticité et le moment du changement de direction du 1<sup>er</sup> cycle est exclue du processus d'optimisation (erreur entre simulation et expérimental non comprise dans le calcul de la fonction objectif).



(a) Essais de traction-compression cyclique sur du tantale réalisés à  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , extrait de [Colas, 2013]. (b) Essais de traction avec décharge réalisé sur brin interfilamentaire.

**FIGURE III.33** – Essais utilisés dans l'identification à l'échelle mésoscopique.

La valeur des écrouissages isotrope et cinématique a été évaluée de la même manière que pour le brin  $\text{MgB}_2$  (exemple figure III.16c, page 144) suivant la méthode présentée dans la section III.2.2 (partie c, page 134). Cette évaluation a montré un écrouissage isotrope nul pour le tantale et le brin interfilamentaire. Seul un écrouissage cinématique sera alors pris en compte pour ces deux matériaux.

Les paramètres à identifier lors des optimisations à l'échelle mésoscopique sont donc :

- Barrière :  $\sigma_{yb}/C_b/\gamma_b$ ,
- Matrice :  $\sigma_{ym}/C_m/\gamma_m$ ,
- Filaments :  $E_f$ .

L'identification à l'échelle mésoscopique n'a pas besoin d'être réalisée séparément sur les différents essais dans la mesure où il n'y a qu'un écrouissage à identifier pour les différents sets. Identifier sur les trois essais dans une même procédure d'optimisation

permet également de prendre en compte les essais sur le tantale dans l'identification des paramètres du brin interfilamentaire et inversement.

Une seule optimisation est lancée sur les trois essais avec un algorithme génétique afin de balayer un grand nombre de paramètres.

La valeur de l'écroissage cinématique évaluée sur les décharges des essais tantale (160 MPa et 190 MPa) permet de définir un ordre de grandeur de l'intervalle d'optimisation pour la saturation de l'écroissage cinématique (qui correspond à  $C_b/\gamma_b$ ). L'intervalle d'optimisation de la vitesse d'écroissage est défini de manière large, n'ayant pas davantage d'information.

Les bornes des intervalles des paramètres de l'écroissage cinématique de la matrice (CuSn) sont définies d'après les données disponibles dans la littérature ([[Mitchell, 2005a](#)], [[Bauer et al., 2007](#)] et [[Bajas, 2011](#)]).

Les limites d'élasticité sont bornées par les valeurs de la littérature et une contrainte sur l'algorithme d'optimisation est implémentée dans la procédure afin de respecter les résultats de nano-dureté mesurées lors des essais de nano-indentation. À savoir :  $H_{CuSn} < H_{Ta}$  ce qui implique  $\sigma_{ym} < \sigma_{yb}$ .

Les données de cette optimisation sont présentées dans la colonne optimisation mésoscopique du tableau [B.1](#) de l'annexe [B](#) (page [220](#)). Les courbes contrainte-déformation des réponses expérimentales et des réponses du modèle calculées à partir du jeu de paramètres identifié sont présentées figure [III.34](#).

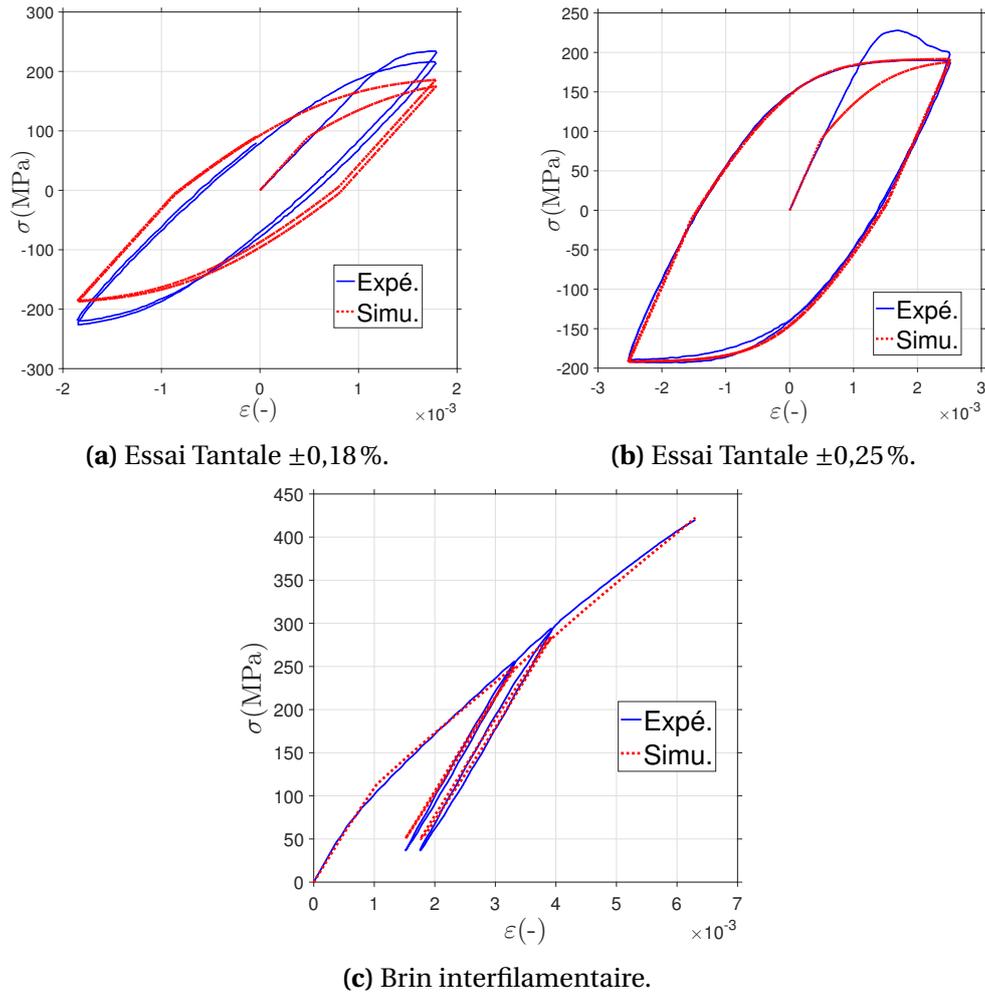
Le module d'élasticité du set filament a été identifié comme étant 125 GPa. Cette valeur correspond au module d'élasticité optimisé pour l'essai brin interfilamentaire.

Les premières valeurs identifiées permettent de calculer une réponse intéressante des différents essais au niveau mésoscopique. On constate cependant que le modèle identifié du tantale approche plus l'essai à  $\pm 0,25\%$  qu'à  $\pm 0,18\%$ , ce qui n'est pas pertinent dans la mesure où on ne simule pas l'adoucissement. La pondération sur l'essai à  $\pm 0,18\%$  est donc augmentée par rapport à l'essai à  $\pm 0,25\%$  pour la suite du processus d'optimisation.

### Identification à l'échelle macroscopique

L'identification à l'échelle macroscopique se déroule en deux étapes. La première inclue une identification du module d'élasticité du filament à partir d'un essai sur brin complet. Une fois que le module d'élasticité est identifié et défini pour les deux échelles (brins complet et interfilamentaire), une série d'optimisations est lancée en utilisant tous les essais afin d'identifier un jeu de paramètres respectant au mieux toutes les données disponibles.

L'essai sur brin complet utilisé est présenté figure [III.35](#). Il a été obtenu suivant le protocole défini dans le chapitre II avec le dispositif d'essais SCUTT. L'évaluation des



**FIGURE III.34** – Réponses expérimentales et simulées des essais utilisés lors de l'identification à l'échelle mésoscopique pour l'IT.

écrouissages sur les décharges de cet essai a montré que le brin complet ne présente pas d'écrouissage isotrope à ce niveau de sollicitation. Les sets barrière et matrice n'étant modélisés que par un écrouissage cinématique (discuté dans la partie précédente), la couronne de cuivre n'est modélisée qu'avec un écrouissage cinématique.

**Identification de  $E_f$  et d'une valeur initiale des paramètres.** Comme pour l'identification à l'échelle mésoscopique, une optimisation avec un algorithme génétique est lancée en utilisant l'essai brin complet et les essais sur le tantale (pour orienter l'identification des paramètres de la barrière). Cette optimisation permet d'identifier le module d'élasticité du set filaments optimisé pour l'essai brin complet et également une première valeur pour les différents paramètres de la couronne.

Les données de cette optimisation sont présentées dans la colonne optimisation macroscopique du tableau B.1 de l'annexe B (page 220).

Le module d'élasticité du set filaments identifié par l'optimisation macroscopique est de 125 GPa. Cette valeur est identique à celle identifiée lors de l'optimisation mé-

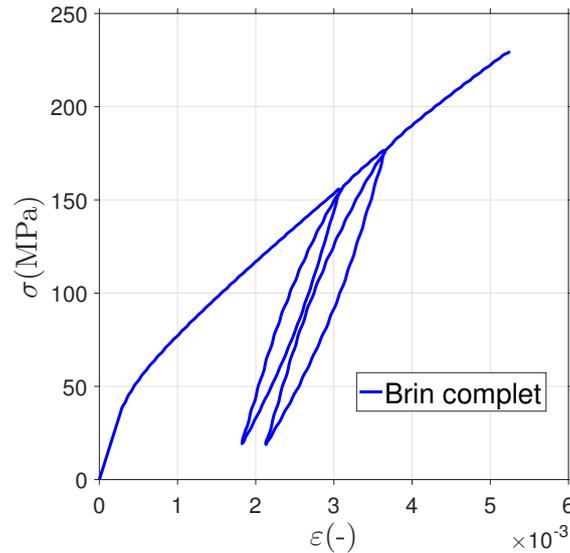


FIGURE III.35 – Essais de traction avec décharges réalisés sur brin complet utilisé pour l'identification.

soscopique. Trouver une valeur identique pour le brin complet et le brin interfilamentaire est physiquement logique. En effet, contrairement au brin  $\text{MgB}_2$ , la dissolution de la couronne n'amène pas de changement dans les propriétés mécaniques des filaments supraconducteurs, la phase de  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  n'étant pas poreuse et le set filaments de l'IT ne contenant pas de porosité. Le module d'élasticité du  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  entre le brin interfilamentaire et le brin complet est donc logiquement le même.

Ce résultat correspond également à la valeur de la littérature mesurée par [Hojo *et al.*, 2006] et [Dylla *et al.*, 2016] et discuté dans le chapitre II. Le module d'élasticité du set filaments est donc défini et fixé à 125 GPa pour la suite de l'identification.

**Identification des paramètres restants** Les optimisations précédentes ont permis de fixer le module d'élasticité du set filaments et d'obtenir un ordre de grandeur et des premières valeurs pour les différents paramètres.

De la même manière que pour le brin  $\text{MgB}_2$ , plusieurs optimisations successives sont lancées en utilisant plusieurs algorithmes différents afin de brasser le plus grand nombre de paramètres et de trouver le minimum global physiquement représentatif. Les paramètres fixes des optimisations étant identiques entre les différents essais utilisés, les optimisations peuvent donc être réalisées en utilisant les essais sur brins complet, sur brin interfilamentaire ainsi que les essais sur le tantale.

Le détail de ces optimisations est disponible dans le tableau B.2 de l'annexe B (page 221).

Le jeu de paramètres retenu à l'issue de l'identification macroscopique est donné dans le tableau III.13 et les courbes contrainte-déformation expérimentales et simu-

lées des essais d'identification sont tracées figure III.36.

TABLEAU III.13 – Paramètres du modèle du brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT.

Paramètre	Couronne	Barrière	Matrice	Filaments
$f\nu$	0.5	0.046	0.168	0.232
$E$	135	183	123	125
$\sigma_y$	60	104	101	-
$C/\gamma$	154	150	159	-
$\gamma$	30	2014	39	-

La simulation de l'essai tantale à  $\pm 0,18\%$  présente une allure satisfaisante. L'essai à  $\pm 0,25\%$  nous permet de prendre en compte l'augmentation du niveau d'écroutissage avec l'augmentation de l'amplitude de déformation tout en ne considérant pas l'adoucissement. Le modèle sous-estime l'écroutissage atteint pour l'essai à  $\pm 0,18\%$  avec  $X_{\text{simu}} = 120$  MPa et  $X_{\text{exp}} = 190$  MPa et peut être considéré comme satisfaisant pour l'essai à  $\pm 0,25\%$  avec  $X_{\text{simu}} = 150$  MPa et  $X_{\text{exp}} = 160$  MPa.

Sur la simulation du brin interfilamentaire, on remarque que la boucle d'hystérésis survenant à la seconde décharge est plus ouverte que l'expérimental. On constate toutefois que celles du brin complet est bien simulée. Un ajustement pourrait être fait entre l'écroutissage du tantale, du CuSn et du cuivre. Nous n'avons actuellement pas assez de données expérimentales pour pouvoir corriger les paramètres dans cette direction.

Sur la courbe du brin complet, on peut constater une légère surestimation des limites d'élasticité apparentes des différents composants. Il n'est toutefois pas possible de représenter tous les phénomènes étant donné la forme actuelle du modèle. Les paramètres retenus résultent d'un compromis accordant plus ou moins d'importance à différentes observations expérimentales (taille des boucles d'hystérésis, entrée en plasticité, etc.).

**Validation du jeu de paramètres** La pertinence du jeu de paramètres a été évaluée de deux manières.

- La première en vérifiant que chaque matériau est simulé correctement en calculant la réponse du modèle à des données tirées de [Mitchell, 2005a] et de [Bajas, 2011] pour le cuivre, le tantale et le CuSn. Ces données ne sont utilisées que pour commenter et valider la prédiction du modèle identifié précédemment dans la mesure où les informations disponibles sur ces données sont faibles et sont générées à partir de modèles de type loi puissance. Ces données ne sont donc pas des données expérimentales. Cependant, elles sont largement utilisées dans la

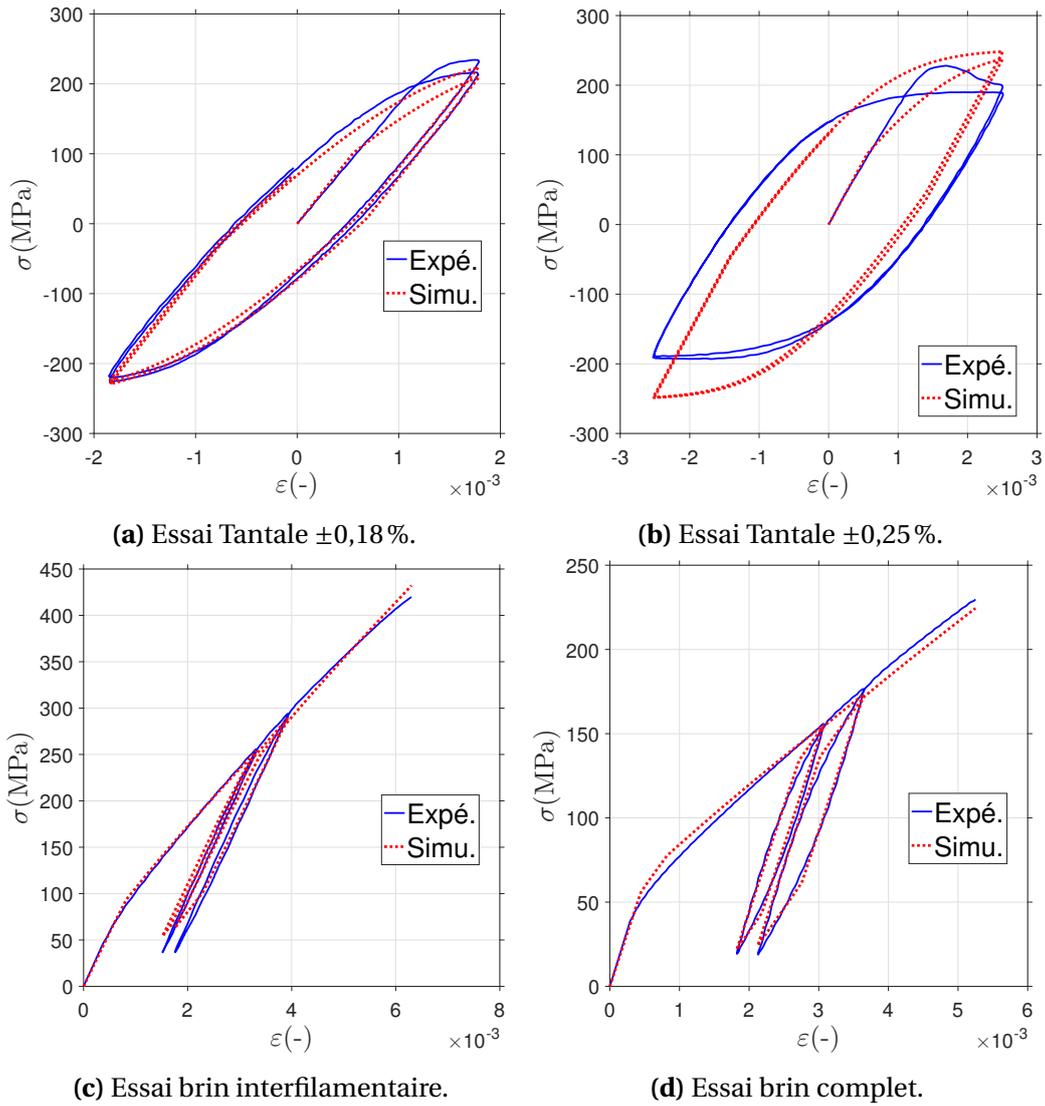


FIGURE III.36 – Courbes  $\sigma - \varepsilon$  des réponses expérimentales et simulées des essais d'identification avec le jeu de paramètres retenu.

littérature et permettent de solliciter le modèle jusqu'à une valeur de déformation plus élevée que les essais d'identification.

- La seconde en calculant la réponse du modèle complet à deux essais réalisés par [Bajas \[2011\]](#) sur un brin similaire à celui caractérisé dans cette étude. Même si le brin n'est pas identique à celui sur lequel le modèle est identifié, les matériaux et la structure sont similaires. Calculer la réponse du modèle à cet essai permet de solliciter le modèle dans une situation complexe.

Les courbes de chaque matériau tirées de [\[Mitchell, 2005a\]](#) avec la réponse simulée sont présentées figure [III.37](#).

Pour le cuivre, on constate que le modèle surestime de plus de 30 % la contrainte décrite par le modèle de [Mitchell \[2005a\]](#). Cela est dû à une vitesse d'écroutissage relativement faible et une saturation trop élevée. Un essai présentant des boucles d'hystérésis réalisé sur le Cuivre OFHC permettrait d'identifier de manière plus satisfaisante l'écroutissage.

Pour le CuSn, le modèle correspond aux données de la littérature, ce qui est satisfaisant. On remarque cependant une valeur plus élevée de la limite d'élasticité dans le modèle identifié. Une valeur trop faible n'est toutefois pas envisageable pour simuler correctement les boucles d'hystérésis de l'essai brin interfilamentaire. De plus, les essais de nano-indentation montrent une valeur de nano-dureté qui n'est pas extrêmement faible et pas très éloignées de celle du tantale. Une limite d'élasticité faible n'est donc pas représentative des résultats expérimentaux.

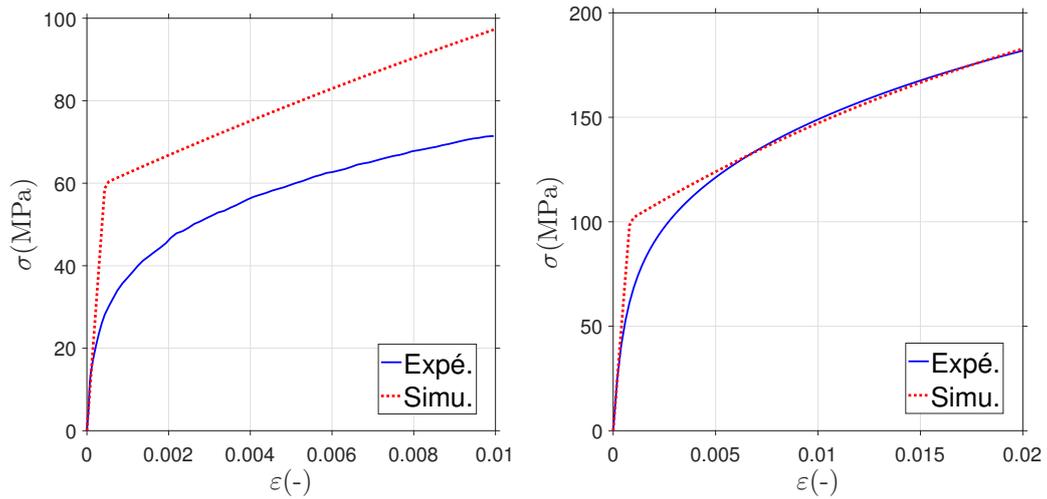
Le modèle du tantale semble saturer trop rapidement mais l'erreur entre les données de [Mitchell \[2005a\]](#) et le modèle n'est que d'environ 16 % à 1 % de déformation. Dans le domaine d'utilisation des brins, le modèle prédit de manière satisfaisante le comportement du tantale.

Si nous nous intéressons maintenant aux essais réalisés par [\[Bajas, 2011\]](#). Le brin testé est un brin basé sur le Nb<sub>3</sub>Sn fabriqué suivant le process *Internal Tin* par ALSTOM et fourni par le CEA de Cadarache lors de la thèse d'H. Bajas. Les fractions volumiques utilisées pour la modélisation ont été définies comme étant celles mesurées au début de cette partie.

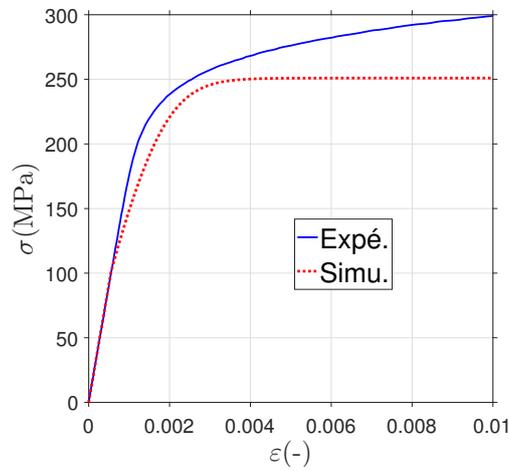
Les deux essais disponibles dans [\[Bajas, 2011\]](#) sont un essai de traction monotone avec des décharges et un essai de traction cyclique de 15 cycles réalisés entre  $\sigma_{max} = 218$  MPa et  $\sigma_{min} = 30$  MPa. Ces essais sont présentés figure [III.38](#) avec l'essai de traction sur brin complet utilisé pour l'identification à titre de comparaison avec nos données.

Les courbes expérimentales tirées de [\[Bajas, 2011\]](#) et la réponse du modèle associée sont données figure [III.39](#) pour l'essai de traction monotone et [III.40a](#) pour l'essai de traction cyclique. La figure [III.40b](#) présente l'évolution de la déformation moyenne expérimentale et simulée de l'essai de traction cyclique.

Concernant l'essai de traction monotone, on remarque que le comportement élasto-

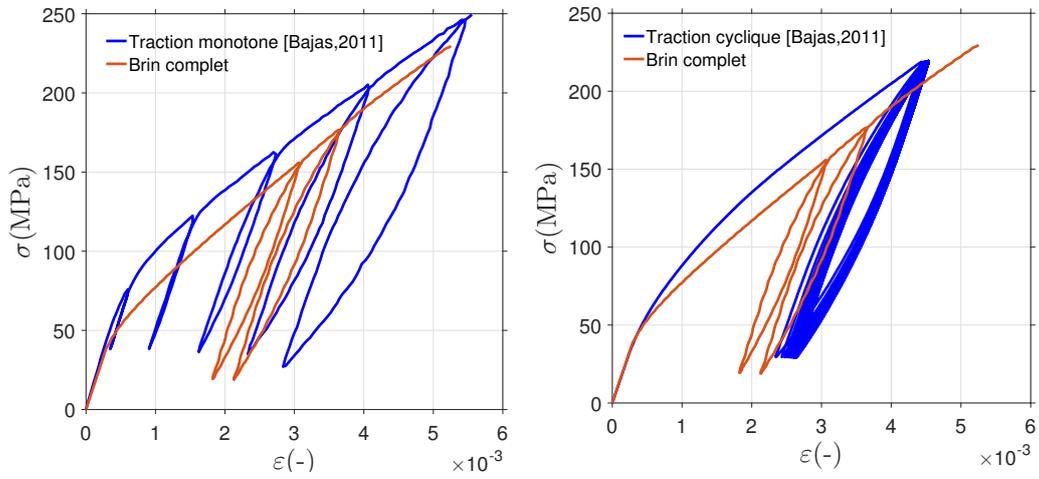


(a) Essai simulé à partir du modèle du (b) Essai simulé à partir des données de cuivre décrit dans [Mitchell, 2005a]. [Bajas, 2011].



(c) Essai simulé à partir du modèle du tantalum décrit dans [Mitchell, 2005a].

FIGURE III.37 – Courbes  $\sigma - \varepsilon$  des réponses expérimentales ou générées par un modèle et simulées avec le jeu de paramètres retenu.



(a) Essai de traction monotone tiré de [Bajas, 2011] et essai sur brin complet utilisé pour l'identification. (b) Essai de traction cyclique tiré de [Bajas, 2011] et essai sur brin complet utilisé pour l'identification.

FIGURE III.38 – Essais sur brin IT similaire à celui de notre étude réalisés par Bajas [2011]. Un essai sur brin complet réalisé dans cette étude est présenté à titre de comparaison.

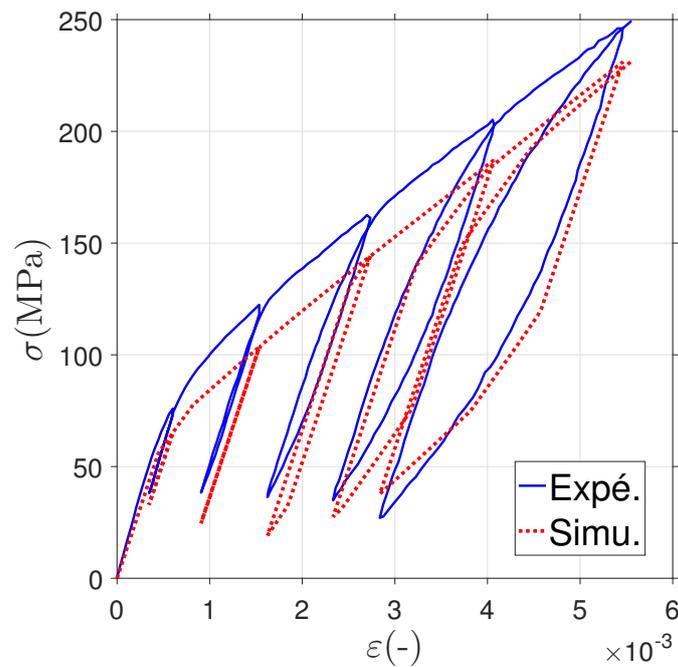
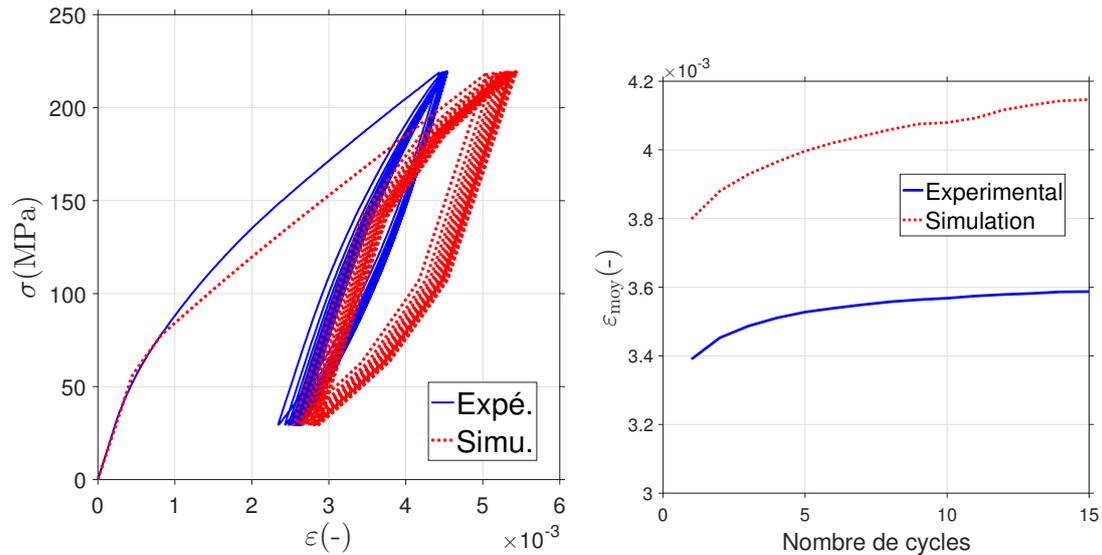


FIGURE III.39 – Essai de traction avec décharges tiré de [Bajas, 2011] et réponse du modèle.



(a) Essai de traction cyclique tiré de [Bajas, 2011] et réponse du modèle. (b) Déformation moyenne en fonction du nombre de cycles expérimentale et simulée.

**FIGURE III.40** – Essai de traction cyclique sur brin IT similaire réalisé par Bajas [2011] avec réponse du modèle.

plastique est relativement bien représenté. La principale différence provient de la limite d'élasticité apparente du brin. En effet, on peut remarquer que le modèle passe en plasticité (d'un point de vue macroscopique) plus tôt que l'expérimental. Cependant, cette différence est déjà présente entre l'essai de traction monotone de Bajas [2011] et l'essai sur brin complet que nous avons réalisé (figure III.38a). Une grande partie de l'erreur de la réponse du modèle provient donc des différences entre les données expérimentales.

Les boucles d'hystérésis sont plutôt bien prédites. On constate que la dernière boucle est légèrement plus large pour le modèle que pour l'expérimental. Cela reflète une légère surestimation de l'écroutissage.

Concernant l'essai cyclique, on peut remarquer que la déformation calculée par le modèle est plus importante que la déformation expérimentale. Cette surestimation est en partie expliquée encore par la nette différence entre les données expérimentales de notre brin et celle de Bajas [2011]. En effet, on remarque sur la figure III.38b que, pour une même contrainte, la valeur de déformation atteinte par notre brin est supérieure de près de 10%. Les paramètres identifiés sur notre brin vont prédire un comportement qui ne peut correspondre aux niveaux atteints par le brin testé dans [Bajas, 2011].

[Bajas, 2011] a reporté une accumulation de la déformation plastique, un rochet, comme celui observé lors des essais cycliques sur le brin  $\text{MgB}_2$ . Si l'on observe l'évolution de la déformation moyenne avec les cycles, on constate que l'erreur entre la

prédiction et l'expérimental est de 13 % et à peu près constante. L'allure semble bien reproduite par le modèle. L'essai présente toutefois trop peu de cycles pour valider la prédiction cyclique du modèle.

La réponse du modèle sur ces essais indépendants de l'identification et pour lesquels nous avons peu d'information est globalement satisfaisante. Des erreurs sont visibles mais proviennent des différences entre les données expérimentales et les brins testés et non de paramètres mal identifiés.

Pour valider les paramètres identifiés, une simulation d'essais sur le brin de l'étude sollicitant le modèle dans des situations complexes sont nécessaires. Cependant, on constate que le modèle prédit de manière satisfaisante le comportement d'un brin similaire. Le modèle est donc adaptable et transposable à des brins similaires mais non identique avec de faibles ajustements.

### **c Bilan de la modélisation du Nb<sub>3</sub>Sn-IT**

Basé sur la stratégie globale présentée dans ce chapitre, des paramètres d'un modèle simplifié pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT ont été identifiés.

Les performances du modèle présentent quelques erreurs mais restent globalement satisfaisante au vu des essais considérés. Des essais cycliques sur brin interfilaire et sur brin complet sont nécessaires pour apporter une identification plus précise et complète des paramètres des différents sets.

La validation du modèle a également été réalisé sur des essais extérieurs à cette étude sur lesquels nous n'avons que peu d'information. Pour être plus complet, la validation doit être mené sur des essais indépendants réalisés sur le brin de l'étude.

Le modèle n'utilise toutefois qu'un écrouissage cinématique simple et présentent des limites dans la représentation du comportement non linéaire. Ces limitent amènent à des erreurs si l'on souhaite reproduire correctement le comportement global.

Au-delà de la valeur des paramètres et des performances du modèle, une démarche de modélisation et d'identification a été développée basée sur les bases de données expérimentales robustes. La stratégie d'identification nécessite seulement d'être complétée par quelques essais complémentaires.

Le modèle peut dans l'état nourrir les simulations par éléments finis de câbles. La modélisation réalisée permet de prédire de manière plus robuste l'état mécanique des brins et les déformations dans les filaments supraconducteurs sous sollicitations que les modèles type loi puissance actuellement employés.

## III.4 Conclusion

Au début de ce chapitre ont été présentés les nombreux efforts réalisés pour concevoir des modèles des brins supraconducteurs. Qu'ils soient analytiques, par homogénéisation ou par éléments finis et aussi complexe et raffiné que possible la manière le comportement mécanique des brins n'est pas suffisamment riche pour obtenir un modèle à la fois robuste et performant dans des simulations multi-échelle.

Bien que les performances soient limitées, c'est une première étape dans l'amélioration de la modélisation du comportement mécanique des brins supraconducteurs. Pour obtenir des jeux de paramètres permettant une meilleure prédiction, des essais de différentes natures sont nécessaires. Notamment pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT avec des essais de traction cyclique pour l'identification et la validation.

Reposant sur la base de données expérimentales multi-échelle développées au chapitre précédent, une stratégie de modélisation composée des étapes de représentation et d'identification a été proposée. Cette stratégie se base sur l'analyse de l'utilisation des modèles pour optimiser le rapport performances de prédiction et coût de calcul dans un objectif d'utilisation dans des simulations de câbles supraconducteurs.

Le modèle proposé ici est relativement simple et vise à être intégré rapidement dans des simulations multi-échelle des câbles supraconducteurs.

Pour également mieux modéliser le comportement mécanique des brins, une connaissance des phénomènes d'endommagement est nécessaire. En effet, des dégradations des performances électriques, réversibles ou non, sont observées avec la déformation mécanique [Nijhuis *et al.*, 2013], [Kováč *et al.*, 2013]. Des phénomènes d'endommagement locaux peuvent être à l'origine de ces dégradations. Pour évaluer dans quelle mesure ces phénomènes doivent être pris en compte dans les modèles de comportement mécanique, leur étude est indispensable.



# Chapitre IV

## Étude de l'endommagement dans les brins supraconducteurs

### Sommaire

---

<b>IV.1 Introduction</b> . . . . .	<b>180</b>
<b>IV.2 Étude du plateau-Localisation de la déformation</b> . . . . .	<b>181</b>
IV.2.1 Premières analyses . . . . .	181
IV.2.2 Essais de traction avec extensométrie optique . . . . .	183
a    CIN et brin $MgB_2$ . . . . .	183
b    Suivi de marqueur et brin $Nb_3Sn$ -PIT . . . . .	186
c    Localisation de la déformation . . . . .	188
IV.2.3 Essais de traction dans un tomographe à rayon X . . . . .	188
IV.2.4 Impact d'une sollicitation cyclique . . . . .	190
IV.2.5 Discussion . . . . .	193
<b>IV.3 Observation des premiers stades d'endommagement</b> . . . . .	<b>193</b>
IV.3.1 Essais de traction <i>in situ</i> à un tomographe à rayon X . . . . .	194
a    Matériel et méthode . . . . .	194
b    Observations . . . . .	195
c    Discussion . . . . .	198
IV.3.2 Observation suite à des essais de traction interrompus . . . . .	199
a    Protocole expérimental et préparation des échantillons . . . . .	199
b    Observations . . . . .	201
IV.3.3 Discussion . . . . .	204
<b>IV.4 Conclusion</b> . . . . .	<b>205</b>

---

La dépendance des propriétés électriques avec le comportement mécanique, et plus particulièrement la déformation, est intimement liée à l'endommagement dans les brins supraconducteurs. L'optimisation du design des câbles nécessite donc de comprendre les phénomènes survenant lors de l'endommagement des brins.

Pour la modélisation du comportement mécanique des brins et des câbles supraconducteurs, une compréhension de l'endommagement et sa caractérisation sont nécessaires.

## IV.1 Introduction

La chute du courant critique observée dans les câbles d'ITER ([Martovetsky *et al.*, 2002], [Bruzzone *et al.*, 2002]) a entraîné des modifications dans le design des câbles CICC utilisés dans les bobines de champs toroïdal (TF) et dans le solénoïde central (CS) [Nijhuis et Ilyin, 2006], [Nijhuis, 2008]. Les modifications possibles ont cependant des limites que ce soit au niveau des conséquences du changement dans le design ou du coût des tests nécessaires à la validation des nouvelles géométries [Nijhuis et Ilyin, 2006], [Jewell, 2008]. Des efforts ont donc été faits en descendant d'une échelle dans le câble pour comprendre le lien entre l'endommagement dans les brins et la chute du courant critique dans les câbles [Miyoshi *et al.*, 2010], [Mitchell *et al.*, 2013].

Les études disponibles traitent principalement de l'endommagement dans les CICC. Elles sont axées plus particulièrement sur la fissuration des filaments des brins en rapport aux sollicitations dans les câbles ([Sanabria *et al.*, 2012], [Sanabria *et al.*, 2015a], [Sanabria *et al.*, 2015b]) ou de l'effet du processus de fabrication du brin sur la fissuration [Jewell, 2008]. Des travaux ont montré le rôle combiné des fissures dans les filaments supraconducteurs associées au passage en plasticité de la matrice dans la dégradation du courant critique des brins [Sanabria *et al.*, 2012], [Sheth *et al.*, 2012a]. Des efforts ont également été réalisés afin de comprendre plus particulièrement les phénomènes liés à l'endommagement de manière plus générale dans les brins ([Sheth *et al.*, 2012b], [Cheggour *et al.*, 2014], [Dylla *et al.*, 2016]).

Les endommagements qui créent une baisse irréversible du courant dans les brins sont maintenant connus. Cependant, l'apparition des premiers stades d'endommagement est encore mal comprise.

Ces études sont de plus focalisées particulièrement sur les brins utilisés dans ITER (*Bronze Route* et *Internal Tin*). Peu de résultats sont disponibles concernant les brins RRP ou PIT. Bien que ces brins soient principalement utilisés dans des câbles Rutherford où aucun mouvement n'est possible, quelques études ont montré une évolution des performances électriques et un endommagement des brins avec le type de sollicitations induits par la fabrication ou l'utilisation dans ce type de câble [Barzi *et al.*, 2007], [Polyanskii *et al.*, 2009], [Brown *et al.*, 2016].

Il existe encore très peu d'applications utilisant des brins basés sur le  $\text{MgB}_2$ . Beaucoup d'études se concentrent sur la recherche de la meilleure structure de brin, la connaissance des phénomènes d'endommagement dans les brins multi-filamentaires basés sur le  $\text{MgB}_2$  est encore très faible. Cependant, des efforts récents sont réalisés dans la caractérisation de ce type de brin par l'utilisation dans le projet BEST PATH ou dans l'analyse des candidats pour le *Superconducting Link Project* du CERN [Alknes *et al.*, 2016].

L'accès dans cette étude à plusieurs types de brins utilisés dans différentes applications ne permet pas une étude en détail de l'endommagement de chacun. Cela présente toutefois l'avantage de pouvoir mettre en place et tester différentes techniques de caractérisation et d'étude de l'endommagement dans les brins. Notre effort ici est de proposer des méthodes d'analyse afin d'observer et d'étudier les sites d'amorçage et les mécanismes de fissuration dans les brins supraconducteurs.

Avant de proposer des méthodes d'étude pour comprendre comment survient l'endommagement, nous allons traiter d'abord le moment où l'endommagement est déjà présent. Plus particulièrement, l'observation du plateau abordé dans le chapitre II sur les courbes de contrainte-déformation en traction des brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT et  $\text{MgB}_2$  est peu connu dans la littérature et pas abordé. En employant plusieurs techniques adaptées aux observations expérimentales, l'étude de ce plateau peut apporter des éléments sur la compréhension de l'endommagement des brins dans lequel il survient mais également expliquer pourquoi il ne survient pas dans les autres.

En se basant sur cette étude et sur les pratiques de la littérature, des méthodes de caractérisation de l'endommagement développées dans ce projet sont ensuite décrites.

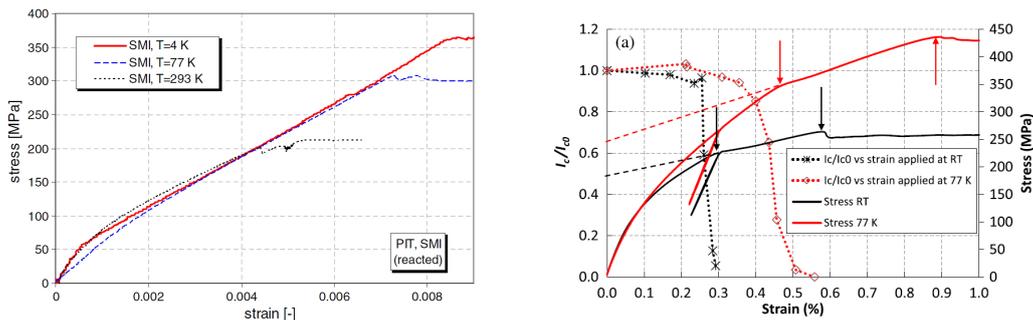
## IV.2 Étude du plateau-Localisation de la déformation

### IV.2.1 Premières analyses

Peu d'articles font référence à l'observation d'un plateau dans la littérature ([van den Eijnden *et al.*, 2005] pour un  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  et [Alknes *et al.*, 2016] pour un  $\text{MgB}_2$ ). La figure IV.1 montre les résultats d'essais de traction à différentes températures réalisées dans ces articles sur un brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT avec le système TARSIS à Twente (figure IV.1a) et sur un  $\text{MgB}_2$  réalisé au CERN (figure IV.1b).

Les brins en question sont tous deux fabriqués par la méthode des poudres (*Powder-in-Tube*-PIT). On peut remarquer que le plateau survient à une déformation et une contrainte plus élevée lorsque la température diminue. Ces deux brins sont composés d'une barrière de niobium autour des filaments (visible pour le  $\text{MgB}_2$  à la figure II.15a,

page 67). La variation de l'apparition du plateau en fonction de la température est expliquée comme étant liée à la dépendance du niobium à la température et à des fissures dans les filaments ou dans les zones de diffusions autour des filaments. Le brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT de notre étude présente la même structure que le SMI, on peut donc s'attendre à une même dépendance. Pour le brin  $\text{MgB}_2$ , il n'y a pas de niobium dans celui de notre projet, on peut donc s'interroger sur l'impact de la température sur l'apparition du plateau.



(a) Résultats de [van den Eijnden *et al.*, 2005] avec TARSIS sur un brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT fabriqué par SMI. (b) Résultats de [Alknes *et al.*, 2016] obtenus au CERN sur un brin  $\text{MgB}_2$ -PIT *ex situ* avec barrière de niobium autour des filaments et couronne de monel.

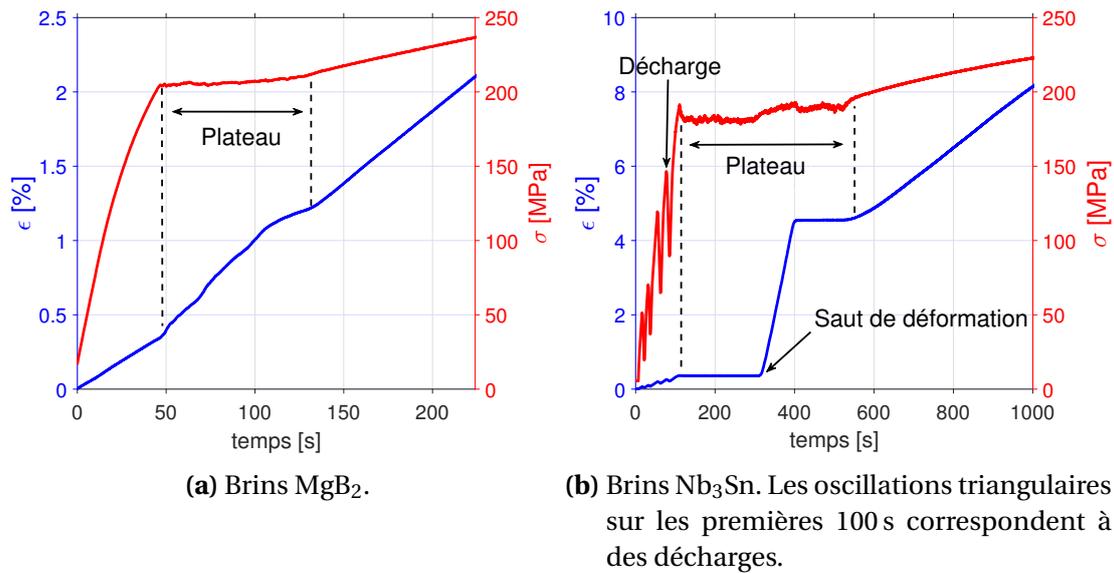
**FIGURE IV.1** – Courbes contrainte-déformation de traction à différentes températures présentes dans la littérature sur des brins PIT  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  et  $\text{MgB}_2$  mettant en évidence la présence d'un plateau.

Dans tous les cas, ce plateau survient dans un domaine en dehors de la zone d'utilisation où le brin est déjà considéré comme endommagé. Cela peut expliquer que ce plateau n'a pas été étudié de manière plus approfondie. Cependant, la compréhension des mécanismes d'endommagement survenant pendant le plateau peut nous renseigner sur les origines et les phénomènes à l'œuvre dans la dégradation des filaments supraconducteurs. Nous avons analysé le comportement des brins autour de ce plateau par différentes méthodes.

Avant de se lancer dans des essais spécifiques, des informations peuvent être obtenues à partir d'essais déjà réalisés sur ces brins. Les résultats de traction sur les brins  $\text{MgB}_2$  et  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT présentés dans le chapitre II sont repris de manière différente sur les figures IV.2a et IV.2b. L'évolution de la contrainte et de la déformation mesurée par un extensomètre sont tracées ici en fonction du temps de l'essai.

Les essais sont pilotés en déplacement de traverse. Le plateau survient à 50 s pour le brin  $\text{MgB}_2$  (figure IV.2a). On peut voir que l'évolution de la déformation mesurée par l'extensomètre durant le plateau présente une allure non-linéaire.

Le plateau survient à 100 s pour le brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$  (figure IV.2b). On peut ici constater



**FIGURE IV.2** – Évolution de la déformation et de la contrainte en fonction du temps lors d’un essai de traction–Mise en avant des différentes évolution de la déformation.

un comportement complètement différent de celui observé pour le brin  $\text{MgB}_2$ . La déformation mesurée par l’extensomètre est d’abord constante. Puis il y a une brusque évolution de la déformation mesurée par l’extensomètre passant d’environ 0,5 à 4,5 % puis un palier constant jusqu’à la fin du plateau.

Il faut cependant noter que la mesure effectuée par l’extensomètre est réalisée sur une longueur de jauge de 10 mm. La valeur tracée figure IV.2 correspond donc à la moyenne des déformations du brin situé entre les deux couteaux de l’extensomètre. Le premier objectif est donc d’observer ce qui se passe sur toute la longueur de l’éprouvette durant un essai de traction.

## IV.2.2 Essais de traction avec extensométrie optique

Des essais de traction utilisant une extensométrie optique ont été réalisés. Étant donné le diamètre du brin  $\text{MgB}_2$ , il a été possible de mesurer le champ de déformation par Corrélation d’Images Numériques (CIN). Cela n’a pas été possible sur les brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ –PIT, présentant un trop faible diamètre. La déformation a été mesurée dans ce cas par suivi de marqueur.

### a CIN et brin $\text{MgB}_2$

#### Matériel et méthode

Les essais ont été réalisés sur une machine électro-mécanique INSTRON suivant le protocole présenté au chapitre II. Aucun extensomètre n’a été monté sur l’échantillon pour l’essai. Le brin a été préalablement préparé en réalisant un mouchetis. La

surface du brin a été recouverte d'une fine couche de peintures blanche et noire apposées en alternance pour obtenir une répartition aléatoire de fines taches de peinture (figure IV.3a).



(a) Mouchetis appliqué sur la surface du brin. (b) Maillage de la surface du brin avec CORRELIQ4.

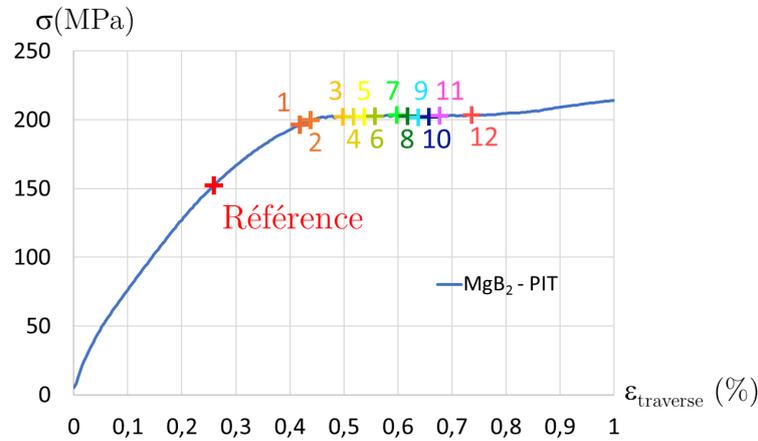
**FIGURE IV.3** – Brin  $MgB_2$  pour corrélation d'image numérique lors d'un essai de traction.

La corrélation d'images permet de mesurer le champ de déplacement entre deux images acquises à des instants différents. La première image peut correspondre à l'état standard et la seconde à l'état déformé de la surface du matériau. Le principe est de rechercher dans l'image déformée le même mouchetis que dans l'image de référence en comparant le niveau de gris d'une vignette de la surface (figure IV.3b). La corrélation a été effectuée numériquement en utilisant le logiciel Correli-Q4 [Besnard *et al.*, 2006] sous Matlab pour mesurer le champ de déformation sur la surface du brin. La totalité du brin a été prise en photo au cours de l'essai avec  $15 \text{ photos} \cdot \text{s}^{-1}$ . La grille de corrélation (ou ROI) a été sélectionnée comme sur la figure IV.3b. Chaque imagette de la grille fait  $320 \mu\text{m}$ .

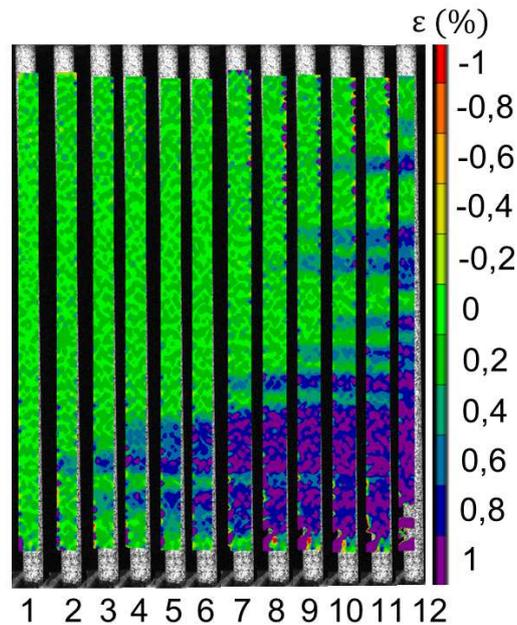
### Résultats

La figure IV.4a présente les photos sélectionnées pour le calcul du champ de déformation. Douze photos ont été analysées en les comparant à l'état de référence. Celui-ci a été choisi à la fin de la réponse élastique du brin afin d'analyser le passage d'un champ de déformation homogène à un champ de déformation hétérogène quand l'endommagement apparaît. Il est important de préciser que nous ne cherchons pas à obtenir le champ de déformation exact à un instant  $t$  par rapport à l'état non déformé, nous cherchons à caractériser l'évolution du champ de déformation sur la totalité de l'éprouvette pendant le plateau. Plus particulièrement, nous cherchons à analyser le

passage d'un champ de déformation homogène pendant la première phase de chargement jusqu'à l'état de référence, à un champ de déformation hétérogène quand l'endommagement apparaît.



(a) Courbe de contrainte-déformation mesurée par la traverse avec les photos sélectionnées pour la corrélation d'images.



(b) Champs de déformation obtenus aux différents instant 1 à 12.

FIGURE IV.4 – a) Essai de traction sur le brin MgB<sub>2</sub> et b) champ de déformation observé.

Les champs de déformation obtenus entre ces différentes photos sont présentés sur la figure IV.4b. On peut constater que le champ de déformation de la photo n°1 est relativement homogène, la photo correspond au stade avant le plateau. La photo n°2, juste avant le plateau, montre une localisation de la déformation sur le bas de l'éprouvette. Puis au fur et à mesure du temps et du déplacement imposé à l'éprouvette, et donc que l'on avance dans le plateau, on observe plusieurs zones de localisation survenant à des instants différents et à des endroits différents dans l'éprouvette. Les niveaux de

ces localisations sont également à noter. En effet, on voit que lorsqu'une localisation apparaît, le niveau de déformation atteint la valeur maximale de l'échelle. La déformation dans les zones localisées atteint donc plus de 1 % par rapport à la photo de référence, pour laquelle le niveau de déformation est déjà d'environ 0,26 %.

On constate donc une localisation de la déformation démarrant successivement à différents endroits du brin et commençant avant même l'apparition macroscopique du plateau.

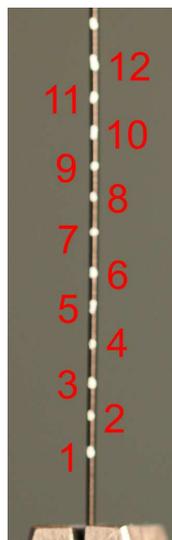
### **b Suivi de marqueur et brin Nb<sub>3</sub>Sn–PIT**

Le diamètre du Nb<sub>3</sub>Sn ne permet pas de réaliser la mesure de la déformation par CIN. Nous avons donc mené un essai de traction avec suivi de marqueur.

#### **Matériel et méthode**

Le principe reste de prendre des photos au cours de l'essai de traction. Toutefois, le brin n'a ici pas de mouchetis mais une fine couche de peinture noire avec des points blanc faisant office de marqueurs pour le traitement de l'image (figure IV.5). La déformation est déterminée en mesurant au cours du temps le déplacement de chaque marqueur les uns par rapport aux autres.

Un extensomètre a également été installé sur l'échantillon au niveau de la partie supérieure du brin.



**FIGURE IV.5** – Montage du brin Nb<sub>3</sub>Sn–PIT avec marqueurs apposés sur la surface.

#### **Résultats**

La figure IV.6 montre l'évolution en fonction du temps de la déformation mesurée entre deux marqueurs consécutifs numérotés de 1 à 12 et également la valeur de la

déformation mesurée par l'extensomètre. L'essai commence à  $t_1$  et jusqu'à  $t_2$ , on peut voir une évolution homogène de la déformation dans l'éprouvette. À partir de  $t_2$  et jusqu'à  $t_3$ , on peut voir une évolution hétérogène de la déformation, qui correspond à l'observation du plateau sur la courbe contrainte-déformation. À partir de  $t_3$ , on voit la déformation reprendre une évolution homogène au niveau de tous les marqueurs.

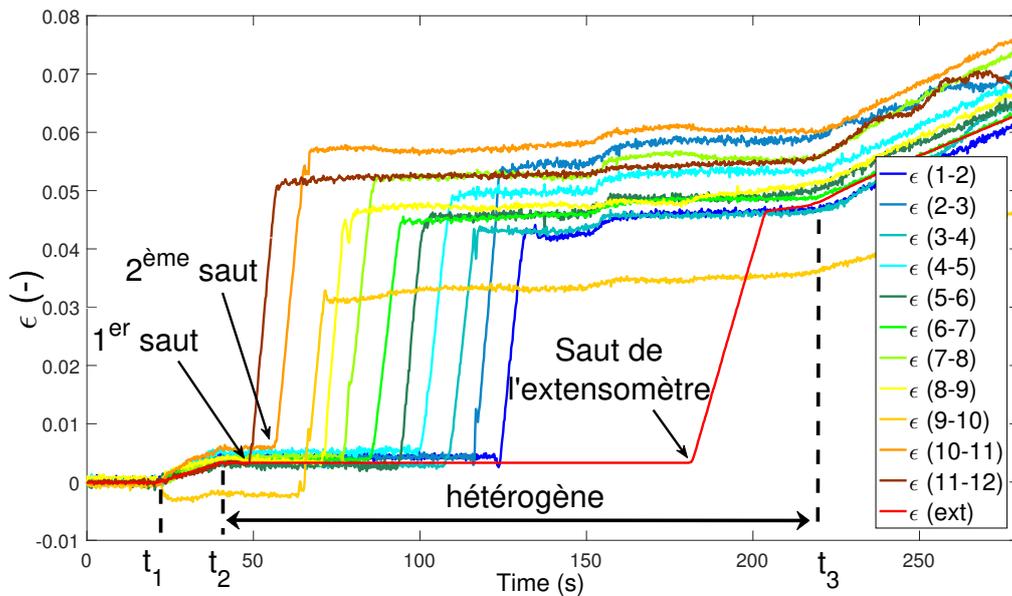


FIGURE IV.6 – Déformation entre chaque marqueur et mesurée par l'extensomètre lors de l'essai de traction sur le brin Nb<sub>3</sub>Sn-PIT.

Si on analyse plus précisément l'évolution hétérogène de ces courbes, on peut observer un saut de déformation mesuré entre les différents marqueurs ne survenant pas aux mêmes instants. Le premier saut est mesuré entre les marqueurs 11 et 12, le second entre les marqueurs 10 et 11, et ainsi de suite jusqu'à la mesure entre les marqueurs 1 et 2 au niveau du mors inférieur de l'éprouvette. Puis on observe un saut de la déformation mesurée par l'extensomètre, situé pour rappel au-dessus du marqueur numéro 12. L'évolution de la déformation mesurée par l'extensomètre à la même allure que celle reportée sur la figure IV.2b avec une évolution constante au début et à la fin du plateau et un saut au milieu.

Il y a donc un front de déformation se propageant dans le brin démarrant au-dessus du marqueur numéro 12 jusqu'au niveau du mors inférieur et gagnant ensuite l'extensomètre se situant au-dessus du marqueur numéro 12. L'hypothèse est que la lame inférieure de l'extensomètre initie la localisation de déformation qui se propage ensuite dans le bas de l'éprouvette avant de gagner le haut.

L'élément important à noter ici est la valeur atteinte par les sauts de déformation. On peut voir que pour l'intervalle entre les marqueurs 11 et 12, la déformation passe

d'environ 0,5 % à presque 5,5 %. Le brin subit une augmentation locale de la déformation de près de 5 %.

### c Localisation de la déformation

Nous avons donc pu observer que le plateau correspond à une localisation de la déformation, entraînant une augmentation significative de cette dernière en dépassant les limites communément employées.

La localisation ne se produit cependant pas de la même manière. L'évolution en front de déformation pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn–PIT dans laquelle la déformation augmente de 5 % avec le passage de ce front est liée à un site de concentration qui initie la localisation qui se propage ensuite dans le reste du brin. Pour le brin MgB<sub>2</sub>, la localisation semble plus aléatoire et peut être liée à des concentrations, des défauts ou des endommagements locaux, entraînant une localisation de la déformation à ces endroits.

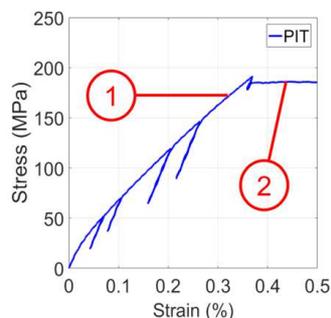
## IV.2.3 Essais de traction dans un tomographe à rayon X

Pour analyser la nature des endommagements au début et pendant le plateau, nous avons réalisé un essai de traction dans un tomographe à rayon X sur un brin Nb<sub>3</sub>Sn–PIT.

### Matériel et méthode

L'essai a été réalisé au laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon dans le cadre de l'ANR COCASCOPE. Un tomographe GE Phoenix v|tome|xs a été utilisé avec un dispositif d'essai de traction *in situ* développé au MATEIS.

L'objectif de cet essai est de réaliser un scan de l'échantillon avant le plateau et un scan juste après le début du plateau, indiqués par les marqueurs 1 et 2 sur la figure IV.7.



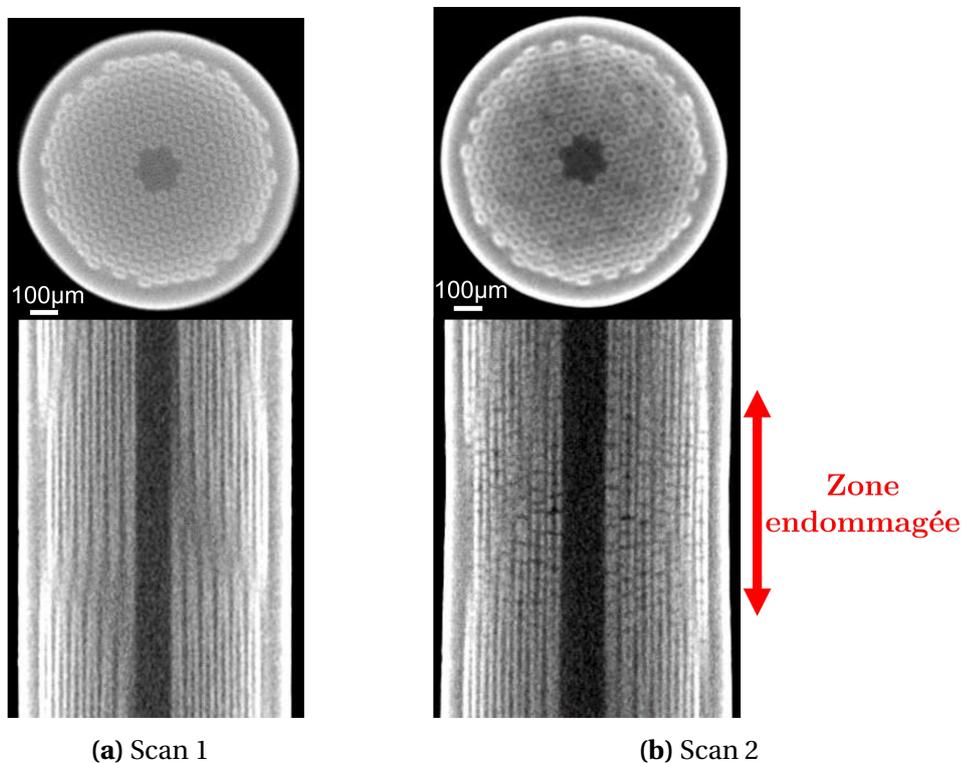
**FIGURE IV.7** – Instants des scans réalisés durant l'essai de traction dans le tomographe sur une courbe contrainte–déformation représentative du Nb<sub>3</sub>Sn–PIT.

Le brin testé a une longueur de 9 mm. Deux scans avec une résolution spatiale de 4 μm ont été effectués successivement sur le brin.

### Résultats

La figure IV.8a présente deux coupes (transversale et longitudinale) d'une partie du brin scanné à l'instant 1, soit avant le plateau. Aucun endommagement n'est visible sur la totalité du brin à la résolution de  $4\ \mu\text{m}$ .

La figure IV.8b présente deux coupes (transversale et longitudinale) représentatives du brin scanné à l'instant 2, soit après le début du plateau. On peut voir sur la coupe transversale de nombreuses zones sombres dans les filaments. Ces zones sombres correspondent à des filaments fissurés. Ces fissures sont clairement visibles sur la coupe longitudinale. On peut voir de très nombreuses fissures largement ouvertes et traversant complètement les filaments dans la zone matérialisée figure IV.8b.



**FIGURE IV.8** – Coupes transverses et longitudinales des scans 1 et 2 réalisés lors de l'essai de traction sur le brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT.

La densité de fissures dans les filaments de la zone endommagée est évaluée à 21 fissures/mm, soit une distance moyenne entre deux fissures d'environ  $48\ \mu\text{m}$ . On constate que seule une partie du brin présente des fissures. Le scan complet au niveau 2 ne présente aucune autre zone endommagée visible à cette résolution que celle de la figure IV.8b, le reste du brin n'étant pas représenté sur la figure IV.8.

Pour rappel, nous avons observé pour le brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT, qu'à l'instant du plateau survenait une localisation qui se propageait dans l'éprouvette sous la forme d'un front d'endommagement. D'après les observations réalisées sur le scan 2, le front de déformation ne s'est pas encore propagé dans la totalité du brin et donc ce que l'on observe

correspond à la localisation ou au début de la propagation.

Ce résultat nous permet de voir que même au début du plateau les zones où la localisation a eu lieu sont complètement endommagées. Cela appuie les valeurs de déformations mesurées lors du passage du plateau. Si le brin voit sa déformation augmenter localement de 5 %, les filaments présentent une distribution de fissures très élevées dans ces zones. Le passage du courant n'est plus possible dès qu'une localisation de ce type a eu lieu.

La zone que l'on peut observer sur la figure [IV.8b](#) est endommagée sur une longueur d'environ 0,8 mm et est visible au niveau macroscopique. La dimension de la zone endommagée observée par tomographie à rayon X correspond à l'ordre de grandeur des zones endommagées observées par suivi de marqueurs. Toutefois, l'information sur l'apparition de ces fissures est manquante : apparaissent-elles soudainement sur une zone correspondant à cet ordre de grandeur ou la fissuration est-elle lente et survient filament par filament ?

#### IV.2.4 Impact d'une sollicitation cyclique

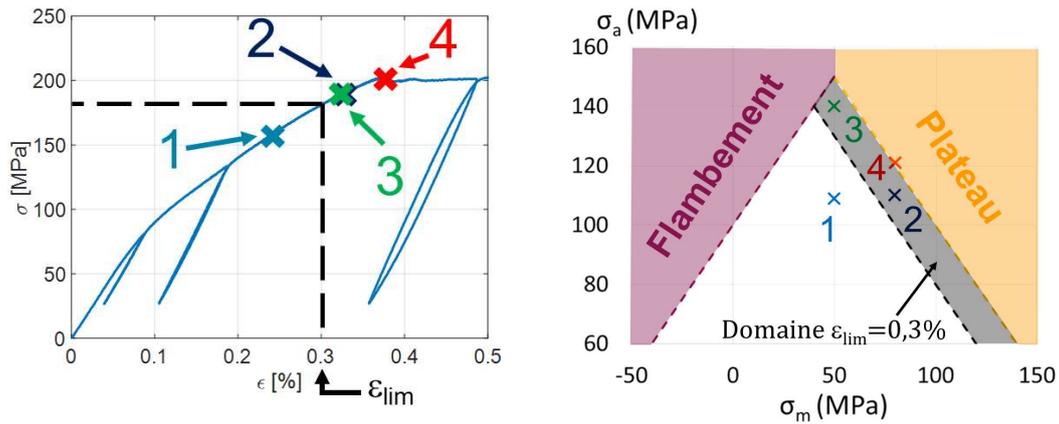
Lors de son utilisation, le brin MgB<sub>2</sub> peut être sollicité en cyclique. Nous avons vu au chapitre II que ce type de brin présente une accumulation de déformation plastique, ou rochet, avec les cycles. Qu'en est-il si en plus de la sollicitation cyclique, la contrainte maximale durant l'essai est proche de la contrainte d'apparition du plateau ?

Les essais cycliques réalisés ainsi que le domaine accessible en  $(\sigma_a - \sigma_m)$  sont rappelés sur la figure [IV.9](#).

Nous avons vu au chapitre II que la valeur de la déformation à l'apparition du plateau présente une grande dispersion pour le brin MgB<sub>2</sub>. Dans certains cas, le plateau débute dans le domaine d'utilisation du brin, ce qui entraîne une dégradation irréversible des performances électriques.

Les essais cycliques réalisés dans le domaine d'utilisation du brin ont été présentés au chapitre II. Un des essais a également été réalisé à la limite du plateau sans être analysé. Pour rappel, les essais cycliques réalisés sont ceux présentés sur la figure [IV.9](#). La bande grisée représente le domaine correspondant à la limite recommandée dans la profession de 0,3 % et expliquée dans le chapitre II ([II.4.3](#), page 91).

La figure [IV.10](#) présente les courbes contrainte-déformation obtenues des essais cycliques n°2 ( $80 \pm 110$ MPa) et n°4 ( $80 \pm 121$ MPa). L'essai n°2 ( $80 \pm 110$ MPa) correspond à celui réalisé à une contrainte maximale inférieure à la contrainte à laquelle survient le plateau ( $\sigma_{plateau} \approx 200$ MPa). L'essai n°4 ( $80 \pm 121$ MPa) correspond à celui réalisé à une contrainte maximale égale à la contrainte à laquelle survient le plateau. Les essais



(a) Courbe contrainte-déformation sur laquelle sont représentées les contraintes maximales atteintes lors des essais cycliques. (b) Domaine accessible pour les essais cyclique de traction-compression en  $(\sigma_a - \sigma_m)$  et essais réalisés.

FIGURE IV.9 – Domaine de sollicitation exploré lors des essais cycliques.

ont été réalisés à 150 cycles.

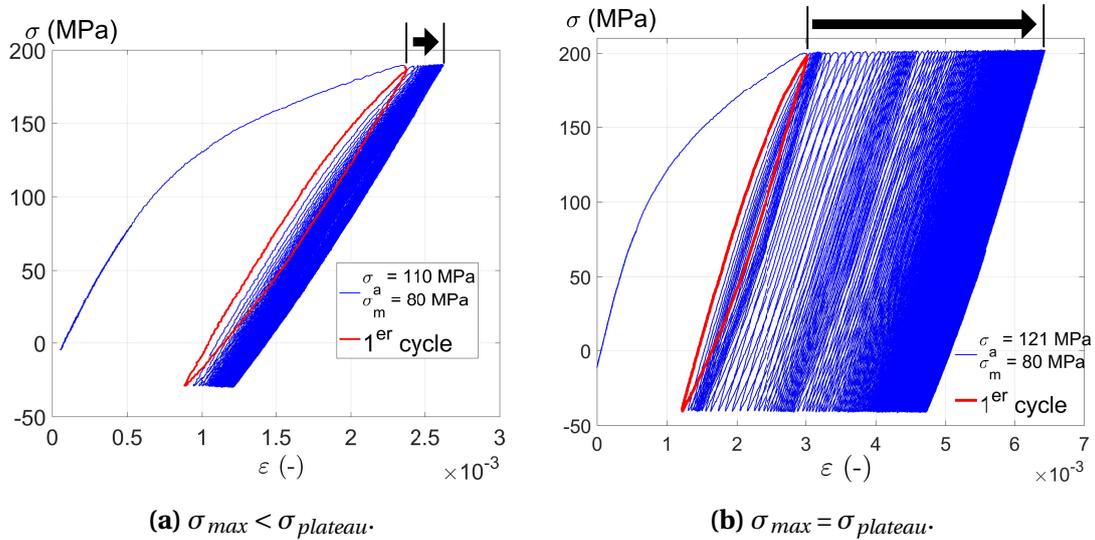


FIGURE IV.10 – Comparaison des courbes contrainte-déformation sous chargement cyclique.

Le changement de comportement entre les deux essais, pour une différence de contrainte maximale de seulement 10 MPa, est drastique. On remarque une augmentation significative du niveau de rochet entre l'essai n°2 ( $80 \pm 110$ MPa) figure IV.10a et l'essai n°4 ( $80 \pm 121$ MPa) figure IV.10b. On peut également constater pour l'essai n°4 ( $80 \pm 121$ MPa), figure IV.10b, que la vitesse de rochet varie sur des plages importantes. Parfois l'incrément de rochet est presque nul et à d'autres moments il atteint 0,012 % par cycle.

Si l'on observe maintenant l'évolution de la déformation moyenne avec le nombre de cycles pendant les différents essais cycliques réalisés (figure IV.11), on peut voir que l'essai n°4 ( $80 \pm 121\text{MPa}$ ) ne présente aucune stabilisation de la vitesse de rochet (qui correspond à la vitesse de déformation moyenne).

On constate également une évolution complètement instable de la déformation moyenne avec le nombre de cycles qui confirme les observations sur la vitesse de rochet faites plus haut. Pendant l'essai, on observe trois accélérations de la vitesse de rochet, ce qui conduit à une déformation beaucoup plus élevée que lors des autres essais cycliques. Ces accélérations de la vitesse de rochet correspondent aux évolutions de l'écart entre chaque cycle observées sur la figure IV.10b. Ces instabilités sont certainement dues à la localisation survenant dans le brin lors de l'essai.

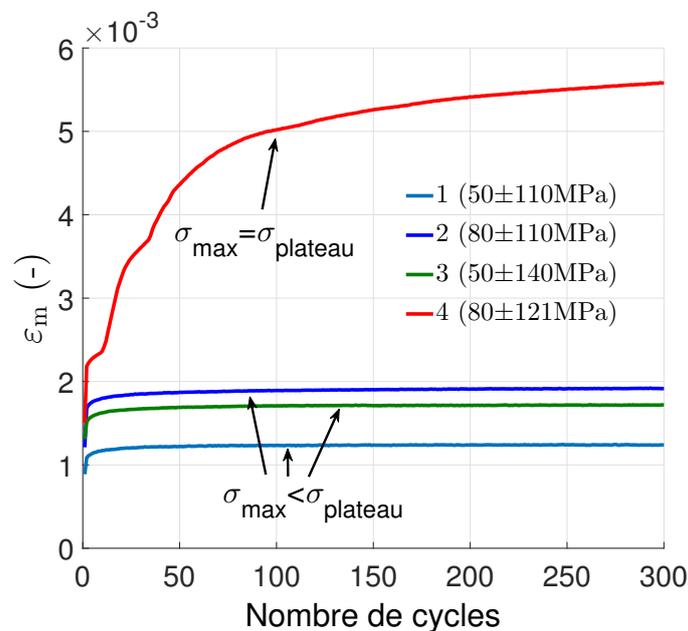


FIGURE IV.11 – Évolution de la déformation moyenne avec le nombre de cycles pendant les différents essais de rochet.

Un chargement cyclique proche du plateau amène donc à une ruine rapide du brin. Il a été discuté d'une dispersion conséquente sur la valeur d'apparition du plateau en déformation pour le brin  $\text{MgB}_2$ . Sur la figure IV.9, on peut observer que la limite d'utilisation des brins supraconducteurs en déformation définie à partir d'essais monotone est proche du plateau. Le phénomène d'accumulation de déformation plastique associé à la variabilité de l'apparition du plateau implique que, même en respectant les critères définis par la limite d'utilisation en monotone, une sollicitation cyclique peut entraîner un endommagement du brin supraconducteur menant à la perte des performances électriques.

Les utilisateurs des brins  $\text{MgB}_2$  utilisent actuellement un critère défini en déformation. Ce critère présente l'avantage d'être directement lié à la chute du courant critique.

Cependant, on constate qu'il n'est clairement pas adapté pour ce brin avec le phénomène de rochet et la variabilité de l'apparition du plateau. Il a été reporté que le plateau survenait à une contrainte constante de 200 MPa. Un critère défini en contrainte serait donc plus précis et apporterait une marge de sécurité supplémentaire dans l'utilisation des brins pour rester dans un domaine acceptable vis-à-vis du courant critique.

#### IV.2.5 Discussion

L'étude du plateau permet de mettre en avant un phénomène de ruine des brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT et  $\text{MgB}_2$ . Nous avons toutefois pu constater qu'une même observation sur les courbes macroscopiques de contrainte-déformation des deux brins ne correspond pas au même développement de l'endommagement. Pour le brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT, on constate un endommagement local des filaments qui se propage en front à partir du lieu d'initiation. Pour le brin  $\text{MgB}_2$ , on observe plusieurs sites d'initiation qui ne semblent pas forcément reliés entre eux.

Le plateau semble être en dehors de la zone d'utilisation du brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT. Cependant, pour le brin  $\text{MgB}_2$ , une étude précise des sollicitations auxquelles sont soumis les brins mérite d'être réalisée afin de définir une limite d'utilisation prenant en compte le plateau et l'aspect cyclique.

Nous avons pu observer qu'une fois que le plateau a débuté, les zones où la localisation survient sont complètement endommagées. Pour comprendre plus précisément les mécanismes et aller plus loin dans la caractérisation de l'évolution de l'endommagement dans les brins supraconducteurs, il est nécessaire d'aller étudier les sites d'initiation de l'endommagement et d'amorçage des fissures.

### IV.3 Observation des premiers stades d'endommagement

L'étude du plateau permet d'obtenir des informations sur l'évolution de l'endommagement dans les brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT et  $\text{MgB}_2$ . Cependant, c'est un phénomène particulier survenant dans deux brins spécifiques. Il nous faut aussi étudier l'apparition de l'endommagement, y compris dans les brins  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -IT et RRP qui ne présentent pas de plateau.

Notre objectif n'est pas, comme dans la littérature, d'étudier la distribution des fissures et leur impact sur les performances électriques des brins et des câbles. Dans cette partie nous souhaitons mettre en avant des techniques d'investigations de l'endommagement dans les brins supraconducteurs. Plus particulièrement nous cherchons à développer des techniques pour observer les étapes intermédiaires entre un état non endommagé et des fissures largement ouvertes, voire les premiers stades de l'endom-

magement.

Sans chercher à caractériser précisément l'endommagement de chacun des quatre brins à notre disposition, nous souhaitons ici mettre en parallèle plusieurs techniques d'investigation de l'endommagement dans les brins supraconducteurs. Plusieurs approches sont envisageables : des méthodes d'observations non destructives comme les observations par tomographie à rayons X ou des méthodes d'observation destructrice.

### IV.3.1 Essais de traction *in situ* à un tomographe à rayon X

Des essais de traction dans un tomographe à rayons X ont été menés afin d'étudier les cinétiques d'endommagement des brins supraconducteurs.

#### a Matériel et méthode

Comme déjà abordé dans l'étude du plateau pour le Nb<sub>3</sub>Sn, ces essais ont été réalisées dans le cadre de l'ANR COCASCOPE au laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon avec un tomographe GE Phoenix v|tome|x<sup>s</sup>. Le dispositif de traction *in situ* employé est développé au MATEIS. La figure IV.12a montre un brin monté dans le dispositif. La figure IV.12b montre le dispositif installé dans le tomographe.



(a) Brin monté dans le dispositif.



(b) Dispositif de traction installé dans le tomographe.

FIGURE IV.12 – Dispositif d'essais de traction *in situ* développé au MATEIS.

Vu l'encombrement du dispositif, la mesure de déformation n'est pas possible par un extensomètre ou par extensométrie optique. Les niveaux d'arrêt doivent donc être évalués sur la mesure de l'effort.

Les brins Nb<sub>3</sub>Sn-PIT, IT et le brin MgB<sub>2</sub> ont été scannés à différents niveaux : à contrainte nulle, non nulle et après rupture.

Les scans sont réalisés sous charge, c'est-à-dire que pour un certain niveau de contrainte, l'essai est interrompu et l'on effectue le scan, il n'y a pas de décharge jusqu'à

une valeur de contrainte nulle. Réaliser les scans sous charge permet de maintenir les fissures ouvertes.

Lors des essais, la longueur de l'échantillon est d'environ 10 mm. Pour cette longueur, deux scans de 4  $\mu\text{m}$  de résolution ont été réalisées à chaque niveau d'arrêt afin d'obtenir la totalité du brin. Les deux scans sont ensuite concaténés par post-traitement sous ImageJ.

#### **b Observations**

Le PIT a été scanné aux niveaux de contrainte présentés dans la partie précédente sur l'étude du plateau (180 MPa et 185 MPa) et également à 130 MPa et après rupture. Le brin  $\text{MgB}_2$  a été scanné à des contraintes de 40 MPa et 130 MPa et après rupture. L'IT à des niveaux de 40 MPa et 195 MPa et après rupture.

Une erreur de calibration de la cellule de force ne nous a pas permis d'obtenir des résultats à d'autres niveaux de contrainte.

#### **Brin $\text{MgB}_2$**

La figure IV.13 présente trois scans du brin  $\text{MgB}_2$  réalisés respectivement à 40 MPa et 130 MPa et après rupture. Les coupes longitudinales présentées passent à proximité de l'axe du brin.

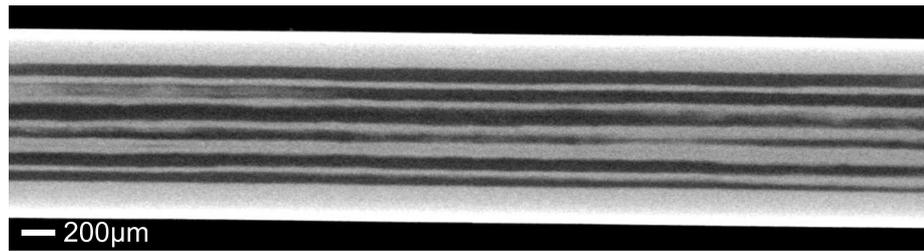
On peut voir qu'avec une résolution de 4  $\mu\text{m}$ , aucune fissure n'est remarquable à 40 MPa et 130 MPa et de nombreuses fissures largement ouvertes sont visibles sur le scan réalisé après rupture.

La figure IV.14 présente le brin après rupture scanné cette fois-ci à une résolution de 1,5  $\mu\text{m}$ . On constate que les fissures sont propagées au-delà des filaments, certainement jusque dans les zones de diffusion. La densité de fissures dans un filament après rupture est évaluée à 43 fissures/mm, ce qui correspond à une distance entre deux fissures d'en moyenne 23  $\mu\text{m}$ .

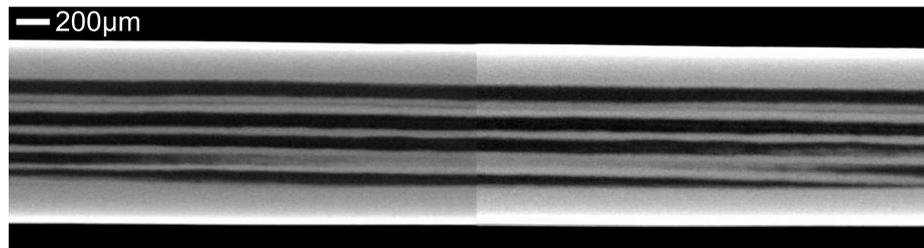
#### **Brin IT**

La figure IV.15 présente un scan à 195 MPa réalisé avec une résolution de 4  $\mu\text{m}$  et un scan réalisé après rupture avec une résolution de 2  $\mu\text{m}$ . On remarque qu'aucun endommagement ni aucune fissure ne sont visibles, même sur le scan à 2  $\mu\text{m}$  après rupture. Les fissures sont trop faiblement ouvertes pour être visibles par contraste d'absorption avec une résolution de 2  $\mu\text{m}$ .

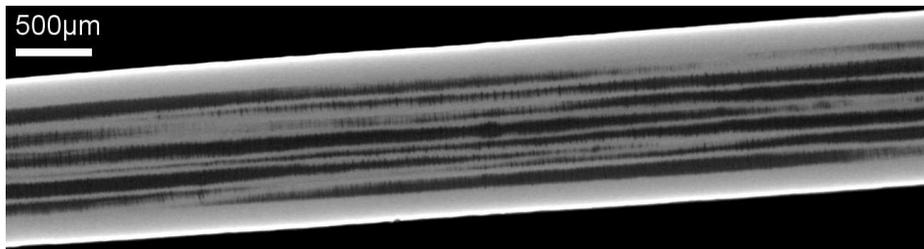
Afin d'aller plus loin dans l'analyse de ces fissures, un scan complémentaire a été réalisé avec une résolution spatiale plus faible, 0,45  $\mu\text{m}$ , qui correspond à la plus petite résolution qu'on puisse obtenir sur un tomographe de laboratoire de ce type. Une coupe longitudinale est donnée figure IV.16. Sur cette coupe, quelques fissures proches



(a) Scan réalisé à 40 MPa.

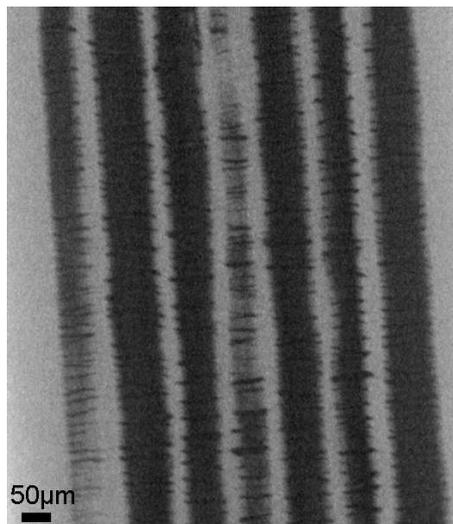


(b) Scan réalisé à 130 MPa.



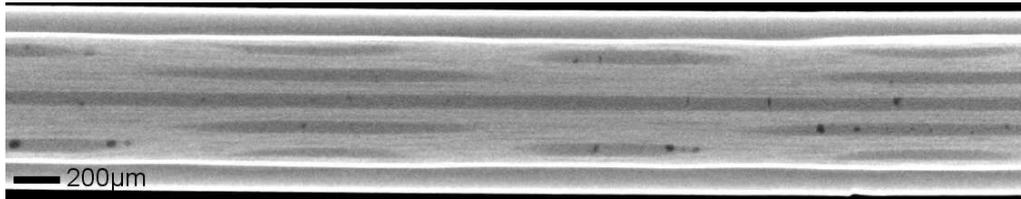
(c) Scan réalisé après rupture.

**FIGURE IV.13** – Coupes longitudinales de tomographie à rayon X réalisés lors d'un essai de traction sur brin MgB<sub>2</sub> avec une résolution de 4 μm.

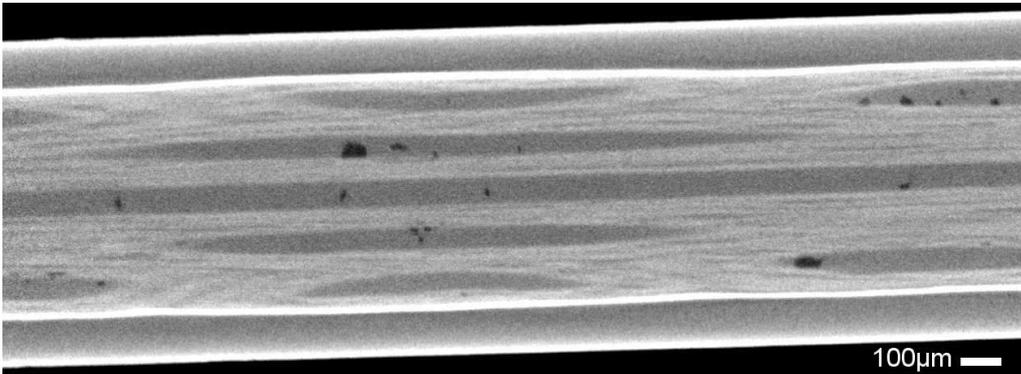


**FIGURE IV.14** – Coupe longitudinale d'un brin réalisé par tomographie à rayon X après rupture avec une résolution de 1,5 μm. Les filaments de MgB<sub>2</sub> sont en noir et la matrice de nickel en gris.

du faciès de rupture sont visibles. En dehors de cette zone, la résolution ne permet pas de conclure sur l'état de l'endommagement des filaments.

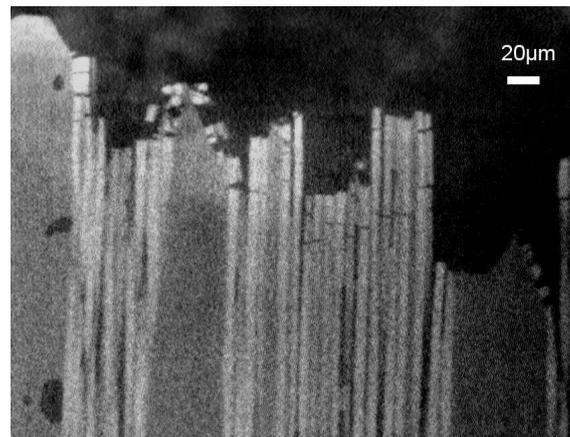


(a) Scan réalisé à 195 MPa à une résolution de 4 μm.



(b) Scan réalisé après rupture à une résolution de 2 μm.

**FIGURE IV.15** – Coupes longitudinales des scans de tomographie à rayon X réalisés lors d'un essai de traction sur brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT.



**FIGURE IV.16** – Coupe longitudinale du faciès de rupture d'un brin IT scanné par tomographie à rayon X à une résolution de 0,45 μm.

### PIT

Les figures IV.8a et IV.8b ont permis de montrer que des fissures apparaissent en grand nombre et largement ouvertes dans certaines zones du brin dès le début du plateau sans pour autant être visible juste avant le plateau à une résolution de 4 μm.

Un scan du brin PIT après rupture a été réalisé avec une résolution de 2 μm. La figure IV.17 présente la zone scannée.

La densité de fissures dans les filaments est d'environ 23 fissures/mm, ce qui correspond à une distance moyenne entre deux fissures de 43 μm. C'est à peu près la même densité qui a été évaluée au début du plateau dans la zone endommagée.

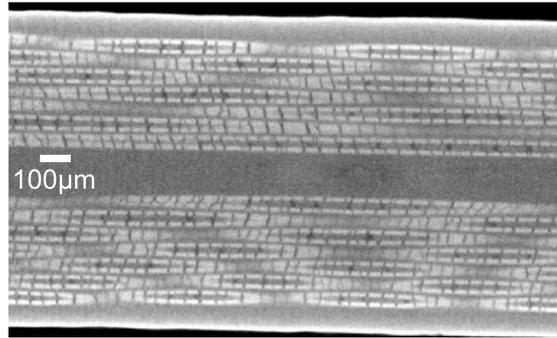


FIGURE IV.17 – Coupe longitudinale après rupture du brin PIT scanné par tomographie à rayon X à une résolution de 2  $\mu\text{m}$ .

À partir de ces observations, un schéma d'endommagement du brin PIT peut être proposé figure IV.18.

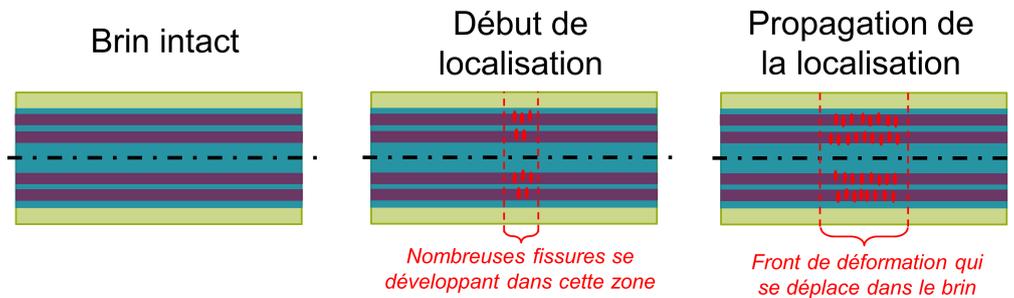


FIGURE IV.18 – Schéma d'endommagement du brin  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT.

La localisation de la déformation correspond au développement de très nombreuses fissures dans une certaine zone du brin. Des fissures amorcent ensuite en grand nombre à proximité de la zone endommagée qui s'agrandit sous la forme d'un front de déformation qui se déplace dans le brin. Après la propagation de ce front, la densité de fissure n'évolue plus.

### c Discussion

Les essais de traction dans un tomographe à rayons X peuvent apporter de nombreuses informations sur l'endommagement dans les brins.

Due à sa résolution limitée, en particulier dans les tomographes de laboratoire, cette technique ne peut être qu'un complément à d'autres techniques de caractérisation.

Le passage à de plus hautes énergies permettrait d'atteindre des plus faibles résolutions et d'aller étudier en détail les phénomènes mis en jeu dans l'endommagement des brins. De plus, l'adaptation du dispositif SCUTT pour réaliser des essais *in situ* serait un vrai plus à ce type de caractérisation de l'endommagement.

### IV.3.2 Observation suite à des essais de traction interrompus

Les méthodes d'observation directe restent les plus accessibles. Pour étudier l'endommagement selon une certaine sollicitation, on applique à une éprouvette un chargement que l'on interrompt. L'éprouvette est alors préparée pour pouvoir accéder à une zone spécifique de l'éprouvette dans le but d'observer un endommagement.

Il y a toutefois de nombreuses précautions à prendre. Comme nous l'avons vu dans le chapitre II, il faut tout d'abord s'assurer d'effectuer un essai correct. Contrairement à un essai standard où l'on peut désinstaller l'éprouvette sans précautions une fois l'essai terminé, si l'on souhaite analyser l'endommagement, le démontage et la manipulation de l'éprouvette doivent être réalisés avec un maximum de prudence. Il y a ensuite l'étape de préparation de la surface de l'échantillon par des étapes successives de polissages en utilisant du papier abrasif de plus en plus fin afin de ne pas trop déformer la surface de l'échantillon ou obstruer des fissures, des défauts.

Nous allons aborder dans cette partie une méthode de préparation afin de minimiser l'endommagement en surface des brins pour observation suite à des essais interrompus de traction.

#### a Protocole expérimental et préparation des échantillons

##### Essai de traction

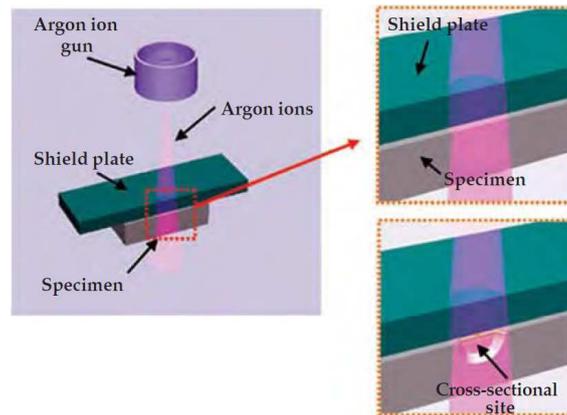
Les essais sont réalisés en utilisant le dispositif SCUTT, présenté dans la partie II.3 afin d'appliquer une sollicitation contrôlée sur l'échantillon. Même si l'extensomètre employé pour les essais de caractérisation n'impose qu'un faible couple sur l'échantillon, aucun extensomètre n'est monté sur le brin lors de l'essai afin de ne pas ajouter un quelconque effort supplémentaire. Les essais sont interrompus en se basant sur la valeur de la contrainte atteinte.

Le dispositif permet d'assurer une désinstallation et une manipulation de l'échantillon après l'essai sans endommagement supplémentaire.

##### Préparation de l'échantillon pour observation

Dans son manuscrit de thèse, Jewell [2008] a mis en place une méthode de préparation largement utilisée pour l'observation des brins ([Jewell, 2008], [Bajas, 2011], [Sheth, 2011], [Sanabria *et al.*, 2012], [Sanabria *et al.*, 2015a], [Sanabria *et al.*, 2015b]). C'est cette méthode que nous avons employée (décrite dans [Bajas, 2011]) pour la préparation de nos échantillons pour les essais de nano-indentation. Toutefois, cette préparation se termine par une étape de vibro-polissage qui peut obstruer certains défauts de petite taille.

Afin d'observer des fissures de faibles dimensions, nous nous sommes tournés vers l'abrasion par faisceau ionique. La préparation des échantillons a été réalisée en utilisant un *Cross-section Polisher* (CP) JEOL. Le principe est d'abraser une certaine portion de la surface d'un échantillon en utilisant un faisceau ionique d'argon [Erdman *et al.*, 2006]. Le reste de l'échantillon est protégé par un bouclier évitant le passage du faisceau ionique (figure IV.19).



**FIGURE IV.19** – Schéma du fonctionnement de l'abrasion par faisceau ionique dans un *Cross-section polisher* [Erdman *et al.*, 2006].

La zone abrasée est toutefois de faible dimension, autant en profondeur qu'en longueur. La figure IV.20 montre la zone abrasée d'une coupe longitudinale du brin IT observée au MEB.

Les dimensions maximales de l'échantillon pouvant rentrer dans le *Cross-section Polisher* sont de 11 mm × 10 mm × 2 mm. Il faut donc sélectionner la zone à observer et la découper. La taille de l'échantillon étant réduite et afin de ne pas endommager le brin, la zone sélectionnée (au milieu de l'échantillon) a été découpée avec un disque diamantée à très faible vitesse, selon [Jewell, 2008]. La zone d'endommagement induite par la découpe a été observée suffisamment loin de la zone abrasée.

La surface de l'échantillon peut être abrasée au maximum sur une profondeur de 80 µm. Un polissage manuel initial doit donc être réalisé. Afin d'observer le plus grand nombre de filaments, le pré-polissage est réalisé pour atteindre à peu près le niveau du cœur du brin après abrasion par le *Cross-section Polisher*. Le pré-polissage est effectué en utilisant plusieurs papiers abrasifs successifs jusqu'à un papier P2000 (taille de grains de 10,3 µm). L'échantillon est ensuite collé sur le bout d'une lame et installé dans le *Cross-section Polisher*.

Deux zones d'abrasion peuvent être réalisées dans la longueur de l'échantillon afin d'observer le plus de filaments possibles, comme visible sur la figure IV.20. Afin de tra-

verser totalement le brin, l'abrasion par faisceau ionique est effectuée à une puissance de 6 kW pendant 8 h.



FIGURE IV.20 – Observation au microscope optique du brin IT après polissage au CP.

### b Observations

Un essai interrompu a été réalisé pour le brin RRP et un pour le brin IT à respectivement  $\sigma_{RRP} = 120$  MPa et  $\sigma_{IT} = 130$  MPa, ce qui correspond à une valeur de déformation d'environ  $\varepsilon_{RRP} = 0,2\%$  et  $\varepsilon_{IT} = 0,26\%$ . Le niveau d'arrêt pour chaque brin est représenté sur une courbe contrainte-déformation représentative du comportement du brin à la figure IV.21.

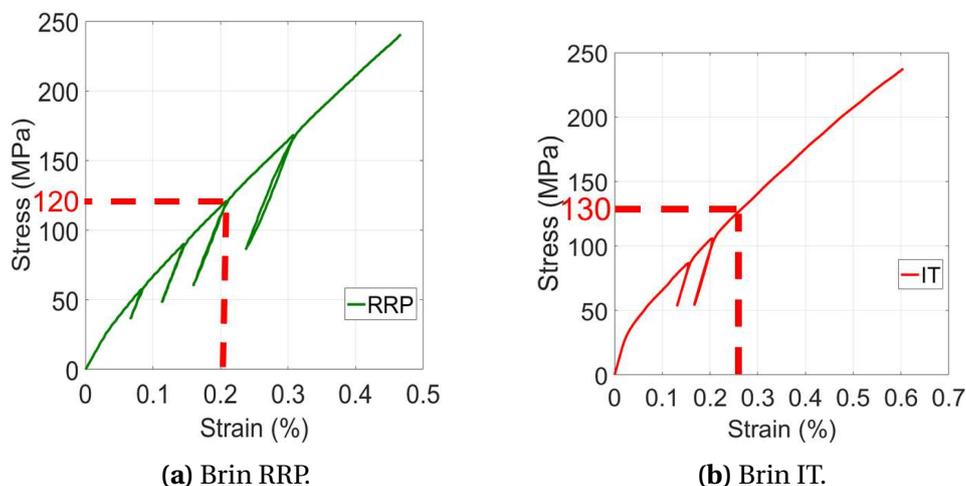


FIGURE IV.21 – Représentation des niveaux de contrainte auxquels ont été réalisés les observations des brins RRP et IT sur une courbe contrainte-déformation en traction.

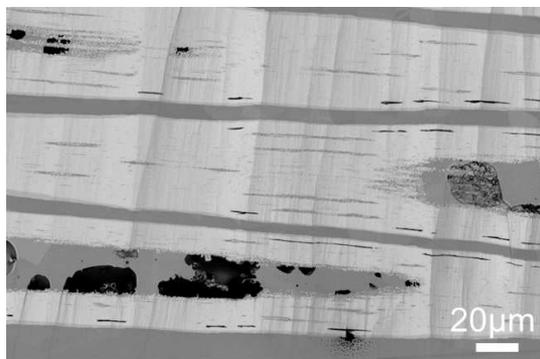
#### Brin RRP

La figure IV.22 présente une observation d'une zone abrasée complète du brin RRP, une observation d'une coupe de trois filaments et un zoom sur une moitié de filament.

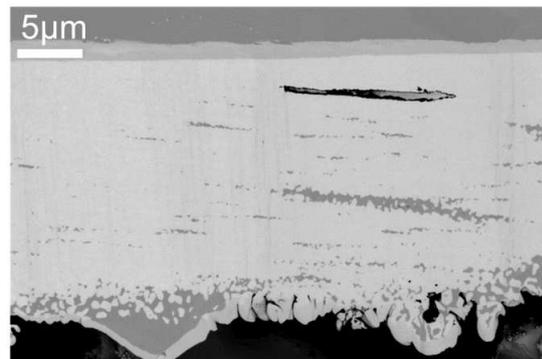
Aucun endommagement n'a été constaté sur les deux zones abrasées de l'échantillon RRP sollicité à  $\sigma_{RRP} = 120$  MPa /  $\varepsilon_{RRP} = 0,2\%$ .



(a) Observation d'une zone abrasée complète du brin RRP.



(b) Observation de trois filaments de la zone abrasée du brin RRP.

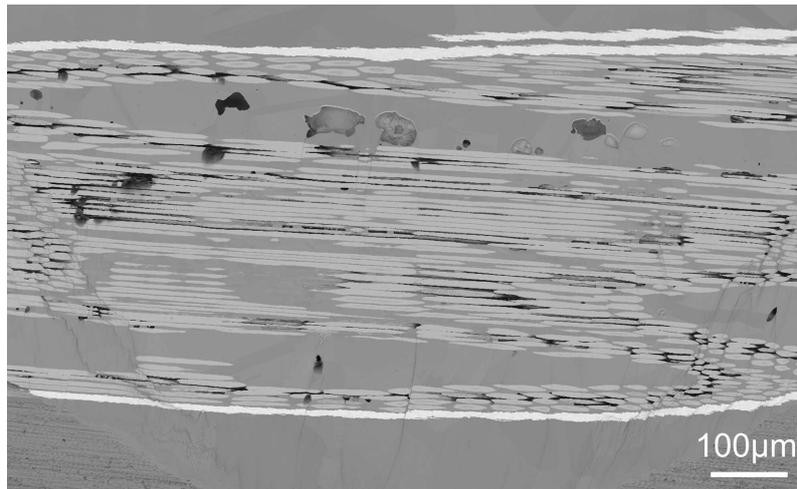


(c) Zoom sur une moitié d'un filament.

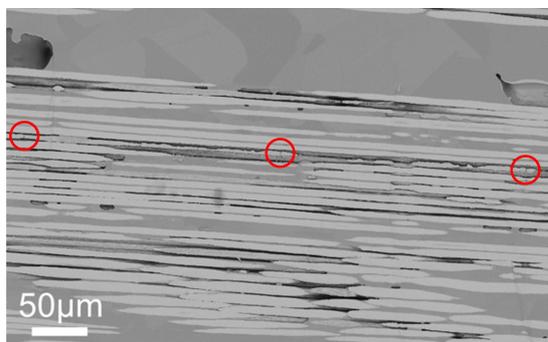
**FIGURE IV.22** – Observations de la zone abrasée du brin RRP.

**Brin IT**

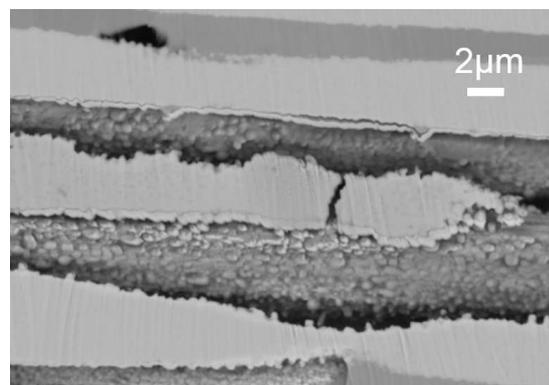
La figure IV.23 présente une observation globale d'une zone abrasée pour un brin IT sollicité à 130 MPa. Deux zones ont été observées sur le brin sollicité. Seules trois fissures ont pu être observées figure IV.23b. L'ouverture de ces fissures est d'environ 80 nm figure IV.23c. On peut remarquer la qualité de la préparation obtenue par abrasion ionique avec une observation précise de la surface des filaments de Nb<sub>3</sub>Sn.



(a) Vu complète d'une zone abrasée du brin IT.



(b) Observation de fissures.



(c) Zoom sur une fissure.

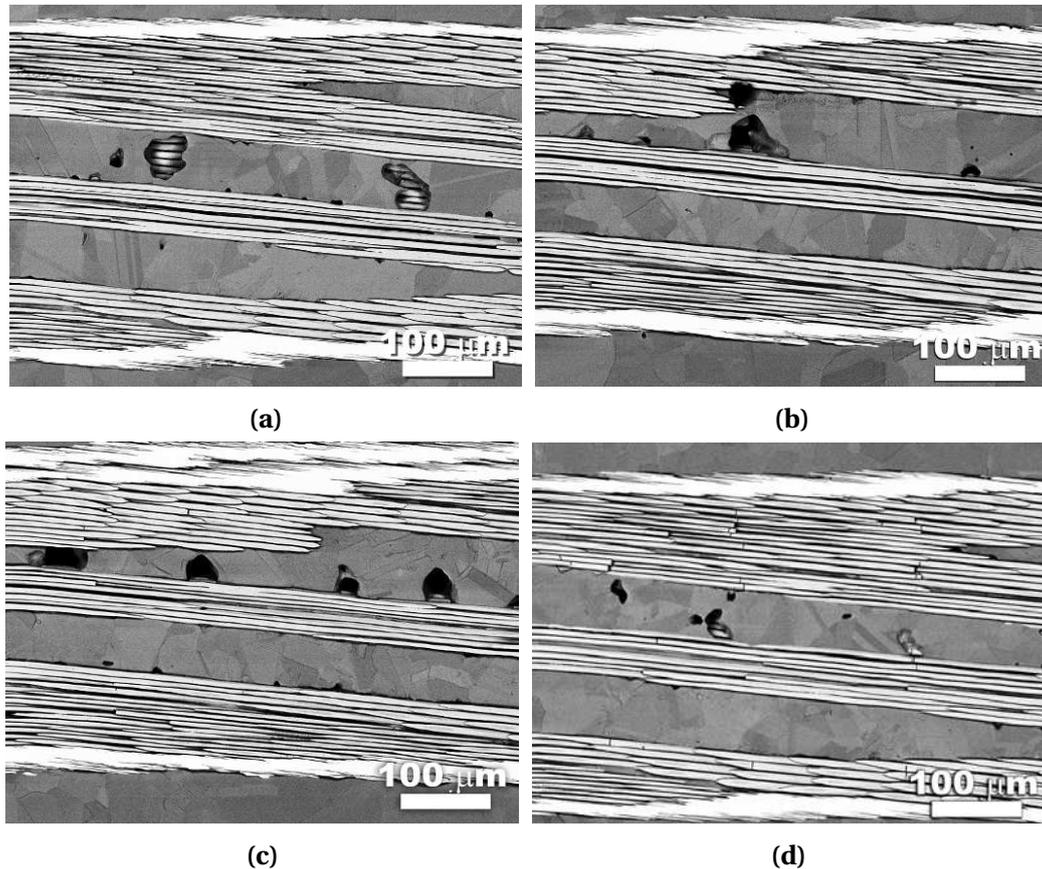
**FIGURE IV.23** – Observation de la zone abrasée du brin IT présentant des fissures.

Ces trois fissures sont les seules que nous avons observé à ce niveau de sollicitation ( $\sigma_{IT} = 130 \text{ MPa} / \varepsilon_{IT} = 0,26 \%$ ). Aucun endommagement notable n'a donc été constaté.

Des analyses d'endommagement après sollicitation uni-axiale dans un brin IT (fabriqué par *Oxford Instrument-OST*) ont été réalisées à l'Université de Twente et reportés dans [Nijhuis *et al.*, 2009b] et [Jewell, 2008]. En parallèle, une caractérisation du courant critique  $I_c$  est réalisée pour corrélérer endommagement et dégradation électrique. Les essais ont été réalisés à 4,2 K.

Pour ce brin, Jewell [2008] reporte que les premières fissures surviennent entre 0,4 % et 0,5 % de déformation (figure IV.24). Ces observations sont appuyées par les

résultats reportés par [Nijhuis et al. \[2009b\]](#), montrant la présence d'un faible nombre de fissures jusqu'à 0,3 % de déformation, niveau après lequel leur nombre augmente. Ces observations sont en accord avec la mesure de déformation irréversible de 0,34 % mesurée dans [\[Nijhuis et al., 2009b\]](#) qui marque la chute irréversible du courant critique.



**FIGURE IV.24** – Observation longitudinale du brin OST après sollicitation de traction uni-axiale à une déformation de a) 0 %, b) 0,3 %, c) 0,5 % et d) 0,7 % réalisées par [Jewell \[2008\]](#).

Les résultats présents dans la littérature sont en accord avec les observations réalisées. À ce niveau de sollicitation, peu de fissures sont observées, même faiblement ouvertes.

Ce type de préparation présente toutefois l'avantage d'assurer que les fissures que l'on observe ne sont pas créées par la méthode de préparation de l'échantillon et rend accessible des fissures de très petites tailles (ici 80 nm).

### IV.3.3 Discussion

Les niveaux de sollicitation auxquels ont été réalisées les observations pour les deux brins correspondent à des niveaux inférieurs aux valeurs de déformation irréversible. Les résultats sont donc en accord avec les mesures de courant critique de la

littérature.

Concernant le protocole, une méthode de caractérisation de l'endommagement a donc été développée dans cette partie avec l'emploi du dispositif SCUTT et une méthode de préparation complète.

Il n'a pas été possible d'observer des échantillons sollicités à d'autres niveaux. Il serait toutefois intéressant d'effectuer les mêmes analyses de façon systématique à d'autres niveaux et sur d'autres brins.

La méthode de préparation des échantillons par la technique de *Cross-section Polisher* permet d'observer des fissures de très faibles dimensions. Cette technique combinée à d'autres essais interrompus de traction ou flexion, monotone et cyclique permettrait d'observer les phénomènes d'endommagement survenant dans les brins supraconducteurs.

De plus, une préparation par abrasion ionique après un essai interrompu réalisé suivant le protocole développé avec le dispositif SCUTT permet d'accéder à des endommagements qui ne sont ni induits par l'opérateur lors de la manipulation, ni par la préparation de l'échantillon mais bien intrinsèques à la sollicitation appliquée.

## IV.4 Conclusion

La première partie de ce chapitre a été dédiée à la description d'un phénomène d'endommagement propre à un type de brin (*Powder-In-Tube*), constaté sur le  $\text{Nb}_3\text{Sn}$ -PIT et le brin  $\text{MgB}_2$  étudiés. Il a été mis en évidence les différentes cinétiques d'endommagement survenant dans ce phénomène macroscopiquement identique au travers de différentes méthodes d'investigation.

Dans la seconde partie, une ouverture sur l'étude des premiers endommagements voire de leurs origines a été réalisée en présentant deux techniques de caractérisation.

Les méthodes de caractérisation de l'endommagement présentées dans ce chapitre peuvent être utilisées de manière combinée afin d'étudier le lien entre observations de l'endommagement et dégradation des performances électriques à des niveaux inférieurs à 0,3 % de déformation.

En effet, peu d'études s'intéressent aux phénomènes d'endommagement précédant l'augmentation du nombre de fissures dans les filaments entraînant la dégradation irréversible des performances électriques. De fait, les techniques expérimentales actuellement utilisées ne permettent pas d'accéder aux endommagements de très petites dimensions. Ces résultats présentent une première étape vers la caractérisation des cinétiques d'endommagement à mettre en parallèle aux mesures de courant électrique dans les brins supraconducteurs.

L'avantage d'associer les observations après essais interrompus et préparation par abrasion ionique et les essais *in situ* dans un tomographe à rayons X est que l'on peut confronter les résultats avec les mesures de courant critique. En effet, les mesures de courant critique sont des mesures volumiques dans le brin alors que les observations après essais interrompus sont surfaciques. Quelle est la représentativité de la mesure dans le cas où l'on a un faible nombre de fissures? C'est ici que mettre en parallèle une analyse statistique d'observations après essais interrompus et de tomographie à rayon X avec les mesures de chute de courant critique permet de comparer des données d'endommagement dans le volume.

# Conclusion et Perspectives

La compréhension et la prédiction du comportement mécanique des brins supraconducteurs sont des éléments clef dans l'amélioration des performances électromagnétique des câbles. Les études bibliographiques réalisées ont montré les limites actuelles de la caractérisation et de la modélisation mécaniques des brins.

## Bilan du travail effectué

La thèse avait pour objectifs :

- de proposer des protocoles expérimentaux pour caractériser les brins supraconducteurs et de construire une base de données expérimentales sur les brins utilisés dans l'ANR COCASCOPE,
- de développer une stratégie pour modéliser et identifier le comportement mécanique des brins supraconducteurs appliquées à deux brins de l'étude et,
- d'apporter des éléments pour étudier l'endommagement des brins et le lien avec la chute du courant critique.

Une base de données multi-échelle a été construite avec des essais uni-axiaux sur brin complet et sur brin dont la couronne a été dissoute (brin interfilamentaire) ainsi que des essais de nano-indentation permettant d'accéder aux propriétés locales des composants des brins. Au travers de ces essais, la cohérence des résultats entre les différentes échelles a été recherchée dans le but d'obtenir des données fiables.

Des protocoles d'essais ont été développés spécifiquement pour la caractérisation uniaxiale de fils fragiles de faible diamètre. Plus particulièrement, le dispositif SCUTT permet une caractérisation du comportement des brins sans endommagement préalable venant de la manipulation ou de la mise en place de l'éprouvette.

Un phénomène d'accumulation de déformation plastique sous sollicitation cyclique a été constaté dans les brins  $MgB_2$ . Ce phénomène, déjà observé dans les brins  $Nb_3Sn$  ([Bajas, 2011]) peut être à l'origine des dégradations des performances électriques observées dans les câbles en service.

La base de données multi-échelle développée permet l'étude des différents composants des brins pour mieux comprendre la mécanique de la structure composite.

Une stratégie de modélisation a été proposée pour répondre aux contraintes d'implémentation dans les codes de calculs utilisés dans ce projet, du domaine d'utilisation

du modèle et de la structure composite des brins.

L'apport majeur concerne la démarche d'identification aux différentes échelles mise en place avec le code d'optimisation associé. Il est maintenant possible d'identifier rapidement et de manière robuste un modèle pour un fil composite en utilisant le code développé au cours de cette thèse et en suivant le protocole proposé.

Reposant sur la base de données mise en place, une modélisation complète des brins  $MgB_2$  et  $Nb_3Sn$ -IT a été présentée. La représentation numérique de la structure des brins est basée sur les propriétés de leurs composants. L'identification a été réalisée à partir d'essais de différents types et à différentes échelles, permettant d'obtenir des valeurs fiables pour les différents paramètres. La prise de recul quant aux résultats a permis la remise en question de l'identification. Les modèles de ces deux brins vont être par la suite utilisés dans le cadre de COCASCOPE pour la modélisation multi-échelle couplée des câbles supraconducteurs.

Bien que le modèle proposé soit simple, la connaissance des limites et des améliorations possibles permet de l'adapter aux besoins à venir. Au-delà de ce projet, la simplicité du modèle le rend également transposable dans de nombreux codes de simulation par éléments finis.

Plusieurs méthodes de caractérisation ont été présentées pour étudier les origines des dégradations dans les brins supraconducteurs. Plus particulièrement, l'investigation des phénomènes à l'origine de l'endommagement se produisant dans les brins est possible par des essais interrompus utilisant le dispositif SCUTT associé avec une méthode de préparation par abrasion ionique réduisant la déformation de la surface à son minimum. Le protocole proposé permet l'observation de fissures de faible dimension, la recherche des sites d'amorçages voire d'étudier l'évolution des porosités qui peuvent être en lien avec la chute du courant critique observée en dessous de 0,3 % de déformation.

En parallèle, des essais de traction *in situ* dans un tomographe à rayons X ont mis en avant l'intérêt de ce type de caractérisation pour étudier l'endommagement dans les brins. Cette technique est toutefois limitée en terme de résolution mais complémentaire de l'observation de coupes particulières.

Finalement, une démarche de caractérisation complète du comportement mécanique a été réalisée. Les étapes de cette démarche passent par la description et la compréhension de la structure, par la caractérisation mécanique à différentes échelles, la modélisation du comportement mécanique jusque l'étude de l'endommagement.

### **Études en cours**

Les résultats de cette thèse s'inscrivent directement dans des études en cours ou en prévision.

---

Une simulation des câbles CICC réalisée sous Multifil au laboratoire MSSMat intégrant le modèle de comportement pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT est en cours de développement. Les résultats de cette simulation vont être directement exploités à l'IRFM du CEA Cadarache pour la simulation du comportement électrique du câble sous le code CARMEN.

Le modèle de comportement du brin MgB<sub>2</sub> est implémenté dans une simulation numérique d'un câble pour le transport de courant. Cette simulation a pour objectif d'identifier les paramètres critiques à améliorer dans le design des câbles.

Un dialogue simulation /expérience est mis en place dans le cadre d'essais VAMAS réalisé sur brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT. Plus particulièrement, une simulation numérique de l'essai VAMAS sous un code par élément finis commercial (Abaqus) et également sous Multifil est en cours de réalisation en utilisant le modèle identifié chapitre III. Les déformations prédites sont ensuite implémentées en entrée du code électrique CARMEN pour prédire le comportement électrique du brin [Ciazynski *et al.*, 2016]. La simulation couplée électro-mécanique est comparée aux observations réalisées sur des coupes longitudinales d'un brin sollicité au CEA Cadarache et préparé selon la méthode décrite au chapitre IV par abrasion ionique.

Les données expérimentales pour les brins Nb<sub>3</sub>Sn-PIT et RRP sont utilisées pour la modélisation de la mise en forme des câbles Rutherford en données matériaux d'entrées et en essais de recalage d'un modèle bi-matériaux homogénéisé réalisé à l'aide de codes commerciaux [Manil *et al.*, 2017].

Ces différentes études sont réalisées dans le cadre de l'ANR COCASCOPE. L'amélioration des outils de simulation et de la compréhension prédictive du comportement des câbles est une première étape pour atteindre des performances électromagnétiques encore inaccessibles pour les différentes applications.

### **Perspectives**

Outre l'utilisation des données expérimentales et des modèles pour l'optimisation des câbles supraconducteurs dans le cadre de l'ANR COCASCOPE, les travaux effectués dans cette thèse ouvrent la voie à de nombreux approfondissements possibles.

Au niveau de la caractérisation mécanique, les données sont en accord avec la littérature, excepté pour le Nb<sub>3</sub>Sn. En effet, l'incompatibilité avec la littérature et la modélisation décrite dans cette thèse a soulevé des interrogations quant à l'effet de taille d'indentation (*ISE-Indentation Size Effect*). Comme discuté dans le chapitre IV, une campagne d'essais avec une taille d'indentation plus grande, une oscillation du mode

CSM plus importante et d'autres paramètres est à mener pour obtenir plus d'informations sur le module d'élasticité du Nb<sub>3</sub>Sn. La nano-indentation est toutefois un outil puissant pour obtenir une valeur précise du module d'élasticité en s'affranchissant des problèmes liés à la structure du brin. Ce type de technique permettrait d'obtenir les propriétés mécaniques des matériaux supraconducteurs, dont les résultats disponibles dans la littérature sont encore très variés.

Le développement des essais de nano-indentation à des températures cryogéniques ([Lee *et al.*, 2013], [Du *et al.*, 2015]) permettrait d'évaluer les propriétés locales effectives aux températures de fonctionnement des différents matériaux [Güçlü *et al.*, 2005].

Pour accéder au comportement élasto-plastique des composants des brins, des essais sur micro-piliers usinés au FIB (*Focused Ion Beam*) pourraient être réalisés. Cette méthode est limitée par le fait qu'il n'est possible de réaliser que de la compression, l'accès à l'écroutissage cinématique est donc difficile. Ce type de caractérisation peut également être utilisé afin d'évaluer les propriétés élastiques du Nb<sub>3</sub>Sn.

L'étude du comportement cyclique des brins et notamment le lien du phénomène de rochet avec l'observation de dégradations cycliques des performances électriques des câbles peut être complétée dans le domaine de sollicitation. Une base de données cyclique plus importante permettrait également l'amélioration du modèle par la prise en compte du rochet et une meilleure prédiction de la réponse cyclique [GEYER, 1994], [Ohno et Wang, 1994]. Il est également possible d'ajouter des termes d'écroutissages cinématiques afin de mieux reproduire le comportement non linéaire des matériaux. Ces différents ajouts entraînent toutefois une augmentation du coût de calcul.

Des essais de flexion sur brin peuvent être réalisés afin de valider la modélisation déjà effectuée. Plusieurs éléments sont déjà en place pour effectuer ce genre de caractérisation avec par exemple, un dispositif de flexion de fil de faible diamètre installé dans un MEB pour réaliser des essais avec la mesure des grandeurs appropriées.

Comme discuté dans le chapitre IV, l'analyse de l'endommagement peut être étendue à d'autres niveaux de sollicitation et développée à l'aide du dispositif SCUTT. Une étude intensive d'échantillons sollicités à des niveaux inférieurs à 0,3 % de déformation permettrait d'obtenir des éléments de réponses sur les cinétiques d'endommagement. Ce type d'étude rendrait également possible l'intégration de l'endommagement dans les modèles de comportement.

L'utilisation de la préparation des brins par abrasion ionique pour étudier l'endommagement après extraction de brins des zones de fortes sollicitations dans les câbles (Rutherford ou CICC) pourrait être menée de façon analogue aux études réalisées par C.Sanabria ([Sanabria *et al.*, 2012], [Sanabria *et al.*, 2015a], [Sanabria *et al.*, 2015b]).

# **Annexes**



# Annexe A

## Code d'Identification de Lois de Comportement-ILCo

Cette annexe présente le code ILCo pour l'Identification de Lois de Comportement développé lors de cette thèse et la résolution numérique mise en œuvre pour résoudre le problème d'optimisation et le calcul de la réponse d'un composite à un chargement. Pour rappel, le schéma de principe de l'optimisation est décrit figure A.1.

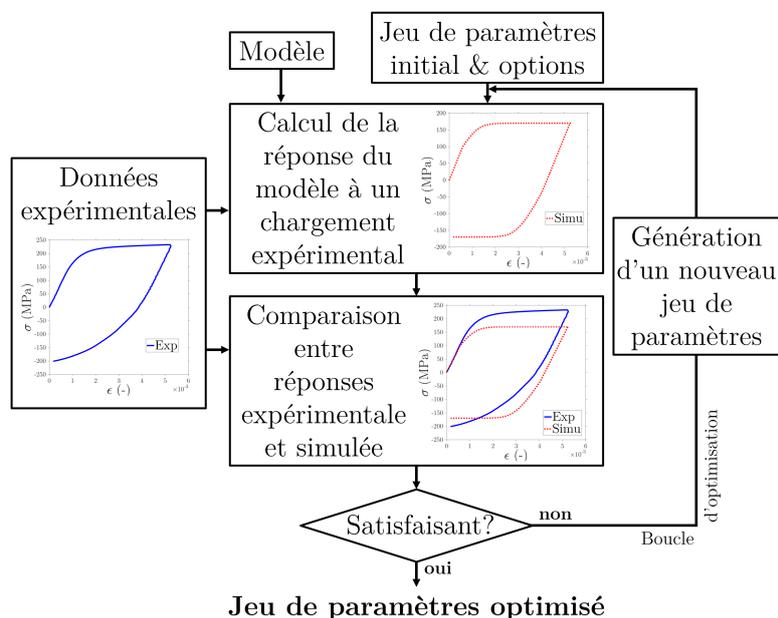


FIGURE A.1 – Principe du processus d'optimisation.

ILCo a été écrit sous MATLAB et utilise des fonctions et Toolbox internes à ce logiciel. Il est facilement exploitable et ouvert, donc modifiable pour ajouter de nouvelles fonctionnalités et modifier les modèles déjà codés.

## A.1 Structure du code

Le code développé pour résoudre les problèmes d'optimisations lié à l'identification de paramètres de loi de comportement est composé de plusieurs scripts imbriqués les uns dans les autres :

*Inputs* : Ce script est rempli par l'utilisateur et contient les données d'entrées nécessaires à l'optimisation (chemin d'accès des essais, algorithmes d'optimisations, options, etc.). Lorsque l'utilisateur le lance, il appelle le script maître *Optim*.

*Optim* : Ce script met en forme toutes les données et lance l'algorithme d'optimisation sélectionné par l'utilisateur. Il regroupe également les données de sorties des calculs lorsque l'algorithme est terminé.

*funobj* : À chaque fois qu'il est nécessaire de calculer la fonction objectif, lorsque l'algorithme génère un jeu de paramètres par exemple, c'est ce script qui est appelé. Il lance le calcul de la réponse du modèle pour ensuite évaluer la différence avec la réponse expérimentale.

*simu* : *funobj* appelle la fonction *Simu* qui calcul la réponse du modèle à un chargement expérimental (en contrainte ou en déformation). Pour résoudre les équations différentielles (partie **b**), il est nécessaire de calculer les incréments de toutes les variables à chaque instant, ce qui est réalisé par la fonction *fun*.

*fun* : cette fonction calcule à un instant  $t$  les différents incréments de chargement et d'érouissages permettant de calculer l'incrément de réponse du modèle.

## A.2 Données d'entrées et formalisme

Le processus d'optimisation nécessite des essais expérimentaux. L'utilisateur définit dans le script *inputs* le chemin d'accès des essais définit sous forme de matrice Matlab. Dans le cas des essais à différentes échelles, un fichier doit comprendre : un vecteur temps, la contrainte expérimentale noté  $\sigma_{exp}$ , la déformation expérimentale noté  $\varepsilon_{exp}$ , un vecteur  $fV$  regroupant les fractions volumiques de chaque set pour cet essai, l'information de pilotage de l'essai (contrainte ou déformation) et le nom de l'essai.

Il faut ensuite sélectionner les paramètres sur lesquels optimiser. C'est à cet endroit que l'utilisateur peut fixer certaines valeurs ou les entrer dans le processus d'optimisation.

C'est également dans le script *input* que l'algorithme de résolution utilisé est sélectionné avec les contraintes d'optimisations sur les paramètres (égalités, inégalités,

intervalles de variations), les tolérances stoppant la procédure et d'autres options relatives à chaque algorithme.

### A.3 Calcul de la réponse du modèle

À cette étape, le jeu de paramètres est fixé et nous utilisons les données de chargement et le temps de l'essai. Le chargement est, dans notre cas, la contrainte ou la déformation, suivant le pilotage choisi dans le fichier d'essai. Le calcul de la réponse du modèle est réalisé à chaque instant par la résolution des équations différentielles de manière discrète par un algorithme de Runge-Kutta. Nous utilisons la fonction ODE45 directement implémentée dans MATLAB [MathWorks, 2016b].

L'algorithme de Runge-Kutta nous permet d'approcher la solution à l'instant  $t$  connaissant :

— à  $t-1$  :

$$\underline{\sigma}_{set}(t-1), \underline{\varepsilon}(t-1), \underline{\varepsilon}_{set}^p(t-1), p_{set}(t-1), \underline{X}_{set}(t-1), R_{set}(t-1),$$

— l'incrément de chargement entre  $t-1$  et  $t$  :

$$\underline{\dot{\sigma}} \text{ ou } \underline{\dot{\varepsilon}},$$

— les équations régissant les incréments définis dans la partie III.1.3.b.

On évalue le critère de plasticité de chaque set  $f_{set}$  à  $t-1$  :

⇒  $f_{set} < 0$  – On se situe dans le domaine élastique et :

$$\underline{\dot{\varepsilon}}_{set}^p = 0,$$

$$\dot{p}_{set} = 0,$$

$$\underline{\dot{X}}_{set} = 0,$$

$$\dot{R}_{set} = 0,$$

$$\underline{\dot{\sigma}}_{set} = \mathbb{E}_{set} : \underline{\dot{\varepsilon}},$$

⇒  $f_{set} = 0$  – On se situe sur le bord du domaine.

1. On calcule  $\dot{p}_{set}$  puis  $\underline{\dot{\varepsilon}}_{set}^p$ ,  $\underline{\dot{X}}_{set}$  et  $\dot{R}_{set}$ ,

2. On évalue  $\dot{f}_{set}$

→  $\dot{f}_{set} < 0$  – Incrément élastique et :

$$\dot{p}_{set} = 0,$$

$$\underline{\dot{\varepsilon}}_{set}^p = 0,$$

$$\underline{\dot{X}}_{set} = 0,$$

$$\dot{R}_{set} = 0,$$

→  $\dot{f}_{set} = 0$  – Incrément plastique et on peut déterminer l'état mécanique à l'instant  $t$  en calculant  $\dot{p}_{set}$  par l'équation (III.16) défini dans la partie b.

L'instant  $t$  que Runge-Kutta utilise peut être différent du vecteur temps expérimental. Les valeurs correspondants au temps internes à Runge-Kutta sont déterminé par interpolation linéaire à partir de deux valeurs consécutives du vecteur temps expérimental. En fournissant à la fonction ODE45 le vecteur temps expérimental complet, la solution en sortie de fonction est évaluée en chaque point d'entrée. Cela nous permet d'obtenir une réponse calculée comparable à la réponse expérimentale.

## A.4 Calcul de la fonction objectif

Le but est de minimiser la différence entre la réponse du modèle et la réponse expérimentale. Cette différence, ou erreur, est notée  $f_{eval}$  et est calculée par une méthode des moindres carrés normalisées. On lui applique la fonction logarithme pour accentuer les différences aux faibles valeurs et améliorer la comparaison entre jeux de paramètres. Lorsque l'on pilote en déformation,  $f_{eval}$  est calculée selon l'équation (A.1) :

$$f_{eval} = \log \left( \frac{(\underline{\sigma}_{exp} - \underline{\sigma}_{simu})^T \cdot (\underline{\sigma}_{exp} - \underline{\sigma}_{simu})}{\underline{\sigma}_{exp}^T \cdot \underline{\sigma}_{exp}} \right) \quad (A.1)$$

avec  $\underline{\sigma}_{exp}$  le tenseur contrainte expérimentale et  $\underline{\sigma}_{simu}$  le tenseur contrainte simulé. Lors d'un essai piloté en contrainte, l'erreur est calculée sur les déformations  $\underline{\underline{\epsilon}}_{exp}$  et  $\underline{\underline{\epsilon}}_{simu}$ .

La fonction objectif  $f_{obj}$  est égale à  $f_{eval}$  lorsqu'il n'y a qu'un seul essai dans l'optimisation. Lorsque plusieurs essais sont utilisés, un coefficient de pondération est assigné à chaque essai. La fonction objectif correspond à la somme des erreurs sur chaque essai multipliés par leur pondération :

$$f_{obj} = \sum_{essai} pond(essai) \times f_{eval}(essai). \quad (A.2)$$

## A.5 Algorithmes de résolution et options d'optimisation

Les algorithmes utilisés sont ceux composant la toolbox développée par MATLAB : "Global Optimization toolbox" [MathWorks, 2016c].

Dans les premières optimisations, c'est-à-dire sur les essais à l'échelle mésoscopique, l'objectif est d'avoir une idée de l'ordre de grandeur des paramètres pour chaque set. Nous utilisons principalement un algorithme génétique afin de tester un grand nombre de jeux de paramètres différents et d'obtenir des informations sur les combinaisons de paramètres donnant les meilleurs résultats. L'algorithme génétique a le mérite d'être relativement rapide étant donné notre fonction objectif et de ne pas né-

cessiter de points de départ pour lancer l'optimisation. Nous l'utilisons donc en premier avec des bornes très larges pouvant aller par exemple pour une valeur de vitesse de 0,01 à  $10^4$  et pour une valeur de saturation de 10 à  $10^3$ .

Suivant le résultat de la (ou des) première(s) optimisation(s), il est intéressant de lancer un algorithme de descente en gradient. Ce type d'algorithme nécessite de connaître un point de départ "intéressant". De plus, nous avons vu les problèmes de minima locaux dans le chapitre III. La toolbox de MATLAB propose deux "lanceurs" pour trouver un minimum global en utilisant un algorithme de descente en gradient : "*Multi-Start*" et "*GlobalSearch*" [MathWorks, 2016a]. Le principe est de lancer un algorithme de descente en gradient sur plusieurs points de départ.

"*Multi-Start*" génère ses points de départ de façon aléatoire selon les contraintes définies dans les options d'optimisations pour trouver de multiple minima locaux. "*GlobalSearch*" lance l'algorithme de descente en gradient sur le point de départ fourni par l'opérateur puis définit grâce au résultat une fonction score lui permettant de générer les points de départs suivant de façon réfléchie (principe du bassin d'attraction non abordé ici-voir [MathWorks, 2016a]). Nous utiliserons plutôt ce dernier pour obtenir une valeur précise des paramètres. Le temps total d'une optimisation utilisant *GlobalSearch* est toutefois 3 fois supérieur à une optimisation par un algorithme génétique.

Lorsque l'on a une idée plus précise de la valeur des paramètres, un autre type d'algorithme peut être utilisé en plus des algorithmes de descente en gradient : les méthodes directes. Nous utilisons plus particulièrement l'algorithme "*Pattern Search*" [MathWorks, 2016d]. Le principe de cet algorithme est d'utiliser des vecteurs autour d'un point initial et d'évaluer la fonction objectif à une certaine distance le long de ces vecteurs. S'il trouve un point de fonction objectif plus faible, il l'utilise comme point central et recommence le processus en réduisant la distance. S'il n'en trouve pas, il agrandit la distance de recherche le long des vecteurs. Ce type d'algorithme permet de se déplacer dans la vallée en définissant la distance de recherche le long des vecteurs et donc de raffiner un jeu de paramètres trouvé par les algorithmes de recherche globaux.

Chaque jeu de paramètres testé est enregistré avec la valeur de la fonction objectif associée. Les critères d'arrêts de l'optimisation pouvant être définis sont :

- Une valeur seuil : si  $f_{obj}$  est inférieur à cette valeur, l'algorithme s'arrête. Ce critère est utile pour définir la précision de la réponse du modèle. Il faut cependant connaître approximativement la valeur que peut atteindre l'erreur.
- Une tolérance sur l'évolution de la fonction objectif. Si la fonction objectif n'évolue plus au-dessus d'un certain seuil entre plusieurs itérations, l'algorithme s'arrête. Ce critère permet de stopper le processus lorsque l'algorithme piétine dans

une vallée.

- Un nombre d'itérations maximum de l'algorithme (ou de génération pour l'algorithme génétique).
- Un nombre de points de départ sur lesquels sont lancés l'algorithme de descente en gradient pour "*GlobalSearch*". L'optimisation s'arrête lorsque la fonction objectif a été évalué sur le nombre de jeu de paramètres spécifié. Plus le nombre de points de départ est élevé, plus l'algorithme a de chance de trouver précisément le minimum global mais plus le temps de calcul sera élevé.

Le choix de l'algorithme est donc dicté globalement par l'objectif de l'optimisation et plus précisément si l'on cherche un ordre de grandeur ou un jeu précis et définitif ou encore la confiance que l'on a dans les résultats de l'essai.

Les résultats fournis par l'algorithme génétique sont généralement proche des résultats générés par *Global Search*, montrant que ce type d'optimisation est relativement efficace.

## **Annexe B**

# **Données et résultats des optimisations pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT**

Le principe d'optimisations successives a été présenté pour le brin MgB<sub>2</sub>. Les données et les résultats des étapes intermédiaires pour le brin Nb<sub>3</sub>Sn-IT sont présentées ici.

## B.1 Identification du module d'élasticité du set filaments

TABLEAU B.1 – Données des optimisations pour identifier  $E_f$ .

Optimisation		Mésoscopique	Macroscopique		
Essais avec pondérations		Interfil. (0.6)	Complet (0.6)		
		Ta $\pm 0,18\%$ (0.2)	Ta $\pm 0,18\%$ (0.2)		
		Ta $\pm 0,25\%$ (0.2)	Ta $\pm 0,25\%$ (0.2)		
Algorithme		Génétique	Génétique		
Paramètres	Fil.	$E_f$	- [120;182] 125	- [120;182] 125	
		Matrice	$Re_m$	- [80;170] 127	- [80;170] 88
			$C_m/\gamma_m$	- [120;180] 145	- [120;180] 153
	Barrière	$\gamma_m$	- [10;1000] 52	- [10;1000] 61	
		Couronne	$Re_b$	- [90;200] 90	- [90;200] 90
			$C_b/\gamma_b$	- [100;500] 102	- [100;500] 150
	Valeur initiale Intervalle Résultat	$\gamma_b$	- [200;4000] 2189	- [200;4000] 2520	
		Couronne	$Re_c$	x x x	- [35;80] 61
			$C_c/\gamma_c$	x x x	- [150;250] 162
	$\gamma_c$		x x x	- [30;800] 33	

## B.2 Optimisation macroscopiques

TABLEAU B.2 – Données des optimisations de l'identification macroscopique avec  $E_f$  fixé.

Optimisation		1	2	3	
Essais avec pondérations			Complet (0.5)		
			Interfil. (0.3)		
			Ta $\pm 0,18\%$ (0.1)		
			Ta $\pm 0,25\%$ (0.1)		
Algorithmes		Génétique	Génétique	<i>Pattern Search</i>	
Paramètres	$Re_m$	88	99	101	
		[80;170]	[80;150]	[80;150]	
		99	101	101	
	Matrice $C_m/\gamma_m$	153	156	159	
		[120;180]	[120;250]	[120;250]	
		156	159	159	
	$\gamma_m$	61	42	39	
		[10;1000]	[15;200]	[15;200]	
		42	39	39	
	Valeur initiale	$Re_b$	90	109	104
	Intervalle		[90;300]	[90;200]	[90;200]
	Résultat		109	104	101
Barrière $C_b/\gamma_b$	150	155	151		
	[150;250]	[150;200]	[150;200]		
	155	151	150		
$\gamma_b$	2520	1991	2018		
	[1500;3000]	[1700;2600]	[1700;2600]		
	1991	2018	2014		
Couronne $Re_c$	61	58	59		
	[35;80]	[35;80]	[35;80]		
	58	59	60		
	162	154	151		
	[150;300]	[150;300]	[150;300]		
	154	151	154		
$\gamma_c$	33	30	31		
	[30;800]	[30;800]	[30;800]		
	30	31	30		



# Bibliographie

- ALKNES, P., HAGNER, M., BJOERSTAD, R., SCHEUERLEIN, C., BORDINI, B., SUGANO, M., HUDSPETH, J. et BALLARINO, A. (2016). Mechanical properties and strain-induced filament degradation of ex situ and in situ MgB<sub>2</sub> wires. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 26(3):1–5. [65](#), [82](#), [85](#), [106](#), [181](#), [182](#)
- ANDRADE-CAMPOS, A., THUILLIER, S., PILVIN, P. et TEIXEIRA-DIAS, F. (2007). On the determination of material parameters for internal variable thermoelastic–viscoplastic constitutive models. *International Journal of Plasticity*, 23(8):1349–1379. [127](#), [130](#), [131](#)
- ARBELAEZ, D., PRESTEMON, S., FERRACIN, P., GODEKE, A., DIETDERICH, D. et SABBI, G. (2010). Cable deformation simulation and a hierarchical framework for Nb<sub>3</sub>Sn rutherford cables. *In Journal of Physics : Conference Series*. IOP Publishing. [41](#)
- ARMSTRONG, P. J. et FREDERICK, C. O. (1966). A mathematical representation of the multiaxial Bauschinger effect. Rapport technique Central Electricity Generating Board Report RD/B/N731, Berkeley Nuclear Laboratories, Research & Development Dept. [125](#)
- BAIXERAS, J. (1998). *Les supraconducteurs. Application à l'électronique et à l'électrotechnique*. Eyrolles et CNRS éditions. [12](#), [13](#)
- BAJAS, H. (2011). *Numerical simulation of the mechanical behavior of the ITER cable-in-conduit conductors*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris-Laboratoire MSSMat. [18](#), [19](#), [22](#), [27](#), [42](#), [43](#), [48](#), [58](#), [59](#), [60](#), [72](#), [73](#), [86](#), [97](#), [106](#), [109](#), [114](#), [115](#), [119](#), [120](#), [167](#), [170](#), [172](#), [173](#), [174](#), [175](#), [199](#), [207](#)
- BAJAS, H., DURVILLE, D. et DEVRED, A. (2012). Finite element modelling of cable-in-conduit conductors. *Superconductor Science and Technology*, 25(5):054019. [54](#), [114](#), [118](#)
- BALLARINO, A. (2014). Development of superconducting links for the Large Hadron Collider machine. *Superconductor Science and Technology*, 27(4):044024. [65](#)
- BALLARINO, A., BRUZEK, C. E., DITTMAR, N., GIANNELLI, S., GOLDACKER, W., GRASSO, G., GRILLI, F., HABERSTROH, C., HOLÉ, S., LESUR, F., MARIAN, A., MARTÍNEZ-VAL, J. M., MARTINI, L., RUBBIA, C., SALMIERI, D., SCHMIDT, F. et TROPEANO, M. (2016). The BEST PATHS project on MgB<sub>2</sub> superconducting cables for very high power transmission. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 26(3). [24](#), [35](#), [36](#)
- BARI, S. et HASSAN, T. (2000). Anatomy of coupled constitutive models for ratcheting simulation. *International Journal of Plasticity*, 16(3):381–409. [159](#)

- BARZI, E., BOSSERT, R., CASPI, S., DIETDERICH, D. R., FERRACIN, P., GHOSH, A. et TURRIONI, D. (2007). RRP Nb<sub>3</sub>Sn Strand Studies for LARP. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 17(2):2607–2610. [180](#)
- BAUER, P., RAJAINMAKI, H. et SALPIETRO, E. (2007). EFDA material data compilation for superconductor simulation. *EFDA CSU, Garching, April, 7*. [167](#)
- BESNARD, G., HILD, F. et ROUX, S. (2006). “Finite-Element” Displacement Fields Analysis from Digital Images : Application to Portevin–Le Châtelier Bands. *Experimental Mechanics*, 46(6):789–803. [184](#)
- BORDINI, B., BOTTURA, L., MONDONICO, G., OBERLI, L., RICHTER, D., SEEBER, B., SENATORE, C., TAKALA, E. et VALENTINIS, D. (2012). Extensive characterization of the 1 mm PIT Nb<sub>3</sub>Sn Strand for the 13-T FRESCA2 Magnet. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 22(3):6000304–6000304. [31](#), [62](#)
- BOSO, D., LEFIK, M. et SCHREFLER, B. (2005). A multilevel homogenised model for superconducting strand thermomechanics. *Cryogenics*, 45(4):259–271. [114](#), [115](#), [116](#)
- BOSO, D. P. (2013). A simple and effective approach for thermo-mechanical modelling of composite superconducting wires. *Superconductor Science and Technology*, 26(4):045006. [54](#), [106](#), [114](#), [115](#), [116](#)
- BOSO, D. P. et LEFIK, M. (2009). A thermo-mechanical model for Nb<sub>3</sub>Sn filaments and wires : strain field for different strand layouts. *Superconductor Science and Technology*, 22(12):125012. [114](#), [116](#), [117](#)
- BOSO, D. P., LEFIK, M. et SCHREFLER, B. A. (2006). Homogenisation methods for the thermo-mechanical analysis of Nb<sub>3</sub>Sn strand. *Cryogenics*, 46(7):569–580. [114](#), [115](#)
- BRACCINI, V., NARDELLI, D., PENCO, R. et GRASSO, G. (2007). Development of ex situ processed MgB<sub>2</sub> wires and their applications to magnets. *Physica C : Superconductivity*, 456(1):209–217. [36](#)
- BRAY, S., EKIN, J. et SESSELMANN, R. (1997). Tensile measurements of the modulus of elasticity of Nb<sub>3</sub>Sn at room temperature and 4 K. *IEEE transactions on applied superconductivity*, 7(2):1451–1454. [106](#)
- BRESCHI, M., DEVRED, A., CASALI, M., BESSETTE, D., JEWELL, M., MITCHELL, N., PONG, I., VOSTNER, A., BRUZZONE, P., STEPANOV, B. *et al.* (2012). Results of the TF conductor performance qualification samples for the ITER project. *Superconductor science and technology*, 25(9):095004. [39](#)
- BROWN, M., TARANTINI, C., STARCH, W., OATES, W., LEE, P. J. et LARBALESTIER, D. C. (2016). Correlation of filament distortion and RRR degradation in drawn and rolled PIT and RRP Nb<sub>3</sub>Sn wires. *Superconductor Science and Technology*, 29(8):084008. [180](#)
- BRUZZONE, P., BAGNASCO, M., CAU, F., STEPANOV, B. et WESCHE, R. (2008). Development of a React&Wind conductor for the ITER toroidal field coils. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 18(2):467–470. [39](#)

- BRUZZONE, P., FUCHS, A. M., STEPANOV, B. et VECSEY, G. (2002). Performance evolution of Nb<sub>3</sub>Sn cable-in-conduit conductors under cyclic load [for tokamaks]. *Applied Superconductivity, IEEE Transactions on*, 12(1):516–519. 180
- BRUZZONE, P., STEPANOV, B. et WESCHE, R. (2009). Qualification tests for ITER TF conductors in SULTAN. *Fusion Engineering and Design*, 84(2):205–209. 39
- BUSSIÈRE, J., WELCH, D. et SUENAGA, M. (1980). Young's modulus of polycrystalline Nb<sub>3</sub>Sn between 4.2 and 300 K. *Journal of Applied Physics*, 51(2):1024–1030. 106
- BUSSIÈRE, J. F., FAUCHER, B., JR, C. L. S. et SUENAGA, M. (1982). Effects of Ternary Additions on Young's Modulus and the Martensitic Transformation of Nb<sub>3</sub>Sn. In REED, R. P. et CLARK, A. F., éditeurs : *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, numéro 28 de *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, pages 453–460. Springer US. 108
- BUSSIÈRE, J. F., LEHUY, H. et FAUCHER, B. (1984). Elastic behavior of polycrystalline Nb<sub>3</sub>Sn, V<sub>3</sub>Ga and Nb<sub>3</sub>Ge. In CLARK, A. F. et REED, R. P., éditeurs : *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, pages 859–866. Springer US. 108
- CERN (consulté en 2017). L'énergie du CERN. <http://home.cern/fr/about/engineering/powering-cern>. 24
- CHEGGOUR, N., LEE, P., GOODRICH, L., SUNG, Z., STAUFFER, T., SPLETT, J. et JEWELL, M. (2014). Influence of the heat-treatment conditions, microchemistry, and microstructure on the irreversible strain limit of a selection of Ti-doped internal-tin Nb<sub>3</sub>Sn ITER wires. *Superconductor Science and Technology*, 27(10):105004. 180
- CHEN, J., HAN, K. et KALU, P. N. (2011). 3D stress-strain model of the Nb<sub>3</sub>Sn wire. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 21(3):2509–2512. 117
- CHIESA, L. (2006). *Development of an Experiment to study the effects of transverse stress on the critical current of a Niobium-tin superconducting cable*. Thèse de doctorat, Massachusetts Institute of Technology. 15, 19
- CIAZYNSKI, D. (1985). *Distributions de courant et pertes à l'intérieur d'un composite multifilamentaire supraconducteur soumis à un champ magnétique variable*. phd-thesis, Université Pierre et Marie Curie-Paris 6. 15, 16
- CIAZYNSKI, D. (2007). Review of Nb<sub>3</sub>Sn conductors for ITER. *Fusion Engineering and Design*, 82(5):488–497. 39
- CIAZYNSKI, D. et TORRE, A. (2010). Analytical formulae for computing the critical current of an Nb<sub>3</sub>Sn strand under bending. *Superconductor Science and Technology*, 23(12):125005. 19
- CIAZYNSKI, D., TORRE, A., LI, S. et LENOIR, G. (2016). Coupled mechanical and electrical modeling of Nb<sub>3</sub>Sn strand critical current under bending. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 26(3):1–6. 19, 120, 209
- CIAZYNSKI, D., ZANI, L., BRUZZONE, P., STEPANOV, B., WESCHE, R., ZANINO, R., RICHARD, L. S., NIJHUIS, A., ILYIN, Y., TURTÙ, S. *et al.* (2008). Influence of cable layout on the performance of ITER-type Nb<sub>3</sub>Sn conductors. In *Journal of Physics : Conference Series*, volume 97, page 012027. IOP Publishing. 19, 39

- COLAS, D. (2013). *Approche multi-échelles du vieillissement et du comportement mécanique cyclique du tantale*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris. [105](#), [106](#), [161](#), [163](#), [166](#)
- CORDERO, E., CANTELLI, R., GIUNCHI, G. et CERESARA, S. (2001). Search for incipient lattice instabilities in MgB<sub>2</sub> by anelastic spectroscopy. *Physical Review B*, 64(13):132503. [139](#)
- CORDILL, M., MOODY, N. et GERBERICH, W. (2008). Effects of dynamic indentation on the mechanical response of materials. *Journal of Materials Research*, 23(6):1604–1613. [98](#)
- COSTELLO, G. A. (1997). *Theory of wire rope*. Springer Science & Business Media. [40](#)
- DAVIS, J. R. *et al.* (2000). *Nickel, cobalt, and their alloys*. ASM international. [101](#), [103](#), [106](#)
- DEVRED, A. (2002). Supraconducteurs à basse température critique pour électroaimants. Rapport technique, Commissariat à l'Énergie Atomique de Saclay (DSM/DAPNIA/SACM) et CERN (LHC/MMS). [29](#)
- DHALLE, M., VAN WEEREN, H., WESSEL, S., den OUDEN, A., TEN KATE, H., HUŠEK, I., KOVÁČ, P., SCHLACHTER, S. et GOLDBACKER, W. (2005). Scaling the reversible strain response of MgB<sub>2</sub> conductors. *Superconductor Science and Technology*, 18(12):S253. [19](#)
- DRESNER, L. (1995). Twenty years of cable-in-conduit conductors : 1975–1995. *Journal of Fusion Energy*, 14(1):3–12. [26](#)
- DU, X., ZHAO, H., ZHANG, L., YANG, Y., XU, H., FU, H. et LI, L. (2015). Molecular dynamics investigations of mechanical behaviours in monocrystalline silicon due to nanoindentation at cryogenic temperatures and room temperature. *Scientific Reports*, 5(1). [210](#)
- DUCHATEAU, J.-L. (2002). Cryoélectricité des courants forts. câbles en conduit supraconducteurs. *Techniques de l'ingénieur. Génie nucléaire*. [26](#)
- DURVILLE, D. (2005). Numerical simulation of entangled materials mechanical properties. *Journal of materials science*, 40(22):5941–5948. [41](#)
- DURVILLE, D. (2010). Simulation of the mechanical behaviour of woven fabrics at the scale of fibers. *International journal of material forming*, 3(2):1241–1251. [41](#)
- DURVILLE, D. (2012). Contact-friction modeling within elastic beam assemblies : an application to knot tightening. *Computational Mechanics*, 49(6):687–707. [41](#), [48](#), [114](#)
- DYLLA, M. T., SCHULTZ, S. E. et JEWELL, M. C. (2016). Fracture strength distribution of individual Nb<sub>3</sub>Sn filaments. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 26(8): 1–7. [106](#), [107](#), [169](#), [180](#)
- EASTON, D. S., KROEGER, D. M., SPECKING, W. et KOCH, C. C. (1980). A prediction of the stress state in Nb<sub>3</sub>Sn superconducting composites. *Journal of Applied Physics*, 51(5):2748–2757. [106](#), [108](#)

- EKIN, J. (1980). Strain scaling law for flux pinning in practical superconductors. part 1 : Basic relationship and application to Nb<sub>3</sub>Sn conductors. *Cryogenics*, 20(11):611–624. 17, 19
- EKIN, J. (1987). Effect of transverse compressive stress on the critical current and upper critical field of Nb<sub>3</sub>Sn. *Journal of Applied Physics*. 17
- EKIN, J., SUENAGA, M. et CLARK, M. (1980). Strain scaling law and the prediction of uniaxial and bending strain effects in multifilamentary superconductors. *In Filamentary A15 Superconductors Plenum Press*, pages 187–203. Springer US. 17
- EKIN, J. W. (1978). Current transfer in multifilamentary superconductors. I. theory. *Journal of Applied Physics*, 49(6):3406. 15
- EKIN, J. W. (1981). Mechanical properties and strain effects in superconductors. In FÖRNER, S. et SCHWARTZ, B. B., éditeurs : *Superconductor Materials Science : Metallurgy, Fabrication, and Applications*, pages 455–510. Springer US, Boston, MA. 17
- ERDMAN, N., CAMPBELL, R. et ASAHINA, S. (2006). Argon beam cross sectioning. *Advanced Materials and Processes*, 164(6):33–36. 200
- EVANS, L. (2012). The large hadron collider. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 370(1961): 831–858. 20
- FERMILAB (consulté en 2017). Site internet - magnet Capabilities | Technical Division. <http://td.fnal.gov/magnet-capabilities/>. 21
- FU, M., CHEN, J., JIAO, Z., KUMAKURA, H., TOGANO, K., DING, L., ZHANG, Y., CHEN, Z., HAN, H. et CHEN, J. (2004). Mechanical properties and bending strain effect on Cu–Ni sheathed MgB<sub>2</sub> superconducting tape. *Physica C : Superconductivity*, 406(1–2):53–57. 103
- GERMAIN, P. (1973). *Cours de mécanique des milieux continus : Théorie générale*. Masson. 122
- GEYER, P. (1994). Modélisation des phénomènes de déformation progressive par le modèle élastoplastique de chaboche modifié par BURLET et CAILLETAUD. Rapport technique, EDF. 210
- GEYER, P. (1995). Modeling of ratchetting in biaxial loading of the stainless steel 316 SPH between 20 and 600°C. *In Proceedings of Plasticity*, volume 95, pages 563–596. 159
- GÜÇLÜ, N., KÖLEMEN, U., UZUN, O. et ÇELEBI, S. (2005). Work of indentation approach for investigation of mechanical properties of YBCO bulk superconductor at cryogenic temperatures. *Physica C : Superconductivity*, 433(1–2):115–122. 210
- GODEKE, A., DHALLE, M., MORELLI, A., STOBBELAAR, L., WEEREN, H. v., ECK, H. J. N. v., ABBAS, W., NIJHUIS, A., OUDEN, A. d. et HAKEN, B. t. (2004). A device to investigate the axial strain dependence of the critical current density in superconductors. *Review of Scientific Instruments*, 75(12):5112–5118. 53

- GODEKE, A., TEN HAKEN, B. et ten KATE, H. H. (1999). Scaling of the critical current in ITER type niobium-tin superconductors in relation to the applied field, temperature and uni-axial applied strain. *IEEE transactions on applied superconductivity*, 9(2): 161–164. [19](#)
- GOODFELLOW (consulté en 2016). Propriétés matériaux du catalogue en ligne. <http://www.goodfellow.com>. [101](#)
- HANNA, M., FANG, H., ZHOU, Y. X., ALESSANDRINI, M., PUTMAN, P. T. et SALAMA, K. (2007). Mechanical properties of superconducting MgB<sub>2</sub> wire. *Journal of Materials Processing Technology*, 181(1):44–47. [50](#), [63](#)
- HOJO, M., MATSUOKA, T., HASHIMOTO, M., TANAKA, M., SUGANO, M., OCHIAI, S. et MIYASHITA, K. (2006). Direct measurement of elastic modulus of Nb<sub>3</sub>Sn using extracted filaments from superconducting composite wire and resin impregnation method. *Physica C : Superconductivity and its Applications*, 445–448:814–818. [106](#), [107](#), [169](#)
- IEC/CEI 61788-19 (2013). Supraconductivité–partie 19 : Mesure des propriétés mécaniques–essai de traction à température ambiante des supraconducteurs composites de nb<sub>3</sub>sn mis en réaction. CEI–Commission Electrotechnique Internationale, Genève, Suisse. [54](#), [56](#), [57](#)
- ILYIN, Y., NIJHUIS, A., WESSEL, W. A. J., EIJNDEN, N. V. D. et KATE, H. H. J. T. (2006). Axial tensile stress-strain characterization of a 36 strands cable. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 16(2):1249–1252. [54](#)
- ITER (consulté en 2016). Album photos publié par l’organisation ITER. <https://www.iter.org/album>. [26](#), [30](#)
- ITER, O. (2014). Juillet/août 2014. *ITER le magazine*, 4. [21](#)
- JAEA (2012). *JAEA R&D Review 2012*. Japan Atomic Energy Agency (JAEA). [23](#)
- JEWELL, M. C. (2008). *The effect of strand architecture on the fracture propensity of Nb<sub>3</sub>Sn composite wires*. Thèse de doctorat, University of Wisconsin–Madison. [18](#), [19](#), [27](#), [30](#), [33](#), [34](#), [97](#), [180](#), [199](#), [200](#), [203](#), [204](#)
- JEWELL, M. C., LEE, P. J. et LARBALESTIER, D. C. (2003). The influence of Nb<sub>3</sub>Sn strand geometry on filament breakage under bend strain as revealed by metallography. *Superconductor Science and Technology*, 16(9):1005. [40](#)
- KATAGIRI, K., FUKUMOTO, M., SAITO, K., OHGAMI, M., OKADA, T., NAGATA, A., NOTO, K. et WATANABE, K. (1990). An apparatus for evaluating strain effect of critical current in superconducting wires in magnetic fields up to 16.5 T. *In Advances in Cryogenic Engineering Materials*, pages 69–75. Springer. [63](#)
- KATAGIRI, K., IWAMOTO, A., SHOJI, Y., TACHIKAWA, K., YAMADA, Y., WATANABE, K. et MITO, T. (2003). Stress/strain characteristics of PIT MgB<sub>2</sub> tapes with nickel sheath-effect of indium addition to the core. *Physica C : Superconductivity*, 397(3):95–98. [18](#)

- KATAGIRI, K., KASABA, K., HOJO, M., OSAMURA, K., SUGANO, M., KIMURA, A. et OGATA, T. (2001). Tensile testing methods of Cu/Nb<sub>3</sub>Sn superconducting wires at room temperature. *Physica C : Superconductivity*, 357:1302–1305. [54](#)
- KATAGIRI, K., KASABA, K., SHOJI, Y., YAMAKAGE, D., OBARA, T., SHIMURA, S., KOSHIZUKA, N. et WATANABE, K. (2007). Stress/strain characteristics of Cu-alloy sheath MgB<sub>2</sub> superconducting wires. *Cryogenics*, 47(4):220–224. [50](#), [63](#)
- KATAGIRI, K., TAKAYA, R., KASABA, K., TACHIKAWA, K., YAMADA, Y., SHIMURA, S., KOSHIZUKA, N. et WATANABE, K. (2005). Stress–strain effects on powder-in-tube MgB<sub>2</sub> tapes and wires. *Superconductor Science and Technology*, 18(12):S351. [49](#), [62](#)
- KELLER, K. et HANAK, J. (1966). Lattice softening in single crystal Nb<sub>3</sub>Sn. *Physics Letters*, 21(3):263–264. [108](#)
- KELLER, K. et HANAK, J. (1967). Ultrasonic measurements in single-crystal Nb<sub>3</sub>Sn. *Physical Review*, 154(3):628. [106](#), [108](#)
- KITAGUCHI, H. et KUMAKURA, H. (2005). Superconducting and mechanical performance and the strain effects of a multifilamentary MgB<sub>2</sub>/Ni tape. *Superconductor Science and Technology*, 18(12):S284. [50](#)
- KITAGUCHI, H., KUMAKURA, H. et TOGANO, K. (2001). Strain effect in MgB<sub>2</sub>/stainless steel superconducting tape. *Physica C : Superconductivity*, 363(3):198–201. [18](#)
- KONSTANTOPOULOU, K., BALLARINO, A., GHARIB, A., STIMAC, A., GONZALEZ, M. G., FONTENLA, A. T. P. et SUGANO, M. (2016). Electro-mechanical characterization of MgB<sub>2</sub> wires for the superconducting link project at CERN. *Superconductor Science and Technology*, 29(8):084005. [18](#), [65](#), [66](#), [67](#), [68](#), [72](#), [85](#)
- KOPERA, L., KOVÁČ, P. et MELIŠEK, T. (2008). Electromechanical characterization of selected superconductors. *Superconductor Science and Technology*, 21(11):115001. [64](#), [65](#)
- KOVÁČ, P., KOPERA, L., MELIŠEK, T., RINDFLEISCH, M., HAESSLER, W. et HUŠEK, I. (2013). Behaviour of filamentary MgB<sub>2</sub> wires subjected to tensile stress at 4.2 K. *Superconductor Science and Technology*, 26(10):105028. [18](#), [64](#), [66](#), [72](#), [177](#)
- LEE, S.-W., MEZA, L. et GREER, J. R. (2013). Cryogenic nanoindentation size effect in [0 0 1]-oriented face-centered cubic and body-centered cubic single crystals. *Applied Physics Letters*, 103(10):101906. [210](#)
- LEFIK, M., BOSO, D. et SCHREFLER, B. (2009). Generalized self-consistent homogenization using the finite element method. *ZAMM - Journal of Applied Mathematics and Mechanics / Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, 89(4):306–319. [116](#), [117](#)
- LEMAITRE, J., CHABOCHE, J.-L., BENALLAL, A. et DESMORAT, R. (2009). *Mécanique des matériaux solides-3eme édition*. Dunod. [122](#), [134](#)
- LI, X. et BHUSHAN, B. (2002). A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications. *Materials characterization*, 48(1):11–36. [96](#), [97](#), [99](#)

- LIU, B., WU, Y., LIU, F. et LONG, F. (2011). Axial strain characterization of the Nb<sub>3</sub>Sn strand used for China's TF conductor. *Fusion Engineering and Design*, 86(1):1–4. 49
- LNCMI (consulté en 2017). Les supraconducteurs : leur rôle aujourd'hui et pourquoi les étudier. <http://www.toulouse.lncmi.cnrs.fr/spip.php?article400&lang=fr>. Image adaptée d'American Superconductor, présentation IREQ 2009. 24
- LYARD, L. (2005). *MgB<sub>2</sub> : le supraconducteur à 2 gaps*. Thèse de doctorat, Université Joseph-Fourier-Grenoble I. 14
- MACIEJAK, O. et AUBERT, P. (2007). Mesure de dureté par nano-indentation. *Techniques de l'ingénieur*. 96
- MALAGOLI, A., GRASSO, G., TUMINO, A., MODICA, M., BRACCINI, V., RONCALLO, S., BELLINGERI, E., FERDEGHINI, C. et SIRI, A. S. (2003). Fabrication and characterization of Ni-sheathed MgB<sub>2</sub> superconducting tapes. *International Journal of Modern Physics B*, 17:461. 38
- MALLON, P. J., BORDINI, B., CHIESA, L., SCHEUERLEIN, C., BALLARINO, A., BOTTURA, L. et OBERLI, L. (2013). Mechanical material characterization and finite element modeling of unreacted Nb<sub>3</sub>Sn PIT wires under transverse pressure. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 23(3):8400804–8400804. 62, 65
- MANIL, P., BAUDOY, B., CLEMENT, S., DEVAUX, M., DURANTE, M., FAZILLEAU, P., FERACIN, P., FESSIA, P., MUNOZ GARCIA, J. E., GARCIA, L., GAUTHIER, R., OBERLI, L., PEREZ, J. C., PIETROWICZ, S., RIFFLET, J. M., de RIJK, G., RONDEAUX, F. et TODESCO, E. (2014). Development and coil fabrication test of the Nb<sub>3</sub>Sn dipole magnet FRESCA2. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 24(3):1–5. 31
- MANIL, P., MOUZOURI, M. et NUNIO, F. (2012). Mechanical modeling of low temperature superconducting cables at the strand level. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 22(3):4903704–4903704. 41
- MANIL, P., NUNIO, F., OTHMANI, Y., AUBIN, V., BUFFIÈRE, J.-Y., COMMISSO, M. S., DOKLADAL, P., DURVILLE, D., LENOIR, G., LERMÉ, N. *et al.* (2017). A numerical approach for the mechanical analysis of superconducting rutherford-type cables using bimetallic description. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 27(4):1–6. 209
- MANIL, P., NUNIO, F., OTHMANI, Y., AUBIN, V., BUFFIÈRE, J.-Y., COMMISSO, M.-S., DOKLADAL, P., DURVILLE, D., LENOIR, G., LERMÉ, N. et MAIRE, E. (2016). A numerical approach for the mechanical analysis of superconducting rutherford-type cables using bi-metallic description. Poster présenté à l'Applied Superconductivity Conference en septembre 2016 à Denver, États-Unis. 32
- MARTOVETSKY, N. (2013). Correlation between degradation and broadness of the transition in CICC. *Superconductor Science and Technology*, 26(10):104001. 19
- MARTOVETSKY, N., MICHAEL, P., MINERVINI, J., RADOVINSKY, A., TAKAYASU, M., GUNG, C., THOME, R., ANDO, T., ISONO, T., HAMADA, K. *et al.* (2002). Test of the ITER central solenoid model coil and CS insert. *IEEE transactions on applied superconductivity*, 12(1):600–605. 180

- MATHWORKS (consulté en 2016a). Description du fonctionnement des algorithmes "Multi-Start" et "Global Search". <https://fr.mathworks.com/help/gads/how-globalsearch-and-multistart-work.html>. 217
- MATHWORKS (consulté en 2016b). Documentation de la fonction ode45. [https://fr.mathworks.com/help/matlab/ref/ode45.html?s\\_tid=srchtitle](https://fr.mathworks.com/help/matlab/ref/ode45.html?s_tid=srchtitle). 215
- MATHWORKS (consulté en 2016c). Documentation de la "Global Optimization toolbox". <https://fr.mathworks.com/help/gads/index.html>. 216
- MATHWORKS (consulté en 2016d). Documentation de l'algorithme "Pattern Search". <https://fr.mathworks.com/help/gads/patternsearch.html>. 217
- MEISSNER, W. et OCHSENFELD, R. (1933). Ein neuer effekt bei eintritt der supraleitfähigkeit. *Naturwissenschaften*, 21(44):787–788. 12
- MIRSHAMS, R. A. et POTHAPRAGADA, R. M. (2006). Correlation of nanoindentation measurements of nickel made using geometrically different indenter tips. *Acta Materialia*, 54(4):1123–1134. 103
- MITCHELL, N. (2003). Mechanical and magnetic load effects in Nb<sub>3</sub>Sn cable-in-conduit conductors. *Cryogenics*, 43(3):255–270. 113
- MITCHELL, N. (2005a). Finite element simulations of elasto-plastic processes in Nb<sub>3</sub>Sn strands. *Cryogenics*, 45(7):501–515. 49, 52, 85, 87, 106, 108, 113, 118, 119, 161, 167, 170, 172, 173
- MITCHELL, N. (2005b). Modeling of the effect of Nb<sub>3</sub>Sn strand composition on thermal strains and superconducting performance. *Applied Superconductivity, IEEE Transactions on*, 15(2):3572–3576. 113
- MITCHELL, N. (2005c). Operating strain effects in Nb<sub>3</sub>Sn cable-in-conduit conductors. *Superconductor Science and Technology*, 18(12):S396. 39, 48
- MITCHELL, N., BAUER, P., BESSETTE, D., DEVRED, A., GALLIX, R., JONG, C., KNASTER, J., LIBEYRE, P., LIM, B., SAHU, A. *et al.* (2009). Status of the ITER magnets. *Fusion Engineering and Design*, 84(2):113–121. 22
- MITCHELL, N., DEVRED, A., LARBALESTIER, D. C., LEE, P. J., SANABRIA, C. et NIJHUIS, A. (2013). Reversible and irreversible mechanical effects in real cable-in-conduit conductors. *Superconductor Science and Technology*, 26(11):114004. 39, 180
- MIYOSHI, Y., VAN LANEN, E., DHALLÉ, M. et NIJHUIS, A. (2009). Distinct voltage–current characteristics of Nb<sub>3</sub>Sn strands with dispersed and collective crack distributions. *Superconductor Science and Technology*, 22(8):085009. 18, 19
- MIYOSHI, Y., VAN LANEN, E. P. A., DHALLE, M. M. J. et NIJHUIS, A. (2010). Microscopic fractures and transport degradation in ITER type strands. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 20(3):1404–1407. 180
- MIYOSHI, Y., ZHOU, C., VAN LANEN, E., DHALLÉ, M. et NIJHUIS, A. (2012). Modelling of current distribution in Nb<sub>3</sub>Sn multifilamentary strands subjected to bending. *Superconductor science and technology*, 25(5):054003. 19

- MONDONICO, G., SEEBER, B., SENATORE, C., FLÜKIGER, R., CORATO, V., DE MARZI, G. et MUZZI, L. (2010). Improvement of electromechanical properties of an ITER internal tin Nb<sub>3</sub>Sn wire. *Journal of Applied Physics*, 108(9):093906. 17
- MUZZI, L., DE MARZI, G., DI ZENOBIO, A. et DELLA CORTE, A. (2015). Cable-in-conduit conductors : Lessons from the recent past for future developments with low and high temperature superconductors. *Superconductor Science and Technology*, 28(5):053001. 17
- NAGAMATSU, J., NAKAGAWA, N., MURANAKA, T., ZENITANI, Y. et AKIMITSU, J. (2001). Superconductivity at 39 K in magnesium diboride. *Nature*, 410(6824):63–64. 17
- NEMOV, A., BOSO, D., VOYNOV, I., BOROVKOV, A. et SCHREFLER, B. (2010). Generalized stiffness coefficients for ITER superconducting cables, direct FE modeling and initial configuration. *Cryogenics*, 50(5):304–313. 40, 54
- NEXANS (consulté en 2017). Super cool power highways. [http://www.nexans.com/eservice/Corporate-en/navigatepub\\_142482\\_-35602/Super\\_cool\\_power\\_highways.html](http://www.nexans.com/eservice/Corporate-en/navigatepub_142482_-35602/Super_cool_power_highways.html). 25
- NIJHUIS, A. (2008). A solution for transverse load degradation in ITER Nb<sub>3</sub>Sn CICC's : verification of cabling effect on lorentz force response. *Superconductor Science and Technology*, 21(5):054011. 180
- NIJHUIS, A. et ILYIN, Y. (2006). Transverse load optimization in Nb<sub>3</sub>Sn cicc design; influence of cabling, void fraction and strand stiffness. *Superconductor Science and Technology*, 19(9):945. 39, 40, 180
- NIJHUIS, A., ILYIN, Y., KROOSHOOP, H. *et al.* (2008). ITER Nb<sub>3</sub>Sn strand bending and strain test program at the university of twente. *Final Report UT-ITER*, 2. 18, 19
- NIJHUIS, A., ILYIN, Y., WESSEL, S., KROOSHOOP, E., FENG, L. et MIYOSHI, Y. (2009a). Summary of ITER TF strand testing under axial strain, spatial periodic bending and contact stress. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 19(3):1516–1520. 17
- NIJHUIS, A., MIYOSHI, Y., JEWELL, M., ABBAS, W. et WESSEL, W. (2009b). Systematic study on filament fracture distribution in ITER Nb<sub>3</sub>Sn strands. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 19(3):2628–2632. 203, 204
- NIJHUIS, A., Pompe van MEERDERVOORT, R. P., KROOSHOOP, H. J. G., WESSEL, W. A. J., ZHOU, C., ROLANDO, G., SANABRIA, C., LEE, P. J., LARBALESTIER, D. C., DEVRED, A., VOSTNER, A., MITCHELL, N., TAKAHASHI, Y., NABARA, Y., BOUTBOUL, T., TRONZA, V., PARK, S.-H. et YU, W. (2013). The effect of axial and transverse loading on the transport properties of ITER Nb<sub>3</sub>Sn strands. *Superconductor Science and Technology*, 26(8):084004. 17, 49, 177
- NIJHUIS, A., van den EIJNDEN, N. C., ILYIN, Y., van PUTTEN, E. G., VEENING, G. J. T., WESSEL, W. A. J., den OUDEN, A. et ten KATE, H. H. J. (2005). Impact of spatial periodic bending and load cycling on the critical current of a Nb<sub>3</sub>Sn strand. *Superconductor Science and Technology*, 18(12):S273–S283. 19, 53

- NISHIJIMA, G., YE, S. J., MATSUMOTO, A., TOGANO, K., KUMAKURA, H., KITAGUCHI, H. et OGURO, H. (2012). Mechanical properties of MgB<sub>2</sub> superconducting wires fabricated by internal Mg diffusion process. *Superconductor Science and Technology*, 25(5):054012. [50](#)
- NYILAS, A. (2005). Strain sensing systems tailored for tensile measurement of fragile wires. *Superconductor Science and Technology*, 18(12):S409–S415. [53](#), [55](#), [57](#), [63](#), [70](#), [71](#)
- NYILAS, A. (2006). On the measurement of tensile properties of superconducting Nb<sub>3</sub>Sn wires at ambient temperature and at cryogenic environment. volume 824, pages 582–589. AIP. [54](#)
- OBERLI, L. (2013). Development of the Nb<sub>3</sub>Sn rutherford cable for the EuCARD high field dipole magnet FRESCA2. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 23(3). [31](#)
- OHNO, N. et WANG, J.-D. (1993). Kinematic hardening rules with critical state of dynamic recovery, part I : formulation and basic features for ratchetting behavior. *International journal of plasticity*, 9(3):375–390. [159](#)
- OHNO, N. et WANG, J.-D. (1994). Kinematic hardening rules for simulation of ratchetting behavior. *European journal of mechanics. A. Solids*, 13(4):519–531. [210](#)
- OLD, C. et CHARLESWORTH, J. (1974). *Some Tensile Properties of Multifilamentary Nb<sub>3</sub>Sn Superconductors*. AERE. [108](#)
- OLIVER, W. et PHARR, G. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6):1564–1583. [94](#), [96](#), [98](#)
- OLIVER, W. et PHARR, G. (2004). Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of Materials Research*, 19(1):3–20. [95](#), [100](#)
- ONNES, H. K. (1911). The resistance of pure mercury at helium temperatures. *Commun. Phys. Lab. Univ. Leiden*, 12(120):1. [12](#)
- OSAMURA, K., NYILAS, A., THOENER, M., SEEBER, B., FLUEKIGER, R., ILYIN, Y., NJIHUIS, A., EKIN, J., CLICKNER, C., WALSH, R. P., TOPLOSKY, V., SHIN, H., KATAGIRI, K., OCHIAI, S., HOJO, M., KUBO, Y. et MIYASHITA, K. (2008). International round robin test for mechanical properties of Nb<sub>3</sub>Sn superconductive wires at room temperature. *Superconductor Science and Technology*, 21(4):045006. [49](#), [54](#), [55](#), [56](#), [62](#)
- PHARR, G., STRADER, J. et OLIVER, W. (2009). Critical issues in making small-depth mechanical property measurements by nanoindentation with continuous stiffness measurement. *Journal of Materials Research*, 24(3):653–666. [98](#), [100](#)
- POIRIER, M., PLAMONDON, R., CHEEKE, J. et BUSSIÈRE, J. (1984). Elastic constants of polycrystalline Nb<sub>3</sub>Sn between 4.2 and 300 K. *Journal of applied physics*, 55(9):3327–3332. [106](#), [108](#)

- POLYANSKII, A. A., LEE, P. J., JEWELL, M. C., BARZI, E., TURRIONI, D., ZLOBIN, A. V. et LARBALESTIER, D. C. (2009). Evidence for highly localized damage in internal tin and powder-in-tube Nb<sub>3</sub>Sn strands rolled before reaction obtained from coupled magneto-optical imaging and confocal laser scanning microscopy. *Superconductor Science and Technology*, 22(9):095008. [180](#)
- PRAGER, W. (1955). The theory of plasticity : a survey of recent achievements. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 169(1):41–57. [125](#)
- QIN, J., WU, Y., WARNET, L. et NIJHUIS, A. (2011). A novel numerical mechanical model for the stress–strain distribution in superconducting cable-in-conduit conductors. *Superconductor Science and Technology*, 24(6):065012. [40](#)
- RAHMAN, S. M., HASSAN, T. et CORONA, E. (2008). Evaluation of cyclic plasticity models in ratcheting simulation of straight pipes under cyclic bending and steady internal pressure. *International Journal of Plasticity*, 24(10):1756–1791. [159](#)
- REHWALD, W. (1968). Lattice softening and stiffening of single crystal niobium stannide at low temperatures. *Physics Letters A*, 27(5):287–288. [108](#)
- ROSENBROCK, H. H. (1960). An automatic method for finding the greatest or least value of a function. *The Computer Journal*, 3:175–184. [130](#)
- SAGLIETTI, L., PERINI, E., ALBISETTI, A. F., RIPAMONTI, G., BASSANI, E., BASSANI, P. et GIUNCHI, G. (2010). Mechanical properties of MgB<sub>2</sub> hollow wires. volume 1219, pages 310–318. AIP Publishing. [50](#)
- SANABRIA, C. (2017). *A new understanding of the heat treatment of Nb-Sn superconducting wires*. Thèse de doctorat, Florida State University. [28](#), [29](#), [31](#), [32](#), [34](#)
- SANABRIA, C., LEE, P. J., STARCH, W., BLUM, T., DEVRED, A., JEWELL, M. C., PONG, I., MARTOVETSKY, N. et LARBALESTIER, D. C. (2015a). Metallographic autopsies of full-scale ITER prototype cable-in-conduit conductors after full testing in SULTAN : 1. The mechanical role of copper strands in a CICC. *Superconductor Science and Technology*, 28(8):085005. [180](#), [199](#), [210](#)
- SANABRIA, C., LEE, P. J., STARCH, W., DEVRED, A. et LARBALESTIER, D. C. (2015b). Metallographic autopsies of full-scale ITER prototype cable-in-conduit conductors after full cyclic testing in SULTAN : II. Significant reduction of strand movement and strand damage in short twist pitch CICCs. *Superconductor Science and Technology*, 28(12):125003. [180](#), [199](#), [210](#)
- SANABRIA, C., LEE, P. J., STARCH, W., PONG, I., VOSTNER, A., JEWELL, M. C., DEVRED, A. et LARBALESTIER, D. C. (2012). Evidence that filament fracture occurs in an ITER toroidal field conductor after cyclic lorentz force loading in SULTAN. *Superconductor Science and Technology*, 25(7):075007. [19](#), [40](#), [180](#), [199](#), [210](#)
- SCHUEERLEIN, C., FEDELICH, B., ALKNES, P., ARNAU, G., BJOERSTAD, R. et BORDINI, B. (2015). Elastic anisotropy in multifilament Nb<sub>3</sub>Sn superconducting wires. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 25(3):1–5. [65](#), [87](#), [88](#), [106](#), [108](#)
- SCHILD, T., CIAZYNSKI, D. *et al.* (2000). Effect of actual cabling pattern on the critical current of a multistage CIC. *Advances in cryogenic engineering*, 46:1051–1058. [40](#)

- SHETH, M. (2011). *Fatigue Behavior of Nb<sub>3</sub>Sn Composite Strands Used for Iter Magnets*. Ms thesis, The Florida State University. 199
- SHETH, M., LEE, P., MCRAE, D., SANABRIA, C., STARCH, W., WALSH, R., JEWELL, M., DEVRED, A. et LARBALESTIER, D. (2012a). Study of filament cracking under uniaxial repeated loading for ITER TF strands. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 22(3):4802504–4802504. 180
- SHETH, M., LEE, P., MCRAE, D., WALSH, R., STARCH, W., JEWELL, M., DEVRED, A., LARBALESTIER, D., BALACHANDRAN, U., AMM, K. *et al.* (2012b). Procedures for evaluating filament cracking during fatigue testing of Nb<sub>3</sub>Sn strand. *In AIP Conference Proceedings*, volume 1435, pages 201–208. AIP. 19, 61, 62, 73, 180
- SHIBATA, H. (2011). Superconducting single-photon detectors. *NTT Technical Review*, 9(9). 13
- SIU, K. et NGAN, A. (2013). The continuous stiffness measurement technique in nanoindentation intrinsically modifies the strength of the sample. *Philosophical Magazine*, 93(5):449–467. 98
- SUGANO, M., BALLARINO, A., BARTOVA, B., BJOERSTAD, R., GERARDIN, A. et SCHEUERLEIN, C. (2016). Evaluation of young's modulus of MgB<sub>2</sub> filaments in composite wires for the superconducting links for the high-luminosity LHC upgrade. *Superconductor Science and Technology*, 29(2):025009. 65, 66, 68, 106, 139
- SUGANO, M., BALLARINO, A., BARTOVA, B., BJOERSTAD, R., SCHEUERLEIN, C. et GRASSO, G. (2015). Characterization of mechanical properties of MgB<sub>2</sub> conductor for superconducting link project at CERN. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, pages 1–1. 65, 66, 67, 68, 85, 101, 103, 106
- SUN, Y., WANG, Q., YANG, F., XIONG, X., QI, M., LIANG, M., YAN, G., SULPICE, A. et ZHANG, P. (2012). Mechanical and superconducting properties of 6-filament MgB<sub>2</sub> wires reinforced by Cu, Cu–Nb and NbTi. *Physica C : Superconductivity*, 477:56–62. 63, 64
- TA, W., LI, Y. et GAO, Y. (2015). A 3D model on the electromechanical behavior of a multifilament twisted Nb<sub>3</sub>Sn superconducting strand. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 28(9). 114
- TESTARDI, L., SODEN, R., GREINER, E., WERNICK, J. et CHIRBA, V. (1967). Lattice instability of high-transition-temperature superconductors. I. Polycrystalline A15 compounds. *Physical Review*, 154(2):399. 108
- TESTARDI, L. R. et MASON, W. (1973). Physical acoustics. *Academic, New York*, 10:193. 108
- THOMAS, D. B. et WILSON, N. M. (1972). Filamentary superconductors for pulsed magnets. *In WINTERBOTTOM, Y., éditeur : 4th International Conference on Magnet Technology (MT4), CONF-720908*. 31
- TIXADOR, P. (1995). *Les supraconducteurs*. Traité des nouvelles technologies, Série Matériaux. Hermès. 12, 16

- TORN, A. et ZILINSKAS, A. (1989). *Global optimization*. Springer-Verlag New York, Inc. 130
- TORRE, A., BAJAS, H. et CIAZYNSKI, D. (2014). Mechanical and electrical modeling of strands in two ITER CS cable designs. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 24(3):1–5. 42
- TORRE, A., BAJAS, H., CIAZYNSKI, D., DURVILLE, D. et WEISS, K. (2011). Mechanical-electrical modeling of stretching experiment on 45 Nb<sub>3</sub>Sn strands CICC. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 21(3):2042–2045. 42
- TORRE, A., CIAZYNSKI, D., DURVILLE, D., BAJAS, H. et NIJHUIS, A. (2013). Coupled mechanical-electrical modeling of the TARSIS experiment. *IEEE transactions on applied superconductivity*, 23(3):8401005–8401005. 19, 42
- van den EIJNDEN, N. C., NIJHUIS, A., ILYIN, Y., WESSEL, W. A. J. et ten KATE, H. H. J. (2005). Axial tensile stress–strain characterization of ITER model coil type Nb<sub>3</sub>Sn strands in TARSIS. *Superconductor Science and Technology*, 18(11):1523–1532. 49, 53, 54, 55, 76, 82, 86, 87, 114, 181, 182
- VAN LANEN, E. et NIJHUIS, A. (2010). JackPot : a novel model to study the influence of current non-uniformity and cabling patterns in cable-in-conduit conductors. *Cryogenics*, 50(3):139–148. 40
- WANG, X., LI, Y. et GAO, Y. (2016). Mechanical behaviors of multi-filament twist superconducting strand under tensile and cyclic loading. *Cryogenics*, 73:14–24. 16, 54, 114, 117, 118
- WEST, A. W. et RAWLINGS, R. D. (1979). The microstructure and mechanical properties of Nb<sub>3</sub>Sn filamentary superconducting composites. *Journal of Materials Science*, 14(5):1179–1186. 106, 108
- WILSON, M. N. (1983). *Superconducting magnets* oxford university press. *New York*. 15
- XIN, C., GUAN, M., WANG, X. et ZHOU, Y. (2016). Cryogenic tension response of monel sheath MgB<sub>2</sub> superconducting wires. pages 1–1. 68, 69
- ZANI, L., GILLE, P., GONZALES, C., KUPPEL, S. et TORRE, A. (2009). Code development and validation towards modeling and diagnosing current redistribution in an ITER-type superconducting cable subject to current imbalance. *Fusion Science and Technology*, 56(2):690–694. 42
- ZHAI, Y. et BIRD, M. D. (2008). Florida electro-mechanical cable model of Nb<sub>3</sub>Sn CICC for high-field magnet design. *Superconductor Science and Technology*, 21(11): 115010. 40
- ZHOU, C. (2014). *Intra wire resistance and strain affecting the transport properties of Nb<sub>3</sub>Sn strands in cable-in-conduit conductors*. Thèse de doctorat, University of Twente. 19
- ZIEGLER, H. (1959). A modification of Prager’s hardening rule. *Quarterly of Applied Mathematics*, 17(1):55–65. 125

## Caractérisation et modélisation du comportement mécanique de matériaux supraconducteurs

**Mots clés :** Supraconducteurs, Comportement mécanique, Modélisation, Endommagement,  $MgB_2$ ,  $Nb_3Sn$

**Résumé :** Les câbles supraconducteurs sont largement utilisés dans le domaine des aimants à haut champ et sont en plein développement pour le transport de l'énergie. Un câble est un assemblage complexe de fils composites, eux-mêmes constitués de filaments supraconducteurs torsadés dans une matrice métallique et entourés d'une couronne. La dépendance des brins supraconducteurs à la déformation est connue pour être responsable de la dégradation des performances électriques des câbles. La compréhension et la prédiction du comportement mécanique des brins est donc nécessaire afin de prédire les propriétés électriques des câbles dans le but d'optimiser leur mise en forme pour augmenter leurs performances (champ magnétique et capacité de transport).

Une caractérisation mécanique multi-échelle de brins  $Nb_3Sn$  et  $MgB_2$  a été réalisée au travers d'essais sur brins complets et sur brins dont la couronne a été dissoute. Un dispositif d'essais a

été développé dans le cadre d'essais uniaxiaux sur fil fragile de faible diamètre. Des essais de nano-indentation ont permis d'accéder aux propriétés locales des matériaux constituant les brins. Une stratégie de modélisation et d'identification du comportement mécanique des brins a été développée. La modélisation repose sur une représentation simplifiée de la structure construite à partir des fractions volumiques et des essais de nano-indentation. L'identification des paramètres des lois de comportement est réalisée en utilisant la base de données expérimentales construite préalablement. Les modèles ainsi identifiés vont nourrir les futures simulations mécanique et électrique couplées de câbles.

Une discussion sur l'endommagement des brins est menée au travers de l'étude de la localisation de la déformation observée dans certains brins, d'observations après des essais de traction interrompus et d'essais de traction *in situ* à un tomographe à rayons X.

## Characterization and modeling of the mechanical behavior of superconducting materials

**Keywords :** Superconductors, Mechanical behavior, Modeling, Damage,  $MgB_2$ ,  $Nb_3Sn$

**Abstract :** Superconducting cables are widely used in high field magnets and have recently been extended to electricity transport. Cables are composed of a complex assembly of superconducting strands, themselves composed of superconducting filaments twisted in a metallic matrix and surrounded by an outer-layer. The electrical-strain dependence of individual strands is known to be responsible for the degradation of the electrical performance of cables. Thus, it is necessary to understand and predict the mechanical behavior at the strand scale to predict the electrical properties and optimize the manufacturing process of cables to achieve higher fields and better transport capabilities.

A multi-scale mechanical characterization of  $Nb_3Sn$  and  $MgB_2$  strands was carried out through tests on complete strands and strands without an outer-layer. A specific device was

developed for uniaxial tests on small brittle wire. Nano-indentation tests were also carried out to access to the local properties of each material in the strand.

A strategy for the modeling and identification of the mechanical behavior of strands was developed. The model is based on a simplified representation of the structure built from the component volume fractions and the nano-indentation tests. The identification of the parameters is carried out using the experimental database previously developed. The model is intended to be subsequently used to simulate the coupled mechanical and electrical behavior of cables.

Discussion about damage phenomenon in strands is carried out through the study of strain localization observed in strands, observations and analyses after interrupted tests, and tensile tests performed in an X-ray tomograph.