



HAL
open science

Comportement dynamique uniaxial et biaxial des alliages à mémoire de forme de type nickel-titane nanocristallins

Pierre Quillery

► **To cite this version:**

Pierre Quillery. Comportement dynamique uniaxial et biaxial des alliages à mémoire de forme de type nickel-titane nanocristallins. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris-Saclay, 2020. Français. NNT : 2020UPAST054 . tel-03153344

HAL Id: tel-03153344

<https://theses.hal.science/tel-03153344>

Submitted on 26 Feb 2021

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.

Comportement dynamique uniaxial et biaxial des alliages à mémoire de forme de type nickel-titane nanocristallins

Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay

École doctorale n° 579, SMEMAG Sciences mécaniques et
énergétiques, matériaux et géosciences
Spécialité de doctorat: Sciences mécaniques et matériaux
Unité de recherche: Laboratoire de Mécanique et Technologies (LMT)
Réfèrent: : ENS Paris-Saclay

**Thèse présentée et soutenue en visioconférence totale
le 11 décembre 2020, par**

Pierre QUILLERY

Composition du jury:

Patrice BAILLY Professeur des universités, INSA Centre Val de Loire	Président
Éric MARKIEWICZ Professeur des universités, Université Polytechnique Hauts-de-France LAMIH UMR CNRS 8201	Rapporteur
Etienne PATOOR Professeur des universités, Georgia Tech-Lorraine (UMI2958)	Rapporteur
Denis SOLAS Enseignant-Chercheur, Université Paris-Saclay, ICMMO	Examineur
Qingping SUN Professor, Hong-Kong University of Sciences and Tech- nologies	Examineur
Han ZHAO Professeur des universités, Sorbonne Universités	Directeur
Olivier HUBERT Professeur des universités, Université Paris-Saclay, ENS Paris-Saclay, CNRS	Codirecteur
Bastien DURAND Maître de conférence, Université Paris-Saclay, ENS Paris- Saclay, CNRS	Coencadrant

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Patrice Bailly d'avoir présidé le jury, Éric Markiewicz et Etienne Patoor d'avoir accepté le rôle de rapporteur et nourri le débat lors de la soutenance. Je tiens également à remercier Denis Solas et Qingping Sun pour avoir participé au jury et pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail.

Mes remerciements se portent avant tout à mes encadrants, un grand Merci à Han Zhao, Olivier Hubert et Bastien Durand pour leur accompagnement tout au long de ces travaux. Depuis le début en stage de M2, ils m'ont permis de mener à bien cette thèse en me laissant une grande part d'initiative, tout en veillant à me guider et à m'épauler, notamment Bastien pour la partie expérimentale. Un grand merci pour leur bienveillance et le temps qu'ils ont su m'accorder tout au long de ces années.

Un remerciement tout particulier aux chercheurs et doctorants du LMT qui ont été à mes côtés et ont su nourrir l'aspect scientifique de ces travaux lors de nombreuses discussions formelles ou informelles. Merci à François Hild et Karine Lavernhe pour les nombreux échanges qui m'ont permis d'approfondir mes recherches sur le point expérimental. Un grand merci à toutes les personnes des UTR multi-physique et dynamique ainsi qu'aux membres du secteur matériaux. Je tiens à remercier particulièrement l'équipe du centre d'essai, Marc Bonnet, Raka Bumedijsen, Remi Legroux et Xavier Pinelli pour leur aide précieuse.

Un grand merci à tous les doctorants et post-doctorants pour les moments de convivialité et plus particulièrement Thibault, Jordan, Florian, Pierre-Jean et Florian pour avoir partagé mon quotidien au labo et en dehors.

Je souhaite remercier l'équipe de recherche du professeur Sun à l'université de Hong-Kong pour la collaboration au sujet du nickel titane nano-cristallin, ainsi que François Brisset et Denis Solas du laboratoire ICMMO pour leurs apports au sujet de la caractérisation de la microstructure du matériau.

Un grand merci à Alexandre, Anthony, Arthur, Auriane, Baptiste, Bertrand, Camille, Charlie, Célestine, Chloé, Laetitia, Remy et Simon pour m'avoir permis de penser à autre chose et me remotiver quand la thèse n'avancait pas. Un merci particulier à mes colocs, sans qui ces années n'auraient pas été les mêmes, entre projets fous et vie quotidienne, ces moments passés resteront inoubliables.

Table des matières

Table des matières	i
Table des figures	v
Liste des tableaux	xi
Introduction	1
1 Les alliages à mémoire de forme Nickel - Titane	3
1 Introduction	4
2 Applications	4
3 Transformation martensitique	5
3.1 Transformation du réseau cristallin	5
3.2 Transformation libre de contraintes	7
4 Effets mémoires	8
4.1 Effet mémoire simple sens	8
4.2 Effet mémoire double sens	9
4.3 Pseudo-élasticité	10
5 Dépendance au milieu extérieur	11
5.1 Effet de la température	11
5.2 Dissymétrie traction compression	14
5.3 Localisation de la transformation	14
5.4 Effet de la micro-structure	15
6 Le nickel titane nanocristallin	17
7 Problématique	19
2 Les essais dynamiques sur barres de Hopkinson	21
1 Essai dynamique uniaxial	22
1.1 Les essais sur barres de Hopkinson au laboratoire	22
1.2 Principe d'un essai sur barres de Hopkinson	24
1.3 Hypothèses, principes et théorie de propagation des ondes	26
2 Les essais dynamiques multi axiaux	29
2.1 Sollicitations normales et de cisaillement	29
2.2 Sollicitations en milieux confinés	32

2.3	Les sollicitations bi-axiales	33
2.4	Les essais multi axiaux au laboratoire	34
3	Conception d'un moyen d'essai dynamique multi axial	41
1	Principe et dimensionnement	42
1.1	Principe du système 4 barres et cahier des charges	42
1.2	Étude de faisabilité	46
1.3	Dimensionnement du système	48
2	Solutions retenues	54
2.1	Assemblage des liaisons de transmission	54
2.2	Assemblage des éléments fixes	57
2.3	Moyens de mesure	60
3	Dépouillement d'un essai	62
4	Essais préliminaires et calibrage du moyen expérimental	65
4.1	Calibrage du système de barres	65
4.2	Essais préliminaires sur aluminium	71
4	Moyens de mesures et protocole expérimental	77
1	Présentation des dispositifs expérimentaux	78
1.1	Acquisition dynamique des déformations des barres	78
1.2	Acquisition d'images optiques dynamiques	78
1.3	Acquisition d'images thermiques en dynamique	81
1.4	Le montage unidirectionnel	85
1.5	Le montage bi directionnel	88
2	Calibration des moyens de mesures	89
2.1	Jauges de déformation	90
2.2	Caméra optique	91
2.3	Caméra infrarouge	91
3	Calcul de champ de déformation par corrélation d'images	92
5	Caractérisation chemo-thermo-mécanique du nickel titane	95
1	Analyse cristallographique	96
1.1	Les matériaux support de l'étude	96
1.2	Analyses EBSD et DRX texture	100
1.3	Analyses par DRX-phase	103
1.4	Analyses DSC	105
2	Caractérisation du comportement mécanique	107
2.1	Essais dynamiques uniaxiaux sur nickel titane nanocristallin	108
2.2	Essais dynamiques biaxiaux sur nickel-titane microcristallin	111
2.3	Essais dynamiques biaxiaux sur nickel-titane nanocristallin	119
3	Conclusion	121

6	Modélisation multiéchelle du nickel titane	123
1	Modèle multiéchelle et grandeurs caractéristiques	124
1.1	Le modèle multiéchelle [chang <i>et al.</i> , 2020]	124
1.2	Déformations de transformation des variantes	129
1.3	Grandeurs thermodynamiques	132
1.4	Identification du volume statistique V_0	134
2	Transformations de phase sous chargement thermique	135
2.1	Principe de la simulation d'une DSC par le modèle multiéchelle .	135
2.2	Prise en compte de l'effet de la taille des grains	136
2.3	Simulation des cycles DSC	141
3	Compression uniaxiale et multiaxiale du NiTi nanocristallin	141
3.1	Simulation quasi statique uniaxiale	142
3.2	Simulation dynamique uniaxiale	143
	Conclusion et perspectives	145
A	Calculs de la déformée de la barre intermédiaire	149
B	Compression biaxiale du NiTi microcristallin	151
1	Modèle de structure aux différences finies	151
2	Caractérisation des paramètres d'échanges thermiques	152
3	Résultats de modélisation et comparaison expérimentale	157
4	Vers un modèle de VER	160
C	Maquette numérique	163
	Bibliographie	167

Table des figures

1.1	Applications médicales du NiTi	4
1.2	Applications aérospatiales du NiTi	5
1.3	Caractérisation des mailles cristallines (a) austénite de maille cubique (B2) et (b) martensite de maille monoclinique (B19'), d'après [Wang, Man <i>et al.</i> , 2018]	6
1.4	Micrographie d'un arrangement de variantes de martensite dans un monocristal de <i>CuAlNi</i> , d'après [Bhattacharya, 2003]	7
1.5	Micrographie d'un arrangement de variantes de martensite dans un monocristal de <i>CuAlBe</i> sous sollicitation, d'après [Patoor <i>et al.</i> , 2006]	7
1.6	Cycle thermique à contrainte nulle, d'après [Maynadier, 2012]	8
1.7	Diagramme de Clausius Clapeyron pour l'effet mémoire simple sens	9
1.8	Effet mémoire simple sens, d'après [Maynadier, 2012]	9
1.9	Diagramme de Clausius Clapeyron pour l'effet double sens	10
1.10	Diagramme de Clausius Clapeyron pour chargement pseudo-élastique isotherme	11
1.11	Diagramme de Clausius Clapeyron lors d'un chargement pseudo-élastique	12
1.12	Diagramme de Clausius Clapeyron - interactions entre contrainte et température, d'après [Saletti, 2011]	12
1.13	Sensibilité du comportement mécanique d'un AMF à la vitesse de déformation, d'après [Dayananda et Rao, 2008]	13
1.14	Hystérésis en traction et compression d'un AMF NiTi pour plusieurs températures ambiantes, d'après [Plietsch et Ehrlich, 1997]	14
1.15	Localisation de la transformation, d'après [Shaw et Kyriakides, 1997]	15
1.16	Évolution spatio-temporelle des phases austénitiques et martensitiques lors d'essais de traction réalisés à deux vitesses différentes	15
1.17	Figure de poles - NiTi à structure micro-cristalline d'après [Chang, 2020]	16
1.18	Micrographie EBSD représentant les orientations cristallines d'après [Chang, 2020]	16
1.19	Contrainte nominale de début de transformation d'après [Xia <i>et al.</i> , 2018]. L'échantillon 1 correspondant à la plus petite taille de grains (amorphe) et l'échantillon 10 à la plus grande (120nm)	17
1.20	Cycle de chargement mécanique pour différentes tailles de grains	18
1.21	(a) Cycles DSC pour différentes tailles de grains (b) Comportement mécaniques correspondants d'après [Chen <i>et al.</i> , 2020]	19

2.1	Principe des barres de Hopkinson en compression	22
2.2	Banc de compression acier	23
2.3	Banc de compression aluminium	23
2.4	Banc de compression nylon	24
2.5	Banc de traction acier	24
2.6	Grandeurs caractéristiques d'un banc de compression	25
2.7	Mesure typique de déformations vues par les barres	26
2.8	Impact d'un projectile sur un barreau cylindrique semi-infini et paramétrisation du problème. Représentation issue de [Meyers, 1994]	27
2.9	Montage proposé par [Lewis et Goldsmith, 1975] pour des sollicitations de compression / torsion	30
2.10	Montage proposé par [Stiebler <i>et al.</i> , 1991] pour des sollicitations de traction / torsion	31
2.11	Montage proposé par [Gary et Nowacki, 1994] pour des sollicitations de cisaillement pur	31
2.12	Éprouvette proposée par [Rittel <i>et al.</i> , 2002] pour des sollicitations de cisaillement	32
2.13	Éprouvette proposée par [Hou <i>et al.</i> , 2010] pour des sollicitations de compression / cisaillement de mousses	32
2.14	Éprouvette proposée par [Grolleau <i>et al.</i> , 2008] pour des sollicitations de compression / traction	33
2.15	Éprouvette proposée par [Albertini <i>et al.</i> , 2014] pour des sollicitations d'équibi-traction	33
2.16	Éprouvette proposée par [Albertini et Montagnani, 1980] pour des sollicitations de compression / traction	34
2.17	Éprouvette proposée par [Hummeltenberg et Curbach, 2012] pour des sollicitations de compression bi axiale	34
2.18	Montage proposé au laboratoire pour des sollicitations de compression bi axiale [Quillery <i>et al.</i> , 2018], [Durand <i>et al.</i> , 2020]	35
2.19	Tracé des déformations	36
2.20	Tracé des forces aux interfaces	37
2.21	Tracé des vitesses des barres	37
3.1	Schématisation du principe du système 4 barres	42
3.2	Trajets de chargements	44
3.3	Plan des contraintes (σ_{xx}, σ_{yy})	45
3.4	Modélisation du concept de rampes	47
3.5	Modélisation du concept de renvoi	47
3.6	Évolution de la contrainte relevée au milieu de la barre de chargement en fonction du temps	48
3.7	Blocage de la rampe par un appui sur une plaque libre.	49
3.8	Simulation de la contrainte en fonction du temps relevée au milieu de la barre de chargement avec contact sur la plaque ou condition limite parfaite	50

3.9	Simulation d'une géométrie de glissière fixée sur un rail	50
3.10	Simulation de la contrainte en fonction du temps relevée au milieu de la barre de chargement avec rail bloqué ou libre (barre uniquement soumise à son inertie)	51
3.11	Déplacement vertical en tout point de la barre de chargement	52
3.12	Déformée de la barre intermédiaire sous son poids propre	52
3.13	Déformée de la barre intermédiaire pour plusieurs valeurs de θ	53
3.14	Vue en coupe d'un "bras"	54
3.15	Assemblage complet du système 4 barres	55
3.16	Montages de rampes	56
3.17	Paramétrisation de la liaison glissière	57
3.18	Montages de glissières	58
3.19	Coupe de l'assemblage complet du système 4 barres	59
3.20	Schématisation de la chaîne de l'actionneur	59
3.21	Paramétrisation des axes du système à quatre barres	60
3.22	Schématisation de la chaîne d'acquisition	61
3.23	Montage des jauges de déformation en pont complet	61
3.24	Chaîne d'acquisition	62
3.25	Diagramme de Lagrange pour un axe (barres 1 et 3), supposant des ondes parfaitement synchronisées	63
3.26	Diagramme de Lagrange pour un axe (barres 1 et 3), supposant des ondes décalées temporellement	65
3.27	Mesure de la célérité	66
3.28	Détermination de la distance inter jauges	68
3.29	Détermination des positions des jauges	69
3.30	Implantation des jauges sur les barres	70
3.31	Détermination des gains des ponts de jauges (2ème méthode)	71
3.32	Déformations mesurées par les jauges	72
3.33	Forces aux interfaces	73
3.34	Déplacement des extrémités des barres	74
3.35	Forces aux interfaces barres / échantillon	75
4.1	Paramètres d'une prise d'images	80
4.3	Schématisation du montage expérimental unidirectionnel	85
4.4	Synoptique du montage expérimental unidirectionnel	86
4.5	Synchronisation des moyens de mesure	87
4.6	Images types	87
4.7	Montage expérimental unidirectionnel	88
4.8	Schématisation du montage expérimental bi-directionnel	89
4.9	Détail de la zone échantillon	90
4.10	Montage expérimental bi-directionnel	90
4.11	Mesure de calibration	92

5.1	Paramétrisation des mailles des phases principales (seuls les atomes de titane sont représentés). A gauche : maille cubique d'austénite - Au milieu : maille rhomboédrique de la phase R - A droite : maille monoclinique de martensite - d'après [Maynadier, 2012] et [Chang, 2020]	96
5.2	Analyse DSC - d'après [Maynadier, 2012]	97
5.3	Analyse de la texture par EBSD - d'après [Maynadier, 2012]	98
5.4	Courbe de traction à $\dot{\delta} = 0,01\text{mm s}^{-1}$ sur une éprouvette plate de NiTi ($\dot{\delta}/L = 8,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) - d'après [Maynadier, 2012]	98
5.5	Champs de déformation lors d'un essai de traction à $\dot{\delta} = 0,51\text{mm s}^{-1}$ sur une éprouvette plate de NiTi ($\dot{\delta}/L = 4,2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) - d'après [Maynadier, 2012]	99
5.6	Obtention et observation du NiTi nanocristallin, d'après [Xia <i>et al.</i> , 2018]	100
5.7	Micrographies MEB et EBSD	101
5.8	Micrographies reconstruites de la DRX texture sur la nuance de 50nm	102
5.9	Valeur théorique des pics de diffractions d'après [Chang, 2020] (antichothode au cobalt - $\lambda_{K\alpha} = 0.1789\text{nm}$)	104
5.10	Comparaison des mesures DRX	104
5.11	Mesures DSC des nuances amorphe et 10nm	106
5.12	Mesures DSC des nuances 50nm et 120nm	106
5.13	Comparaison des DSC	107
5.14	Géométries des éprouvettes 1D	108
5.15	Niti "amorphe"	109
5.16	Niti 10nm	110
5.17	Niti 50nm	110
5.18	Niti 120nm	110
5.19	Comparaison des comportements mécaniques	111
5.20	Modélisation de l'éprouvette	112
5.21	Géométrie de l'éprouvette 2D	113
5.23	Vitesses et Forces calculées dans les barres	114
5.24	Image de référence pour la corrélation d'images	115
5.25	Déformation suivant x et y au cours du temps	115
5.26	Champs de déplacement et de déformation suivant x et y au maximum du chargement	116
5.27	117
5.28	117
5.29	Mesure de la température moyenne au centre de l'éprouvette	118
5.30	Courbes déformations / contraintes du NiTi microcristallin	118
5.31	Géométrie de l'éprouvette 2D	119
5.32	Champs de déformations sur l'éprouvette au cours du temps	120
5.33	Comportement mécanique équivalent de Von-Mises pour 3 nuances	121
5.34	Comportement mécanique équivalent de Von-Mises pour trois nuances	122

6.1	Echelles impliquées dans la modélisation multi-échelle des AMF : de l'échelle des variantes à celle du polycristal.	125
6.2	Figures de pôles discrètes $\langle 100 \rangle$ (a) et $\langle 111 \rangle$ (b) associées au fichier d'orientations utilisé pour la modélisation constituant le VER.	128
6.3	Caractérisation des mailles cristallines (a) maille cubique (B2) et (b) maille monoclinique (B19'), d'après [Wang, Man <i>et al.</i> , 2018]	129
6.4	Mesure DSC sur le NiTi nuance 120nm.	134
6.5	Modélisation du cycle DSC sur le NiTi nuance 120nm.	136
6.6	Cas de figures du diagramme de Williamson-Hall, d'après [Gravereau, 2012] 139	
6.7	Comparaison des pics principaux	139
6.8	Diagramme de Williamson-Hall pour les tailles de grains 10, 50 et 120nm 140	
6.9	Contribution des fonctions tailles de grains et microcontraintes	140
6.10	Modélisation des cycles DSC	141
6.11	Comportement mécanique des nuances de NiTi - d'après [Xia <i>et al.</i> , 2018] 142	
6.12	Modélisation du comportement mécanique quasi statique des trois nuances	142
6.13	Courbes contrainte/déformation simulés des trois nuances	143
6.14	Comparaison modèle/essais des courbes contrainte/déformation des trois nuances. Les résultats de simulation sont désignés avec un S dans la légende. 144	
6.15	Trajets de chargements	147
A.1	Modélisation poutre de la barre intermédiaire	149
A.2	Déformée de la barre intermédiaire suivant 3 valeurs de θ	150
B.1	Montage expérimental	153
B.2	Résultats thermiques au cours du refroidissement	153
B.3	Résultats expérimentaux	154
B.4	Géométrie de l'éprouvette 2D	155
B.5	Résultats thermiques au cours du chauffage	156
B.6	Température et puissance au cours du temps	157
B.7	Température dans la zone utile, à gauche $t=0$, au milieu $t=t_{final}/2$ et à droite $t=t_{final}$	158
B.8	Fraction d'austénite dans la zone utile, à gauche $t=0$, au milieu $t=t_{final}/2$ et à droite $t=t_{final}$	158
B.9	Fraction de martensite dans la zone utile, à gauche $t=0$, au milieu $t=t_{final}/2$ et à droite $t=t_{final}$	158
B.10	Fraction de phase R dans la zone utile, à gauche $t=0$, au milieu $t=t_{final}/2$ et à droite $t=t_{final}$	158
B.11	Comparaison de l'évolution de la température au cours du temps du modèle et de l'expérience	159
B.12	Comparaison modèle/essais des courbes contrainte/déformation	160
B.13	Algorithme de résolution des problèmes VER et thermiques	161

Liste des tableaux

3.1	Résumé des fonctions principale et de contrainte du système	44
3.2	Valeurs des gains des ponts de jauges	71
4.1	Performances de la caméra Photron® SA5	80
4.2	Paramètres des acquisitions	84
4.3	Paramètres retenus pour la campagne expérimentale	84
5.1	Paramètres des mailles pour l'austénite, la martensite du Ni _{49,75at%} Ti d'après [Maynadier, 2012] et [Chang, 2020]	96
5.2	Température de changement de phases à contrainte nulle d'après [Maynadier, 2012]	97
5.3	Paramètres thermodynamiques de la nuance 120nm	107
6.1	Matrices de bain U_i caractérisant le passage de la structure austénitique aux variantes de martensite.	130
6.2	Matrices de bain U_i caractérisant le passage de la structure austénitique aux variantes de phase R	131
6.3	Paramètres des mailles pour l'austénite, la martensite et la phase R	131
6.4	Constantes d'élasticité cubiques du NiTi austénitique - notations de Voigt [Chang, 2020].	131
6.5	Principaux paramètres thermodynamiques du modèle multiéchelle pour l'alliage à mémoire de forme NiTi 120nm	133
6.6	Paramètres thermodynamiques complémentaires du modèle multiéchelle pour l'alliage à mémoire de forme NiTi 120nm	133
B.1	Valeurs de h_c aux points de mesures	154

Introduction

Depuis leur découverte dans les années 30, les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) ont trouvé des applications dans de nombreux domaines industriels comme le militaire, l'aéronautique, l'automobile ou le biomédical. Les caractéristiques biocompatibles d'un alliage tel que le Nickel-Titane (NiTi) sont en effet appréciées dans ce domaine. Grâce à leurs propriétés singulières, les AMF remplissent de nombreuses fonctions et autorisent des optimisations d'un nouveau genre. Les propriétés concernées sont les effets mémoires, mémoire simple ou double sens, des effets caoutchoutique ou amortissant. La superélasticité de ces alliages leur permet d'atteindre des valeurs de déformation de l'ordre de 8% tout en retrouvant leur configuration d'origine à la décharge. Ce comportement est par exemple intéressant lorsqu'il s'agit de mettre en place un système amortissant. L'effet mémoire de forme traduit la capacité du matériau à retrouver sa forme initiale après avoir été déformé, par un simple chauffage. Ces nouvelles applications nécessitent la compréhension des phénomènes régissant leurs comportements en particulier dans un cadre dynamique, jusqu'ici peu exploré.

Les AMF sont amenés à subir des sollicitations complexes, dues aux chargements thermomécaniques. Les contraintes résultant de chocs par exemple sont le plus souvent multiaxiales. La conception de systèmes utilisant de tels matériaux est donc confrontée à la difficulté de simuler de tels comportements. Les modèles existants sont établis généralement à partir d'essais de traction-compression, le plus souvent uniaxiaux. Ils sont ensuite étendus aux chargements mécaniques 3D grâce à des lois de normalisation, d'écoulement et d'une fonction critère. La capacité de prédiction de ces modèles est cependant discutable. En effet, dans le cas des AMF, les grandes déformations sont dues à des changements et réorganisations de phases, phénomènes qui n'apparaissent pas systématiquement en 1D. La caractérisation microscopique 3D de la structure du matériau sous chargement est donc nécessaire pour déterminer un modèle 3D fiable à partir des données d'essais uniaxiaux. De plus l'aspect thermique ne peut être négligé car il régit les changements de phases et par voie de conséquence le comportement pseudo-élastique et l'effet mémoire. Il devient prépondérant lors d'un chargement dynamique par essence adiabatique. Les essais unidirectionnels sur le NiTi reportés dans la littérature constituent une base pour la modélisation. Les phénomènes chimiques de transformation de phases sont également explorés et modélisés sous plusieurs angles. La particularité de cette transformation de phase solide-solide intrigue encore car il est difficile de prévoir et de modéliser l'appa-

rition des bandes de localisation de déformation par exemple. De nouvelles recherches visent à comprendre le mécanisme lié à la structure cristalline qui aurait pour effet de modifier le comportement mécanique macroscopique et même microscopique. En effet, lorsque la taille de la structure cristalline élémentaire est réduite, les transformations ont lieu différemment.

Les enjeux actuels dans ce domaine sont donc d'une part le développement de modèles multiaxiaux multiéchelles fortement couplés à la température et d'autre part de disposer d'expérimentations discriminantes multiaxiales dynamiques. L'étude vise principalement le deuxième objectif : celui de proposer un montage permettant de créer des sollicitations dynamiques multi axiales complexes et d'enrichir les bases de données d'essais et les modèles numériques. Le manuscrit s'articulera autour de six chapitres présentant ainsi les travaux de trois années de recherches :

Dans le premier chapitre de ce manuscrit nous analyserons après une revue de l'art les caractéristiques et propriétés des alliages à mémoire de forme, et nous verrons alors les raisons pour lesquelles ils sont réputés et utilisés, ainsi que les mécanismes macroscopiques et microscopiques mis en jeu.

Dans le deuxième chapitre, l'aspect dynamique, essentiel à ces travaux sera introduit. Une présentation de la théorie des ondes, principe fondamental de la dynamique sur lequel repose la conception des essais et un état de l'art des principes de sollicitation multi-axiale permettront d'appréhender la suite de l'étude.

Le troisième chapitre discutera des choix scientifiques et de la conception d'un moyen d'essai novateur et polyvalent pour réaliser des essais multi axiaux.

Les quatrième et cinquième chapitres présenteront les outils mis en place pour les mesures du comportement dynamique du NiTi et discuteront des résultats des essais.

Le sixième chapitre présente les aspects de modélisation du comportement thermomécanique de l'alliage, avec dans un premier temps une approche visant à caractériser la taille des grains, et dans un second temps, une analyse des comportements mécaniques sous différentes sollicitations.

Les alliages à mémoire de forme Nickel - Titane

Chapitre

1

Sommaire

1	Introduction	4
2	Applications	4
3	Transformation martensitique	5
3.1	Transformation du réseau cristallin	5
3.2	Transformation libre de contraintes	7
4	Effets mémoires	8
4.1	Effet mémoire simple sens	8
4.2	Effet mémoire double sens	9
4.3	Pseudo-élasticité	10
5	Dépendance au milieu extérieur	11
5.1	Effet de la température	11
5.2	Dissymétrie traction compression	14
5.3	Localisation de la transformation	14
5.4	Effet de la micro-structure	15
6	Le nickel titane nanocristallin	17
7	Problématique	19

1 Introduction

Dans ce premier chapitre, nous introduirons les généralités sur le matériau support de l'étude. Les alliages à mémoire de formes, aussi appelés AMF dans la suite du manuscrit, sont bien connus pour l'effet mémoire simple sens [Otsuka et Wayman,]. Ils sont également utilisés pour deux autres caractéristiques qui seront détaillées dans ce premier chapitre, l'effet double sens et la pseudo-élasticité. Les propriétés chemo-thermomécaniques à l'origine de ces phénomènes sont largement discutés dans la littérature notamment lorsqu'il s'agit de le modéliser ou d'identifier les paramètres des modèles à l'aide d'essais mécaniques complexes. Dans une première partie, nous étudierons les applications courantes de ce type de matériaux puis nous analyserons les spécificités de leur comportement thermomécanique à l'origine des effets mémoire et pseudo-élastique.

2 Applications

Couramment utilisé pour ses propriétés pseudo-élastiques, le nickel titane comporte de nombreuses applications dans divers domaines allant de la médecine au spatial en passant par l'automobile et la production d'énergie.

Le nickel-titane un matériau biocompatible En plus de ses propriétés mécaniques réputées, le NiTi est biocompatible. On le retrouve donc dans de nombreuses applications en médecine. La plus courante celle des outils endodontiques : ces objets sont amenés à subir d'importantes déformations cycliques. C'est alors le caractère super-élastique du matériau qui est recherché. Les appareils dentaires sont généralement également en NiTi : le matériau permet d'assurer un effort constant quel que soit son allongement (cf. figure 1.1). On retrouve également le NiTi comme matériau d'agrafe servant à la recalcification des os ou comme stent pour maintenir les veines ouvertes dans le cadre du traitement de certaines maladies cardiovasculaires. Ces deux applications utilisent l'effet mémoire : le matériau cherche à retrouver une forme haute température après avoir été mis en place sous forme basse température.

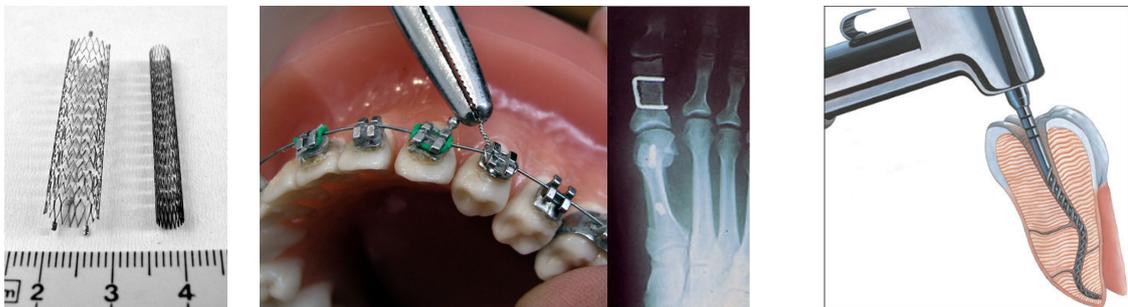


FIGURE 1.1: Applications médicales du NiTi

Le nickel-titane un matériau qui voyage Les propriétés de super-élasticité et de la large hystérésis de transformation font du NiTi un matériau intéressant pour amortir des chocs. On le retrouve ainsi dans de nombreux véhicules. La NASA a ainsi récemment conçu une roue de Rover permettant de s'adapter au terrain et d'encaisser les impacts, et ce sans liaison souple entre l'axe des roues et le châssis du Rover. Le NiTi est également utilisé dans les mécanismes de largage de satellites. Par son effet mémoire, sous l'application d'un flux de chaleur issue d'un composant à proximité, il s'étend et casse un fusible mécanique ce qui permet une libération « en douceur » du satellite.



FIGURE 1.2: Applications aérospatiales du NiTi

D'autres applications industrielles voient le jour comme des méthodes de récupération d'énergie provenant de l'eau chaude. Par l'intermédiaire d'un fil de Niti en rotation autour de deux roues tel une courroie, l'une étant dans la source chaude et l'autre dans la source froide, le système se met en rotation générant ainsi une force mécanique de rotation. La rotation est générée par les déformations du NiTi lors du contact avec les sources chaudes ou froides. D'autres dispositifs se servent également des propriétés thermomécaniques de la transformation pour mettre en mouvement un mécanisme grâce à une source thermique.

3 Transformation martensitique

La transformation martensitique est à l'origine des particularités du comportement des AMF. Il s'agit d'une transformation solide solide displasive, donc sans diffusion, lors de laquelle on observe un changement brutal de structure cristalline pilotée par un champ thermique ou mécanique. En faisant référence à la martensite des aciers, le terme de transformation martensitique désigne une transformation brutale entre deux phases stables, l'une à haute température et l'autre à basse température. La phase haute température est appelée austénite (A) et la phase basse température est appelée martensite (M).

3.1 Transformation du réseau cristallin

La particularité de cette transformation dans les AMF, contrairement à celles intervenant dans les autres métaux, est d'être isochore, donc sans modification de volume. Elle est homogène et se traduit par deux mécanismes de déformation du réseau cristallin, une

homothétie et une déformation de cisaillement. Il s'agit d'une transformation du premier ordre thermodynamique, c'est-à-dire que la transformation d'austénite vers martensite est exothermique, elle produit de la chaleur et la transformation inverse, de martensite vers austénite est endothermique, elle absorbe de la chaleur. La figure 1.3 prend pour exemple le NiTi : la maille d'austénite présentée à gauche est de structure cubique centrée. Elle peut se transformer en l'une des douze variantes monocliniques de martensite. L'apparition de telle ou telle variante est piloté par un principe de minimisation de l'énergie de transformation. On observe donc une sélection suivant la direction des sollicitations thermomécaniques de l'une ou l'autre des variantes.

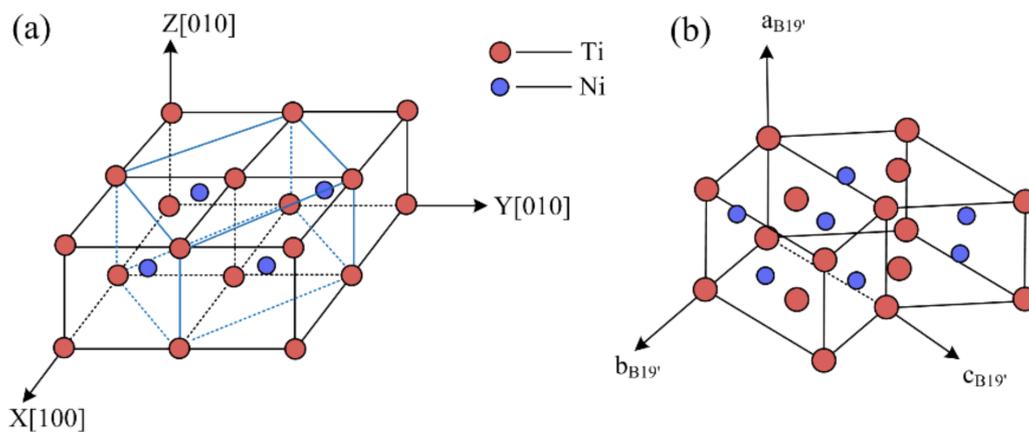


FIGURE 1.3: Caractérisation des mailles cristallines (a) austénite de maille cubique (B2) et (b) martensite de maille monoclinique (B19'), d'après [Wang, Man *et al.*, 2018]

Cas d'un chargement thermique pur L'apparition des variantes de martensite lors d'un chargement thermique pur se fait de manière équi répartie, chaque variante possédant la même énergie et donc la même probabilité d'apparition. La transformation étant isochore, un tel arrangement des variantes ne conduit à aucune transformation macroscopique à l'échelle du matériau.

Cas d'un chargement mécanique La minimisation de l'énergie induit le développement de certaines variantes au détriment d'autres, on retrouvera alors en plus grandes proportions les variantes compatibles avec la sollicitation. Par exemple lors d'une sollicitation de compression, les variantes privilégiées sont celles dont la dimension dans le sens de la sollicitation est minimale.

La figure 1.4 montre un arrangement de six variantes de martensite dans un monocristal compatibles entre elles et compatibles avec la sollicitation.

Dans un grain, la transformation débute aux interfaces, lieu de concentration de contraintes puis se développe à l'intérieur des grains. On peut ainsi retrouver dans un même grain plusieurs variantes comme le montre la figure 1.5, c'est le cas notamment lorsque de la martensite auto accommodée se forme. Les AMF comme la plupart des métaux présentent un

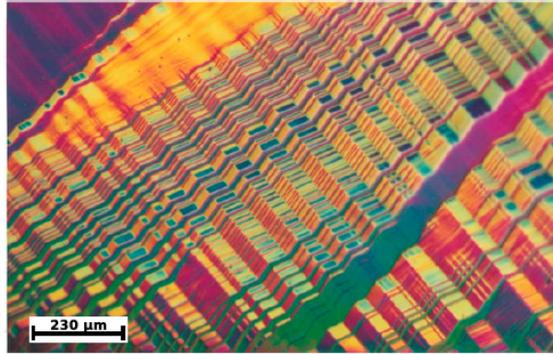


FIGURE 1.4: Micrographie d'un arrangement de variantes de martensite dans un monocristal de $CuAlNi$, d'après [Bhattacharya, 2003]

arrangement cristallin en grains, de taille variable. Tant que la contrainte macroscopique reste faible devant les contraintes internes générées par la présence de grains, les variantes sont intragranulaires. Les grains se transforment donc indépendamment les uns des autres. Si la contrainte macroscopique s'intensifie, on observe une formation de lamelles de variantes intergranulaires. On appelle cela des bandes de localisation.

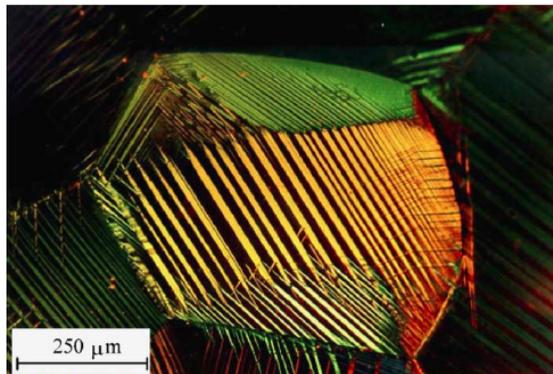


FIGURE 1.5: Micrographie d'un arrangement de variantes de martensite dans un monocristal de $CuAlBe$ sous sollicitation, d'après [Patoor *et al.*, 2006]

3.2 Transformation libre de contraintes

La transformation martensitique est à l'origine des particularités du comportement des AMF, cette transformation implique un comportement thermomécanique fortement couplé. On utilise un diagramme d'état de Clausius-Clapeyron (σ , T), où les domaines d'existence de ces phases (cf. figure 1.6a) sont représentés en fonction de la contrainte uniaxiale et de la température. Prenons l'exemple d'un refroidissement à l'état de contrainte libre, le matériau initialement totalement austénitique (A) commence à se transformer en martensite (M) à partir d'une température M_s (martensite start). La transformation se ter-

mine à M_f (martensite finish). Entre ces deux températures, les phases A et M coexistent. Lorsque l'on chauffe, à l'inverse, le matériau est initialement totalement martensitique, la transformation débute à A_s (austenite start) et finit à A_f (austénite finish), avec $A_s > M_f$ et $A_f > M_s$. Le décalage entre les seuils de transformation selon le sens de la réaction s'explique en partie par le retard induit par la nucléation d'une phase dans l'autre. On observe donc une hystérésis en température entre transformation directe et inverse comme l'illustre la figure 1.6b où f_M représente la fraction totale de martensite. Le chargement associé dans le diagramme de Clausius Clapeyron est tracé figure 1.6a, on a donc deux jeux de frontières. Dans ce cas précis de chargement, lorsque le matériau est libre de contraintes, il se forme de la martensite où toutes les variantes sont présentes en même proportion de manière à minimiser les déformations engendrées.

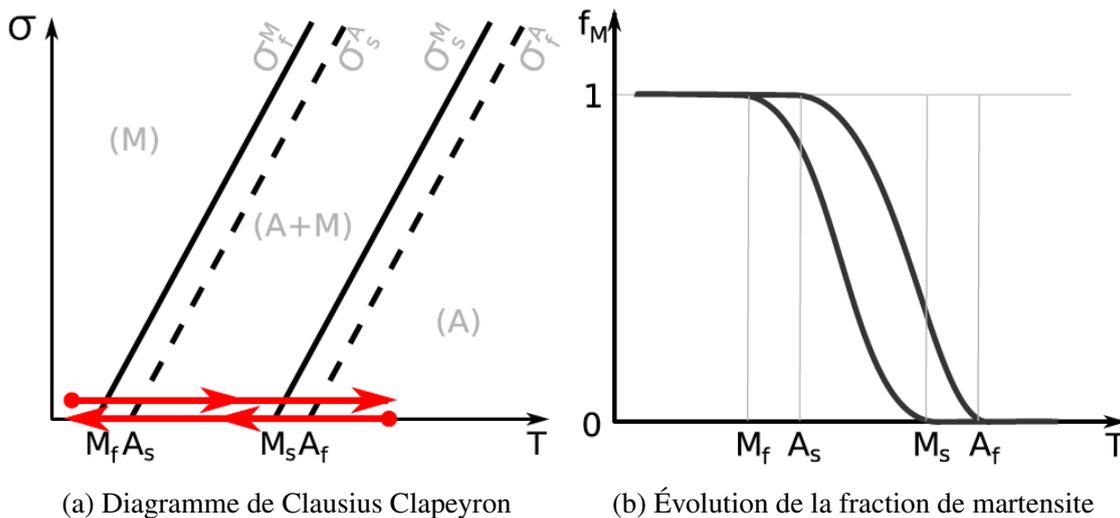


FIGURE 1.6: Cycle thermique à contrainte nulle, d'après [Maynadier, 2012]

4 Effets mémoires

4.1 Effet mémoire simple sens

L'effet mémoire simple sens s'explique par une succession de transformations. L'état de départ de l'AMF est martensitique auto accommodé, donc à basse température. Lorsqu'il est soumis à un chargement mécanique à température constante, les variantes se réorientent de manière isochore, celles dont la géométrie s'accommodent mieux de la sollicitation imposée occupant progressivement un espace plus important que les autres. La géométrie reste stable après relâchement des efforts par effet d'hystérésis. La pièce ainsi formée est ensuite échauffée, amenant à une transformation de la martensite vers l'austénite, plus stable à haute température. L'austénite ne possédant qu'une seule « variante », la pièce retrouve sa forme initiale. Lors du refroidissement libre de contraintes de la pièce, la martensite auto accommodée se reforme à géométrie constante. La figure 1.7

présente le cycle thermomécanique de l'effet mémoire de forme. Sur la figure 1.8b, au départ à basse température ①, dans un état martensitique, il y a sélection de variantes à température constante (cycle ① → ② → ③). Lorsque l'on plonge le matériau dans une ambiance chaude, on parcourt le cycle ③ → ④ → ① pour former l'austénite puis la martensite auto accommodée.

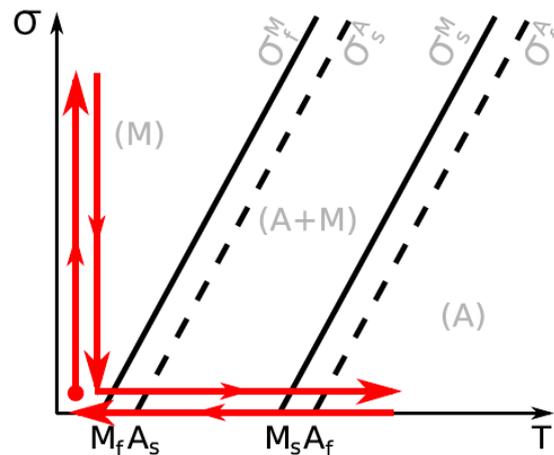
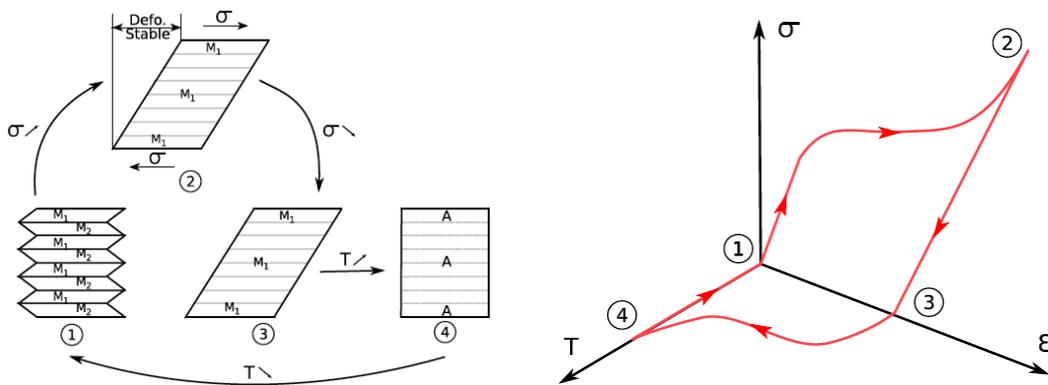


FIGURE 1.7: Diagramme de Clausius Clapeyron pour l'effet mémoire simple sens



(a) Schématisation de l'organisation des phases, (b) Représentation du chemin dans un graphe M_1, M_2, \dots représentent des variantes de martensite (Contrainte uniaxiale σ , déformation uniaxiale ϵ et température T)

FIGURE 1.8: Effet mémoire simple sens, d'après [Maynadier, 2012]

4.2 Effet mémoire double sens

L'effet mémoire double sens a lieu lorsque l'on fait subir à un AMF des cycles thermiques sous contrainte mécanique constante, on parcourt alors le diagramme de Clausius Clapeyron de la droite vers la gauche, il y a donc formation d'austénite dans un sens et de

martensite orientée dans l'autre. L'austénite étant symétrique et la martensite orientée ne l'étant pas, il y a passage d'une forme à l'autre. Une forme étant stable à haute température et l'autre à basse température, le chargement mécanique est souvent induit par des contraintes résiduelles produites par apprentissage. Il faut un grand nombre de cycles thermiques sous contraintes pour réaliser l'apprentissage ou inversement, un grand nombre de cycles de contraintes sous champs thermiques. L'effet mémoire double sens obtenu suite à un apprentissage disparaît cependant après quelques cycles d'utilisation.

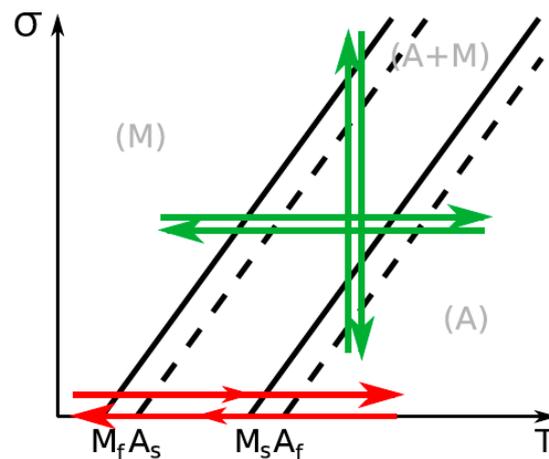


FIGURE 1.9: Diagramme de Clausius Clapeyron pour l'effet double sens

4.3 Pseudo-élasticité

Les AMF austénitiques à température ambiante sont réputés pour leurs capacités à se déformer grandement de manière quasi réversible. Ces déformations atteignent 8% dans le cas de la traction uniaxiale. La déformation est dite "pseudo" élastique, car le matériau retrouve sa configuration initiale à la décharge. Lorsque l'on regarde de près ce qu'il se passe on observe en effet une hystérésis dans le cycle de comportement mécanique. Le comportement ici décrit a lieu lorsqu'on sollicite mécaniquement le matériau dans des conditions isothermes. Le diagramme de Clausius Clapeyron est alors parcouru verticalement à température donnée en traversant le domaine biphasé.

Comme illustré figure 1.10, le matériau est au départ complètement austénitique jusqu'à croiser la première droite de Clapeyron en M_s à la contrainte σ_s^M correspondante. Dans cette première partie, le comportement mécanique est celui de l'élasticité de l'austénite, expliquant le comportement linéaire de la première partie de la courbe $\sigma(\epsilon)$.

Dès le seuil de transformation atteint, il y a formation de martensite, les déformations sont donc plus rapides (à vitesse de contrainte fixée), car les variantes s'accommodent dans le "sens" de la sollicitation. Le module apparent sur la courbe de comportement est donc plus faible.

Dès que l'on atteint le point M_f , il n'y a plus de transformation de phase, le matériau

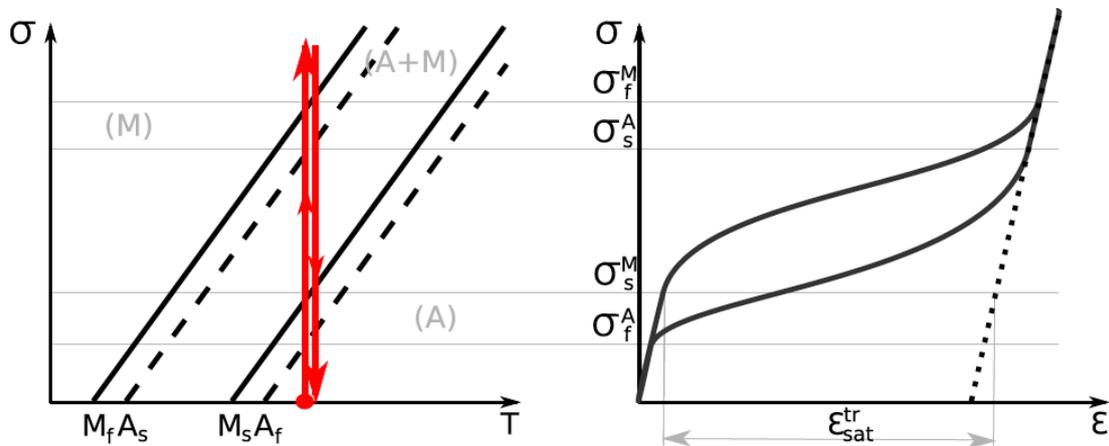


FIGURE 1.10: Diagramme de Clausius Clapeyron pour chargement pseudo-élastique isotherme

est complètement martensitique. Le comportement correspondant est celui de l'élasticité de la martensite.

Lors de la décharge, on emprunte le chemin inverse. Cependant les seuils A_s et A_f sont décalés, il y a donc une hystérésis due à un retard de germination de A dans M. Le retard de germination est en effet classique dans les réactions de changement de phase. Les réactions étant exo ou endothermiques et les conditions isothermes très rarement rencontrées, sa taille est également fonction des conditions d'échange.

5 Dépendance au milieu extérieur

5.1 Effet de la température

En pratique le comportement pseudo élastique présenté dans la section précédente ne se produit quasiment jamais dans de telles conditions, car un essai purement isotherme est difficile à réaliser. En effet, le dégagement de chaleur dû au caractère exothermique de la réaction est de l'ordre de la dizaine de degrés Celsius, et ce très localement. La création locale de chaleur due à la transformation se propage donc et influe sur la transformation elle-même et celle de ces proches voisins. Le chemin emprunte dans le diagramme de Clausius Clapeyron est alors plus proche de celui de la figure 1.11b. On observe alors lors du chargement un dégagement de chaleur qui a tendance à ralentir la transformation. De même lors de la décharge, l'absorption de chaleur ralentit la transformation inverse.

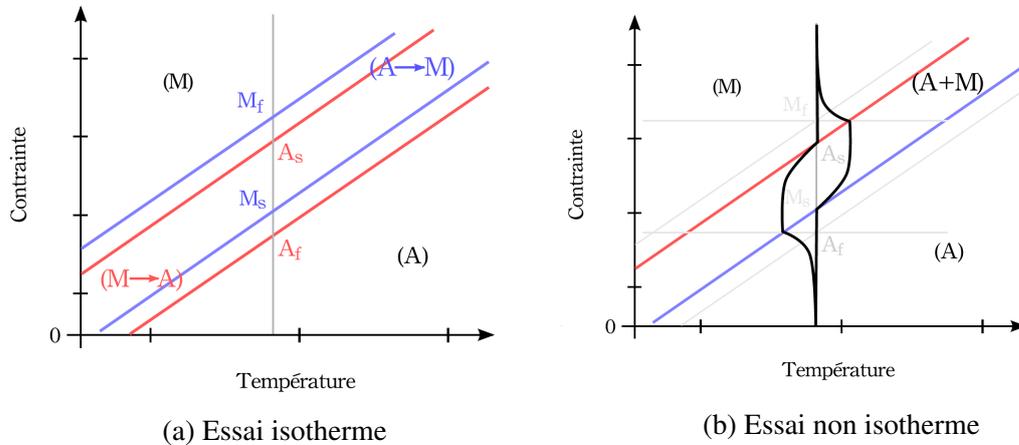


FIGURE 1.11: Diagramme de Clausius Clapeyron lors d'un chargement pseudo-élastique

Lors d'un essai dynamique, les temps caractéristiques des échanges convectifs et conductifs sont bien supérieurs au temps de l'essai. Les échanges de chaleur avec l'extérieur sont donc négligeables [Niemczura et Ravi-Chandar, 2006]. Les conditions d'échange thermiques sont donc proches des conditions adiabatiques. Ceci se traduit par une augmentation de la contrainte seuil et de la pente de la zone de changement de phase. Le diagramme de Clausius Clapeyron de la figure 1.12 illustre ce point.

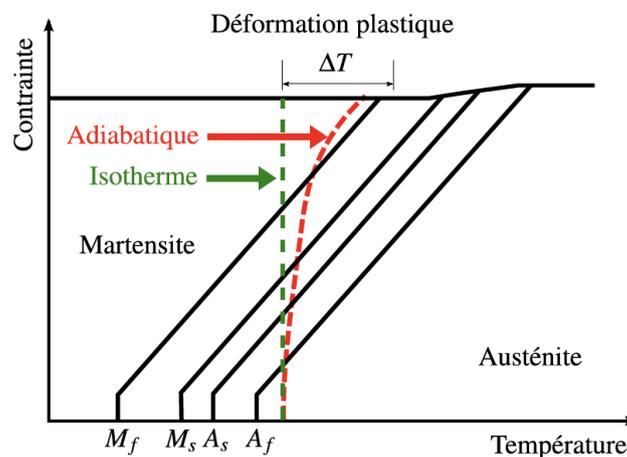


FIGURE 1.12: Diagramme de Clausius Clapeyron - interactions entre contrainte et température, d'après [Saletti, 2011]

Le dégagement de chaleur au front de la transformation austénite vers martensite fait augmenter la valeur du seuil de transformation et ralentit donc la réaction. On suit donc le trajet rouge. Dans le cas extrême de très hautes vitesses de déformations, on pourrait rester à la frontière austéno-martensitique.

La température est donc un paramètre majeur régissant le comportement mécanique des alliages à mémoire de forme. Dans le cadre de la dynamique, la dissipation de chaleur est encore plus difficile qu'en quasi statique, générant des comportements spécifiques. Les effets thermiques peuvent alors en partie expliquer certaines non-linéarités du comportement mécanique des AMF.

Les études menées par [Adharapurapu *et al.*, 2006] et [Pieczyska *et al.*, 2006] montrent que le comportement non linéaire des AMF dépend de plusieurs paramètres dont en particulier la température, l'état de contrainte, la vitesse de déformation, la texture, la géométrie et l'histoire des chargements et déformations subis par le matériau. La transformation austénite/martensite n'apparaît que pour une gamme de températures donnée et l'influence de la température n'est pas la même selon la gamme de vitesse de déformation utilisée [Adharapurapu *et al.*, 2006]. En effet, une telle transformation génère de la chaleur qui selon la vitesse de sollicitation n'échangera pas de la même manière avec l'extérieur. Il est donc nécessaire de distinguer la température de réalisation de l'essai de la température générée par l'échantillon au cours de la sollicitation.

La figure 1.13 montre les effets de la vitesse de sollicitation sur le comportement en traction d'un AMF de NiTi polycristallin classique [Nemat-Nasser et Choi, 2005], [Tobushi *et al.*, 1998], [Adharapurapu *et al.*, 2006], [Chen *et al.*, 2001]. Plusieurs effets sont constatés :

- augmentation de la pente des plateaux dans la zone de transformation
- augmentation de la contrainte seuil
- augmentation de l'aire de l'hystérésis

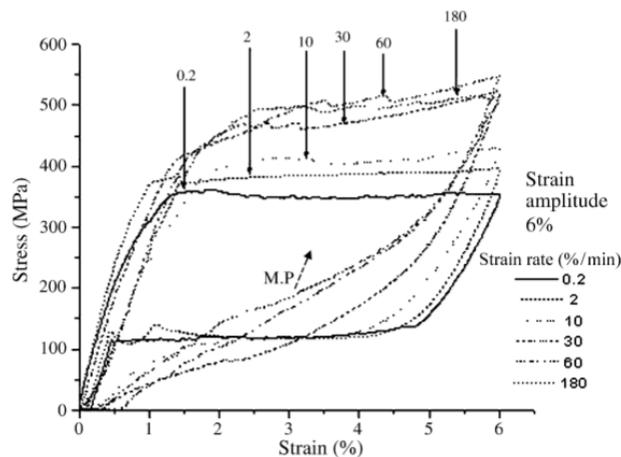
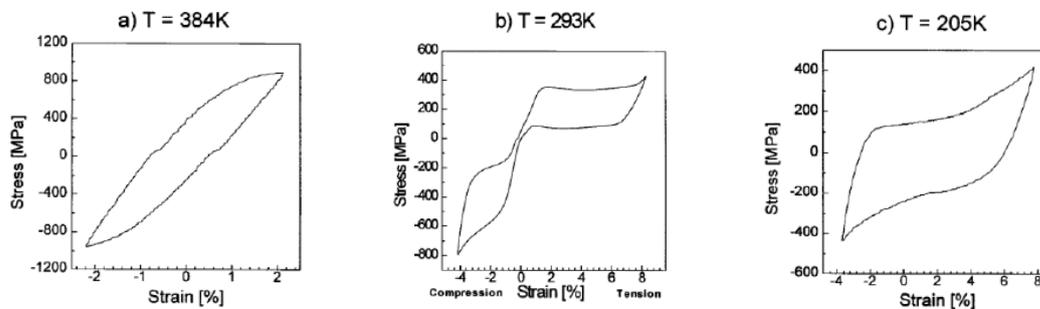


FIGURE 1.13: Sensibilité du comportement mécanique d'un AMF à la vitesse de déformation, d'après [Dayananda et Rao, 2008]

5.2 Dissymétrie traction compression

La réponse mécanique des AMF dépend du mode de sollicitation. Prenons l'exemple de la traction / compression uniaxiale : la figure 1.14b illustre le cycle hystérétique sous un chargement uniaxial et à température ambiante. Le comportement mécanique en traction est très différent de celui en compression. Non seulement le plateau de transformation n'est pas le même, mais les seuils de début de fin de transformations diffèrent. Une certaine symétrie charge / décharge est parfois observée lorsque l'on abaisse ou augmente la température ambiante de l'essai. Ceci permet en effet de bloquer certaines transformations. La figure 1.14a montre par exemple un essai à haute température, la transformation austénite vers martensite n'a alors pas lieu : comportement en traction et en compression sont symétriques traduisant une plasticité du milieu.



(a) Comportement mécanique à 384K (b) Comportement mécanique à 293K (c) Comportement mécanique à 205K

FIGURE 1.14: Hystérésis en traction et compression d'un AMF NiTi pour plusieurs températures ambiantes, d'après [Plietsch et Ehrlich, 1997]

5.3 Localisation de la transformation

La mesure des champs de déformation sur des structures élancées met en avant des bandes de localisation de la déformation. Dans des zones fines et bien définies, la déformation locale croît rapidement tandis que d'autres zones restent élastiques. Comme la transformation est exothermique, le dégagement de chaleur au front de la transformation inhibe la réaction et la rend donc plus défavorable en avant de la bande. La figure 1.15 illustre ce phénomène.

Orientation du front de transformation Les bandes de localisation, souvent analysées dans la littérature [Li et Sun, 2002] [Shaw et Kyriakides, 1997], apparaissent toujours avec le même angle $\pm\alpha$ qui ne semble pas dépendre de la vitesse de sollicitation, mais de sa direction [Shaw et Kyriakides, 1997]. Des travaux montrent qu'une forte texture du matériau peut modifier cet angle.

Lien entre vitesse de déformation et nombre de sites de nucléations Le nombre de bandes de localisation dépend de la vitesse de déformation, il a été montré [Shaw et Kyriakides, 1997] que le nombre de sites de nucléation augmentait avec la vitesse de sollicitation. La fi-

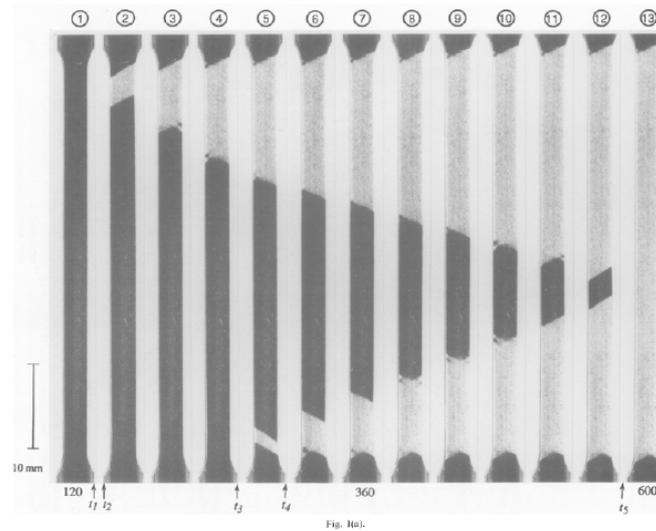


FIGURE 1.15: Localisation de la transformation, d’après [Shaw et Kyriakides, 1997]

Figure 1.16 présente deux essais de traction réalisés à deux vitesses de déformation différentes. On observe que le nombre de sites de nucléation de la transformation augmente avec la vitesse. Le nombre maximum passe de 3 à 6 quand la vitesse de sollicitation est multipliée par 10. D’autres études présentent également ce phénomène liant vitesse de déformation et sites de nucléation [Saletti, 2011] [Zhang *et al.*, 2010]. Il s’explique par une compétition entre nucléation et augmentation de température en avant du front : à basse vitesse, la température diffuse en avant du front empêchant la nucléation de nouveaux sites ; à haute vitesse, la nucléation s’effectue avant que le front de température ait atteint le lieu de nucléation. Le phénomène a été modélisé dans [Depriester *et al.*, 2014].

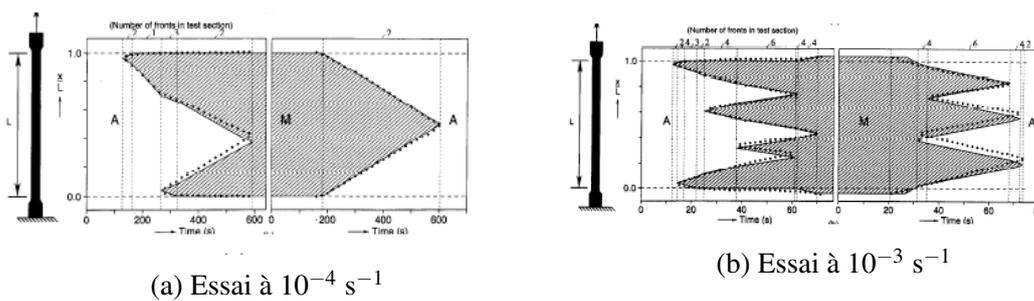


FIGURE 1.16: Évolution spatio-temporelle des phases austénitiques et martensitiques lors d’essais de traction réalisés à deux vitesses différentes

5.4 Effet de la micro-structure

Le comportement mécanique des alliages à mémoire de forme dépend fortement comme vu précédemment des transformations martensitiques à l’échelle des grains. La structure

crystalline de l'échantillon considéré a une forte influence. Le plus souvent obtenues par laminage, les cristaux sont donc orientés *a priori*.

Texture et composition chimique Une analyse par EBSD permet de déterminer les tailles des grains ainsi que leurs orientations préférentielles.

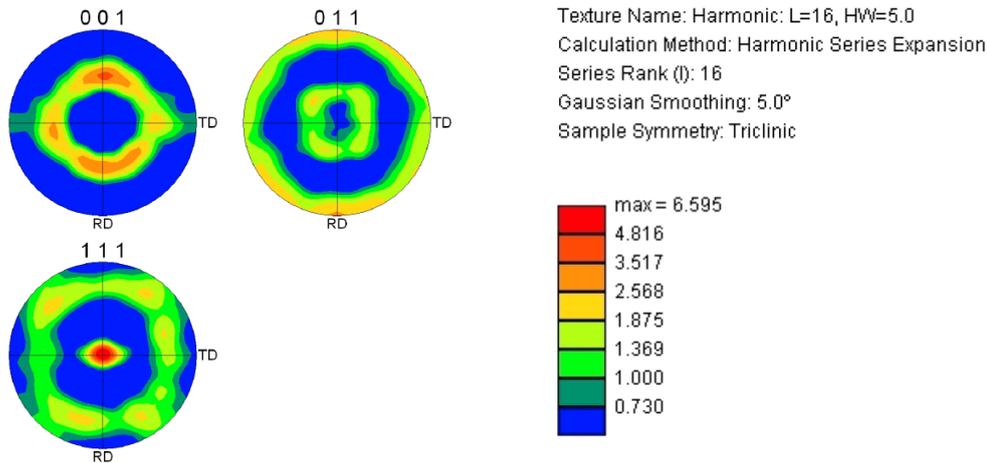


FIGURE 1.17: Figure de poles - NiTi à structure micro-cristalline d'après [Chang, 2020]

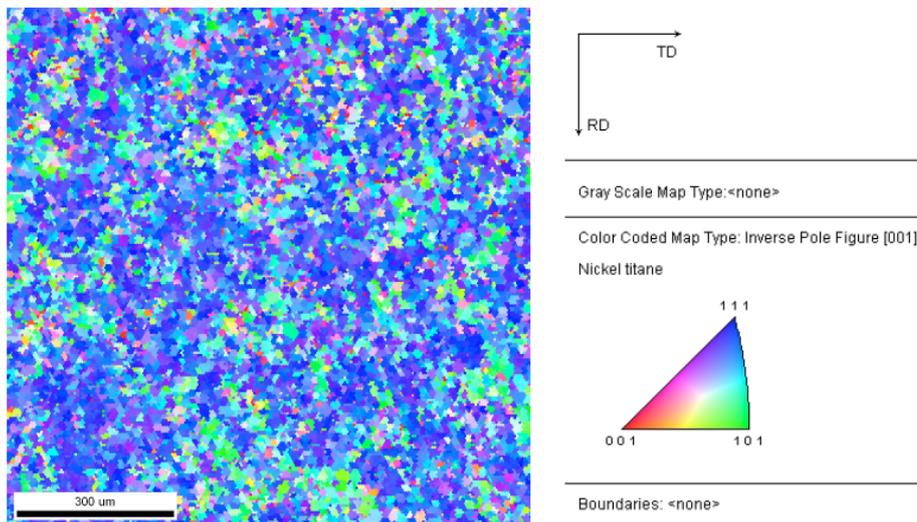


FIGURE 1.18: Micrographie EBSD représentant les orientations cristallines d'après [Chang, 2020]

L'analyse cristallographique du NiTi présentée sur les figures 1.17 et 1.18 permet de caractériser la structure cristalline des plaques qui seront étudiées en dynamique biaxiale

en annexe. On distingue une structure isotrope transverse de pôle $\langle 111 \rangle$ dans la direction normale à la plaque.

Taille des grains De nombreuses études présentent les effets des tailles de grains sur la réponse macroscopique mécanique du matériau, et notamment les alliages comportant des grains à l'échelle nano-métrique [Xia *et al.*, 2018], [Yu *et al.*, 2018], [Li et Sun, 2018]. Le grand nombre de joints de grains et la présence de phase amorphe influencent fortement le comportement mécanique. L'aire du cycle d'hystérésis est fortement diminuée et le plateau de transformation de phase est élargi. Ces modifications influent notamment sur la stabilité dynamique des alliages ainsi que sur leurs propriétés thermiques. La section suivante présente les particularités des alliages à structure nano-cristalline.

6 Le nickel titane nanocristallin

De nombreuses études soulignent le lien étroit entre la microstructure et le comportement macroscopique des alliages à mémoire de forme. Des études récentes réalisées à la Hong-Kong University of Sciences and Technologies (HKUST), par l'équipe de recherche du professeur Sun avec laquelle nous collaborons, explorent le comportement thermomécanique de NiTi à structure nanocristalline. Le matériau mis au point par laminage à froid et traitement thermique présente des grains de tailles moyennes comprises entre 10nm et 120nm pour une dizaine de nuances.

Contrainte nominale de début de transformation Bien que les AMF nano-cristallins présentent comme leurs homologues micro-cristallins deux phases principales, l'austénite et la martensite, la contrainte nominale de début de transformation varie grandement avec la taille moyenne des grains de l'échantillon testé. La figure 1.19 présente les contraintes nominales de début de transformation pour différentes tailles de grains.

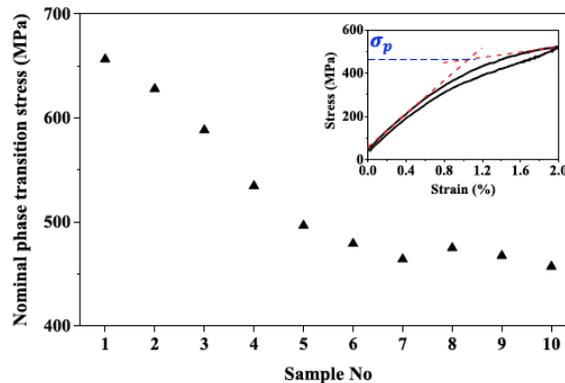
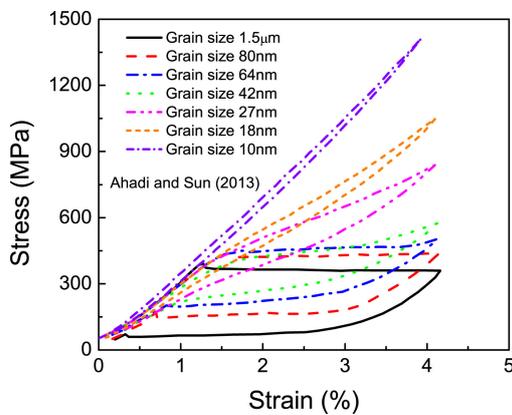


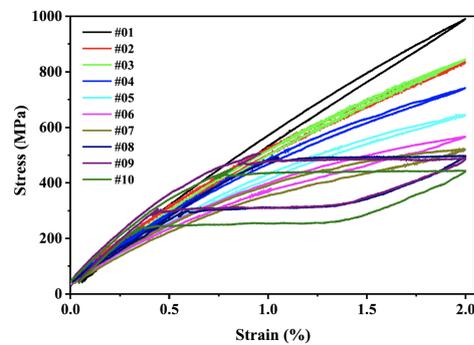
FIGURE 1.19: Contrainte nominale de début de transformation d'après [Xia *et al.*, 2018]. L'échantillon 1 correspondant à la plus petite taille de grains (amorphe) et l'échantillon 10 à la plus grande (120nm)

Plus la taille des grains est faible, plus la contrainte de début de transformation est grande. Le plateau à partir de l'échantillon numéro 6 suggère l'existence d'une taille de grains limite à partir de laquelle la transformation est retardée. On s'interroge sur la nature de la transformation pour les plus petites tailles de grains.

Hystérésis mécanique Le tracé de la courbe contrainte-déformation montre dans différentes études la diminution avec la taille des grains de l'aire de l'hystérésis d'un cycle de chargement mécanique.



(a) Comportement mécanique pour différentes tailles de grains d'après [Ahadi et Sun, 2013] et [Yu *et al.*, 2018]



(b) Comportement mécanique pour différentes tailles de grains d'après [Xia *et al.*, 2018]. L'échantillon 1 correspondant à la plus petite taille de grains (amorphe) et l'échantillon 10 à la plus grande (120nm)

FIGURE 1.20: Cycle de chargement mécanique pour différentes tailles de grains

Les tailles de grains les plus grosses présentent un cycle d'hystérésis proche de ceux mesurés pour les alliages micro-cristallins. Plus la taille de grains diminue, plus l'aire diminue. Pour les plus petites tailles de grains, le comportement mécanique suggère l'absence de transformation de phases. En effet le plateau n'est plus présent pour les grains de taille caractéristique inférieure à 30nm.

Température de début de transformation Les températures de début de transformation sont elles aussi impactées par la modification de la taille moyenne des grains [Gil *et al.*, 1995]. Des mesures DSC permettent d'évaluer les températures de début de transformation ainsi que les énergies mises en jeux lors de la transformation martensitique [Chen *et al.*, 2020].

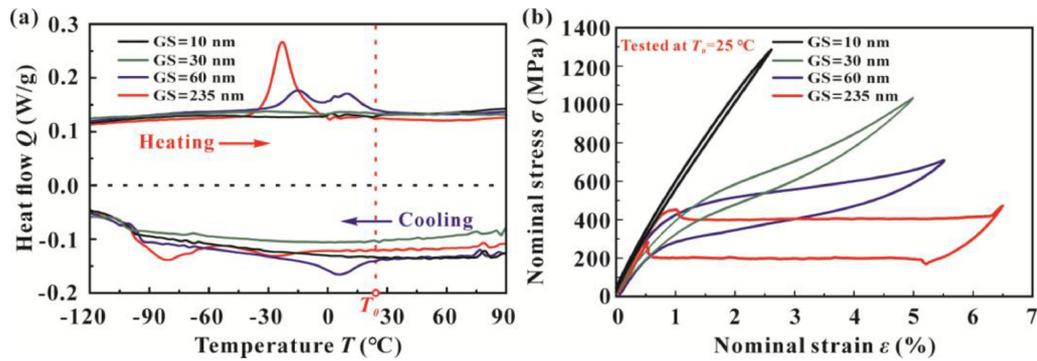


FIGURE 1.21: (a) Cycles DSC pour différentes tailles de grains (b) Comportement mécaniques correspondants d'après [Chen *et al.*, 2020]

La réduction de la taille de grains impacte la température de transition de phase. Pour les plus petites tailles de grains, les flux thermiques associés aux changement de phases sont difficilement mesurables.

En résumé

La structure cristalline influe largement sur les propriétés thermomécaniques de l'alliage. Les énergies et températures de changement de phase ainsi que les contraintes seuils sont modifiées. De tels alliages présentent des caractéristiques intéressantes pour des applications en dynamique, pour des chocs notamment mais également pour la tenue en fatigue.

7 Problématique

Le comportement thermomécanique dynamique des AMF est complexe. Les études menées au cours des dernières décennies montrent un comportement singulier des alliages à mémoire de forme en condition dynamique. Les alliages nano-cristallins ouvrent entre autre de nouveaux champs d'études, compte tenu de leurs propriétés thermiques et mécaniques particulières. Leur comportement mécanique reste à ce stade inconnu : en uniaxial comme en multiaxial. Nos travaux traiteront dans un premier temps du développement d'essais dynamiques multiaxiaux en vue de caractériser le comportement mécanique de différentes nuances d'alliages de NiTi dont des échantillons de NiTi nanocristallins

Les essais dynamiques sur barres de Hopkinson

Chapitre

2

Dans ce chapitre seront présentés les grands principes et expérimentations faites en dynamique rapide. De la théorie des ondes aux essais multi axiaux développés dans la littérature, nous analyserons et établirons un contexte permettant la mise en place des expérimentations et simulations des chapitres suivants.

Sommaire

1	Essai dynamique uniaxial	22
1.1	Les essais sur barres de Hopkinson au laboratoire	22
1.2	Principe d'un essai sur barres de Hopkinson	24
1.3	Hypothèses, principes et théorie de propagation des ondes	26
2	Les essais dynamiques multi axiaux	29
2.1	Sollicitations normales et de cisaillement	29
2.2	Sollicitations en milieux confinés	32
2.3	Les sollicitations bi-axiales	33
2.4	Les essais multi axiaux au laboratoire	34

1 Essai dynamique uniaxial

Le système des barres de Hopkinson est le moyen le plus répandu pour réaliser des essais dynamiques rapides, on le retrouve généralement pour des essais à vitesses de déformation comprise entre $10/s$ et $10^4/s$. Ce dispositif permet donc d'étudier le comportement mécanique dynamique des matériaux [Hopkinson, 1914], [Davies et Hunter, 1963], [Kolsky, 1949] [Zhao et Gary, 1997]. La gamme de vitesse d'impact accessible grâce à ce dispositif est de l'ordre de $10m/s$. On retrouve plusieurs types de montages permettant l'étude en compression ou en traction. Ces essais initialement conçus pour des matériaux métalliques homogènes, sont aussi utilisés pour caractériser les comportements de matériaux plus hétérogènes tels que les mousses métalliques, les structures en nid d'abeilles ou encore les matériaux à gradients de propriétés. Classiquement, un montage de barres de Hopkinson est composé de 2 barres, d'un projectile et d'un canon à air comprimé, disposés de la manière suivante :



FIGURE 2.1: Principe des barres de Hopkinson en compression

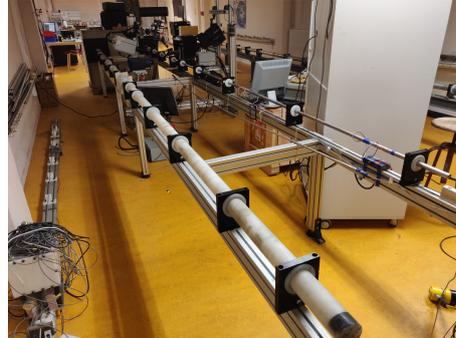
1.1 Les essais sur barres de Hopkinson au laboratoire

Les essais dynamiques représentant un axe d'étude important au sein du laboratoire. Au fur et à mesure des projets de recherches, différents bancs d'essai ont été mis au point. On retrouve classiquement des bancs d'essai de compression, dont les principes physiques utilisés sont détaillés dans la suite de cette première partie. Pour caractériser les matériaux utilisés pour la conception de ces moyens d'essais et nécessaires au dépouillement d'un essai, on parlera de sections de barres, notées S , de module de Young, noté E , de masses volumiques, noté ρ et de longueurs des barres et projectiles, notés respectivement L_e pour la barre entrante, L_s pour la barre sortante et L_p pour la longueur du projectile. Ces données caractéristiques seront utilisées dans la suite du manuscrit pour les essais unidimensionnels. Pour diverses applications, on retrouve les systèmes suivants :

Banc de compression acier Les essais de compression sur des matériaux résistants tels que des alliages métalliques, des alliages à mémoire de forme, des mousses métalliques, sont réalisés sur ce banc [Elnasri et Zhao, 2015]. Des essais de compression bi axiale ont également été réalisés sur cette ligne en remplaçant la barre sortante par deux barres co-axiales, l'une couissant dans l'autre. Nous reviendrons dans la suite de l'étude sur le montage spécifique de compression bi axiale. On retrouve également des montages

permettant à partir de la simple sollicitation uni axiale de réaliser des essais multi axiaux combinés. Les dimensions et données sont résumées dans la figure 2.2

\varnothing	22 mm
S	373,2 mm ²
L_e	4 m
L_s	2 m
L_p	1,25 m
E	170 GPa
ρ	8050 kg/m ³



(a) Grandeurs caractéristiques

(b) Banc d'essai (ligne de droite)

FIGURE 2.2: Banc de compression acier

Banc de compression aluminium Cette ligne de barre permet la compression uni axiale d'échantillons de plus gros diamètres. Étant en aluminium, les propriétés mesurées ne seront pas du même ordre de grandeur que sur le banc présenté précédemment, car la limite d'élasticité des barres ne nous permet pas d'atteindre les mêmes états de contraintes. Il est généralement utilisé pour faire des essais sur des bétons, tels que des essais brésiliens ou de fissuration [Akiki *et al.*, 2018].

\varnothing	60 mm
S	2827,4 mm ²
L_e	4,5 m
L_s	2 m
L_p	1,7 m
E	74 GPa
ρ	2800 kg/m ³



(a) Grandeurs caractéristiques

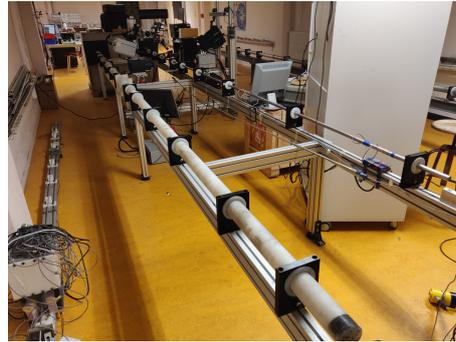
(b) Banc d'essais

FIGURE 2.3: Banc de compression aluminium

Banc de compression nylon De même section que le banc d'essai en aluminium; il permet la compression de gros échantillons. La limite élastique étant plus faible, il ne permet pas de tester des matériaux à haute résistance. Il est utilisé pour des essais sur des matériaux architecturés, des mousses, des os [Laporte *et al.*, 2009]. Un montage complémentaire permet de tester des échantillons sous sollicitation complexe, comme de la compression cisaillement. Ce type de montage sera détaillé par la suite.

\varnothing	61,5 mm
S	2970,6 mm ²
L_e	3 m
L_s	3 m
L_p	1,25 m
E	3,2 GPa
ρ	1090 kg/m ³

(a) Grandeurs caractéristiques



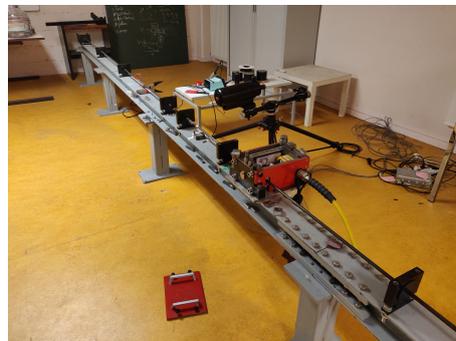
(b) Banc d'essai (ligne de gauche)

FIGURE 2.4: Banc de compression nylon

Banc de traction Les études dynamiques en traction viennent compléter celles en compression dans le cas de matériaux non isotropes. Le choix qui a été fait lors de la conception de ce banc d'essai a été de générer l'onde de traction par une précharge de la barre d'entrée. Celle-ci est bloquée au niveau du frein à fusible (dispositif visible en rouge sur la figure 2.5) et la partie située entre le frein et l'extrémité en bas à droite (figure 2.5) est étirée à l'aide d'un vérin appuyée sur un épaulement à l'extrémité. Lorsque l'on vient casser le fusible, force exercée par le frein est brutalement relâchée et l'onde de traction se propage donc dans l'échantillon puis dans la barre de sortie [Saletti, 2011].

\varnothing	10 mm
S	78,5 mm ²
L_e	6 m
L_s	3 m
E	170 GPa
ρ	8050 kg/m ³

(a) Grandeurs caractéristiques



(b) Banc d'essais

FIGURE 2.5: Banc de traction acier

1.2 Principe d'un essai sur barres de Hopkinson

Pour l'étude de compression, le montage le plus courant, appelé SHPB (Split Hopkinson Pressure Bar) dans la littérature a été mis au point par Kolsky dans les années 1950 [Kolsky, 1949] et Davies [Davies et Taylor, 1948] d'après les travaux préliminaires de Hopkinson [Hopkinson, 1914] de mesure de la pression créée par des décharges d'explosifs ou des impacts de balles. Le dispositif expérimental proposé est principalement

constitué d'un projectile et de deux barres : une barre d'entrée et une barre de sortie dont les propriétés mécaniques sont connues. Celles-ci sont utilisées comme moyens de sollicitation et de mesure. Des ponts de jauges de déformations collées sur ces dernières permettent l'acquisition de différences de potentiel, images de la déformation perçue dans chacune des deux barres au niveau de la jauge. De cette manière, on peut calculer les efforts et vitesses générés par l'onde à tout instant de l'essai. L'éprouvette est placée entre les deux barres et une onde de compression est appliquée, par l'intermédiaire du projectile constitué du même matériau que les barres, mais d'une longueur deux fois plus petite que la barre entrante sur les systèmes standard. De cette manière, les ondes incidentes et réfléchies dans la barre entrante ne se recouvrent pas.

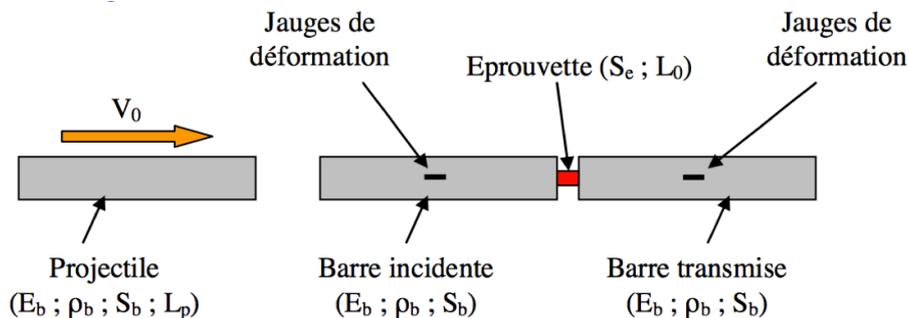


FIGURE 2.6: Grandeurs caractéristiques d'un banc de compression

La figure 2.6 présente un montage classique d'un banc de barres de Hopkinson en compression, on y retrouve le projectile, les barres incidente et de transmission, également appelées entrante et sortante dans la littérature. Les grandeurs notées pour chaque élément ainsi que les positionnements des jauges doivent être connues pour le dépouillement des essais. Le projectile est habituellement mis en mouvement par un canon à air comprimé ou des détonations de poudre, permettant de lui donner une vitesse initiale de l'ordre de plusieurs mètres par secondes, les contraintes générées restant dans le domaine d'élasticité de la barre avec la plupart des matériaux. L'impact entre le projectile et la barre entrante crée une onde qui se propage dans toute la barre jusqu'à rencontrer une interface. C'est cette onde que l'on appellera onde incidente. La déformation élastique correspondant de la barre sera notée ε_i . Après réverbération entre les interfaces entrante et sortante de l'échantillon, une partie de l'onde est transmise à l'échantillon. Une autre partie est réfléchiée dans la barre entrante : on la notera ε_r la déformation associée à cette onde. Sachant que la longueur de l'échantillon très petite devant la longueur d'onde, on peut en général considérer l'échantillon à l'équilibre. L'acquisition des déformations placées des barres permet de déterminer la contrainte et la vitesse en tout point et donc de déterminer l'état de contrainte et de déformation aux interfaces avec l'échantillon à tout instant de l'essai. Sur la figure 2.7 l'onde incidente est notée (a) ; l'onde transmise (b) et l'onde réfléchiée (c).

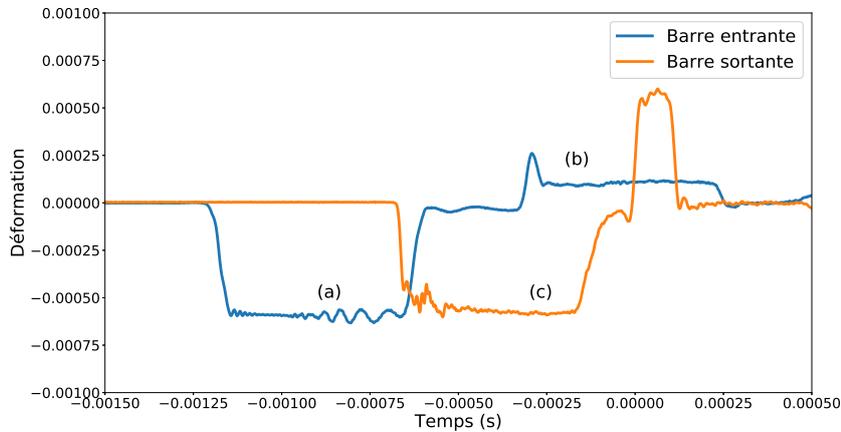


FIGURE 2.7: Mesure typique de déformations vues par les barres

1.3 Hypothèses, principes et théorie de propagation des ondes

1.3.1 Hypothèses et principes

Afin de déterminer les états de contraintes et déformations aux interfaces, il est nécessaires d'admettre quelques hypothèses :

Propagation 1D La propagation de l'onde mécanique dans les barres est naturellement tridimensionnel. Dans la plupart des cas, les barres sont élancées, leur section étant faible devant leur longueur. On peut donc dans de nombreux cas faire l'hypothèse d'une propagation 1D. Un post-traitement permettra dans les autres cas de prendre en compte la dispersion liée à la propagation 3D des ondes [Zhao et Gary, 1995].

Séparation des ondes Les jauges de déformation sont placées au milieu sur la barre entrante et juste assez loin de l'échantillon sur la barre sortante pour que la déformation soit homogène dans la section, et ce de manière à distinguer les différentes ondes caractéristiques nécessaires au dépouillement des essais. Sur les bancs classiques de barres de Hopkinson, le temps d'observation doit être $\Delta T \leq L/C$ [Kolsky, 1964]. Avec C la célérité de l'onde dans la barre entrante et L la longueur de la barre entrante. Pour une vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et un matériau donnés, la déformation maximale observable est donc $\epsilon_{max} \leq \dot{\epsilon} \Delta T$. Des techniques de déconvolution peuvent être mises en place si les jauges de la barre entrante sont collées près des interfaces, ces techniques nécessitent plusieurs positions de mesures [Bussac *et al.*, 2002].

Interface barre - échantillon Les contacts entre l'échantillon et les barres jouent un rôle prépondérant dans le bon déroulement de l'essai, ce qui nécessite des précautions lors de la mise en place des essais. Des micros jeux, des frottements ou autres contacts

imparfaits pourraient en effet impliquer des phénomènes non désirés. En compression on s'assurera de la bonne lubrification des surfaces de contact de manière à considérer l'état de contrainte comme uni axial dans l'échantillon.

Équilibre des forces Il doit y avoir équilibre des efforts de part et d'autre de l'échantillon de manière à s'assurer qu'il se trouve dans un état d'équilibre ($\text{div}\sigma = 0$). Pour cela la relation : $T \gg \tau = \frac{l_0}{C_{ep}}$ doit être vérifiée, où T représente la durée de l'essai, l_0 la longueur de l'éprouvette et C_{ep} la célérité de l'onde dans le milieu. τ représente alors le temps d'un passage de l'onde dans l'éprouvette. Davies et Hunter ont estimé que trois aller-retours de l'onde dans l'échantillon étaient nécessaires pour l'équilibre des forces [Davies et Hunter, 1963].

1.3.2 Théorie de la propagation des ondes unidirectionnelles dans un matériau élastique

Le bon déroulement des essais repose sur l'utilisation des barres comme moyen de mesure, lesquelles sont soumises à une onde mécanique élastique permettant la sollicitation de l'échantillon ainsi que le calcul des efforts et déformations. Pour ce faire, le dépouillement repose sur l'utilisation de la théorie des ondes élastiques dans un cylindre [Achenbach, 1973] [Graff, 1975] [Follansbee et Frantz, 1983] [Davies, 1956] [Kolsky, 1964]. Dans cette partie nous verrons les principes permettant le dépouillement des essais aux barres de Hopkinson. On supposera une propagation des ondes dans l'échantillon uniquement suivant l'axe des barres. Les barres sont supposées cylindriques de révolution constituées d'un matériau homogène élastique de module de Young E . Considérons un projectile avec une vitesse V projeté contre une barre initialement libre de contraintes et de vitesse nulle.

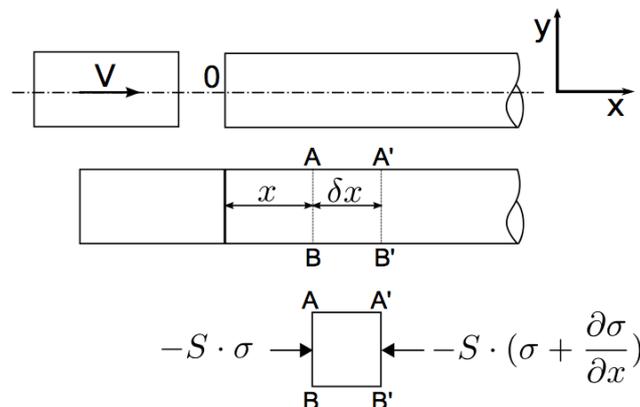


FIGURE 2.8: Impact d'un projectile sur un barreau cylindrique semi-infini et paramétrisation du problème. Représentation issue de [Meyers, 1994]

Après l'impact, l'onde de compression se propage dans la barre, le principe de la dynamique donne l'équation d'onde (2.1)

$$\frac{\partial \sigma}{\partial x} - \rho \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = 0 \quad (2.1)$$

Lorsque l'on reste dans le cas de l'élasticité des barres, la loi de Hooke s'applique :

$$\sigma = E \varepsilon = E \frac{\partial u}{\partial x} \quad (2.2)$$

Ainsi l'équation de la dynamique 2.1 devient :

$$\frac{E}{\rho} \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} = \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (2.3)$$

La constante $\frac{E}{\rho}$ est assimilable à une vitesse au carré, ce qui permet donc de définir la célérité de l'onde comme :

$$C = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.4)$$

En résolvant l'équation d'onde unidirectionnelle, on détermine notamment l'état de contrainte (ou de force) et de vitesse (ou de déplacement), notamment à l'interface éprouvette/barre. La solution générale de l'équation de d'Alembert est de la forme :

$$u(x,t) = f_1(x - C.t) + f_2(x + C.t) \quad (2.5)$$

Où la fonction f_1 correspond à des ondes se déplaçant vers la droite et f_2 des ondes se déplaçant vers la gauche. La déformation $\varepsilon(x,t)$ en tout point de la barre est donc également la somme de deux ondes de déformation se propageant dans des directions opposées et représentées par $\varepsilon_1 = f_1'(x - Ct)$ et par $\varepsilon_2 = f_2'(x + Ct)$.

$$v(x,t) = \frac{\partial u(x,t)}{\partial t} = C \left(-\frac{\partial f_1(x - Ct)}{\partial t} + \frac{\partial f_2(x + Ct)}{\partial t} \right) \quad (2.6)$$

On peut donc écrire la vitesse $v(x,t)$ comme la différence des deux déformations mentionnées précédemment.

$$v(x,t) = C.(\varepsilon_1(x,t) - \varepsilon_2(x,t)) \quad (2.7)$$

1.3.3 Propagation d'une onde à une interface

Lorsqu'une onde mécanique incidente rencontre une interface parfaite, il y a formation d'une onde réfléchie et d'une onde transmise, respectivement notée R et T . L'onde incidente, elle sera indicée I . À l'interface, nous avons l'équilibre des contraintes, σ_I , σ_T et σ_R suivant :

$$\sigma_I + \sigma_R = \sigma_T \quad (2.8)$$

Pour la continuité à l'interface, on doit vérifier l'équation de continuité des vitesses v_I (incidente), v_R (réfléchie) et v_T (transmise)

$$v_I + v_R = v_T \quad (2.9)$$

En résumé

En recalant temporellement les déformations mesurées au niveau des jauges pour les transporter aux interfaces connaissant la célérité des ondes, les formules suivantes nous permettent de déterminer efforts et vitesses, avec $F_{entrante}$ et $V_{entrante}$ la force et la vitesse à l'interface barre entrante / échantillon et $F_{sortante}$ et $V_{sortante}$ la force et la vitesse à l'interface barre sortante / échantillon. ϵ_i correspond à la déformation incidente au niveau de l'interface entrante, ϵ_r à la déformation réfléchie au niveau de l'interface entrante et ϵ_t à la déformation transmise au niveau de l'interface sortante. ϵ_i et ϵ_r sont généralement mesurées par une jauge collée au milieu de la barre entrante (puis transportées à l'interface) et ϵ_t par une jauge collée sur la barre sortante et juste assez loin de l'échantillon pour que les déformations soient homogènes dans la section. ϵ_t est ensuite transportée à l'interface.

$$F_{entrante}(t) = -S_b E_b (\epsilon_i(t) + \epsilon_r(t)) \quad V_{entrante}(t) = -C_b (\epsilon_i(t) - \epsilon_r(t)) \quad (2.10)$$

$$F_{sortante}(t) = -S_b E_b \epsilon_t(t) \quad V_{sortante}(t) = -C_b \epsilon_t(t) \quad (2.11)$$

2 Les essais dynamiques multi axiaux

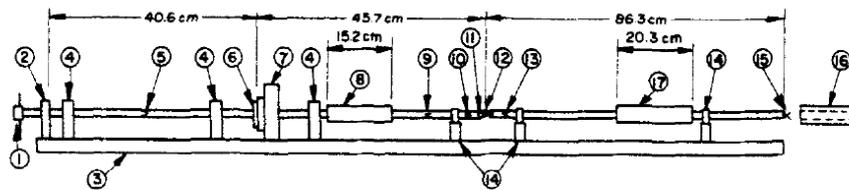
Les premiers essais dynamiques multi axiaux sont apparus rapidement après les premiers montages proposés par Hopkinson [Hopkinson, 1914] et Kolsky [Kolsky, 1949]. Les premiers résultats expérimentaux montrent des sollicitations combinées de traction / compression et de torsion. Les mesures restent quant à elles souvent complexes et combinées, en effet dans beaucoup de cas, il est difficile de dissocier et maîtriser la part de chacune des sollicitations sur un seul essai. Dans la suite de cette partie, nous verrons les principes des différentes expériences menées et justifierons la conception d'un système de sollicitations multi axiales.

2.1 Sollicitations normales et de cisaillement

L'état de contraintes en cisaillement est souvent recherché pour caractériser les matériaux. Ceci est particulièrement vrai en dynamique, car les problématiques d'absorption de chocs passent souvent par un cisaillement en grandes déformations. On retrouve dans

la littérature un grand nombre de montages exploratoires permettant d'imposer de tels états de contraintes.

Dès 1975, le montage proposé par Lewis et al. [Lewis et Goldsmith, 1975] décrit un système de chargement en compression et torsion. Le chargement de torsion est appliqué par une barre précontrainte en torsion et bloquée par un frein. Un pont de jauges permettant de connaître l'état initial de torsion est disposé sur la barre. Ce dispositif constitue la partie de gauche sur la figure 2.9. L'impact de compression est quant à lui imposé de manière classique par un projectile lancé contre la barre entrante (partie de droite).



DYNAMIC BIAxIAL TEST APPARATUS

1. Torque Handle, 2. Clamping Block, 3. Machine Bed (2.5 x 15.2 x 183 cm) Plate, 4. Bearing Block,
5. Static Torque Gage, 6. Holding Flange, 7. Holding Frame, 8. Torsional Bending Suppresser,
9. Bending Strain Gage, 10. Longitudinal Strain Gage, 11. Test Specimen, 12. Specimen Strain Gage,
13. Torsion Strain Gage, 14. Alignment Post, 15. Crossed Wire Trigger, 16. Air Gun, 17. Longitudinal Bending Suppresser

FIGURE 2.9: Montage proposé par [Lewis et Goldsmith, 1975] pour des sollicitations de compression / torsion

Lorsque le système est activé, le frein est relâché et la barre de torsion préchargée sollicite l'échantillon en torsion. Pour assurer une bonne synchronisation, le frein est libéré par une détonation de poudre contrôlée par la barre de compression via le système de mesure. La détonation étant très brève, la désactivation du frein est répétable. La conception du système permet ainsi, connaissant les vitesses des ondes, et le chemin suivi par chacune d'elles, une synchronisation jusqu'à $\pm 10\mu s$.

Sur le même concept, Stiebler et al. [Stiebler *et al.*, 1991] présentent dans leur étude un système combiné de torsion-traction. Le chargement est effectué par une seule barre entrante (input bar sur la figure 2.10), laquelle est soumise à une pré tension / torsion retenue par un frein. Lorsque le frein est relâché soudainement, l'échantillon est soumis grâce aux inerties des barres et aux précontraintes dans la barre entrante à une sollicitation combinée de traction / torsion. Les mesures sont alors permises par des jauges de déformations judicieusement placées sur l'échantillon et sur les barres. On peut alors déterminer les états de contraintes et de déformations en torsion et traction dans l'échantillon.

Dès les années 1970, [J.D. Campbell et Dowling, 1970] des essais de cisaillement permettent des sollicitations complexes. Un essai de cisaillement pur est proposé dans le montage de [Gary et Nowacki, 1994] et [Rusinek et Klepaczko, 2001]. La figure 2.11 montre le dispositif, avec la partie repérée (1) en contact avec une barre et celle repérée (2) en contact avec l'autre barre. Le montage adaptable sur un banc de barre de compression classique permet le chargement en cisaillement d'une plaque (3). Lors de l'impact du

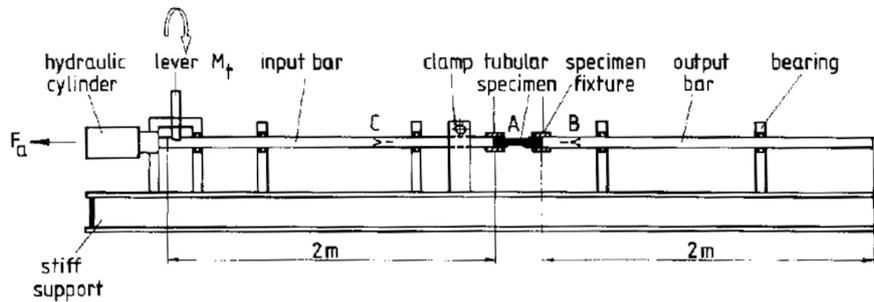


FIGURE 2.10: Montage proposé par [Stiebler *et al.*, 1991] pour des sollicitations de traction / torsion

projectile contre la barre entrante, l'inertie des barres permet de cisailer les zones grisées sur la figure. Les grandeurs mesurées par les jauges permettent d'estimer l'effort F et le déplacement des parties (1) et (2).

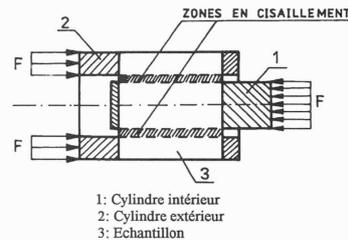


FIGURE 2.11: Montage proposé par [Gary et Nowacki, 1994] pour des sollicitations de cisaillement pur

L'étude de Rittel [Rittel *et al.*, 2002] porte sur un échantillon (figure 2.12) testé sur un banc de compression uni axiale. En effet à partir des efforts uni axiaux, la géométrie de l'échantillon peut permettre la sollicitation en compression cisaillement d'une zone d'intérêt. Dans l'article, il propose d'usiner dans un cylindre plein, une zone amincie inclinée par rapport à la direction de compression. De cette manière, la zone d'intérêt est sollicitée en cisaillement pur, à condition que les extrémités en contact avec les barres soient libres de déplacement dans le plan de contact barre-échantillon. En faisant varier l'angle d'inclinaison de la rainure, on fait varier l'intensité de la sollicitation de cisaillement.

Afin de tester des matériaux où une telle géométrie d'échantillon n'est pas permise, les travaux d'Hou et al. [Hou *et al.*, 2010] et de Tounsi et al. [Tounsi *et al.*, 2016] proposent un montage intermédiaire comportant ces plans inclinés permettant la compression et le cisaillement de l'échantillon. La figure 2.13 propose une schématisation du montage pour un banc d'essais en compression, les barres biseautées ainsi qu'un guidage en téflon permettent la sollicitation de cisaillement, ici une mousse métallique.

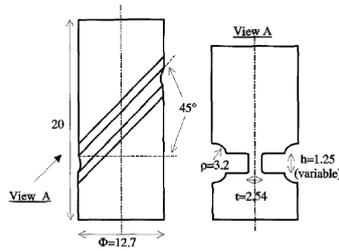


FIGURE 2.12: Éprouvette proposée par [Rittel *et al.*, 2002] pour des sollicitations de cisaillement

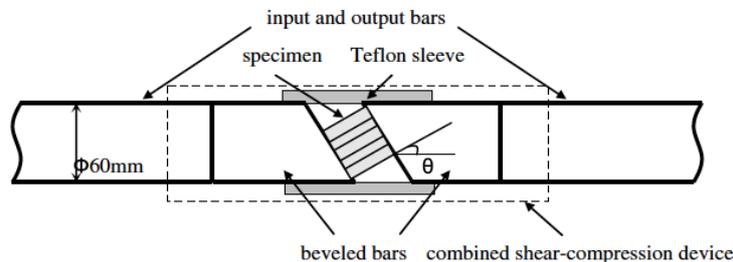


FIGURE 2.13: Éprouvette proposée par [Hou *et al.*, 2010] pour des sollicitations de compression / cisaillement de mousses

2.2 Sollicitations en milieux confinés

Grolleau [Grolleau *et al.*, 2008] explore des sollicitations hydrodynamiques en créant un dispositif de barres couplées à un fluide. A l'image d'un banc de compression, la barre entrante repérée (4) sur la figure 2.14 est impactée par un projectile et vient comprimer une cavité de fluide, repérée (1) située entre cette barre et l'échantillon (5), lui même appuyé sur la barre sortante. L'analyse par les jauges permet de déterminer la pression appliquée sur l'échantillon, qui joue alors le rôle d'une membrane. Ce dernier est alors soumis à une sollicitation d'équi-bi traction.

Les recherches d'Albertini [Albertini *et al.*, 2014] et de Bailly [Bailly *et al.*, 2011] ont exploré l'enfermement. En confinant l'échantillon dans la direction transversale avec un système rigide, la charge le long de l'axe longitudinal induit, par effet de compressibilité, une compression dans la direction transversale. Ce type d'essais est classiquement utilisé pour des matériaux fragiles types bétons ou roches. Un chargement transversal statique peut aussi être appliqué en pré-contrainant le système rigide ou encore à l'aide une cavité de fluide mise sous pression. Là encore, il est généralement difficile d'estimer précisément l'amplitude des contraintes. A partir des propriétés mécaniques, nous pouvons néanmoins estimer les chargements.

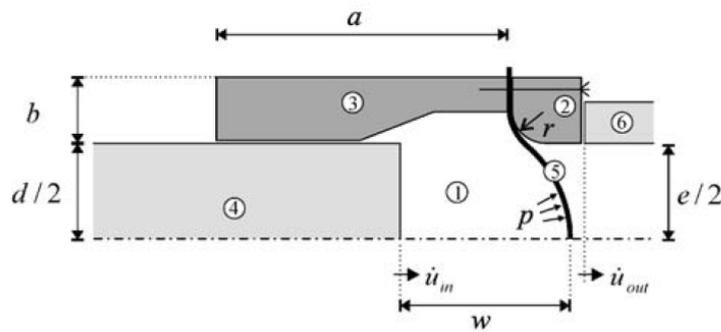


FIGURE 2.14: Éprouvette proposée par [Grolleau *et al.*, 2008] pour des sollicitations de compression / traction



FIGURE 2.15: Éprouvette proposée par [Albertini *et al.*, 2014] pour des sollicitations d'équi-bi-traction

2.3 Les sollicitations bi-axiales

Dans les années 1980, Albertini [Albertini et Montagnani, 1980] a proposé un nouveau système de traction bi axiale avec des câbles préchargés et des freins à charge explosive. A l'image d'un banc de traction sur barres de Hopkinson. Les câbles initialement préchargés par rétention d'énergie vont créer des ondes de traction. L'utilisation de charges explosives pour casser les freins permet une bonne synchronisation, car le déclenchement est bref. Ce système permet de maîtriser le rapport de chargement en contrôlant la pré tension des câbles.

Hummeltenberg [Hummeltenberg et Curbach, 2012] a présenté un test de compression bi axiale en juxtaposant deux bancs d'essais uni axiaux donc avec deux impacteurs séparés. L'utilisation de plusieurs projectiles nécessite une bonne maîtrise des instants

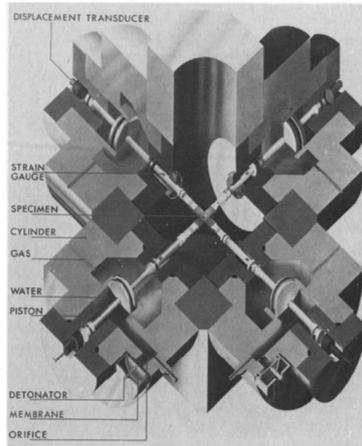


FIGURE 2.16: Éprouvette proposée par [Albertini et Montagnani, 1980] pour des sollicitations de compression / traction

d'impact de ces derniers afin de contrôler la sollicitation. La synchronisation est difficile à réaliser malgré l'utilisation de déclencheurs électroniques. De plus lors de la déformation de l'échantillon, des contraintes de cisaillement apparaissent aux interfaces entre l'échantillon et les barres, le système étant non symétrique.



FIGURE 2.17: Éprouvette proposée par [Hummeltenberg et Curbach, 2012] pour des sollicitations de compression bi axiale

Des essais de synchronisation par actionneurs électromagnétiques ont été réalisés par [Nie *et al.*, 2018]. Dans un premier temps sur un banc de compression et traction uni-axiales, la sollicitation est créée par l'intermédiaire d'un système à impulsion magnétique. La maîtrise du déclenchement et de l'action mécanique délivrée permet de mettre en œuvre ce type de sollicitation sur un banc de barres croisées de manière synchronisée.

2.4 Les essais multi axiaux au laboratoire

L'équipe de recherche en dynamique du LMT explore différents cas de sollicitations, notamment multi axiales, avec comme objectif la mise en œuvre d'essais multi axiaux.

En effet, les essais multi axiaux et combinés sont des axes de recherches importants, en statique comme maintenant en dynamique. De nombreux moyens quasi statiques ont été développés. Les solutions synchronisant plusieurs sources de chargements étant difficiles à mettre en œuvre en dynamique, les principes s'appliquant à une machine d'essais quasi statiques serait extrêmement difficile à mettre en place du fait de la difficulté de synchronisation des impacts et de la spécificité des moyens de mesures [Durand *et al.*, 2020]. Des solutions avec une seule source ont alors été envisagées. Les travaux ont porté dans un premier temps sur un montage adaptable sur un banc de compression classique. La barre sortante est remplacée par deux barres coaxiales, nommées par la suite barre sortante interne et barre sortante externe, respectivement pour déterminer la sollicitation axiale et la sollicitation transversale. La figure 2.18 présente une vue en coupe du montage permettant la multi sollicitation.

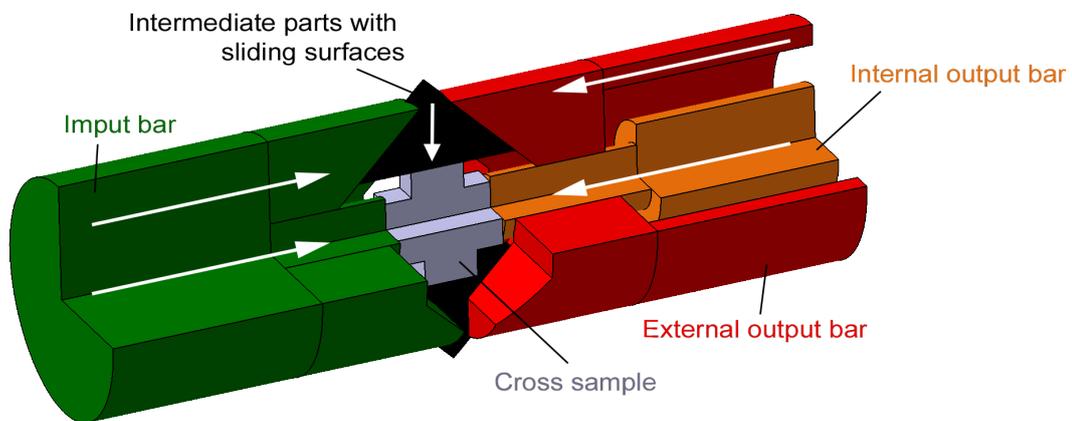


FIGURE 2.18: Montage proposé au laboratoire pour des sollicitations de compression biaxiale [Quillery *et al.*, 2018], [Durand *et al.*, 2020]

2.4.1 Le principe

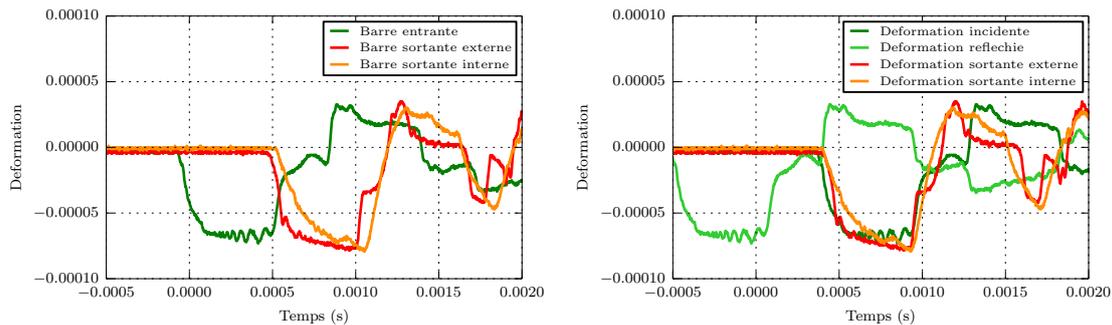
La partie en vert à gauche est en contact avec la barre entrante, impactée par le projectile comme lors d'un essai standard présenté en première partie. L'échantillon est comprimé axialement entre les barres entrante (verte) et sortante interne (orange), alors que la compression transversale se fait par l'intermédiaire du montage de renvois d'angles et des barres entrante (verte) et sortante externe (rouge). Des jauges positionnées sur les trois barres dans les conditions exprimées dans la partie 1.2 permettent de calculer les efforts et déplacements aux interfaces. Les célérités des ondes dans les deux barres sortantes doivent être connues ainsi que leurs impédances dans le cas où l'on cherche à réaliser une compression équibiaxiale. Les frottements aux interfaces entre les triangles et les corps du renvoi d'angle impliquent une force résistante supplémentaire qu'il est difficile de mesurer sur le trajet de la compression transversale. Le coefficient de frottement, bien que faible, car les contacts sont lubrifiés, dépend de la vitesse de glissement, donc de

déformation de l'échantillon ainsi que de l'usure des pièces composant le renvoi d'angle.

2.4.2 Dépouillement d'un essai

Comme dans le cas d'un système de barres unidirectionnelles, les formules dites de Hopkinson (équations 2.10 et 2.11) permettent de déterminer les efforts et vitesses au niveau des interfaces. À partir des signaux des jauges et des caractéristiques des barres, on calcule les déformations dans les barres, utiles pour le calcul des grandeurs d'intérêts. Les figure 2.19a et figure 2.19b présentent respectivement les déformations dans les barres et les ondes de déformation recalées temporellement aux interfaces. On y retrouve $\epsilon_i(t)$, $\epsilon_r(t)$, $\epsilon_{tinterne}(t)$ et $\epsilon_{texterne}(t)$ où $\epsilon_{tinterne}(t)$ représente la déformation vue par la jauge sur la barre sortante interne, correspondant donc à la sollicitation axiale, et où $\epsilon_{texterne}(t)$ représente la déformation vue par la jauge collée sur la barre externe, correspondant donc à la sollicitation transversale.

Comme pour un essai standard, les hypothèses présentées dans la section 1.3.1 doivent être vérifiées :



(a) Tracé des déformations brutes

(b) Tracé des déformations recalées aux interfaces

FIGURE 2.19: Tracé des déformations

- **Équilibre des forces** : Dans notre cas la force entrante doit être égale à la somme des forces sortantes. La figure 2.20 montre un résultat typique de forces calculées à partir des déformations de la figure 2.19b et des formules de Hopkinson (équations 2.10 et 2.11). L'équilibre est bien vérifié. La force entrante ainsi calculée est bruitée, car sa détermination se fait en additionnant les signaux incident et réfléchi, qui sont quasi-opposés, ce qui la rend plus sensible aux bruits de mesures. Dans l'analyse du comportement on se servira des forces déterminées par les barres sortantes, beaucoup moins bruitées.
- **Stationnarité des vitesses** : Contrairement aux forces, les vitesses des barres ne sont pas forcément égales. L'échantillon n'est en effet pas forcément en état stationnaire et peut avoir une vitesse de rétrécissement non négligeable. La figure 2.21 montre un relevé des vitesses aux interfaces.

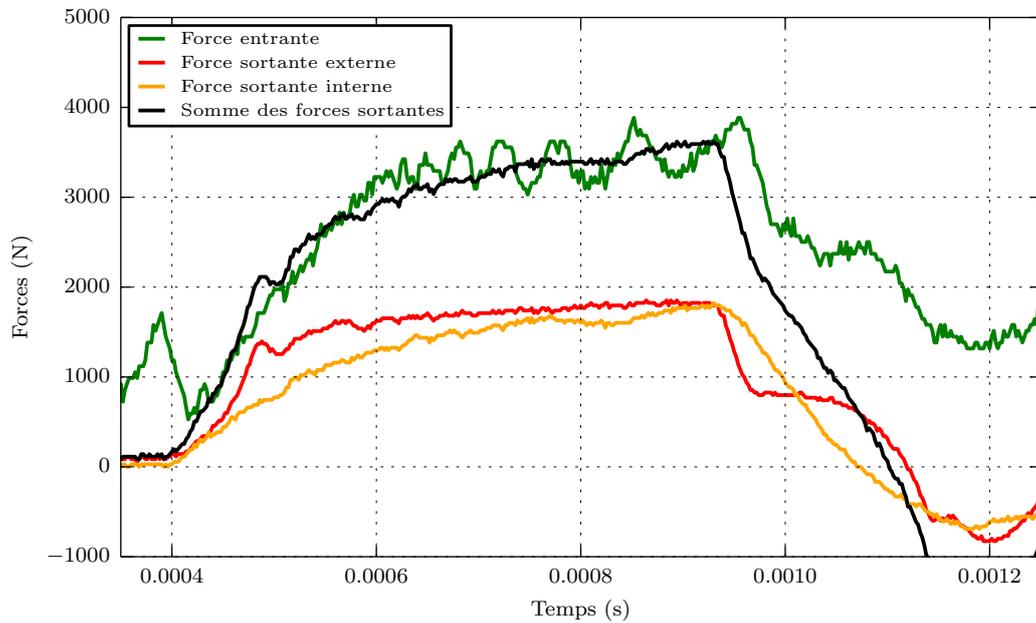


FIGURE 2.20: Tracé des forces aux interfaces

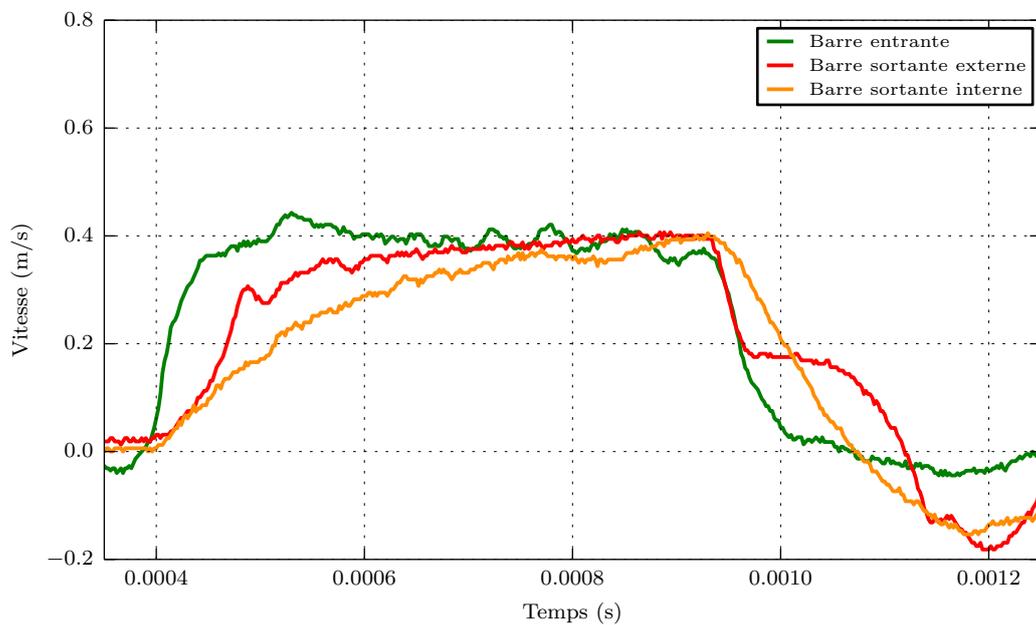


FIGURE 2.21: Tracé des vitesses des barres

À partir de ces vitesses, on peut alors calculer les déplacements des interfaces et donc, aux jeux et aux déformations intermédiaires près, faire une première estimation de la déformation macroscopique de l'échantillon testé. Dans le cas d'un échantillon cruci-

forme, cette déformation correspond à celle prise entre les bords de l'éprouvette. Elle ne vaut pas la déformation moyenne de la ROI. Cette déformation sera calculée par la suite par corrélation d'images numériques, technique dont le principe sera présenté par la suite.

La connaissance de ces informations nous permet alors de décrire le comportement multi axial de l'échantillon testé.

2.4.3 Les points forts et points faibles du montage de compression bi axial à barre coaxiale sortantes coaxiales

Le montage présenté dans cette partie présente des points forts partiellement énoncés ci-dessus, mais aussi des points faibles, qui justifieront les développements de la suite du manuscrit.

Les points forts

- **Synchronisation des impacts** Le montage présente un seul moyen de sollicitation, la synchronisation des sollicitations ne dépendant donc pas de la commande des impacteurs comme on le retrouve dans la publication de [Hummeltenberg et Curbach, 2012]. La mauvaise synchronisation éventuelle que l'on observe est grandement liée aux micros jeux que l'on laisse lors de l'installation du montage entre les barres, ainsi que celui laissé entre l'échantillon et les pièces du montage.
- **Mesures indépendantes** De par la présence de deux barres de sorties coaxiales, coulissant l'une dans l'autre indépendamment à l'aide de paliers, les mesures dans les deux directions sont indépendantes.
- **Mesures riches** Le montage a été développé en ayant en tête un large éventail moyens de mesures. En effet pour la caractérisation du comportement de matériaux complexes, il est intéressant de déterminer également des champs locaux de déformation. Ceci permet notamment d'observer des bandes ou fronts de localisation dans le cas des alliages à mémoire de forme de type nickel-titane. On retrouve donc deux fenêtres permettant l'observation par caméra rapide dans l'axe normal au plan des sollicitations (figure 2.18) . Dans la suite de l'étude on présentera un essai multi-instrumenté permettant également l'observation d'un champ thermique par camera infrarouge.

Les points faibles

- **Frottements dans le montage** Une part des efforts mesurés par l'intermédiaire des inerties des barres est perdue en frottement dans le montage. Si le frottement dans la chaîne de sollicitation axiale (pièces vertes et orange) est négligeable, ceux observés dans la chaîne de sollicitation transversale ne le sont pas (pièces vertes noires et rouge). Le coefficient de frottement a été estimé en testant en compression simple des échantillons identiques dans les directions axiale et transversale. La comparaison des résultats obtenus dans les deux directions montre que le coefficient de frottement est de l'ordre de 0,03 au contact plan-plan entre les triangles

noirs et les corps extérieurs. Cela crée un ratio d'environ 0,87 entre la force transversale appliquée et celle mesurée sur la barre.

- **Mouvement de corps rigide important** Comme pour une sollicitation classique, on observe un déplacement important des barres durant l'essai, cela n'impactant pas les mesures des jauges. Les observations par caméra sont en revanche dégradées par ce mouvement général du montage. Dans le cas des observations optiques, la très haute vitesse d'acquisition nécessite un éclairage important ainsi qu'un sous fenêtrage réduit sur la caméra. Le mouvement dit de corps rigide peut alors engendrer soit une variation de l'éclairage, car ce dernier est concentré sur une zone, soit une sortie du champ d'observation. L'analyse des données optiques en est donc parfois rendu difficile.
- **Absence de système de précharge pour éliminer les jeux** Les micros jeux présentés dans le paragraphe 2.4.3 pourraient être réduits en installant un système de précharge statique, que l'on appliquerait avant l'essai dynamique. La mise en place d'un tel système est assez fastidieuse et nécessite une conception spécifique.
- **Complexité de la mise en place d'un essai** Les dimensions du système étant réduites pour que les ondes y circulent rapidement les échantillons mis en œuvre sont de petite taille. La mise en place des échantillons dans le montage puis du montage dans le système de barres est donc longue et minutieuse.

Ces points feront l'objet d'une attention particulière lors de la conception du nouveau système.

Conception d'un moyen d'essai dynamique multi axial

Chapitre

3

L'objectif de ce chapitre est la description d'un nouveau moyen d'essai, des prémices de faisabilité aux premiers essais, en passant par les étapes de dimensionnement et de conception. La mise en place d'un système de sollicitation et les moyens de mesure du système seront également décrits.

Sommaire

1	Principe et dimensionnement	42
1.1	Principe du système 4 barres et cahier des charges	42
1.2	Étude de faisabilité	46
1.3	Dimensionnement du système	48
2	Solutions retenues	54
2.1	Assemblage des liaisons de transmission	54
2.2	Assemblage des éléments fixes	57
2.3	Moyens de mesure	60
3	Dépouillement d'un essai	62
4	Essais préliminaires et calibrage du moyen expérimental	65
4.1	Calibrage du système de barres	65
4.2	Essais préliminaires sur aluminium	71

Dans la lignée des essais réalisés avec le montage présenté dans la sous-section 2.4 du chapitre 2, nous avons conçu un système d'essais multi axiaux permettant de répondre au mieux aux critiques du système précédent. Les principes et dimensionnements ont fait l'objet d'une étude pour montrer la viabilité d'un tel système.

1 Principe et dimensionnement

1.1 Principe du système 4 barres et cahier des charges

1.1.1 Principe de fonctionnement

Afin d'apporter des solutions aux problèmes rencontrés avec le système de compression bi axiale présenté précédemment, on propose un système à quatre barres de chargement. Il permet ainsi de créer des sollicitations symétriques et donc de garder l'échantillon en position. La sollicitation étant là aussi générée par un seul et unique impacteur, l'onde doit également se répartir sur les 4 barres de chargement. Un système de renvois d'angles à rampes inspiré du montage à barres coaxiales permet de réaliser cette séparation du chargement. Les quatre ondes seront transmises aux barres de chargement par des barres appelées intermédiaires dans la suite du manuscrit et par des renvois d'angles.

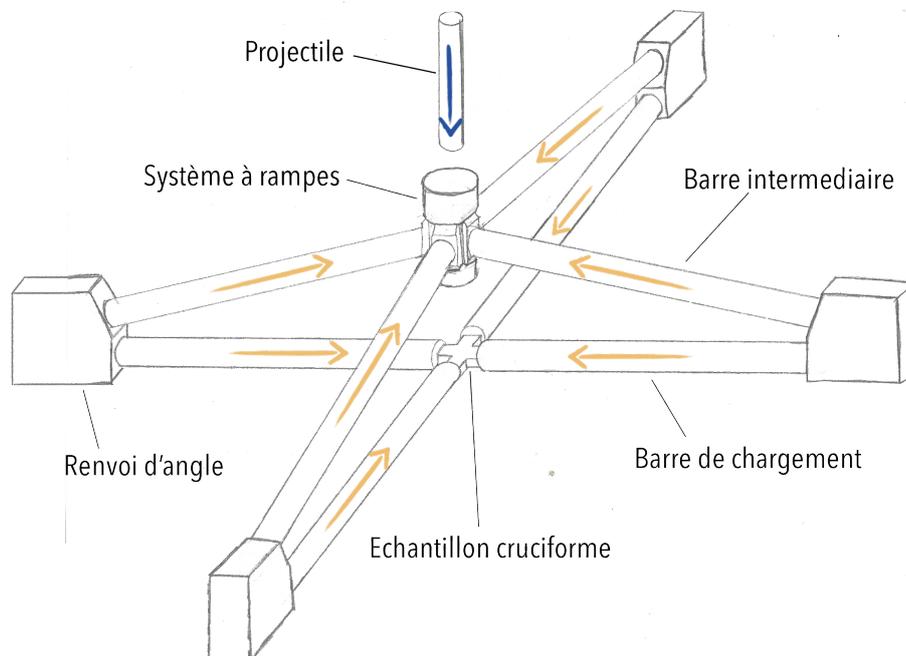


FIGURE 3.1: Schématisation du principe du système 4 barres

La figure 3.1 présente le concept du système 4 barres. En compression, l'impact du projectile sur le système à rampe crée une onde de traction dans les barres intermédiaires

qui par l'intermédiaire des renvois d'angles, sollicitent les barres de chargement en compression.

Les flèches oranges représentent le mouvement lié à la propagation de la sollicitation dans les barres et la flèche bleue la vitesse d'impact du projectile. Le schéma de principe permet de réaliser un cahier des charges et une étude de faisabilité/ dimensionnement du système.

1.1.2 Terminologie

Le concept présenté ci-dessus nous permet de fixer la terminologie adoptée dans la suite du manuscrit.

Projectile Tel un système de barres de Hopkinson classique, le projectile désigne une barre habituellement de section identique aux autres, mise en mouvement pour créer l'impact générant ainsi l'onde mécanique.

Système à rampes Aussi appelé **renvoi d'angle à rampes** il désigne l'assemblage mécanique permettant de transmettre l'onde créée par l'impact du projectile aux différentes branches du systèmes.

Renvoi d'angle Aussi appelé **glissière**, il désigne l'assemblage mécanique qui transmet l'onde entre les barres intermédiaires et de chargement.

Barres intermédiaires Elles permettent de transporter l'onde mécanique du système de rampes aux renvois

Barres de chargement Ce sont les barres qui vont directement solliciter l'échantillon. Elles sont en contact d'un côté avec l'échantillon et de l'autre avec un renvoi d'angle.

1.1.3 Cahier des charges

Pour l'étude de faisabilité et de conception du système, nous avons dans un premier temps établi un cahier des charges, listant les différentes fonctions principales et de contraintes auxquelles le système devra répondre. Le tableau 3.1 résume ces fonctions et les critères caractéristiques associés à chacune d'elles.

- **FC1** On souhaite maîtriser la synchronisation ou la désynchronisation des sollicitations. Comme pour des essais quasi statiques, on souhaiterait pouvoir contrôler temporellement la manière dont les contraintes sont appliquées sur les faces de l'échantillon ; et ainsi pouvoir imaginer des trajets de chargement de plusieurs natures dans le plan des contraintes (σ_{xx} , σ_{yy}), tels que ceux présentés dans la figure 3.2. En dynamique, la maîtrise de tels paramètres s'avère souvent difficile à mettre en œuvre, car nous pilotons simplement la pression du tir. Une connaissance a posteriori de la synchronisation temporelle des sollicitations dans les deux directions suffira.
- **FC2** Le principe des barres de Hopkinson repose sur la mesure des ondes élastiques perçues dans les barres, bien que l'hypothèse d'ondes 1D ne soit pas indispensable au bon dépouillement d'un essai, la contrainte de section petite devant la longueur doit être vérifiée.

Indice	Fonction	Critère
Fonctions principales		
FP1	Permettre de réaliser des essais de caractérisation bi axiale dynamique de matériaux	Vitesse de déformation de 10 s^{-1} à 1000 s^{-1}
Fonctions de contraintes		
FC1	Maîtrise de la synchronisation des sollicitations	synchronisation à 10^{-6} s
FC2	Hypothèse de propagation 1D	Diamètre faible devant la longueur des barres
FC3	Tester des échantillons de taille centimétrique	Dimension hors tout de l'échantillon compris entre 8x8 mm à 20x20 mm
FC4	Mesures indépendantes des efforts et déplacements des interfaces	Jauges à positionner judicieusement
FC5	Laisser libre d'observation les faces de l'échantillon	Au moins une face de libre
FC6	Éviter le mouvement de corps rigide de l'éprouvette	Déplacement maximum de 1 mm dans chacune des directions de sollicitation
FC7	Polyvalence du système de sollicitation	Diversité des sollicitations : bi traction, bi compression, traction-compression
FC8	Éliminer les micros jeux dans la chaîne de sollicitation	Précharge de 10 à 50 MPa
FC9	Répétabilité des essais	Pression de précharge et de tir contrôlable à 0,1 bar près
FC10	Simplicité de mise en œuvre d'un essai	
FC11	Doit rentrer dans la salle	Dimension hors tout : $L=5\text{m}$, $l=5 \text{ m}$ et $h=3,3 \text{ m}$

TABLE 3.1: Résumé des fonctions principale et de contrainte du système

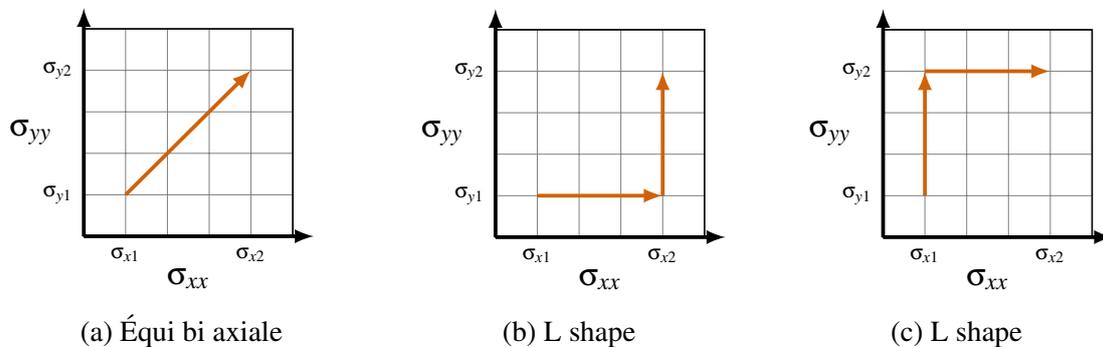


FIGURE 3.2: Trajets de chargements

- **FC3** Les échantillons à tester peuvent être de nature diverse, du béton aux métaux en passant par des polymères, l'échantillon testé doit pouvoir être un VER représentatif du matériau. On fixe donc une taille minimale et maximale de l'éprouvette pouvant concilier les contraintes d'inertie, qui doit rester faible et de volume représentatif. Les limites fixées de 8x8 mm à 20x20 mm permettent de tester divers matériaux aux caractéristiques mécaniques bien différentes.
- **FC4** La mesure indépendante des forces et vitesses aux interfaces est une contrainte forte. Afin de déterminer le comportement mécanique de la ROI, il est nécessaire de connaître les conditions aux limites dans les deux directions du chargement.
- **FC5 et FC6** Lors des essais sur le montage présenté dans la sous-section 2.4 du chapitre 2, un important mouvement de corps rigide de l'échantillon ne permet pas toujours de réaliser des prises d'images, optiques ou infrarouges, dans de bonnes conditions. On souhaite donc éliminer ce mouvement parasite et ainsi optimiser les mesures par corrélation d'images, optiques et/ou infrarouges. Les observations infrarouges imposent des contraintes de visée directe ou à défaut de mise en place de prismes ou miroirs en matériaux bien spécifiques, donc onéreux. On privilégiera dans la mesure du possible l'accès en vision directe des deux faces de l'échantillon. La visée de la caméra optique reste moins contraignante, car plus facile à mettre en œuvre.
- **FC7** Dans l'optique de développement de nouveaux moyens d'essais, on souhaite permettre la réalisation de tests sous conditions de sollicitations diverses. Le moyen d'essais devra permettre de réaliser simplement des essais de bi traction, bi compression ou des essais combinés (traction dans une direction, compression dans l'autre). On arriverait ainsi à couvrir «intégralement» la zone des sollicitations bi axiales (en orange sur la figure 3.3)

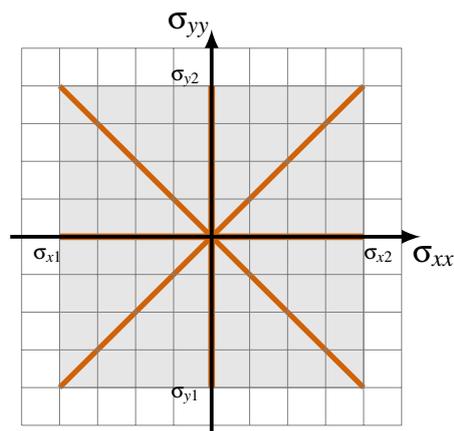


FIGURE 3.3: Plan des contraintes (σ_{xx}, σ_{yy})

- **FC8** Appliquer une précharge statique au système permet d'éliminer les micros jeux apparus lors de l'assemblage. Cela permet d'assurer un bon contact entre les barres et l'échantillon, mais aussi entre toutes les pièces mobiles de la

chaîne de transmission de l'onde de sollicitation. On souhaite pouvoir appliquer une contrainte de l'ordre de 50 MPa, sans altérer le système, ni empêcher le bon déroulement de l'essai.

- **FC9 et FC10** Lors de la réalisation d'une campagne d'essais, on souhaite maîtriser les conditions d'essai et disposer d'une relative facilité de mise en place et de réglage. Les paramètres gérant la pression liés à la pré charge statique et à la pression du tir doivent être réglables avec une précision respective de 1 bar et de 0,1 bar.
- **FC11** Enfin les contraintes dimensionnelles de l'implantation du système doivent être respectées. L'encombrement maximal au sol sera dans un carré 5m de côté, pour une hauteur maximale de 3,3m.

En résumé

On souhaite développer un système polyvalent, permettant la réalisation d'essais originaux. On veillera à satisfaire les grands principes des barres de Hopkinson régissant les essais dynamiques. Les fonctions de contraintes énoncées permettront de répondre aux contraintes d'un essai dynamique ainsi que d'assurer la polyvalence et la simplicité du système.

1.2 Étude de faisabilité

Dans un premier temps, il est nécessaire de réaliser une étude de faisabilité, de manière à déterminer la viabilité du concept présenté dans la partie précédente. Comme pour un système de barres de Hopkinson classique, on souhaite imposer un créneau de chargement à l'éprouvette. Nous devons donc nous assurer que les divers renvois et barres permettent bien, à partir de l'onde créée par le projectile de solliciter l'échantillon. Une simulation Abaqus[®] explicite avec des grandeurs, dans un premier temps, raisonnables vis-à-vis du cahier des charges, a été menée pour déterminer la sollicitation résultant du parcours de l'onde. Cette partie de dimensionnement reprend les travaux de Khalidou Mamadou SECK, stagiaire LMT encadré par Bastien DURAND à l'automne 2017, sur le sujet spécifique de l'étude de faisabilité et de dimensionnement du système.

On crée un premier cas de simulation avec des barres de 3 mètres de longueur et de 10 millimètres de diamètre afin de limiter la dispersion. Elles sont supposées être en acier de module de Young 200 GPa, de coefficient de poisson 0,3 et de masse volumique 8000 Kg/m^3 . Le contact entre les pièces lors de l'assemblage est modélisé par un frottement acier acier lubrifié, de coefficient de frottement 0,1.

Les conditions aux limites en déplacement sont appliquées sur les pièces du bâti idéal. La translation suivant y est bloquée sur la rampe inférieure notée rampe 2 sur la figure 3.4, modélisant l'appui sur un massif qui encaisse le choc du projectile. Les autres translations et rotations sont libres. Les corps des glissières au niveau des renvois de bouts de barres sont eux bloqués suivant les translations y (verticale) et de la barre (x dans le cas présenté sur la figure 3.5). Les autres translations et rotations sont libres.

La vitesse initiale du projectile assure le chargement. Il s'agit d'un cas standard.

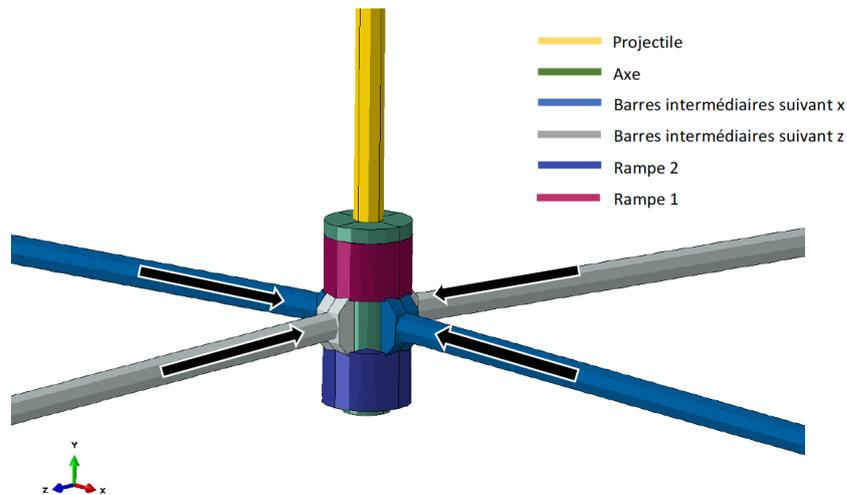


FIGURE 3.4: Modélisation du concept de rampes

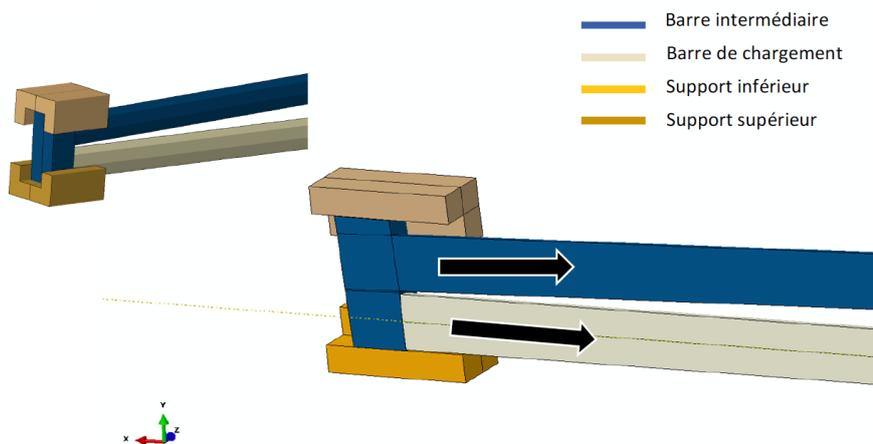


FIGURE 3.5: Modélisation du concept de renvoi

On s'intéresse aux contraintes vues par les barres de chargement au cours de l'essai. Le caractère fonctionnel du système a été démontré par simulation numérique sur Abaqus, avec une vitesse d'impact du projectile de 10 m/s, sans modélisation de l'échantillon au bout de la barre de chargement. On relève au milieu d'une des barres de chargement la contrainte σ , en fonction du temps de l'essai, tracée sur la figure 3.6. On appellera cette caractérisation «réponse du système» dans la suite du manuscrit. Elle traduit les contraintes «exploitables» dans la barre de chargement par rapport à une sollicitation standard.

L'état de contrainte mesuré en milieu de barre de chargement sur l'expérience numérique

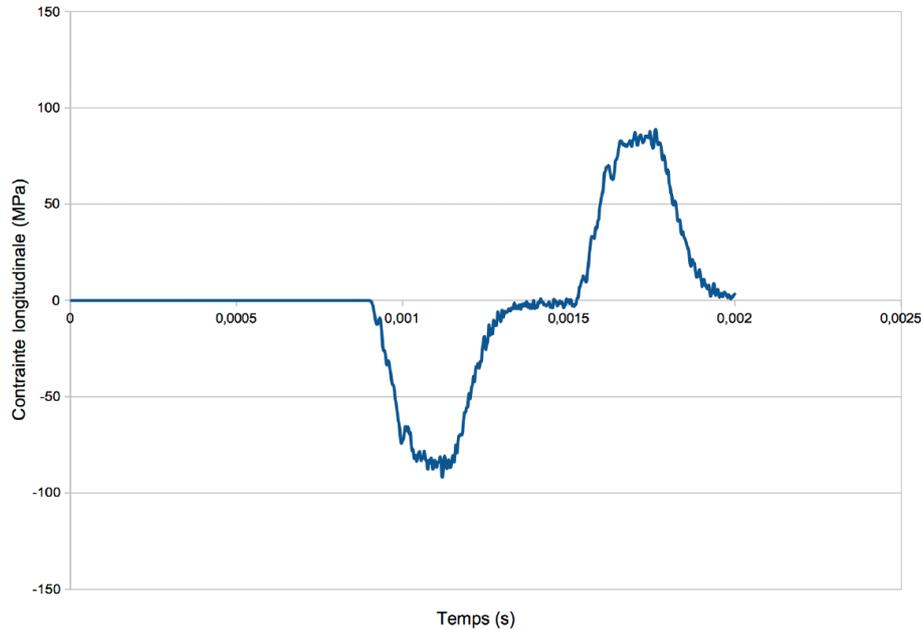


FIGURE 3.6: Évolution de la contrainte relevée au milieu de la barre de chargement en fonction du temps

forme un créneau de chargement, tel que sur un banc de barres de Hopkinson classique, l'étalement temporel du créneau dépend de la longueur du projectile. Dans le cas d'un projectile vertical, on est fortement contraint par la hauteur sous plafond de la salle. La maquette numérique validant le concept de système de chargement à 4 barres, nous pouvons ainsi dimensionner les éléments principaux du système.

En résumé

L'étude de pré dimensionnement réalisée par Khalidou SECK assure la viabilité d'un tel montage vis-à-vis des sollicitations que l'on est capable d'appliquer aux bornes de l'échantillon. L'étude a permis de répondre à une partie du cahier des charges en fixant des dimensions globales raisonnables tant vis-à-vis de la théorie de propagation des ondes, que des dimensions de la salle et de la taille des échantillons que l'on serait capable de tester.

1.3 Dimensionnement du système

L'objectif de cette partie est de définir les conditions d'assemblage et les dimensions effectives des différentes pièces. Cette sous-partie est consacrée aux travaux de dimensionnement d'assemblages fonctionnels du système. L'objectif est de caractériser les géométries des différentes pièces pour transmettre de manière optimale l'énergie cinétique du projectile à l'échantillon. Sont présentés le dimensionnement des zones de renvois et de transmission de l'effort, en cherchant à optimiser la réponse à un impact présenté sur la figure 3.6, compte tenu des frottements, inerties et imperfections des liaisons.

1.3.1 Dimensionnement du support des rampes

La première étude de faisabilité présente une rampe inférieure bloquée en translation suivant la verticale (y). En pratique, un tel blocage pour cette pièce est une hypothèse trop simplificatrice. On remplace donc la contrainte de déplacement nul par un contact avec une plaque massive, dont on va chercher à optimiser les caractéristiques géométriques.

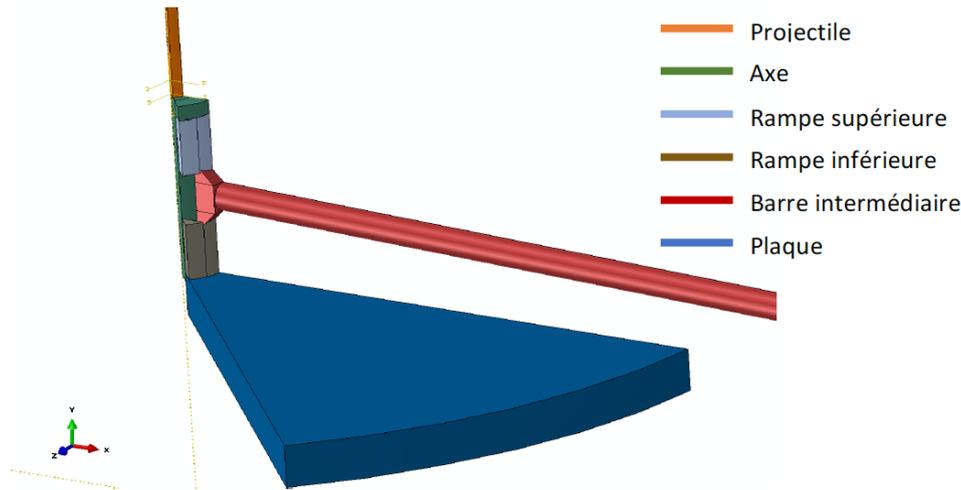


FIGURE 3.7: Blocage de la rampe par un appui sur une plaque libre.

Après plusieurs itérations, on retient une plaque de rayon 200 millimètres et d'épaisseur 15 millimètres. Elle offre le meilleur compromis entre la contrainte mesurée en milieu de barre, des dimensions trop importantes et une masse raisonnable (14 kg). En pratique, cette plaque sera fixée sur le bâti, cas plus favorable pour le blocage de la rampe.

La figure 3.8 présente les contraintes mesurées en milieu de barre de chargement sur la nouvelle modélisation numérique du système, avec en bleu la contrainte en présence de la plaque et en orange la contrainte de «référence» calculée dans la sous-section 1.2. Les dimensions de cette plaque de réaction ont un impact significatif sur la réponse du système, on veillera à respecter les caractéristiques géométriques énoncées ci-dessus.

1.3.2 Dimensionnement des glissières des renvois de bouts de barres

Les renvois en bouts de barres constituent un élément crucial de la chaîne de transmission de l'onde de chargement, ils doivent permettre d'une part de transmettre la sollicitation mécanique, mais aussi ne pas dénaturer le chargement lors de la transmission. Des frottements trop importants ou des conditions limites créant des chargements non désirables doivent être évités. On souhaite que la barre de chargement se comporte comme une barre de Hopkinson classique, c'est-à-dire soumise uniquement à une sollicitation de compression (ou traction) pure. On veillera particulièrement aux conditions aux limites en bouts de barres, de manière à ne pas imposer de sollicitations parasites (par exemple

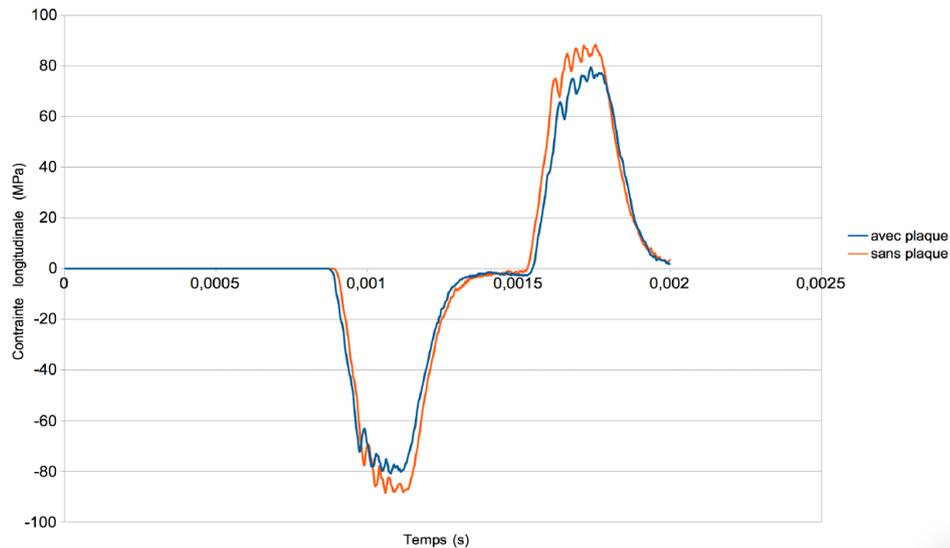


FIGURE 3.8: Simulation de la contrainte en fonction du temps relevée au milieu de la barre de chargement avec contact sur la plaque ou condition limite parfaite

un moment qui serait transmis entre les barres intermédiaire et de chargement). L'arc-boutement et les frottements sont également des points d'attention pour assurer le bon fonctionnement de la glissière, particulièrement en raison de la présence d'un angle entre les deux barres. On effectue une simulation pour laquelle les contacts entre les classes

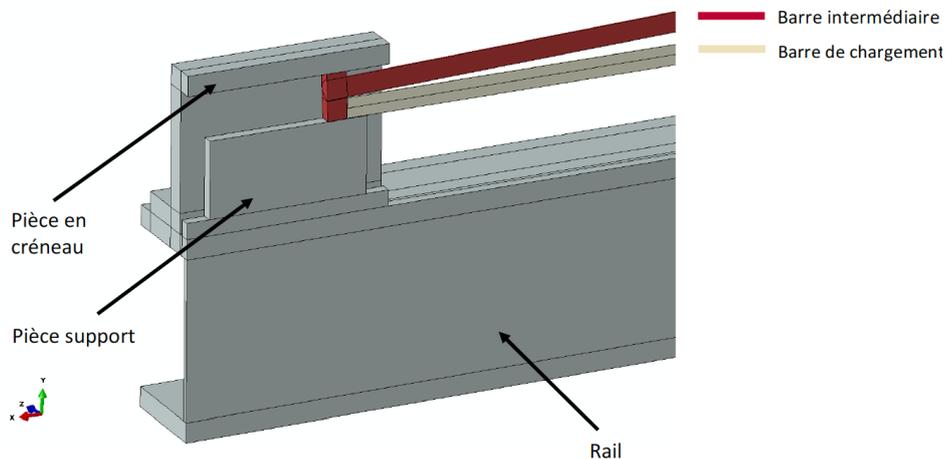


FIGURE 3.9: Simulation d'une géométrie de glissière fixée sur un rail

cinématiques se font avec un coefficient de frottement de 0,1 et pour laquelle le rail est libre. La figure 3.9 présente la glissière qui supporte le renvoi. Les couleurs représentent les différentes classes cinématiques. La liaison entre la barre intermédiaire et la pièce glissante est une liaison complète. La liaison entre la pièce glissante et la barre de chargement est simulée par un appui plan parfait avec contact frottant. Dans la pratique, une

telle réalisation permet d'éviter d'introduire un moment parasite en bout de barre de chargement et ainsi la solliciter en compression pure.

La figure 3.10 présente les contraintes relevées au milieu de la barre de chargement dans le cas où le rail est totalement bloqué et dans celui où il est seulement soumis à son inertie. On constate que l'inertie élevée du rail assure en pratique son blocage puisque les courbes sont quasiment identiques. La géométrie adoptée permet donc une bonne sollicitation de la barre de chargement.

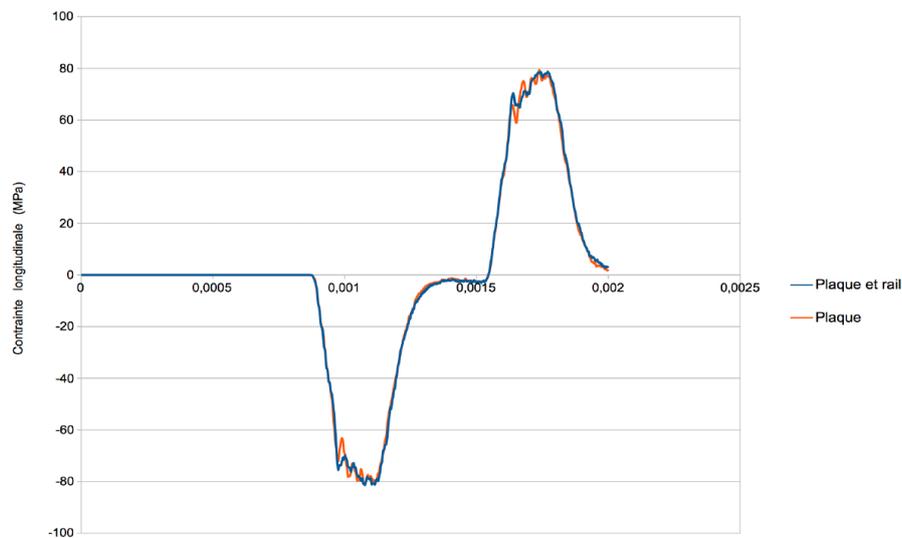


FIGURE 3.10: Simulation de la contrainte en fonction du temps relevée au milieu de la barre de chargement avec rail bloqué ou libre (barre uniquement soumise à son inertie)

1.3.3 Flambement et fléchissement des barres

Les barres étant de section très petite devant leur longueur, on doit dimensionner ces dernières en tenant compte du flambement. En effet quel que soit le cas de sollicitation, au moins une des deux barres est en compression. Pour un essai de compression, les barres de chargement seront en compression et pour un essai de traction, les barres intermédiaires seront en compression. Dans le cas d'un chargement de l'échantillon en bi-compression, on relève les déplacements dans le plan vertical des barres de chargement, afin de vérifier le non-flambement de ces dernières (figure 3.11). Précisons qu'en raison de leur jeu important, il a été décidé de ne pas modéliser l'action des paliers de guidage dans la simulation.

La charge critique d'Euler en statique nous impose une force maximale définie par l'équation 3.1, avec E le module de Young, I le moment quadratique de la section de la barre et l la longueur de flambement, ie. la longueur entre les appuis. Ici le moment quadratique de la section circulaire est $I = \frac{\pi D^4}{32}$. En dynamique, le flambement n'est pas critique, car le temps caractéristique de flambement est très grand devant celui de l'essai,

les barres ne flamberont donc pas, éléments constatés sur la simulation (figure 3.11).

$$F = \frac{\pi^2 EI}{l^2} \quad (3.1)$$

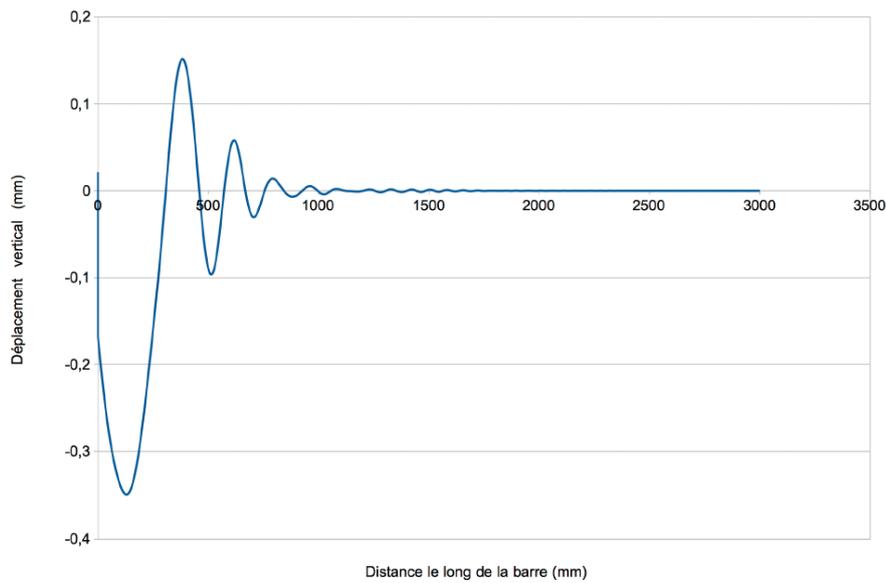


FIGURE 3.11: Déplacement vertical en tout point de la barre de chargement

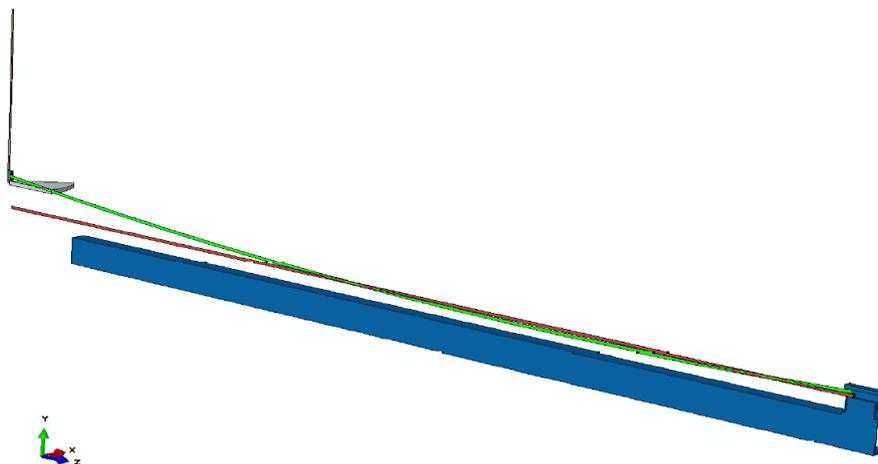


FIGURE 3.12: Déformée de la barre intermédiaire sous son poids propre

Les barres étant élancées, on ne peut négliger la déformation liée à leurs poids propres. Classiquement, les barres sont guidées par des paliers régulièrement disposés autorisant uniquement la translation et rotation suivant leur axe. Le montage présenté pour

les renvois d'angles à rampes ne permet pas d'utiliser de tels guidages pour les barres intermédiaires, car le mécanisme induit également une translation perpendiculaire à l'axe de la barre et donc interdit la présence de paliers. Une solution consiste donc à laisser libre cette barre entre ses deux points de fixation : d'un côté des triangles du renvoi à rampes, de l'autre la pièce glissante dans le rail. La déformée liée au poids propre doit être considérée dans le dimensionnement du système.

On réalise donc un calcul statique dans le cadre d'un modèle poutre et dans le cas le plus défavorable : barre intermédiaire simplement appuyée aux deux extrémités et soumise à son poids propre. On obtient alors un déplacement de 66 mm au milieu. La figure 3.12 représente le modèle Abaqus utilisé pour effectuer les calculs de dynamique. Le poids propre n'est pas directement pris en compte, mais la déformée qu'il induit est représentée en donnant à la barre une déformée cubique (pour simplifier le paramétrage géométrique) avec une flèche de 66 mm au centre. Notons que cette situation n'est pas possible en pratique : il y aurait interpénétration des barres. Par simulation, on montre que même dans cette situation purement hypothétique, l'inertie latérale permet de limiter très fortement le flambement.

Afin de minimiser la déformée de la barre sous son poids propre et ainsi éviter le problème d'interpénétration, on effectue un simple calcul de poutre encastree libre, on calcule un angle θ à introduire dans l'encastrement (côté glissière) pour minimiser la déformée. (cf. annexe A)

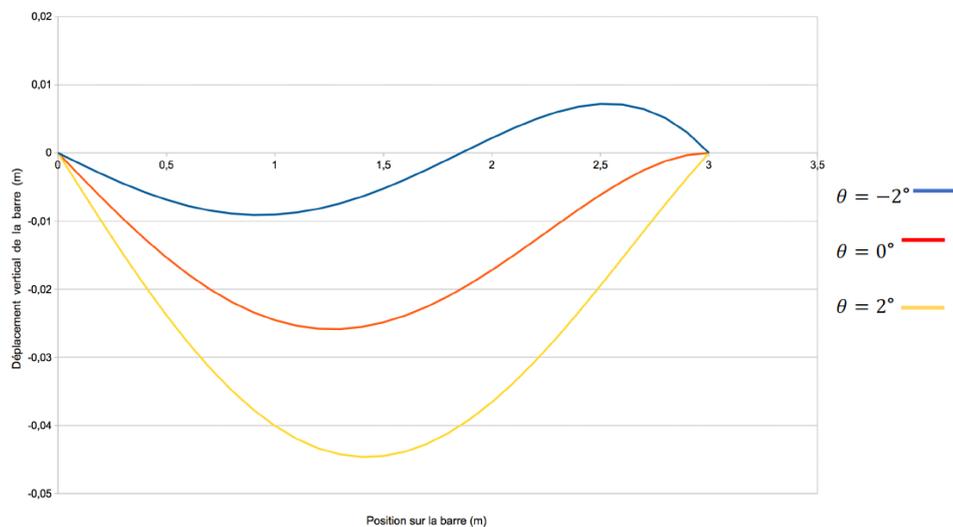


FIGURE 3.13: Déformée de la barre intermédiaire pour plusieurs valeurs de θ

Une valeur de θ de -2° par rapport à l'axe de la barre permet de minimiser la déformée de la barre intermédiaire. On retient donc cette condition pour la conception des pièces supportant la barre intermédiaire. La figure 3.14 présente la barre déformée dans l'assemblage complet d'un bras.

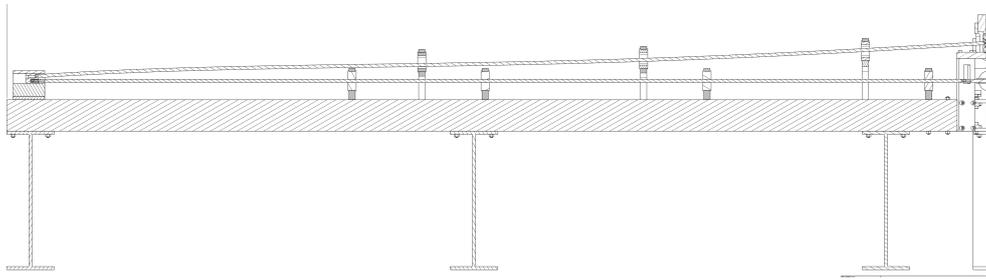


FIGURE 3.14: Vue en coupe d'un "bras"

En résumé

Le dimensionnement des barres est un point d'attention de l'étude de par leurs dimensions et sollicitations. Les simulations numériques dynamiques ont permis de s'assurer que le flambement ne présentait pas un risque, de par le caractère dynamique de la sollicitation (forte inertie). Pour assurer un bon assemblage et fonctionnement du système, Kalidou SECK et Bastien DURAND on fait le choix d'appliquer un angle de -2° aux barres par la liaison entre la barre intermédiaire et le triangle.

Bras On parlera de bras pour désigner le sous ensemble comprenant les deux barres, intermédiaires et de chargement, le renvoi d'angle à glissière et une partie du bâti, avec notamment les guidages par paliers. Le système complet comporte donc 4 bras "identiques". La vue éclatée en annexe C détaille la composition d'un bras.

2 Solutions retenues

La phase de dimensionnement a permis de fixer les géométries de certaines pièces importantes du système et de s'assurer de la viabilité du fonctionnement de ces éléments. La conception a été réalisée dans l'optique de polyvalence du système. Il autorise les sollicitations en traction et en compression. Dans la mesure du possible, nous tendrons à minimiser le nombre de pièces à changer pour passer d'un montage à l'autre. Les différences majeures entre les deux montages résident dans les sous-ensembles rampe et glissière. Hormis ces sous montages spécifiques à chaque cas de sollicitation, les barres, supports, bâti et système de précharge devront être les mêmes. Les sous-ensembles spécifiques sont donc détaillés par la suite.

2.1 Assemblage des liaisons de transmission

2.1.1 Renvoi d'angle à rampes

Inspiré du montage de sollicitation à barres coaxiales, le renvoi d'angle à rampes constitue un élément caractéristique de ce système. C'est grâce à cet assemblage que l'onde est «divisée» en quatre pour mettre sous contrainte chaque face de l'échantillon.



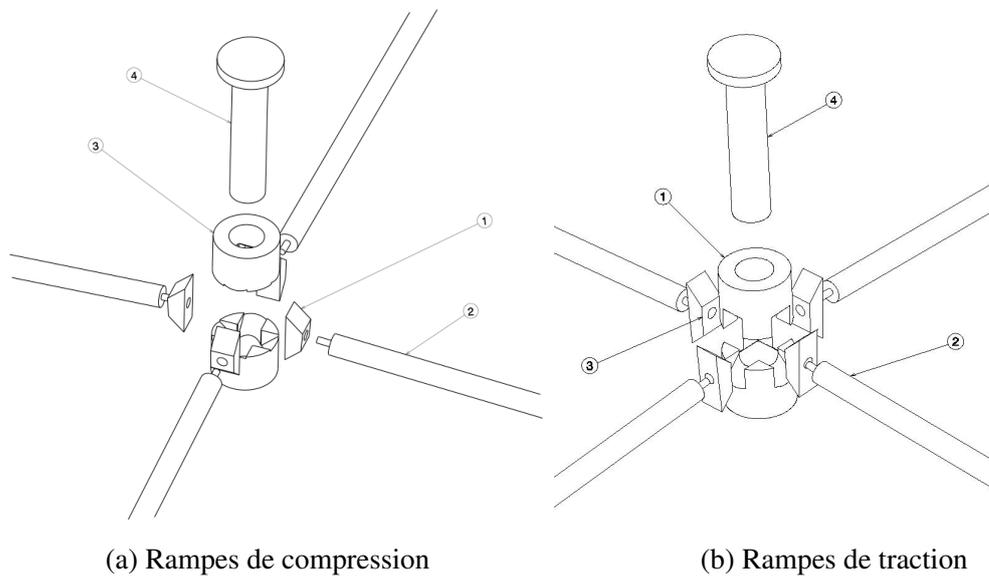
FIGURE 3.15: Assemblage complet du système 4 barres

Bien que les mesures soient faites sur la barre de chargement, donc en aval de toute perte liée à ce système, on souhaite tout de même parvenir à transmettre un effort suffisant aux barres de chargement. La simulation utilise un coefficient de frottement de 0,03, correspondant à des contacts lubrifiés, ce qui, en pratique, est assuré par de la pâte de vaseline. Les cotations d'usinage de ces pièces tiennent compte des contraintes de liaisons nécessaires au bon fonctionnement du système de renvois. Les montages de compression et de traction sont bien spécifiques, car les triangles doivent être inversés.

La solution retenue est une fixation par éléments filetés sur les barres. Les triangles, respectivement de traction et de compression comportent un trou taraudé dans lequel vient se loger l'extrémité filetée de la barre. L'axe (4) visible sur la figure 3.16 permet d'assurer le centrage des rampes par rapport à l'axe du projectile et ainsi assurer la symétrie du système. Le changement d'un cas de sollicitation à l'autre nécessite uniquement de changer les deux rampes, les quatre triangles et les renvois en bouts de barres.

2.1.2 Glissières

Les pièces mécaniques de la liaison glissière permettent de transmettre l'onde aux barres de chargement. Ici encore, même si les frottements ont une influence sur le chargement, ils n'en auront pas sur sa mesure. Il est nécessaire de dimensionner cette liaison car elle est sujette aux frottements et à l'arc-boutement lié à l'angle entre la barre intermédiaire et la barre de chargement. Le rapport longueur/hauteur classique pour éviter l'arc-boutement dans une liaison glissière est de 2,5. Dans notre cas, la force d'action de la liaison glissière n'est pas directement perpendiculaire à l'axe de cette dernière, un calcul d'équilibre statique nous permet de déterminer la distance à l'axe maximal du point d'appui de cette force. Tant que l'équilibre des trois forces n'est pas atteint, il y a mou-



Numéro	Désignation
1	Rampes
2	Barre intermédiaire
3	Triangle
4	Axe

FIGURE 3.16: Montages de rampes

vement. Cet équilibre est atteint si les trois forces, deux résultantes des points de contact frottants extrêmes et la troisième provenant du point d'application de l'effort de mise en mouvement, sont concourantes. On définit alors la distance maximale d'éloignement de l'axe de la liaison glissière, on négligera ici l'inclinaison de la force d'appui de 4° .

$$A = \frac{L}{2f} \quad (3.2)$$

A est la distance à l'axe de la glissière, L la longueur de la glissière et f le coefficient de frottement. Dans notre cas $A = 66,7\text{mm}$ (cf. figure 3.17).

La figure 3.18 définit les assemblages des deux glissières, avec à gauche le montage pour solliciter l'échantillon en compression (figure 3.18a) et à droite le montage pour solliciter l'échantillon en traction. On souhaite imposer à la barre de chargement des sollicitations de traction ou compression pure, c'est pourquoi le contact entre la barre de chargement et la pièce glissante est un appui plan. Dans le cas où la barre de chargement est en compression, un simple appui entre la barre et la pièce est alors possible. Dans le cas de la traction, cet appui doit se faire dans la direction opposée, on réalise donc le montage permettant de réaliser cet appui plan en déportant l'extrémité de la barre à l'aide d'une pièce appelée butée (4), d'une entretoise et d'une vis. Par ce montage, l'appui se

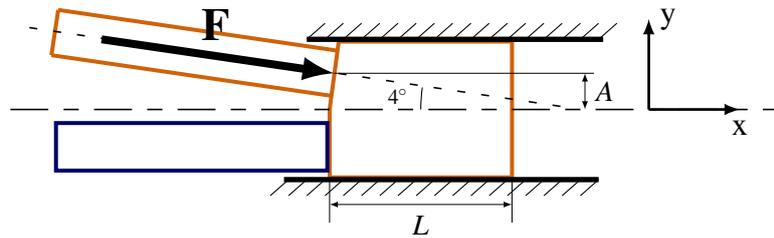


FIGURE 3.17: Paramétrisation de la liaison glissière

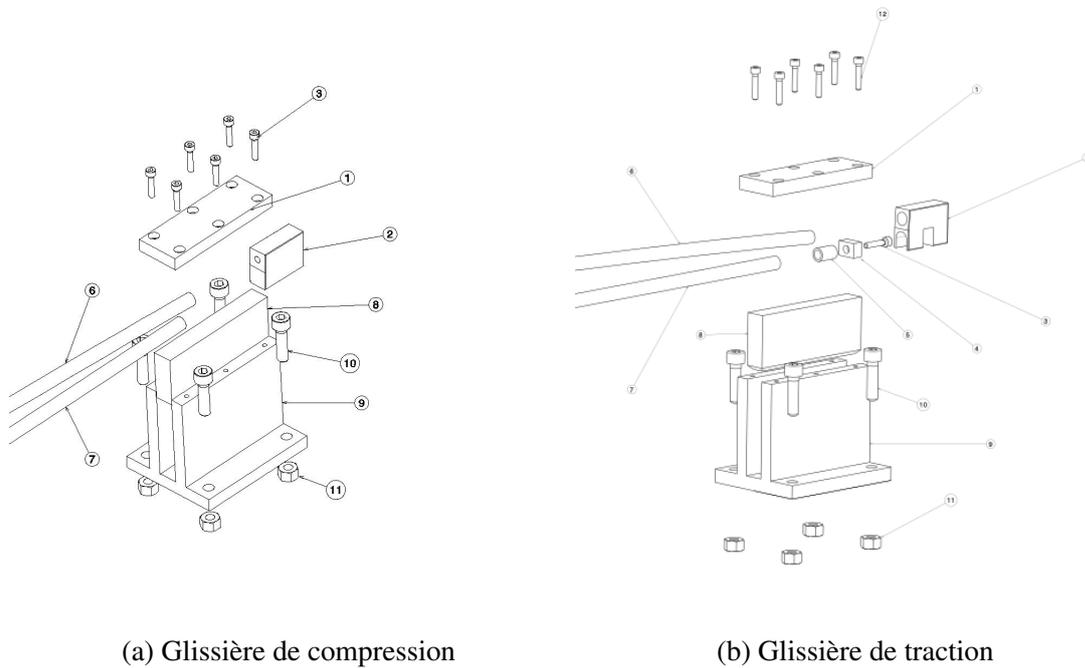
fait entre la butée et la pièce glissante, permettant donc une sollicitation de traction pure (sans efforts parasites). Pour optimiser la polyvalence du système, l'entretoise permet de décaler le contact en le ramenant au milieu de la pièce glissante et ainsi permettre la «réutilisation» de la barre de chargement sans modifications quelle que soit la configuration choisie. La liaison entre la barre intermédiaire et la pièce glissante de traction est de nouveau assurée par centrage court et maintenu en position par une vis.

2.2 Assemblage des éléments fixes

Dans le respect des fonctions de contraintes **FC11** et **FC2**, le système doit tenir dans un volume de 5m x 5m x 3,3m. La simulation montre qu'un système avec des barres de chargement de longueur 3m et de diamètre 10mm permet chargement adéquat de l'échantillon. La conception finale du système se fait donc sur cette base de dimensions.

2.2.1 Le bâti

Les sollicitations utilisées pour un essai dynamique sont généralement générées par des chocs. Ceci implique un bâti très rigide, pour d'une part dans notre cas, encaisser une partie du choc, et d'autre part, assurer une liaison mécanique entre les éléments. On retrouvera donc suivant cette base des éléments massifs. Les supports des barres sont constitués de quatre poutres IPN normalisés 100x100mm de section 2400mm^2 assurant une grande rigidité au système. La perpendicularité des deux axes est faite grâce à 8 équerres massives assurant la mise en position et le maintien en position des IPN. La mise en position est réalisée sur les flancs des IPN et le maintien par l'intermédiaire de 4 vis M8 sur chaque équerre. Ces équerres permettent également de fixer la plaque d'inertie et le système de précharge. L'ensemble des pièces est fixé sur ce bâti, les supports des différents paliers permettant de maintenir les barres dans le plan vertical. Le bâti assure aussi la fonction de fixation et positionnement des actionneurs, détaillée dans la section 2.2.3. Le positionnement de l'axe du projectile est important pour lui permettre d'impacter l'axe des rampes dans les meilleures conditions.



(a) Glissière de compression

(b) Glissière de traction

Numéro	Désignation	Numéro	Désignation
1	Couvercle glissière	7	Barre de chargement
2	Pièce glissante	8	Glissière basse
3	Vis M4x20	9	Support glissière
4	Butée glissière	10	4x vis M8x35
5	Entretoise	11	4x écrou M8
6	Barre intermédiaire	12	6x vis M4x20

FIGURE 3.18: Montages de glissières

2.2.2 Système de précharge

La fonction de contrainte **FC8** impose d'être en mesure d'appliquer une contrainte de pré charge de 10 à 50 MPa. Cette précharge doit être équi répartie dans les quatre branches du système et ne doit pas gêner le bon déroulement de l'essai. Pour satisfaire également les fonctions de contraintes **FC9** et **FC10**, on souhaite que le système mis en place permette d'appliquer la contrainte de précharge de manière simple et répétable. On choisit pour remplir ces contraintes d'utiliser un vérin hydraulique à tige creuse.

Sous l'effet de la pompe manuelle, la tige du vérin, partie mobile permettant d'appliquer l'effort, appuie sur l'axe du système à rampe, les deux parties mobiles tendent donc à actionner le renvoi et donc à appliquer un effort sur les barres. Lors de l'essai, la tige creuse laisse passer le projectile pour qu'il puisse librement appliquer l'effort sur l'axe, et à son tour créer une onde de chargement, qui sera répartie par l'intermédiaire du système à rampes. La figure 3.19 montre une vue en coupe de ce système.

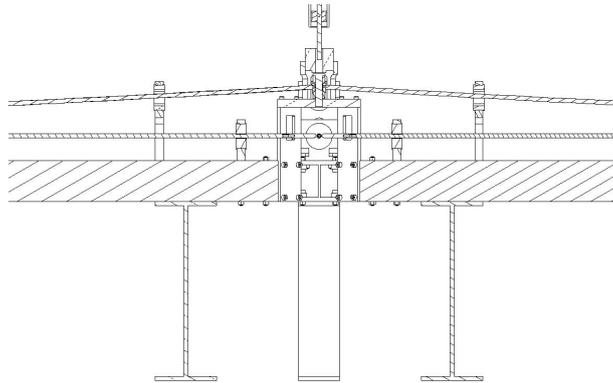


FIGURE 3.19: Coupe de l'assemblage complet du système 4 barres

2.2.3 Actionneurs

La partie actionneurs permet de créer la sollicitation dynamique, qui est assurée par la mise en mouvement d'un projectile à l'aide d'air comprimé. La vitesse de sortie du projectile en bout de canon est de l'ordre de 2 à 10 m.s^{-1} . Le projectile est une barre en acier de même composition que les barres intermédiaires et de chargement, de longueur 600 mm . La chaîne de l'actionneur est composée dans l'ordre d'un régulateur de pression, d'un réservoir d'air comprimé, d'une électrovanne et d'un canon. Le projectile, quant à lui, coulisse dans le canon par l'intermédiaire de paliers en PTFE solidaires du projectile. La pression appliquée sur le palier le plus à gauche de la figure 3.20, une fois l'électrovanne ouverte, permet la mise en mouvement du projectile. La vitesse de ce dernier au moment de l'impact dépend alors de la pression appliquée et de la position du projectile dans le canon. Les moyens de contrôle d'un essai sont alors la pression maintenue dans le réservoir grâce au régulateur de pression, ainsi que la position du projectile dans le canon. Le régulateur permet un contrôle de la pression à $0,1 \text{ bar}$ près, la position, quant à elle, est estimée par la mesure de la position du palier de droite vis-à-vis du bout du canon.

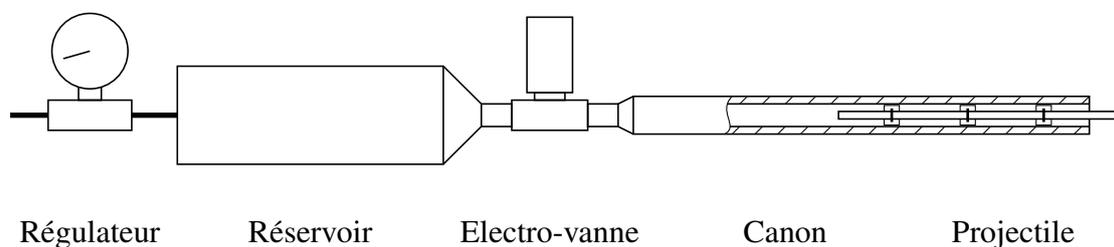


FIGURE 3.20: Schématisation de la chaîne de l'actionneur

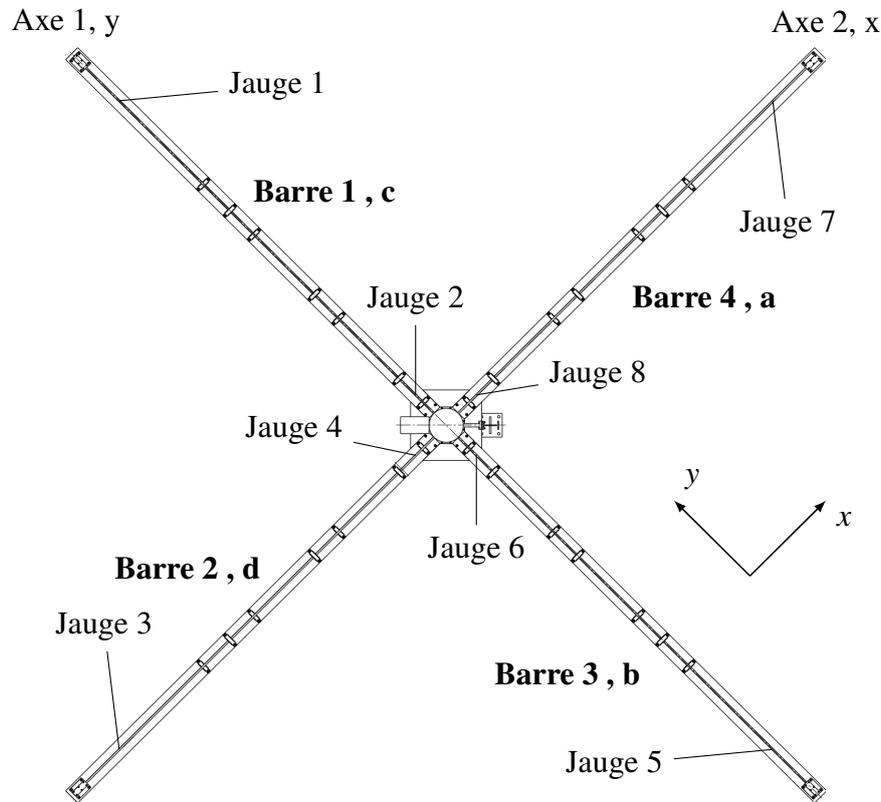


FIGURE 3.21: Paramétrisation des axes du système à quatre barres

2.3 Moyens de mesure

2.3.1 Définition des notations

La paramétrisation de la figure 3.21 est adoptée, les chiffres correspondant aux mesures des jauges et les lettres aux mesures par corrélation d'image. Les jauges aux chiffres impaires désignent celles collées en bouts de barres (proches des renvois) et les jauges aux chiffres pairs désignent celles collées proches de l'échantillon. Les barres de chargement, numérotées de 1 à 4 sont donc composées de 2 jauges, respectivement une paire et une impaire. Enfin les axes, numérotés 1 et 2 représentent un ensemble de 2 barres opposées et correspondent aux 2 directions de chargement. La caméra étant fixée à l'envers, pour une visée par le dessous de l'échantillon, les axes définis précédemment se retrouvent donc inversés. Les barres a et d correspondent à l'axe x et les barres b et c à l'axe y. Dans la suite du manuscrit, on utilisera la notation définie dans ce paragraphe.

2.3.2 Chaîne d'acquisition

La chaîne d'acquisition permet d'enregistrer les signaux des ponts de jauges de déformation collées sur les barres. La sémantique d'acquisition est présentée sur la figure 3.22, en

repérant pour chacun des éléments de la chaîne, les grandeurs caractéristiques d'entrée et de sortie.

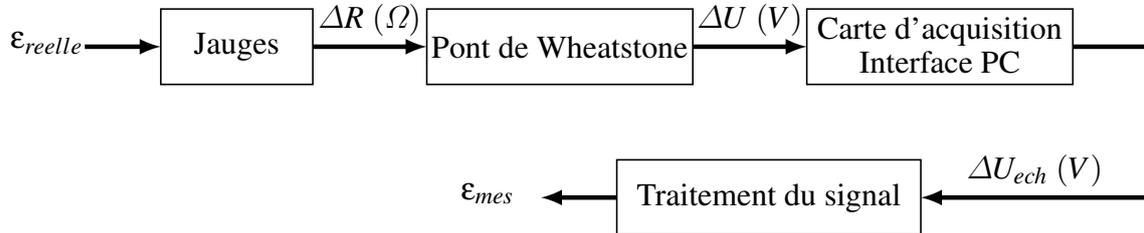


FIGURE 3.22: Schématisation de la chaîne d'acquisition

La déformation élastique ϵ_{reelle} de la barre vue par les jauges entraîne une variation de leur résistance ΔR . Le montage en pont de Wheatstone complet permet de mesurer directement en sortie de pont ΔU une image de la déformation axiale de la barre en s'affranchissant de la flexion. Le signal en sortie du pont représente la variation d'équilibre du pont amplifié par un gain G . Jusqu'à ce point, le signal est analogique, il est ensuite échantillonné ΔU_{ech} par une carte d'acquisition Labview, à la fréquence de 500 kHz . Le traitement du signal est par la suite réalisé par une interface codée en python, calculant les déformations des barres perçues par les jauges ϵ_{mes} .

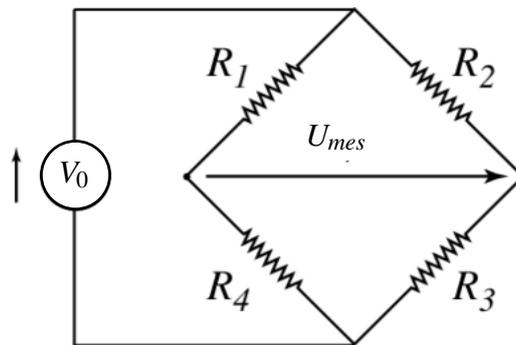


FIGURE 3.23: Montage des jauges de déformation en pont complet

L'équation 3.3 donne la déformation mesurée en fonction des paramètres des éléments du système ; G le gain de l'amplificateur, V_0 la tension d'alimentation du pont, k le facteur de jauge et ν le coefficient de poisson.

$$\epsilon_{mes} = \frac{\Delta U_{mes}}{2 \cdot V_0 \cdot G \cdot k \cdot (1 + \nu)} \quad (3.3)$$

Du fait des hautes vitesses de sollicitation, le temps de l'essai est très court, on veillera donc à disposer de matériel d'acquisition haute fréquence. La chaîne d'acquisition permet sur les 8 voies de mesure d'acquérir des signaux à 2 MHz . On se contentera d'un

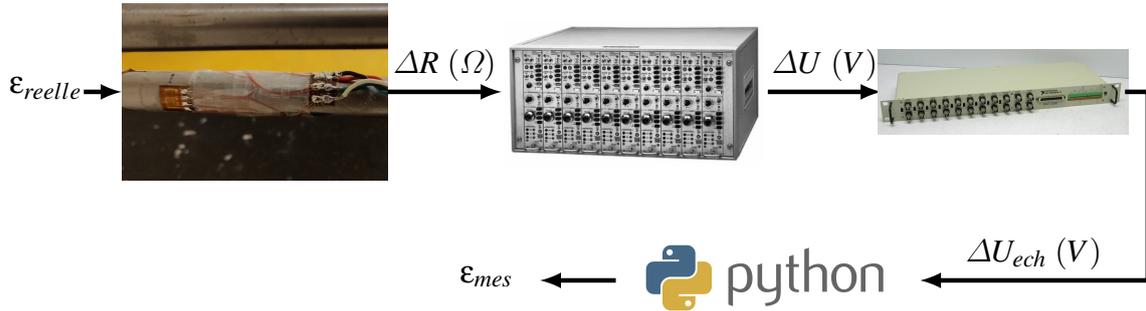


FIGURE 3.24: Chaîne d'acquisition

taux d'échantillonnage 500 kHz , par soucis de mémoire disponible, permettant un temps d'observation suffisant, également multiple du temps d'acquisition de la caméra optique. La figure 3.24 présente les éléments retenus pour les postes de la chaîne d'acquisition.

3 Dépouillement d'un essai

La technique de mesure classique utilisant des barres est basée sur la mécanique de propagation des ondes élastiques dans un milieu solide, présentée dans la section 1.3.2 du chapitre 2 et sur le principe de superposition. Les grandeurs calculées à partir de la mesure de déformation d'une onde sont proportionnelles à celle-ci, le signe dépendant de la direction de propagation. Dans le cas des barres classiques, la mesure en un seul point impose de supposer que l'onde de déformation est la même dans toute la barre. Le principe de superposition permet alors de définir la déformation prise en n'importe quelle section comme la somme algébrique des valeurs associées aux deux ondes élémentaires se propageant dans des sens opposés, incidente et réfléchi dans le cas classique.

L'onde se propageant dans le sens positif (définie arbitrairement) est appelée onde «ascendante» et l'autre onde «descendante» (pour éviter toute confusion avec les systèmes de barres de Hopkinson classiques, les termes "onde incidente" et "onde réfléchi" ne sont pas utilisés ici). La déformation $\epsilon(t)$ à chaque section est la somme de la contribution de l'onde élémentaire «ascendante» $\epsilon_{asc}(t)$ et de celle de l'onde élémentaire «descendante» $\epsilon_{des}(t)$, et la vitesse $v(t)$ est proportionnelle à leur différence :

$$\epsilon(t) = \epsilon_{asc}(t) + \epsilon_{des}(t) \quad (3.4)$$

$$v(t) = C_0 (\epsilon_{asc}(t) - \epsilon_{des}(t)) \quad (3.5)$$

C_0 est la célérité de l'onde longitudinale dans le milieu. On utilise par la suite une méthode de dépouillement à deux jauges, car dans le cas du système 4 barres, la méthode classique ne permettrait pas de déterminer les déformations aux interfaces. La mesure en

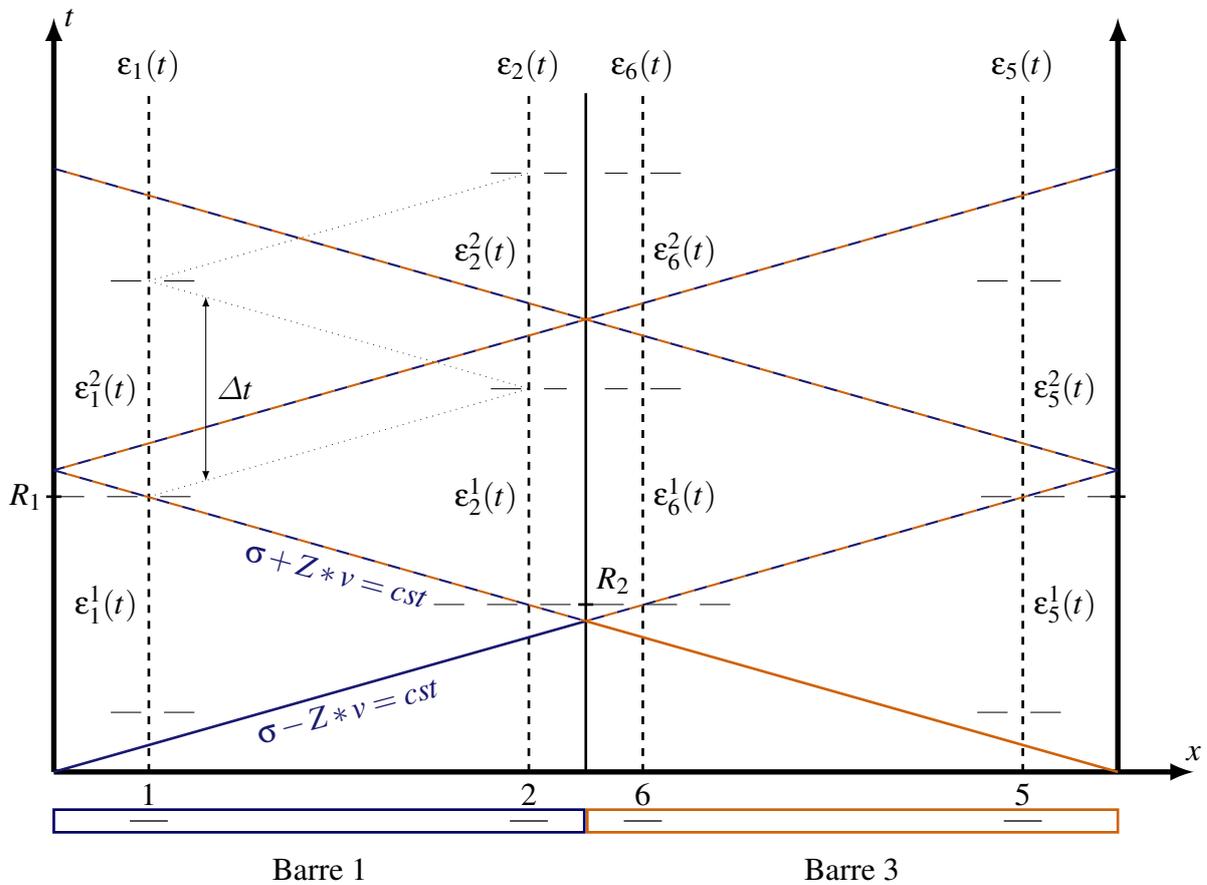


FIGURE 3.25: Diagramme de Lagrange pour un axe (barres 1 et 3), supposant des ondes parfaitement synchronisées

un seul point n'étant pas assez riche pour dissocier les déformations dues aux différentes ondes, les barres de chargements jouant le rôle de barre entrante et sortante de deux fronts d'onde de sens opposés. On considère un axe complet, l'axe A composé des barres 1 et 3 dans l'exemple de la figure 3.25. Dans les sections médianes des jauges, où la déformation est mesurée, la connaissance préalable de la contribution d'une onde élémentaire permettra de calculer l'autre. Deux jauges de déformation sont donc collées près des extrémités des barres, au niveau des points 1 et 2 de la barre 1, comme indiqué sur la figure 3.25. Ces points représentent les numéros de jauges que l'on retrouve dans l'ensemble du manuscrit. Les évolutions temporelles des déformations à ces deux points, $\epsilon_1(t)$ et $\epsilon_2(t)$, sont enregistrées comme sur un banc classique de barres de hopkinson. On considère le premier trajet de l'onde (bleu) connu, car la barre 1 est chargée dans un premier temps par son extrémité gauche jusqu'à ce que l'onde circulant dans la barre 2 dans le sens des x négatifs (orange) arrive à l'interface, ce qui a pour effet de charger le bord droit de la barre 1, resté au repos jusqu'alors. L'onde mesurée par la jauge 1 est donc une onde élémentaire jusqu'à la première réflexion. Autrement dit l'onde "ascendante" en 1, $\epsilon_{asc1}(t)$ est égale à

la mesure au point 1, pour la période $t < R_1$. De la même manière, on peut dire que l'onde "descendante" au point 2, $\varepsilon_{des2}(t)$ est nulle jusqu'au temps $t < R_2$ (cf. figure 3.25).

$$\varepsilon_{asc1}(t) = \varepsilon_1(t) \text{ si } t < R_1 \quad (3.6)$$

$$\varepsilon_{des2}(t) = 0 \text{ si } t < R_2 \quad (3.7)$$

Dès que les temps caractéristiques, R_1 et R_2 sont passés, les ondes mesurées deviennent une composition de ces ondes élémentaires ainsi que de l'onde transmise de la barre 3 par l'intermédiaire de l'échantillon. Afin de comparer les ondes «ascendantes» et «descendantes» des mesures en 1 et 2 pour chaque pas de temps, un processus itératif est construit. Les mesures de déformation $\varepsilon_1(t)$ et $\varepsilon_2(t)$ sont divisées en schémas élémentaires $\varepsilon_1^i(t)$ et $\varepsilon_2^i(t)$ d'une durée constante Δt , comme indiqué sur la figure 3.25. Cet intervalle Δt est égal à deux fois le temps nécessaire aux ondes pour parcourir la distance entre les deux jauges. En d'autres termes, $\varepsilon_1^1(t)$, $\varepsilon_1^2(t)$... $\varepsilon_1^i(t)$ et $\varepsilon_2^1(t)$, $\varepsilon_2^2(t)$... $\varepsilon_2^i(t)$ sont obtenus par les fonctions caractéristiques suivantes, sur les intervalles $[(i-1)\Delta t, i\Delta t]$ avec ($i = 1, 2, 3, \dots$) :

$$\varepsilon_1^i(t) = \begin{cases} \varepsilon_1(t) & R_1 + (i-2)\Delta t \leq t \leq R_1 + (i-1)\Delta t \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.8)$$

$$\varepsilon_2^i(t) = \begin{cases} \varepsilon_2(t) & R_2 + (i-1)\Delta t \leq t \leq R_2 + i\Delta t \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (3.9)$$

Par ces opérations, on peut reconstruire les ondes élémentaires virtuelles «ascendantes» et «descendantes» aux points 1 et 2 : $\varepsilon_{asc1}^i(t)$, $\varepsilon_{asc2}^i(t)$, $\varepsilon_{des1}^i(t)$ et $\varepsilon_{des2}^i(t)$. Selon l'équation 3.6, l'onde «ascendante» au point 1 pour $i = 1$ ($R_1 - \Delta t \leq t \leq R_1$), $\varepsilon_{asc1}^1(t)$ est connue. En sachant comment les ondes se propagent, l'onde «ascendante» au point 2 peut être trouvée à partir de l'onde «ascendante» au point 1 en appliquant la fonction de décalage, qui induit un retard ΔT .

$$\varepsilon_{asc2}^1(t) = f_{shift}(\varepsilon_{asc1}^1(t)) \quad (3.10)$$

En utilisant l'équation 3.6 au point 2 pour $i = 1$ ($R_2 \leq t \leq R_2 + \Delta t$), on calcule l'onde «descendante» au point 2 :

$$\varepsilon_{des2}^1(t) = \varepsilon_2^1(t) - \varepsilon_{asc2}^1(t) \quad (3.11)$$

Par itération, on calcule l'onde "ascendante" au point 1 pour l'intervalle suivant à partir d'une connaissance de l'onde "descendante" donnée par l'équation 3.11. On peut alors calculer à chaque instant les ondes de déformation (ascendante et descendante) dans chacune des deux sections 1 et 2, donc les vitesses (à l'aide de la l'équation 3.5) et contraintes associées. À partir de ces informations et de la connaissance des ondes ascendante et descendante, on peut calculer les vitesses et forces aux interfaces avec l'échantillon. Le même procédé itératif est appliqué pour chacune des 4 barres, en connaissant leurs caractéristiques géométriques ainsi que les positions des jauges. Le dépouillement sur

chaque barre dépendant uniquement des distances inter jauges et interface-jauge (définissant le Δt de la barre en question) une désynchronisation telle que présenté sur la figure 3.26 ne pose pas de problème pour le dépouillement global.

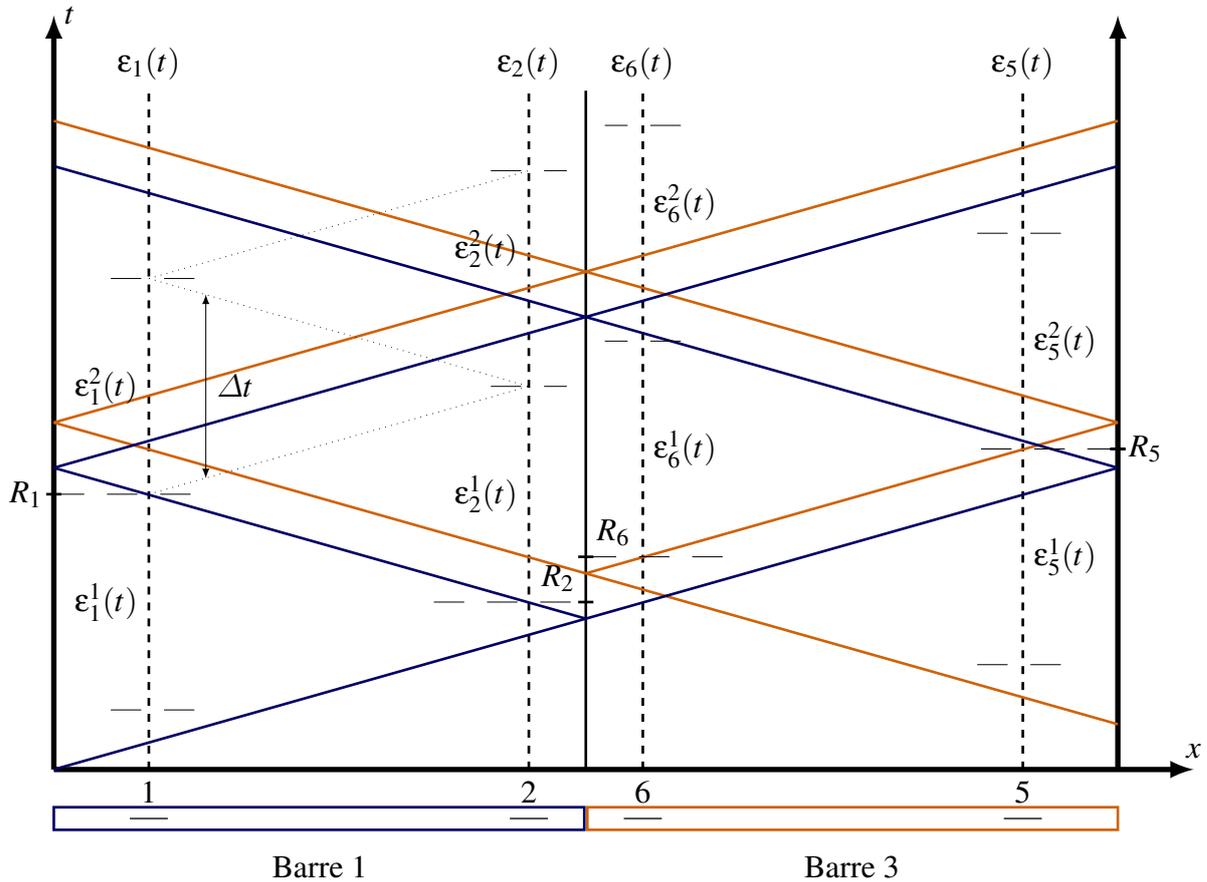


FIGURE 3.26: Diagramme de Lagrange pour un axe (barres 1 et 3), supposant des ondes décalées temporellement

4 Essais préliminaires et calibrage du moyen expérimental

4.1 Calibrage du système de barres

Les barres de chargement sont utilisées dans notre montage comme moyen de mesure, il est donc nécessaire de connaître avec précision les paramètres matériaux et les positionnements géométriques des éléments, tels que les jauges de déformations.

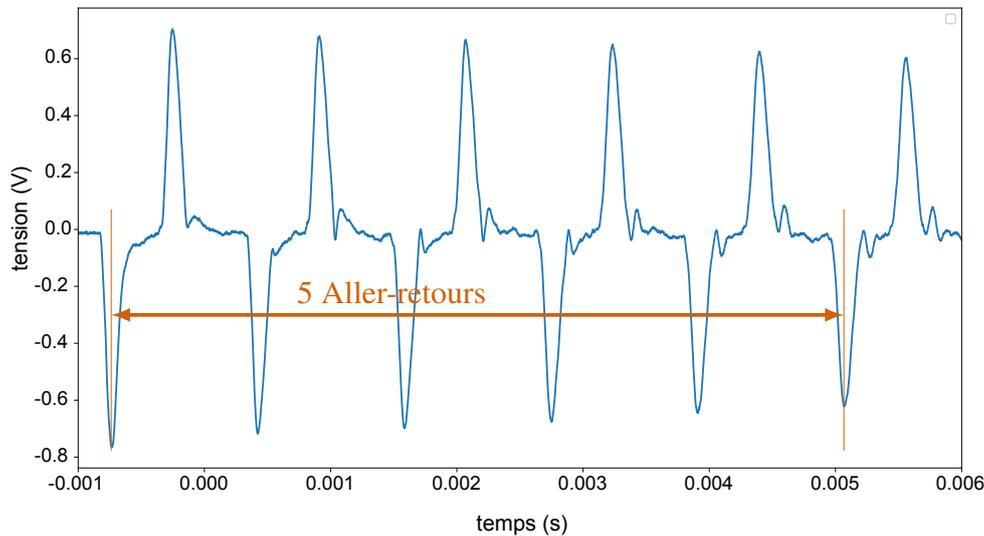


FIGURE 3.27: Mesure de la célérité

4.1.1 Détermination des constantes matériau des barres

Le calcul des contraintes dans les barres nécessite de connaître le module de Young des barres de chargements ; bien que la nuance de l'acier soit connue, on cherche à vérifier expérimentalement le module de Young donné par le fabricant.

Détermination de la célérité des ondes La célérité de l'onde mécanique est déterminée expérimentalement en sollicitant par un Dirac une barre libre en ces deux bouts. Concrètement, l'impact est réalisé avec un marteau, l'impact créé une onde impulsionnelle telle que celle présentée sur la figure 3.27 que l'on mesure grâce aux jauges. La barre étant libre en ces deux interfaces axiales, l'onde va se réfléchir parfaitement et ainsi faire des allers-retours dans la barre. On ne se sert que d'une seule jauge dans cette validation, de manière à être indépendant de l'écart géométrique inter jauges. On mesure donc la tension perçue par la jauge durant un temps nous permettant d'observer plusieurs allers-retours de l'onde et ainsi augmenter la précision de mesure.

Connaissant la longueur de la barre de chargement et le temps que l'onde a mis pour parcourir 10 allers-retours, on peut calculer la célérité de l'onde dans la barre. On obtient une célérité :

$$C_{exp} = 5180 \text{ m.s}^{-1} \quad (3.12)$$

Mesure de la masse volumique Pour déterminer le module de Young du matériau, nous avons besoin de connaître sa masse volumique. Pour ce faire, on utilise un embout

(pièce de même matériau que les barres qui vient se rajouter en fonction de l'échantillon à tester), dont on connaît le volume. On peut alors mesurer sa masse et calculer sa masse volumique, on obtient :

$$\rho_{exp} = 7649 \text{ kg.m}^{-3} \quad (3.13)$$

Calcul du module de Young L'équation 2.4, permet de calculer le module d'Young, connaissant la célérité et la masse volumique. On se base sur la théorie des ondes pour réaliser cette détermination expérimentale. On trouve un module de Young de :

$$E_{exp} = c_{exp}^2 * \rho_{exp} = 201 \text{ GPa} \quad (3.14)$$

Erreurs de mesure Les déterminations expérimentales réalisées comportent des erreurs de mesures, que nous cherchons à quantifier.

- **Célérité** La détermination de la célérité nécessite de connaître la longueur des barres et l'intervalle de temps entre les pics. La longueur de barres est usinée avec une précision de 0,1 mm et la fréquence d'acquisition du signal des jauges se fait à 500 kHz, soit à 2 μ s. L'intervalle d'incertitude est ici de 0,34% ;
- **Masse volumique** La détermination de la masse volumique nécessite de connaître la masse et le volume de la pièce considérée, les dimensions de la pièce sont connues avec une précision de 0,01 mm et sa masse au centième de milligramme. L'intervalle d'incertitude est donc ici de 0,21%

Considérant les erreurs de mesures précédemment définies, l'erreur globale sur le module de Young est de 0,9% soit une erreur de ± 2 GPa

Détermination de la distance entre les jauges Le dépouillement par deux jauges nous impose de connaître avec précision les positions des jauges sur les barres. La distance inter jauges va influencer sur le temps Δt défini dans la section 3. La position de la jauge vis-à-vis de l'interface de contact avec l'échantillon, va influencer sur le décalage de l'onde mesurée dans la section de la jauge pour la ramener à l'interface. Une bonne connaissance de ces paramètres est donc nécessaire à l'analyse des résultats obtenus. Le collage des jauges aux extrémités des barres implique de positionner en amont les paliers de guidages compris entre ces deux jauges (cf. figure 3.14), une technique qui consisterait à mesurer la distance inter jauges avec des moyens de mesures mécaniques conventionnels, tels qu'un mètre, n'est donc pas envisageables. On préconise donc l'utilisation d'une méthode directe par les ondes.

Les jauges étant collées et câblées, on percute à l'aide d'un marteau une extrémité de la barre, l'autre étant libre. Connaissant désormais la célérité de l'onde dans le milieu, la distance inter jauges peut être déduite de la durée entre les arrivées du premier train d'onde incident sur chaque jauge. Cette durée, correspondant à $\frac{\Delta t}{2}$, est alors relevée sur la figure 3.28 sur laquelle sont tracés les signaux de jauges lors de l'essai de calibration. La tension correspondant à la jauge opposée au côté impacté (jauge 8 ici) a été multipliée par

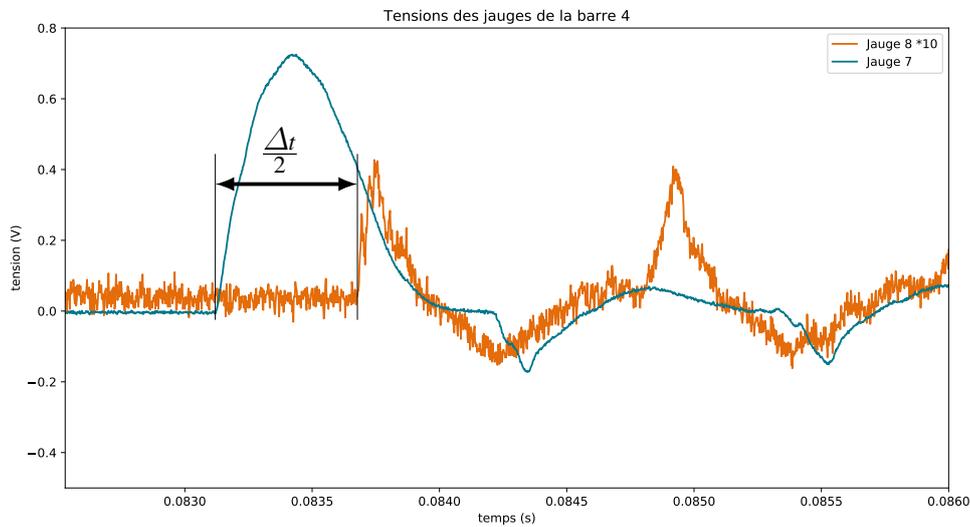


FIGURE 3.28: Détermination de la distance inter jauges

10 pour faciliter la lisibilité. Le temps entre les débuts des crêteaux mesurés par chaque jauge, respectivement 7 et 8 sur la figure correspond à $\frac{\Delta t}{2}$, durée nécessaire pour que l'onde parcourt la distance inter jauges. La jauge 8, comme toutes les autres jauges paires, correspondant à une jauge proche de l'échantillon. Elle est collée à 14 mm de l'extrémité de la barre, le signal qu'elle mesure est donc très rapidement une superposition de l'onde incidente et de l'onde réfléchi au niveau de l'interface libre. On est donc obligé de se référer au début du crêteau. La proximité d'une extrémité libre explique également le niveau mesuré plus faible que pour les jauges impaires.

La distance parcouru par l'onde entre deux échantillonnages est de 1 cm. La précision de mesure de la distance par les ondes n'est donc pas optimale, il faudrait augmenter la fréquence d'un à deux ordres de grandeur. Ce qui revient à passer la fréquence de 500 kHz à 5 MHz ou 50 MHz, cci n'est pas envisageable. Bien que plus précise, une mesure exacte de la distance aurait peu d'effet sur le traitement des données, car ladite distance serait discrétisée à la fréquence d'échantillonnage de la mesure. Autrement dit, un décalage de la jauge dans une plage d'un centimètre n'aurait pas d'effet sur le traitement des données. On réalise donc la mesure avec la fréquence d'acquisition fixée de 500 kHz. La cohérence de cette valeur est vérifiée par une mesure au réglet. Quoi qu'il en soit, c'est la durée de propagation qui nous importe pour le dépouillement et non la distance. Il s'agit finalement du paramètre directement mesuré. La figure 3.29 présente les signaux vus par chaque couple de jauges. En vert sont tracées les contraintes mesurées par la jauge impaire, et en rouge les contraintes mesurées par la jauge paire. Les contraintes sont déterminées à partir des tensions brutes et des gains calculés en section 4.1.2. Les signaux orange et bleu nous

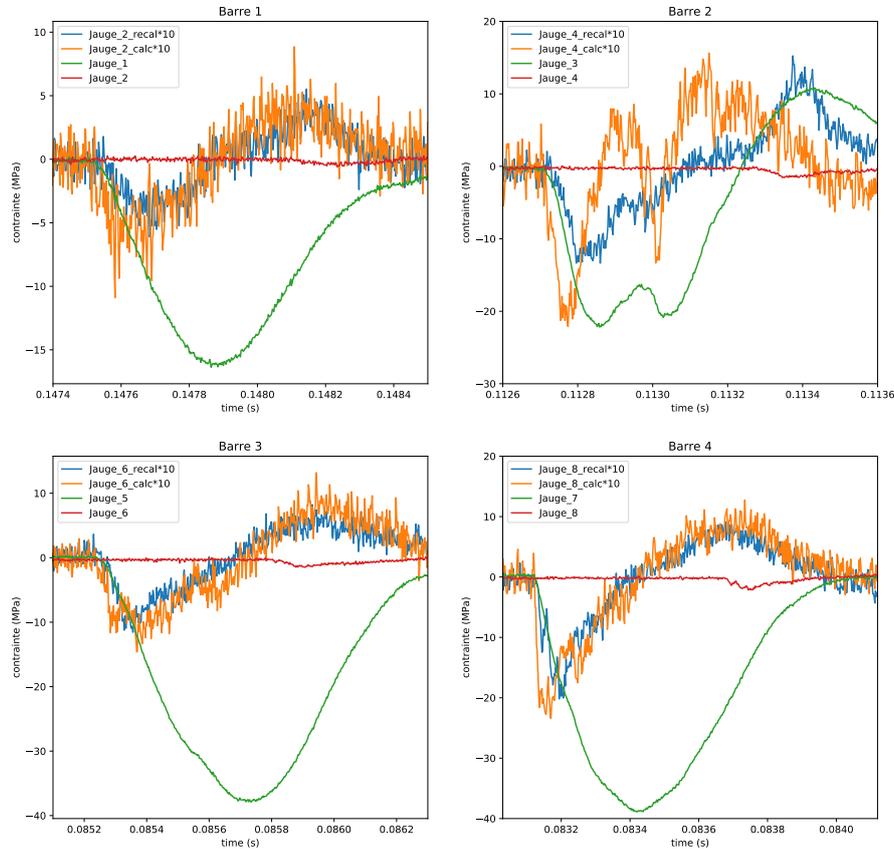


FIGURE 3.29: Détermination des positions des jauges

permettent de calculer le décalage temporel à appliquer, le fameux $\frac{\Delta t}{2}$, entre les jauges, mais également celui entre la jauge paire et l'extrémité de la barre ; pour ce faire, le signal bleu représente le signal de la jauge paire, décalé temporellement pour ramener son début sur celui de la jauge impaire. Les deux débuts doivent alors coïncider. On amplifie ce signal pour mieux le distinguer. Le signal orange permet de fixer la durée de transit de l'onde entre la jauge et l'interface. Ce signal est une reconstruction a posteriori du signal mesuré par la jauge paire, à partir des données de la jauge impaire. Autrement dit, à partir du signal incident mesuré par la jauge impaire, on reconstruit le signal mesuré par la jauge paire. Cette reconstruction n'est autre que la somme de la déformation incidente (négative) et réfléchie (positive) décalée temporellement compte tenu de la distance entre la jauge et l'interface. Le décalage correspond au temps que met l'onde pour parcourir deux fois la distance jauge/interface. Les signaux bleu et orange doivent donc se



(a) Jauge proche du renvoi

(b) Jauge proche de l'échantillon

FIGURE 3.30: Implantation des jauges sur les barres

superposer.

4.1.2 Détermination des gains des jauges

L'équation 3.3 nous donne la relation entre la tension mesurée et la déformation de la barre. Cette formule pour un pont complet ne prend pas en compte les défauts de la chaîne d'acquisition, à commencer par le positionnement et l'orientation des jauges sur la barre. Le montage en pont complet suppose des jauges positionnées de manière diamétralement opposées et dans l'axe des barres. Une erreur de positionnement des jauges l'une par rapport à l'autre, axialement ou radialement, ou d'inclinaison par rapport à l'axe de la barre conduit à une variation du gain. On cherche donc à les quantifier de manière expérimentale.

Plusieurs méthodes ont permis de réaliser cette mesure. Dans un premier temps, on positionne une cellule d'effort préalablement étalonnée à la place de l'échantillon suivant un axe puis on vient appliquer un effort à l'aide du vérin de précharge sur les deux barres. Les forces alors mesurées par les 4 jauges concernées et la cellule doivent être identiques. Cette mesure nous permet donc de calculer pour chaque pont le rapport entre la tension mesurée et la déformation. Dans un deuxième temps, nous avons ajouté des jauges au plus près de l'échantillon : elles sont placées sur une pièce appelée embout (cf. figure 3.30b), que l'on vient visser à l'extrémité des barres. L'étalonnage peut être réalisé sur une machine de traction conventionnelle. Une fois étalonnés, ils servent de référence. La mesure des quatre autres gains se fait donc en utilisant la même procédure mais sans utilisation de cellule cette fois-ci. Les deux barres étalonnées sont donc directement en contact pour représenter plus fidèlement les conditions expérimentales.

On constate une dispersion des mesures par rapport au gain théorique calculé à partir de l'équation 3.3. Ces différences sont liées au positionnement des jauges, ou à leur orientation par rapport à l'axe de la barre. On retiendra les valeurs du tableau 3.2 pour la suite.

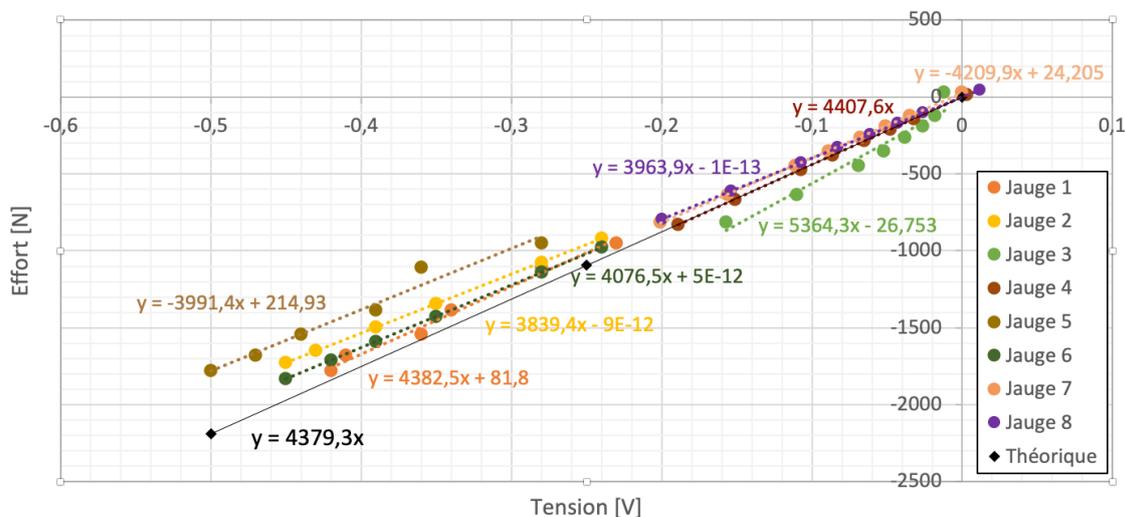


FIGURE 3.31: Détermination des gains des ponts de jauges (2ème méthode)

Pont de jauges	Valeur du gain [N.V ⁻¹]
1	4382,53
2	3839,36
3	5364,26
4	4407,56
5	3991,44
6	4076,48
7	4209,91
8	3963,89

TABLE 3.2: Valeurs des gains des ponts de jauges

4.2 Essais préliminaires sur aluminium

Les premiers essais ont été réalisés dans le but de caractériser la viabilité du système et les éventuelles modifications à apporter. On cherche dans cette première étude à montrer la fiabilité des moyens de mesures. Historiquement, les essais étaient dépouillés uniquement par les l'intermédiaire des jauges, avec l'apparition des essais multi axiaux et des caractérisations de matériaux originaux, l'utilisation de caméra rapide pour déterminer les champs de déformation s'est rapidement révélée indispensable. Pour déterminer la fiabilité des différents moyens de mesures, on se focalise donc sur la comparaison des mesures réalisées par ces deux méthodes indépendantes. Nous analyserons notamment les mesures de déplacement des barres estimées par l'intermédiaire des jauges et par corrélation d'images.

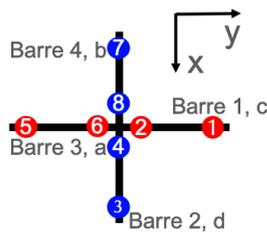
La méthode de corrélation d'images (DIC) est présentée dans le chapitre 4. Les résultats présentés dans cette partie ont été obtenus après une régularisation mécanique importante,

de manière à capter le déplacement moyen à l'extrémité de la barre.

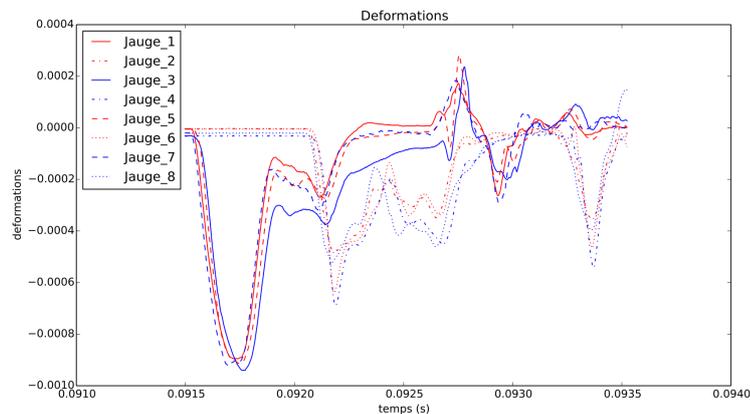
L'alliage d'aluminium L'alliage d'aluminium de l'échantillon bi axial utilisé pour la caractérisation est un alliage 2024, ses caractéristiques mécaniques sont déterminées par un essai de traction quasi statique. On se servira dans la suite de ce comportement mécanique comme référence pour valider les essais.

- Module de Young de 67,2 GPa ;
- Résistance mécanique de 445,2 MPa
- Limite élastique de 330 MPa

Suivant le repérage indiqué figure 3.32a, la figure 3.32b donne les déformations mesurées sur les barres par les jauges. En rouge, l'axe y et en bleu l'axe x. Ces signaux permettent de calculer les vitesses et forces aux interfaces à l'aide de la méthode décrite dans la partie 3.



(a) Repère des jauges



(b) Déformations dans les jauges

FIGURE 3.32: Déformations mesurées par les jauges

4.2.1 Équilibre des forces

La première hypothèse (cf. sous section 1.3.1) à vérifier est l'équilibre des forces. Il est effectif si la durée de l'essai est grande devant le temps nécessaire à la circulation des ondes dans l'échantillon ($T \gg \tau$). Les forces dans les barres 1 et 3 et dans les barres 2 et 4 doivent dans ce cas être égales. La figure 3.33 trace les forces ramenées aux interfaces barre échantillon pour chaque barre. On constate que l'équilibre est bien vérifié.

4.2.2 Similitude entre mesures issues de la DIC et des jauges

Pour démontrer la fiabilité des mesures des jauges, on compare les résultats obtenus à l'aide des mesures par corrélation d'images à ceux obtenus à l'aide des jauges de

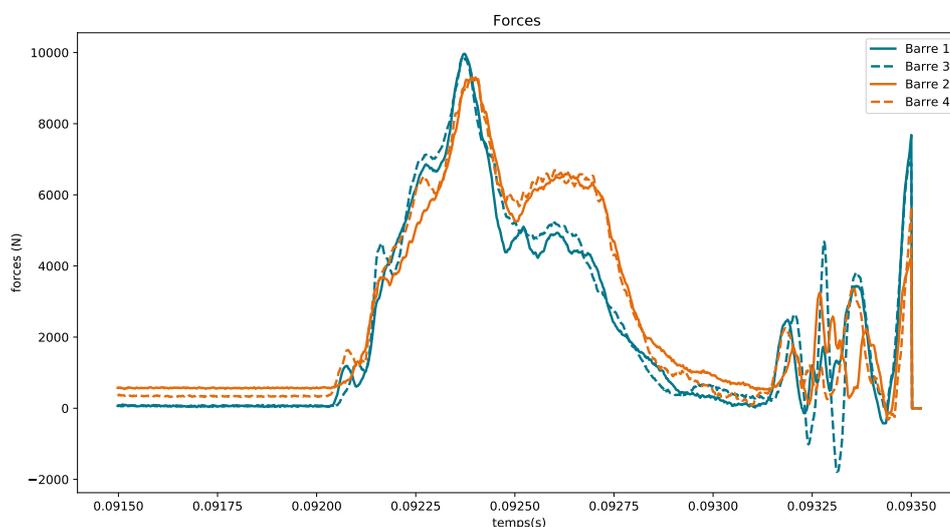


FIGURE 3.33: Forces aux interfaces

déformation. En suivant la méthode de dépouillement présentée ci-dessus, on est capable de déterminer les déplacements des barres grâce aux vitesses des interfaces, elles-mêmes calculées à partir des déformations des barres. La figure 3.34 présente pour chaque barre :

- le déplacement calculé à partir des mesures de jauges, repéré par leur numéro ;
- le déplacement calculé par le logiciel de la caméra rapide PFV4[®], repéré par la lettre ;
- le déplacement calculé par corrélation d'images, repéré par la lettre indicée «DIC» .

On constate que durant la phase de montée, les déplacements mesurés par DIC et ceux mesurés par les jauges sont proches. Les valeurs mesurées par les jauges sont cependant sous-estimées, en effet les niveaux atteints sur les plateaux sont inférieurs et les courbes ont des formes différentes pour la barre 2. Ces écarts de mesures sont probablement dus aux déterminations des gains des jauges. Cette détermination a eu lieu en statique, sur une plage réduite de contrainte pour éviter le flambement. De plus ils sont dépendant de l'orientation angulaire des barres. Une détermination en traction permettrait de s'affranchir des problématiques de flexion. On peut également se servir des présentes mesures pour déterminer le gain en conditions d'essais réels.

4.2.3 Similitude entre mesures par jauges et modélisation numérique

On cherche à démontrer la fiabilité des mesures des jauges en effort. La méthode précédemment présentée ne permet pas de comparaison sur le calcul des efforts à partir des déformations perçues par les jauges. On effectue alors une simulation numérique dynamique implicite à l'aide d'Abaqus[®] de l'échantillon sur laquelle on applique les conditions limites en déplacement mesurées expérimentalement.

On utilise pour les simulations numériques le comportement mécanique mesuré sur

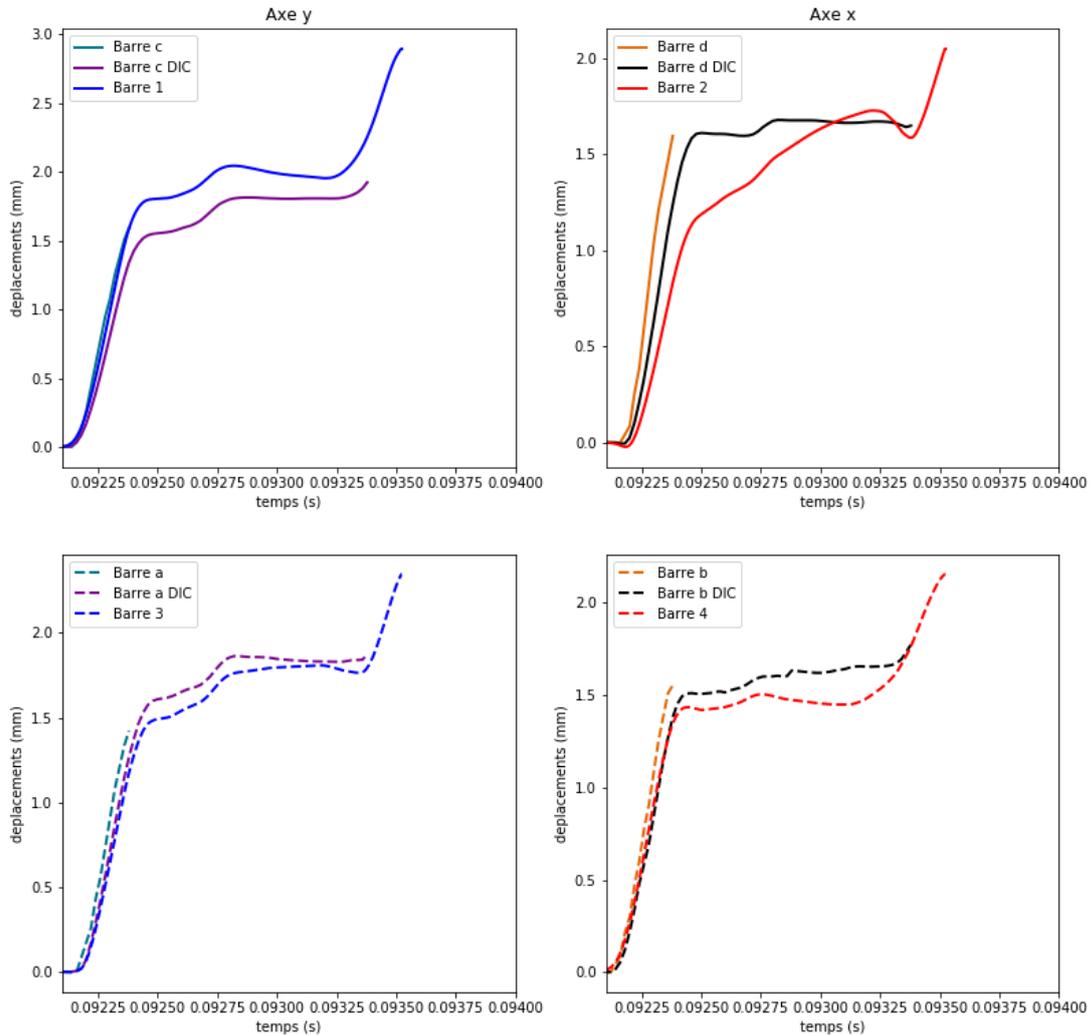


FIGURE 3.34: Déplacement des extrémités des barres

l'essai quasi statique. La figure 3.35 présente les forces mesurées expérimentalement, repérées par le numéro; et les forces calculées par simulation numérique dynamique, repérées par la lettre.

Là encore, on constate des écarts entre l'effort mesuré par les jauges et celui calculé par simulation numérique. Les zones correspondant à la mise sous contrainte de l'échantillon sont en accord pour un axe et présentent un retard pour l'autre. Le plateau n'est lui non plus pas très représentatif de l'essai. Cet essai montre bien que la zone correspondant à la décharge est très peu exploitable, car le contact entre la barre et l'échantillon est très vite perdu. Les mesures associées sont donc biaisées à cause du retard.

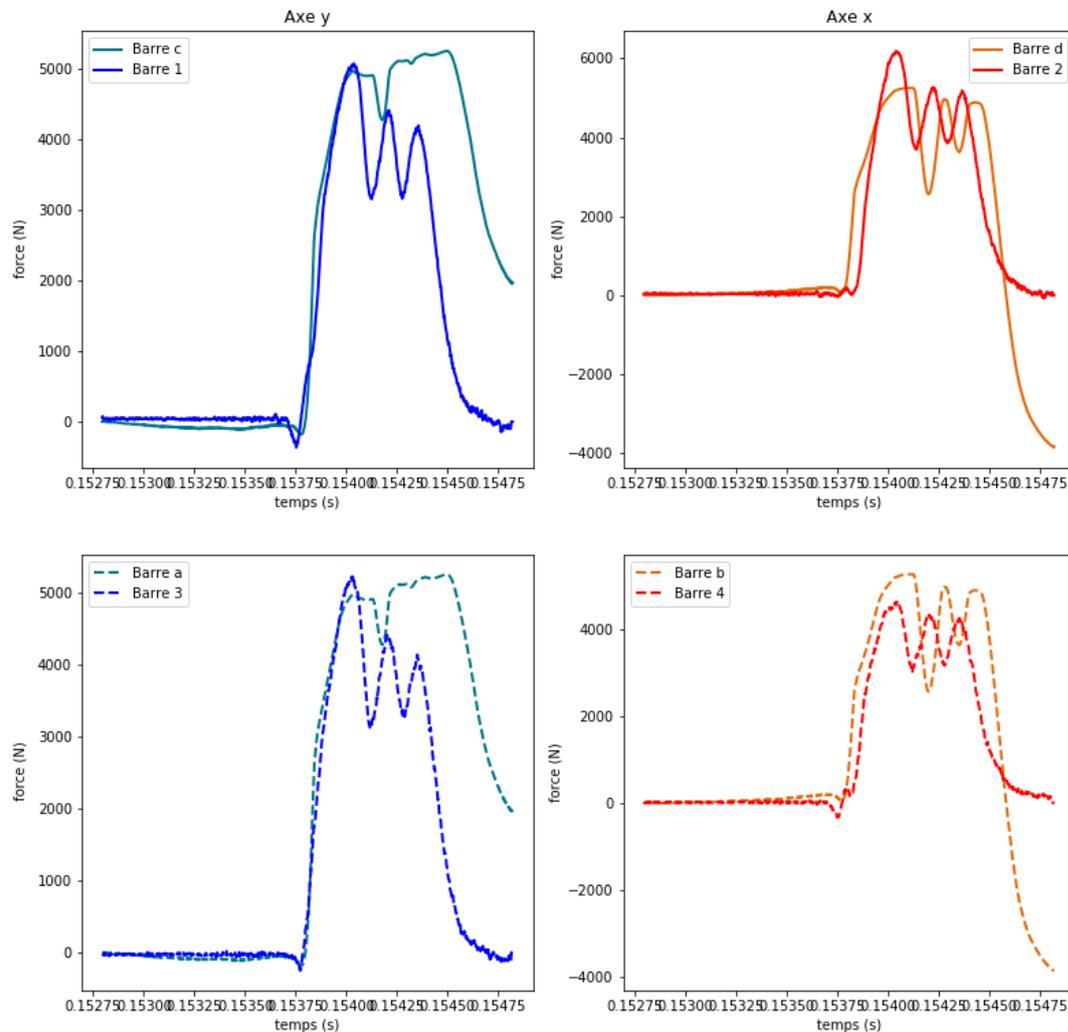


FIGURE 3.35: Forces aux interfaces barres / échantillon

En résumé

Les premiers essais sur un alliage d'aluminium montrent la nécessité de quelques recalages à effectuer sur les jauges, et l'utilité d'une mesure par corrélation d'images, permettant ce recalage. Les jauges proches de l'échantillon ont été rapprochées de l'échantillon tout en restant dans les conditions de St-Venant pour améliorer le rapport signal sur bruit dans la détermination des efforts par les jauges.

Moyens de mesures et protocole expérimental

Chapitre

4

*Dans ce chapitre, nous nous intéresserons plus
particulièrement aux moyens de mesures et à leurs protocoles
de calibration.*

Sommaire

1	Présentation des dispositifs expérimentaux	78
1.1	Acquisition dynamique des déformations des barres	78
1.2	Acquisition d'images optiques dynamiques	78
1.3	Acquisition d'images thermiques en dynamique	81
1.4	Le montage unidirectionnel	85
1.5	Le montage bi directionnel	88
2	Calibration des moyens de mesures	89
2.1	Jauges de déformation	90
2.2	Caméra optique	91
2.3	Caméra infrarouge	91
3	Calcul de champ de déformation par corrélation d'images	92

Le matériau étudié présente un fort couplage chemo thermomécanique. On souhaite donc pouvoir réaliser des mesures aussi complètes que possible. [Maynadier, 2012] et [Saletti, 2011] proposent dans leurs études des mesures thermiques permettant d'évaluer l'émission de chaleur au cours de possibles transitions de phases, grâce à une caméra infrarouge. La caméra infrarouge disponible au laboratoire permet de filmer à une fréquence maximale de 21690 Hz, sur une zone très réduite de 8*64 pixels. Les deux montages présentés ci-dessous, (unidirectionnels et bi directionnels) intègrent donc la caméra infrarouge haute vitesse, ainsi qu'une caméra optique rapide. La mise en place de tels moyens de mesure nécessite une calibration individuelle des caméras, ainsi qu'une calibration globale du système. Dans cette partie, nous nous attacherons à présenter les dispositifs mis en place ainsi que les calibrations effectuées.

1 Présentation des dispositifs expérimentaux

On adoptera dans les schématisations le code couleur suivant :

- **En bordeaux** Les dispositifs utilisés dans les mesures des déformations des barres par jauges de déformations
- **En orange** Les dispositifs utilisés pour les acquisitions et le traitement d'images optiques pour la corrélation d'image
- **En turquoise** Les dispositifs utilisés pour les acquisitions et le traitement d'images thermiques

1.1 Acquisition dynamique des déformations des barres

Un montage de barres de Hopkinson tel que présenté dans les premiers chapitres permet l'acquisition des déformations des barres par des jauges de déformation.

1.2 Acquisition d'images optiques dynamiques

Bref historique Depuis des décennies, l'imagerie rapide permet d'observer de manière qualitative des phénomènes mécaniques. L'apparition de nouvelles technologie de prises et d'analyse d'images permet de rendre ses observations quantitatives, à des fréquences de plus en plus élevées. Dans ses prémices dès 1887, différentes sources lumineuses cadencées permettaient d'atteindre des vitesses d'acquisition maximales de 300 000 images/s, [Cranz et Schardin, 1929]. Les dispositifs mécano-optiques utilisés pour ces acquisitions, sont réalisés à l'aide d'obturateurs et supports photographiques tournants, bien souvent limités à quelques clichés. Ce n'est que quelques années plus tard, que Marey inventa la pellicule souple. Puis, dans les années 1930, Kodak met en place la première caméra rapide, cadencée à quelques milliers d'images par seconde. Dans les années 1950, les fréquences d'acquisition ont fortement augmenté, pour atteindre les dizaines de millions d'images par seconde, grâce à une technologie de miroirs tournants et de multi capteurs. L'apparition à la fin du 20eme siècle des premiers capteurs numériques CCD

puis CMOS révolutionne le monde de l'imagerie rapide. Bien que fortement limité en définition dans ses débuts, rapidement les premières caméras offrent des fréquences d'acquisition de plusieurs centaines de milliers d'images par seconde pour des définitions de 1024x1024 pixels. L'essor [Hild *et al.*, 2015] des caméras rapides et des moyens de traitement d'images a permis l'analyse quantitative de phénomènes notamment par corrélation d'images numériques [Hild *et al.*, 2018]. Le faible temps durant lequel une image est acquise impose des sources de lumière intenses. Dans la pratique, elle peuvent aller de la simple source lumineuse à décharge aux flashes d'explosifs cadencés avec la prise d'images. Bien que souvent considéré comme secondaire, l'éclairage va donc de pair avec le moyen d'acquisition optique.

Dans le manuscrit, la terminologie de l'imagerie rapide définie ci-dessous sera retenue pour caractériser les grandeurs et dispositifs utilisés :

Fréquence d'acquisition Elle définit le nombre d'images enregistrées par seconde. Elle sera notée F .

Définition La définition définit la taille en pixels de l'image. Elle est régie par la taille du capteur. En imagerie dynamique on est souvent amené à dégrader la définition du capteur au profit de la fréquence d'acquisition.

Temps d'intégration C'est le temps durant lequel l'image est acquise par le capteur. Il est également appelé temps d'ouverture, par analogie avec le temps durant lequel le capteur est "ouvert". Le temps d'ouverture est nécessairement inférieur à l'inverse de la fréquence d'acquisition. Le réglage de ce paramètre permet de gérer les problèmes dynamiques. On utilisera l'abréviation IT (integration time).

Trigger Le trigger correspond à l'instant de référence de prise d'images. En dynamique rapide, la quantité importante d'images limite considérablement la durée potentielle d'acquisition. Le trigger provenant d'une source externe (souvent les jauges) permet de déclencher les images au bon moment. De plus il permet une synchronisation temporelle entre les différents signaux mesurés par différents moyens.

Synchronisation La synchronisation est nécessaire lorsqu'on réalise des prises d'images couplées. C'est le cas notamment de la stéréovision où les images des deux caméras doivent être prises en même temps. Le signal de référence, provenant d'une source externe ou d'une caméra dite "maître" permet la synchronisation entre les caméras. Ce signal est souvent un créneau de fréquence égale à la fréquence d'acquisition.

Focale La focale ou distance focale, notée f , exprimée en millimètres, correspond à la distance qui sépare la surface du capteur au centre optique de l'objectif. Elle traduit un niveau de zoom.

Ouverture L'ouverture d'un objectif est le réglage qui permet d'ajuster le diamètre d'ouverture du diaphragme. Sa valeur est définie comme le rapport de la focale f au diamètre d de la pupille d'entrée : $N = \frac{f}{d}$.

Télécentrique Les objectifs télécentriques, très utilisés pour des applications de vision industrielle, permettent de fournir une image sans déformation de perspective.

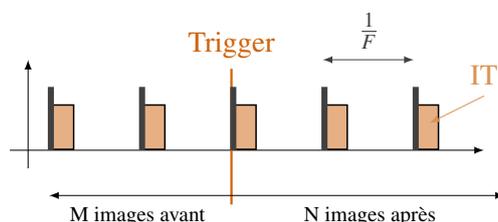


FIGURE 4.1: Paramètres d'une prise d'images

Paramétrisation expérimentale Dans le cadre des montages expérimentaux présentés dans cette partie, nous utilisons des caméra rapide SA5 de chez Photron[®] dont les performances sont résumées dans le tableau 4.1. La fréquence d'acquisition est fixée à 50000 Hz et l'intervalle d'intégration à 2.0×10^{-5} s. À cette fréquence, le flou dû à la dynamique est limité, la définition maximale de la caméra permet un nombre de pixels suffisant pour l'analyse par corrélation d'images et le temps d'acquisition est par ailleurs suffisant pour observer facilement la totalité de l'essai. La mémoire tournante de la caméra enregistre en continu les images, dès le passage de l'onde dans la jauge collée sur la barre entrante, un signal de synchronisation est créé par l'interface de mesure pour déclencher l'enregistrement. On utilise le mode de *trigg milieu*, c'est-à-dire que dès que la caméra reçoit le signal de *trigg*, elle enregistre autant d'images avant qu'après l'événement. On utilise ici un objectif télécentrique Edmund[®] avec un grossissement de $\times 0,5$, à l'ouverture maximale de $f/6$.

Fréquence (im/s)	Taille d'image (px × px)	Nombre images (im)	Temps d'enregistrement (s)
7 000	1024 × 1024	5 460	0,780
10 000	1024 × 640	8 730	0,873
30 000	640 × 376	23 790	0,793
50 000	512 × 264	42 350	0,847
75 000	320 × 264	67 725	0,903
100 000	320 × 192	93 100	0,931
813 750	128 × 24	1 862 673	2,289
1 085 000	64 × 16	5 588 855	5,151
1 550 000	64 × 8	11 175 500	7,210

TABLE 4.1: Performances de la caméra Photron[®] SA5

Éclairage Une attention particulière doit être portée à l'éclairage, car il influe fortement et à plusieurs niveaux sur les résultats. À 50000 Hz, le temps d'intégration maximal est de $2,0 \times 10^{-5}$ s, il faut donc un éclairage très puissant pour que, dans le très petit intervalle de temps où la photo est prise, la lumière puisse pénétrer dans le capteur. Si la puissance de l'éclairage est trop faible, l'image sera trop sombre. À l'inverse, si la puissance est trop importante, l'image sera saturée. Il convient donc d'adapter l'éclairage au temps d'intégration. Le téléobjectif utilisé ayant une ouverture réglable, il est donc possible d'ouvrir plus ou moins le diaphragme et donc de laisser plus ou moins passer la lumière. Grâce à ce réglage, on définit de manière fine le contraste de l'image. Dans le cas des expériences présentées dans le manuscrit, on utilise deux projecteurs à lampe à décharges de 200 Watt. Les ampoules à décharge ont tendance chauffer de manière significative l'échantillon et tout l'environnement proche. Cette situation est absolument à éviter dans le cas du nickel-titane compte tenu de la forte sensibilité de son comportement à la température. On ne dispose pas de sources à LED suffisamment puissantes, on veillera donc à éclairer le moins possible l'échantillon. Dans un premier temps on place un échantillon en aluminium de mêmes dimensions que les échantillons de NiTi pour effectuer les réglages grossiers, sans se soucier de l'échauffement de celui-ci. On éteint alors les sources puis on positionne l'échantillon à tester à la place de celui en aluminium. On allume brièvement pour effectuer les réglages fins, de netteté notamment, puis on éteint les sources le temps d'effectuer les autres mises en place. Une fois l'essai prêt, on allume les lampes puis rapidement on déclenche le tir. De cette manière on peut s'assurer d'effectuer l'essai à température ambiante.

1.3 Acquisition d'images thermiques en dynamique

Principe de la thermographie infrarouge Tout corps solide émet un rayonnement infra-rouge en fonction de sa température et de l'émissivité de sa surface. La longueur d'onde du rayonnement infrarouge utilisé pour les images thermiques classiques est de l'ordre de 3 à 5 μm , c'est le domaine infrarouge middle waves (IR MW). La mesure infrarouge permet de quantifier le rayonnement émis par une surface, soit de manière moyenne avec des thermomètres infrarouges, soit de manière discrète avec des caméras infrarouges. On retrouve principalement deux catégories de caméras infrarouges :

- Les caméras avec un capteur infrarouge non refroidi : On mesure en tout point du capteur la température de celui-ci. C'est le cas de la plupart des caméras grand public, pour l'analyse thermique des bâtiments notamment. Le boîtier ne nécessite pas de refroidissement. Ce type de caméra ne permet pas de réaliser des mesures précises car les images sont bruitées.
- Les caméras avec un capteur infrarouge refroidi : Le capteur CMOS, enfermé dans une enceinte sous vide et refroidi à environ 70 K, est sensible aux longueurs d'onde de l'infrarouge (3 à 5 μm). La stabilisation en température du capteur permet de mesurer des très petites variations de températures de manière précise.

À l'image d'une caméra optique, le capteur reçoit pendant une durée définie des rayonnements infrarouges qui sont alors quantifiés et numérisés en Digital Level (DL)

pour chaque pixel. Ce dernier est une fonction de la température et de l'émissivité de la surface observée.

La densité de puissance R_o émise par rayonnement d'un corps dépend en effet de sa température T_o et de son émissivité ϵ_o suivant la loi de Stefan-Boltzman[Gaussorgues et Chomet, 1994].

$$R_o = \epsilon_o \sigma_{sb} T_o^4 \quad (4.1)$$

Où σ_{sb} est la constante de Stefan-Boltzman. On est alors capable, *a priori*, de retrouver la température d'un corps à partir de la mesure du rayonnement. σ_{sb} est obtenue en intégrant la loi de Planck.

Dans les conditions expérimentales, la mesure est polluée par de nombreuses sources, notamment les températures de l'arrière plan et de l'air ambiant ainsi que par le facteur de transmission. L'air ambiant est ventilé afin de limiter l'impact des éclairages sur la mesure de température.

Mise en œuvre expérimentale en dynamique

La caméra utilisée est une JADE-III de CEDIP[®], sa résolution pleine échelle est de 320 x 240 pixels codés sur 14 bits. Elle permet de réaliser des acquisitions dans une plage de fréquence de 0 Hz à 21690 Hz en subdivisant le capteur. Si les acquisitions basse fréquence sont relativement aisées à mettre en place, l'utilisation dans le haut de sa gamme de fréquences est plus difficile. La caméra et le logiciel permettant de la paramétrer étant ancien, on ne peut pas toujours accéder aux paramètres hautes fréquences, ni même connaître avec certitude l'intervalle de temps entre deux images. Pour parvenir à le déterminer, on réalise une prise de 30000 images à la fréquence de 15000 Hz, que l'on effectue plusieurs fois. On observe que le temps d'acquisition réel pour les 30000 images varie lui entre 2 s et plus de 10 s, impactant donc la fréquence réelle d'acquisition. La programmation d'une fréquence de consigne n'est alors pas précise nous amenant à nous interroger sur la véracité de l'échantillonnage temporel des mesures.

Afin d'optimiser les paramètres d'acquisition, on réalise une expérience consistant en la mesure d'un échauffement haute fréquence. La figure 4.2a présente le dispositif expérimental, constitué de la caméra thermique, d'un fil conducteur mince et d'un corps noir. Le fil connecté à un générateur basse fréquence est chauffé par effet joule à une fréquence définie. Ce dernier est fixé sur un support en carton loin de l'observation afin de limiter les effets de bords. On place le support et le fil devant un corps noir de manière à créer un fort contraste de température entre le fil et l'arrière plan. La température du fil varie autour de la température ambiante, tandis que le corps noir est réglé sur 5 °C.

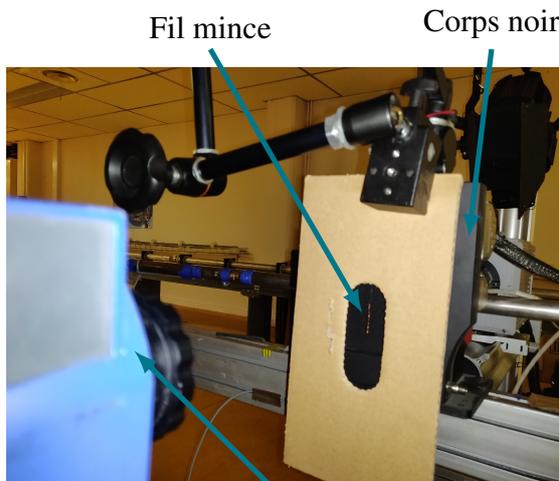
L'échauffement du fil est homogène dans la zone d'observation car on est loin des supports de fixation du fil, il n'y a donc pas d'échanges conductif. Le fil est très fin les échanges convectifs sont donc très grand. L'équation de la chaleur dans notre cas se simplifie :

$$\rho C_p \frac{dT}{dt} = h(T_\infty - T) + P/V \quad (4.2)$$

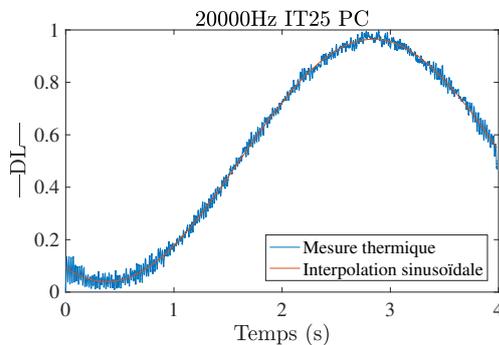
En considérant $\rho C_p \ll h$, on a :

$$T = T_\infty + \frac{P}{hV} \quad (4.3)$$

Donc si P est sinusoïdal, T est également sinusoïdal. On peut alors mesurer un échauffement sinusoïdal dynamique de période connue à l'aide de la caméra et ainsi déterminer les fréquences d'acquisition effectives de cette dernière.



(a) Montage expérimental



(b) Résultat type de mesure d'un échauffement à 0,1 Hz

L'échauffement du fil est fait par effet joule, il est donc régi par la puissance dissipée. Le générateur basse fréquence produit un signal piloté en tension, la puissance s'exprime donc en $P = \frac{U^2}{R}$. La tension étant sinusoïdale, on interpole les données thermiques mesurées par une fonction sinusoïdale dont la fréquence est alors le double de la fréquence électrique.

$$T(t) = A \cos(2\pi f_t t + \phi)^2 + T_0 \quad (4.4)$$

On fixe la fréquence de consigne d'échauffement du fil à 0,1 Hz, permettant une amplitude de température facilement observable (de l'ordre de quelques celsius). On réalise des acquisitions pour différents paramètres caméra, en faisant varier dans un premier temps la fréquence de consigne des images et le support d'acquisition. On enregistre soit directement dans la mémoire de la caméra, ce qui peut être limitant dans le cas de longues mesures, car on est limité en quantité de données, soit directement sur l'ordinateur. La caméra propose une optimisation pour les acquisitions à haute fréquence que l'on active ou non. Pour cette campagne de mesures, nous n'avons pas étudié précisément l'influence du temps d'intégration (IT). Une fois la fréquence d'acquisition fixée et vérifiée, on s'attachera à l'étude de sensibilité au temps d'intégration. On peut d'ores et déjà observer que

Support	Fréquence caméra imposée [Hz]	Te imposé [μ s]	Fréquence d'excitation du fil [Hz]	Fréquence apparente d'excitation [Hz]	Te effectif [μ s]	Fréquence caméra effective [Hz]
CAM	10000	100	0.1	0.1009	300	3333.33
PC	10000	100	0.1	0.1045	300	3333.33
CAM	1000	1000	0.1	0.1009	5000	200
PC	1000	1000	0.1	0.1034	5000	200
CAM	100	10000	0.1	0.1024	25000	40
PC	100	10000	0.1	0.1041	25000	40
CAM	15000	66.67	0.1	0.0934	200	5000
PC	15000	66.67	0.1	0.1018	200	5000
CAM	20000	50	0.1	0.1072	100	10000
PC	20000	50	0.1	0.1017	100	10000
CAM	2500	400	0.1	0.0995	1000	1000
PC	2500	400	0.1	0.1021	1000	1000
CAM	5000	200	0.1	0.0978	500	2000
PC	5000	200	0.1	0.1012	500	2000
CAM	500	2000	0.1	0.1024	5000	200
PC	500	2000	0.1	0.1019	5000	200

TABLE 4.2: Paramètres des acquisitions

l'IT n'a pas d'influence sur la fréquence d'acquisition réelle en tout cas pour une consigne caméra de 15000Hz.

L'interpolation des courbes expérimentales nous permet de déterminer la fréquence mesurée de sinus d'excitation du fil. Les valeurs ainsi obtenues sont pour la plupart fidèles à la fréquence de 0,1Hz de consigne imposée par le GBF et mesurée à l'oscilloscope. On peut donc se fier à la base de temps donnée par la caméra pour les mesures, qui dans la plupart des cas de figure ne correspond pas à la fréquence demandée en consigne d'acquisition. Le tableau 4.2 présente les fréquences caméra effectives et de consignes. La fréquence d'excitation du fil mesurée par la caméra correspond dans tous les cas de figure à celle d'excitation imposée, le bruit de mesure lié à la faible amplitude de température d'échauffement rendant dans certains cas l'identification difficile.

On retiendra comme paramètres pour la campagne expérimentale :

Fréquence (im/s)	Taille d'image (px x px)	Temps d'intégration (μ s)	Synchro	Mode d'enregistrement
15000	8 x 64	5	externe	embarqué

TABLE 4.3: Paramètres retenus pour la campagne expérimentale

1.4 Le montage unidirectionnel

Le montage proposé pour les essais 1D intègre les trois moyens de mesures présentés précédemment suivant la disposition de la figure 4.3. On repère sur la figure, en orange les dispositifs liés à la mesure optique : une caméra rapide Photron SA5 et deux éclairages focalisés. On repère en turquoise les dispositifs relatifs à la mesure thermique : une caméra infrarouge Cedip JADE III et une caméra optique Photron SA5. Le choix de ce couplage est détaillé dans la section 1.3. On repère en bordeaux les éléments liés aux mesures des déformations des barres. La figure 4.4 reprend ces éléments dans l'environnement expérimental des barres uniaxiales.

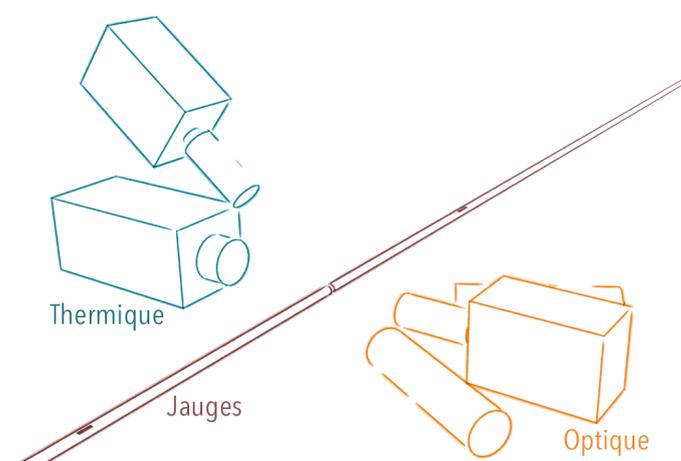


FIGURE 4.3: Schématisation du montage expérimental unidirectionnel

On retiendra la dénomination suivante dans la suite du manuscrit :

Optique DIC les images ou dispositifs liés à l'acquisition optique pour la corrélation d'images ;

Optique TH les images ou dispositifs liés à l'acquisition optique pour la stéréovision thermique.

Le synoptique de mesure représente les branchements réalisés entre les différents éléments de la chaîne d'acquisition (figure 4.4). Le code couleur adopté dans ce chapitre souligne le domaine d'application des acquisitions.

- En orange : la caméra optique SA5 réglée à 50000 Hz reliée par port Ethernet à l'ordinateur. Par volonté d'optimisation, les images sont directement enregistrées dans la caméra, la liaison avec l'ordinateur est utilisée pour paramétrer l'acquisition et télécharger les images post essai ;
- En bordeaux : les signaux des jauges de déformations qui une fois numérisés sont envoyés à l'ordinateur ;

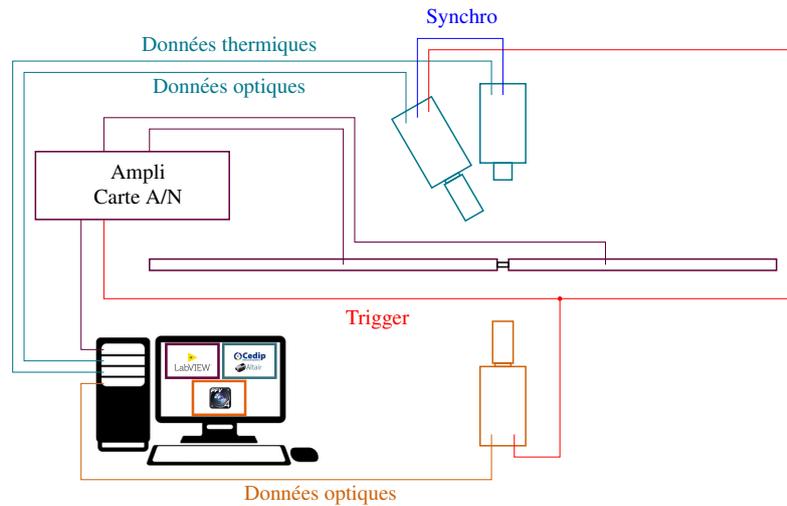


FIGURE 4.4: Synoptique du montage expérimental unidirectionnel

- En turquoise : une caméra optique reliée de la manière décrite précédemment à l'ordinateur. Celle-ci est cadencée à 15000 Hz.
- En turquoise : une caméra thermique JADE III. La liaison avec l'ordinateur se fait par un port propriétaire, il permet le paramétrage de l'acquisition, le transfert en temps réel ou post essai. Ici on utilise la mémoire de la caméra pour le stockage temporaire des données ;
- En bleu : la liaison de synchronisation entre la caméra optique et la caméra infra-rouge. La cadence est donnée par la caméra optique ;
- En rouge : le signal de trigger. Il est créé par l'ordinateur puis converti en signal analogique par la carte d'acquisition pour que le déclenchement des caméras puisse se faire. Malheureusement la caméra thermique ne permet pas ce genre d'action, le déclenchement est donc réalisé à la main en amont de l'essai, au moment de l'allumage des projecteurs.

En réalisant un tel montage, on est capable de maîtriser le calage temporel entre les différents moyens de mesure. La figure 4.5a représente la synchronisation temporelle à t_T le temps zéro donné par le trigger. Dans la pratique, les signaux ne sont pas synchronisés sur le trigger car les fréquences d'acquisition des caméras sont différentes de celle des jauges, le temps zero peut aussi bien correspondre au début de l'acquisition de l'image correspondant à l'arrivée du signal trigger qu'à sa fin. En effet, la caméra fonctionne initialement sur mémoire tournante et c'est l'arrivée du trigger qui permet de particulariser l'image correspondant à l'instant zéro. Pour les images de DIC, le temps d'acquisition d'une image correspond donc à 10 points de mesures des jauges tandis ce que pour les images liées à la thermique, une image correspond à 33 points de mesures. On fait le choix de synchroniser le trigger avec le milieu du temps d'intégration de l'image de référence, comme schématisé figure 4.5b. Un recalage *a posteriori* peut être fait sur le temps de

références des images pour la thermique, en prenant comme référence les images optiques DIC et en analysant au cas par cas la positions des barres sur les images respectivement optiques DIC et optiques TH.

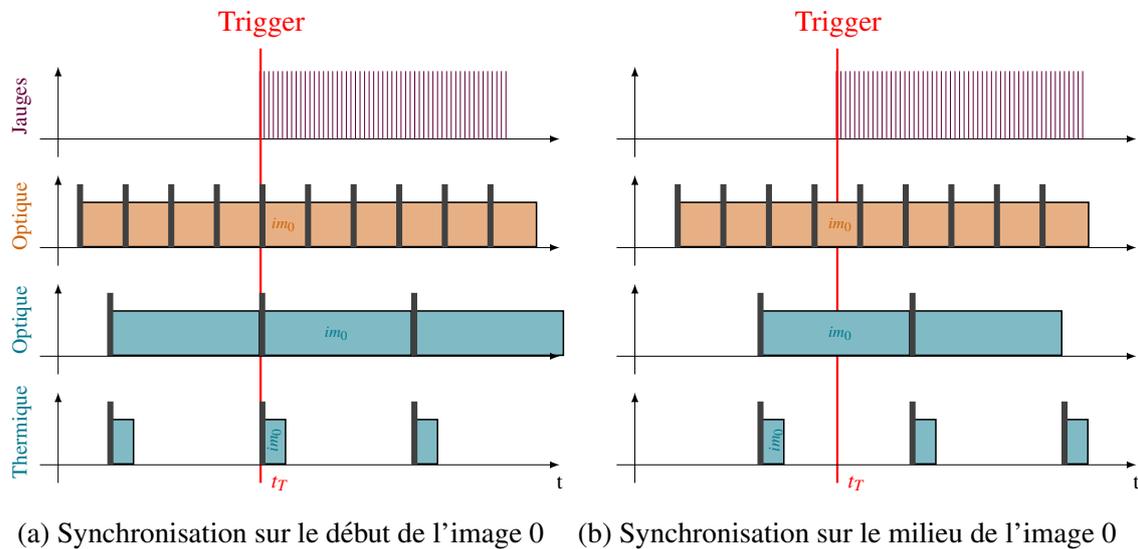
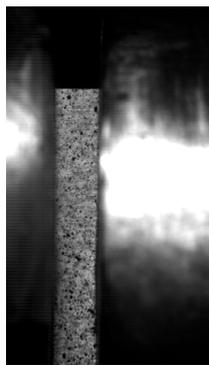
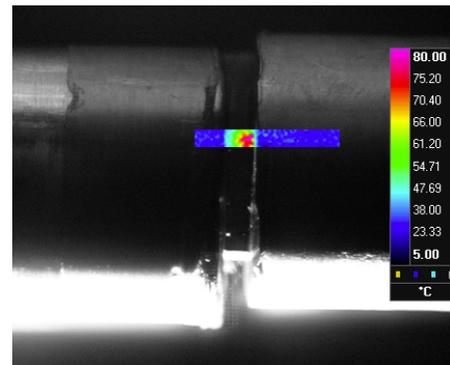


FIGURE 4.5: Synchronisation des moyens de mesure

De manière à assurer la reproductibilité des essais, avec notamment l'acquisition d'images thermiques, une attention particulière est portée au positionnement relatif des caméras les unes par rapport aux autres. En effet, on souhaite assurer la position de l'échantillon vis-à-vis de la caméra thermique, étape difficile, car sa température et son émissivité étant proche de celle des barres, et la zone d'observation très réduite, il est souvent "invisible" lors de sa mise en position.



(a) Image optique DIC



(b) Images optiques TH et infrarouge

FIGURE 4.6: Images types

Afin de s'assurer de sa bonne mise en position, on fixe les caméras thermique et optique sur un bâti rigide, pour s'assurer qu'elles ne se décaleront pas l'une par rapport à

l'autre et on règle le positionnement relatif des caméras grâce à un échantillon en aluminium témoin. L'échantillon témoin est ensuite chauffé grâce à un fer à souder, étant alors plus chaud que les barres, il devient plus facile à positionner dans le champ d'observation de la caméra thermique. On positionne la caméra optique et on relève la position initiale que l'échantillon doit avoir pour assurer le bon déroulement des mesures. On pourrait également repérer la position des barres assurant ce bon positionnement initial mais la mesure par caméra optique s'avère plus précise compte tenu de la taille de l'échantillon.

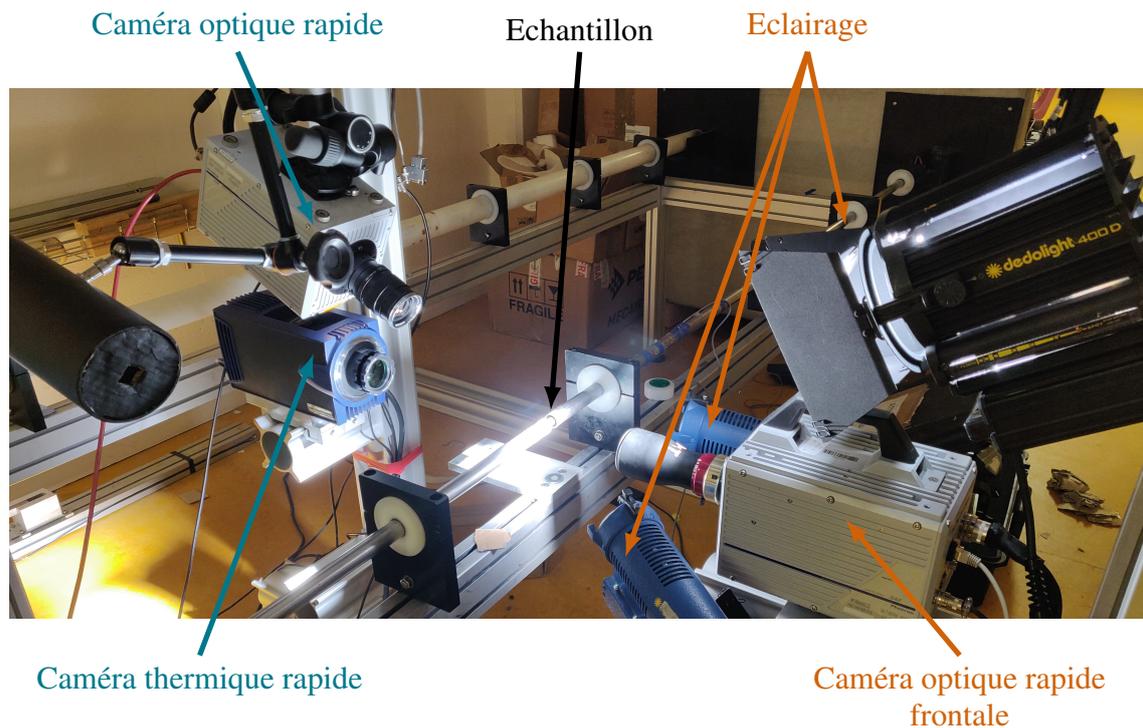


FIGURE 4.7: Montage expérimental unidirectionnel

1.5 Le montage bi directionnel

Les moyens de mesure utilisés pour le montage bi axial sont les mêmes que ceux présentés pour le dispositif uni axial. Le nombre de ponts de jauges passe de 2 à 8, mais les éléments de la chaîne de mesure restent identiques. Du fait de la complexité du montage, la place disponible pour les instruments de mesure est bien plus limitée que pour le montage précédent. La figure 4.8 présente l'agencement. On fait le choix par simplicité de mettre la caméra infrarouge en visée directe, car la visée indirecte par infrarouge impose des réflecteurs thermiques, plus coûteux et fragiles. La visée optique pour la corrélation d'images se fait par l'intermédiaire d'un prisme placé au-dessus de l'échantillon. La caméra est donc disposée horizontalement et vise le prisme à travers une lumière usinée spécialement dans le bâti.

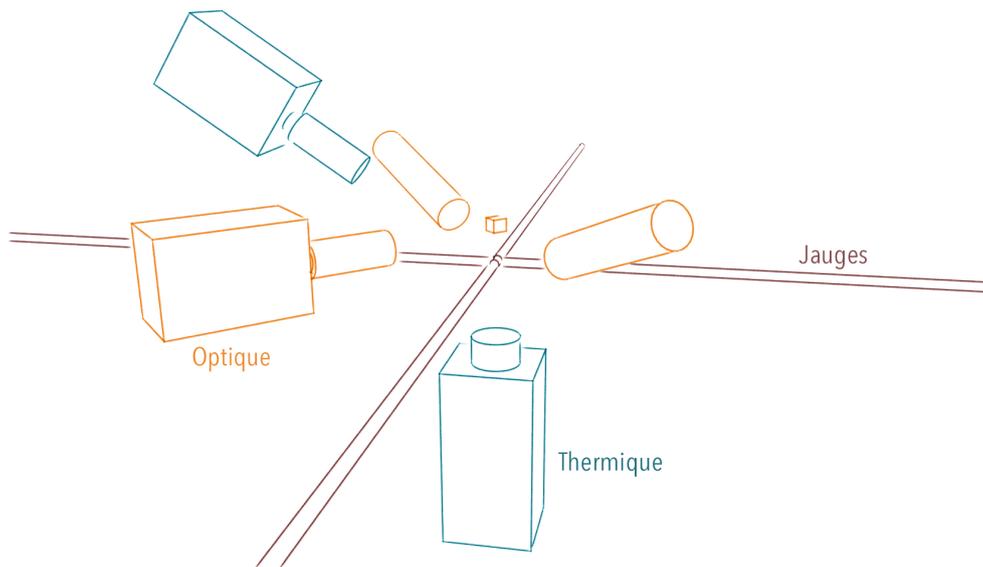


FIGURE 4.8: Schématisation du montage expérimental bi-directionnel

La synchronisation des caméras thermique et optique via un trigger optique est difficile à mettre en place car l'encombrement est limité, on ne peut pas positionner de deuxième caméra optique visant la même face de l'échantillon. On fait donc le choix de disposer cette caméra servant de trigger thermique pour une visée par dessus en champ plus large. Les données de cette caméra ne seront pas nécessairement utilisées dans le dépouillement de l'essai. L'utilisation d'un GBF pour cadencer les mesures infrarouges a été envisagée, cependant la stabilité de la fréquence délivrée par ce dernier, pouvant varier de 0,1%, pose des problèmes avec la caméra car toute instabilité de la fréquence du signal de synchronisation perturbe l'acquisition des images thermiques. Le synoptique de déclenchement reste donc le même que pour les mesures 1D (figure 4.4), et la disposition est schématisée sur la figure 4.8. L'image de la figure 4.10 permet de repérer les éléments dans le contexte expérimental du système 4 barres : on perçoit bien la complexité de mise en place.

2 Calibration des moyens de mesures

Afin d'utiliser les moyens de mesure pour quantifier des phénomènes, il est nécessaire de les calibrer dans la plage de mesure que l'on souhaite effectuer. On utilise pour ces différentes calibrations des systèmes étalons nous permettant de faire le lien entre observation et quantification.



FIGURE 4.9: Détail de la zone échantillon

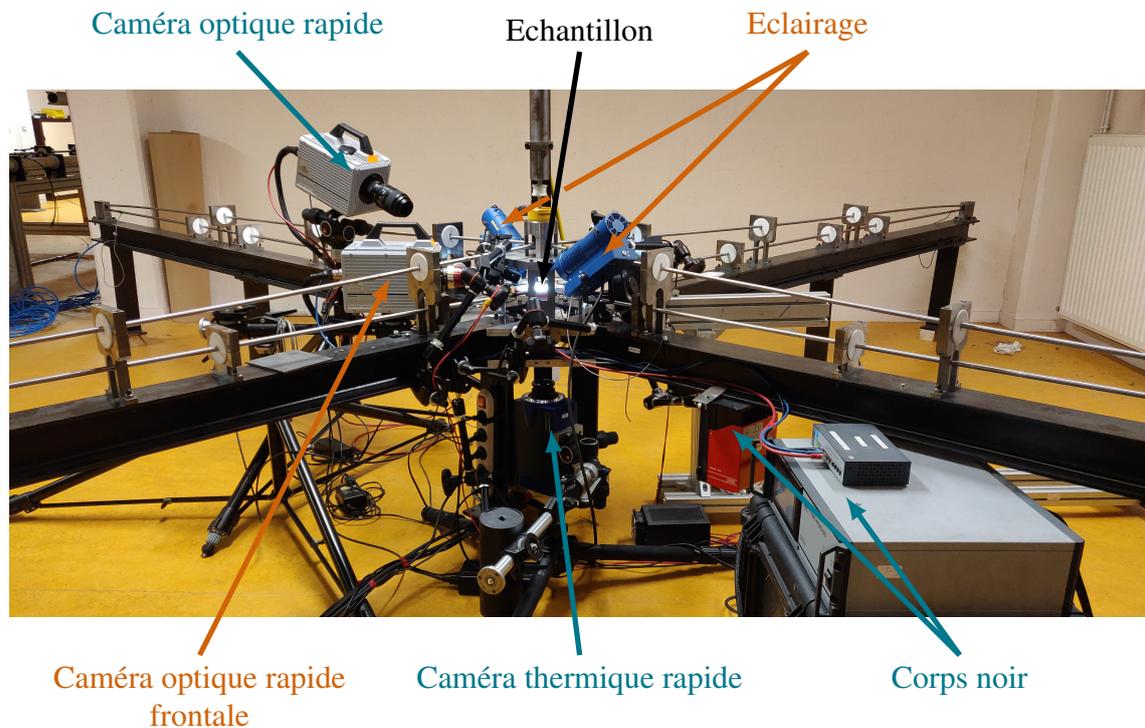


FIGURE 4.10: Montage expérimental bi-directionnel

2.1 Jauges de déformation

La calibration des jauges de déformation consiste à déterminer le facteur des ponts de jauges. La formule définie par l'équation 3.3 permet de faire le lien entre la tension mesurée et la déformation longitudinale. Cependant ce lien est dépendant de la qualité du collage des jauges, et il peut évoluer avec le temps. La colle se dégradant, il est conseillé

de réétalonner les ponts de jauges. La procédure est décrite dans la section 4.1.2 pour le système à quatre barres. Pour le système classique de barres uni axiales, une procédure similaire est utilisée. Les barres sont bloquées à une extrémité du banc, et on positionne à l'autre extrémité une cellule d'effort préalablement étalonnée ainsi qu'un vérin hydraulique. L'application de la force par le vérin est alors effectuée sur les 2 barres en série et mesurée par l'intermédiaire de la cellule d'effort. Les forces mesurées par les trois systèmes (vérin et deux ponts de jauges) sont donc identiques. On détermine ainsi le lien entre force et tension mesurée par les jauges, que l'on peut traduire en déformation par l'intermédiaire du module de Young et de la section des barres. Pour compléter le protocole de calibration, on effectue un essai dynamique à vide, usuellement appelé *barre-barre*. L'interface entre les barres étant quasi parfaite, les signaux en incidents et transmis sont alors quasi-identiques et doivent correspondre à la moitié du rapport de la vitesse initiale d'impact du projectile avec la célérité des ondes. La vitesse du projectile étant mesuré grâce à une caméra rapide. Cet essai permet de valider la bonne calibration du système ainsi que le bon fonctionnement des imageurs.

2.2 Caméra optique

L'identification des champs de déformation par corrélation d'images présentée dans la section 3 nécessite une calibration du système optique. Les caméras grande vitesse permettent des partitions du capteur ainsi qu'une plage de temps d'intégration très large. Il est nécessaire d'étalonner le niveau de noir du capteur dans les conditions de mesure. Une fois les paramètres de définition et de temps d'intégration définis, on définit le niveau de noir de référence en mettant le cache devant l'objectif. Lorsque l'on cherche des champs de déplacement, il est également nécessaire de connaître avec précision le ratio *mm/pixel*, facteur déterminant dans la précision des mesures de déplacement effectuées par corrélation. Pour déterminer ce ratio, on mesure les dimensions de l'échantillon en mm avant de le placer dans le système. Puis, sur l'image 0, dite de référence, on mesure ces dimensions en nombre de pixels. Ceci nous permet d'établir le facteur *mm/pixel*.

2.3 Caméra infrarouge

Le système de mesure par infrarouge nécessite un protocole de calibration et la détermination des paramètres dépendant de la surface mesurée. En effet, la grandeur fournie par la caméra est un digital level (DL), reflétant la quantité de photons R reçue par le détecteur. Le passage de la valeur de R en digital level à la température se fait grâce à l'utilisation d'un corps noir.

Corps noir On désigne par corps noir dans le monde de la mesure infrarouge, un système dont l'émissivité de sa surface est proche de 1 et dont la température est homogène et contrôlée très précisément (de l'ordre de 0.001 °C). La connaissance précise de sa température permet l'étalonnage du capteur de la caméra.

En considérant l'émissivité de l'éprouvette homogène, on la modélise tel un corps noir par la loi de Planck. Le processus de calibration consiste alors à déterminer le lien entre la température T du corps noir et le niveau digital R mesuré par la caméra. L'équation 4.1 donne la relation entre T et R à résoudre. La calibration revient donc à chercher les solutions de l'équation 4.5 :

$$R = \frac{A}{\exp\left(\frac{B}{T} - 1\right)} + C \quad (4.5)$$

Les paramètres A , B et C sont déterminés expérimentalement. R est la mesure car l'émissivité est considérée homogène (équation 4.1). Ils dépendent des conditions expérimentales et notamment de la température du boîtier de la caméra. La figure 4.11 présente la courbe de calibration de la caméra, avec en bleu la mesure du corps noir effectuée par la caméra et en rouge l'identification de la loi permettant de passer du DL à la température. En pratique lors de la calibration, la température du boîtier de la caméra est renseignée, le fichier d'étalonnage présente donc plusieurs courbes d'identifications pour différentes températures du boîtier. De cette manière, lors de l'analyse des mesures, la conversion est faite en fonction de la température de la caméra à l'instant considéré. Afin d'éviter toute dérive thermique liée au temps de chauffe de la caméra, on effectue la calibration comme les mesures au moins 2h après avoir allumé le système de refroidissement. Cela permet de minimiser ces erreurs, bien que l'utilisation du capteur pour les mesures ajoute un bruit supplémentaire, car ce dernier perturbe la température du boîtier. Il est donc important de réaliser avec soin la calibration de la caméra, avec plusieurs mesures pour différentes températures du boîtier.

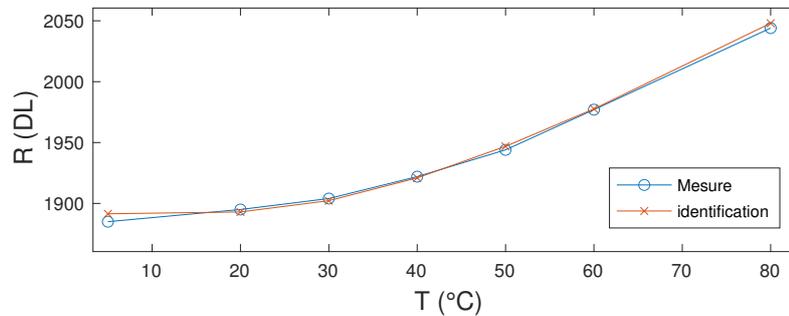


FIGURE 4.11: Mesure de calibration

3 Calcul de champ de déformation par corrélation d'images

La corrélation d'images numériques CIN (aussi appelée DIC *Digital Image Correlation* en anglais) permet de réaliser des mesures non intrusives des déformations de l'échantillon. Basé sur l'analyse d'une série d'images numériques, les premiers codes de DIC ont été développés dès l'apparition des premiers appareils photographiques numériques

dans les années 80. Dans le cadre des essais dynamiques présentés ci-dessus, les systèmes de barres de Hopkinson nous permettent de mesurer le comportement mécanique macroscopique de l'échantillon. Dans l'optique du développement d'essais multi axiaux sur l'alliage à mémoire de forme étudié, il est intéressant de mesurer plus finement les déformations de l'échantillon. En effet, sous contraintes multi axiales, il n'est pas rare d'observer des effets de concentration des contraintes et donc de localisation des déformations dans l'éprouvette. De plus le matériau étudié est connu pour présenter (en chargement uni-axial) des localisations de déformation associée aux transformations de phases. Il est donc intéressant de mettre en place une technique de corrélation d'images numériques basée sur l'acquisition d'images dynamiques.

La méthode utilisée est une méthode globale basée sur le code Correli **RT3** développé au laboratoire. Cette méthode consiste à résoudre le problème sur l'ensemble d'un maillage éléments finis que l'on attribue à la zone d'intérêt. En considérant deux images, une à l'état de référence, notée f , et l'autre à l'état déformé, noté g , le champ de déplacement noté \mathbf{u} lie alors $f(\mathbf{x})$ à $g(\mathbf{x})$ par conservation du niveau de gris [Hild et Roux, 2006]. On a alors :

$$g(\mathbf{x}) = f(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \quad (4.6)$$

Le champ $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ minimise la norme L^2 du champ de résidu, noté $\eta_o(\mathbf{x})$ et évalué en chaque pixel, de coordonnées \mathbf{x} . On définit $\eta_o(\mathbf{x})$ par :

$$\eta_o(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) - f(\mathbf{x}) \quad (4.7)$$

et,

$$\Phi_c = \sum_{\Omega} \eta_o(\mathbf{x})^2. \quad (4.8)$$

La minimisation de Φ_c sur le domaine Ω est un problème mal posé, le champ de déplacement est donc décomposé sur une base connue *a priori* ψ_i , ici un maillage éléments finis triangulaires. Le champ de déplacement s'écrit donc [Mendoza *et al.*, 2019] :

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) = \sum_i u_i \psi_i(\mathbf{x}) \quad (4.9)$$

La résolution du problème revient donc à minimiser Φ_c en respectant les amplitudes u_i . Par un algorithme de résolution de type Gauss-Newton, on peut réécrire le problème sous la forme suivante :

$$[\mathbf{M}^c] \{\delta \mathbf{u}\} = \{\mathbf{b}\} \quad (4.10)$$

avec :

$$M_{ij}^c = \sum_{\Omega} (\psi_i(x) \cdot \nabla f(x)) (\psi_j(x) \cdot \nabla f(x)) \quad (4.11)$$

$$b_i = \sum_{\Omega} (\psi_i(x) \cdot \nabla f(x)) \eta_o(x) \quad (4.12)$$

De nombreuses solutions de régularisation permettent de résoudre un problème mal posé. On s'intéressera ici à la régularisation mécanique [Tomicevic *et al.*, 2013] [Naylor *et al.*, 2019] qui consiste à rechercher la solution du problème en considérant la réponse mécanique élastique du matériau et donc en minimisant l'écart entre les deux solutions. Dans le domaine de l'élasticité, on peut écrire le problème de la forme :

$$[\mathbf{K}]\{\mathbf{u}\} = \{\mathbf{f}\} \quad (4.13)$$

où $[\mathbf{K}]$ est la matrice de rigidité, $\{\mathbf{f}\}$ le vecteur des forces nodales et $\{\mathbf{u}\}$ les déplacements nodaux associés au maillage éléments finis. L'écart à l'équilibre mécanique est défini par la norme L^2 des forces résiduelles de la manière suivante :

$$\Psi_m^2 = \mathbf{u}^t \cdot \mathbf{K}^t \cdot \mathbf{K} \cdot \mathbf{u} \quad (4.14)$$

où le résidu mécanique se note donc $\eta_m = \mathbf{K}^t \cdot \mathbf{K} \cdot \mathbf{u}$

La minimisation du problème globale se fait alors sur la somme pondérée des fonctionnelles normalisées, mécanique Ψ_m et de corrélation Ψ_c .

$$(1 + \omega_m)\Psi_t^2 = \tilde{\Psi}_c^2 + \omega_m\tilde{\Psi}_m^2 \quad (4.15)$$

où ω_m dépend de la longueur de régularisation et des paramètres de normalisation. Le code de corrélation RT3 utilise une régularisation de type onde plane. De manière à optimiser la convergence, une méthode itérative est employée. Dans un premier temps, on choisit une grande longueur de régularisation ayant pour effet de pondérer grandement par la solution élastique et permettant une convergence rapide. Dans un deuxième temps on diminue cette longueur caractéristique en se servant du résultat précédent pour initialiser le calcul. De cette manière on s'assure de la convergence de l'algorithme sans détériorer la solution. Suivant le type de grandeur que l'on recherche, la longueur de régularisation peut impacter les résultats. Par exemple, lorsque l'on recherche le mouvement de corps rigide des barres, une grande longueur de régularisation dans une zone à l'interface barre échantillon aura peu d'impact puisqu'on cherche un déplacement moyen. À l'inverse si l'on souhaite déterminer la déformation localisée dans l'échantillon, une trop grande longueur de régularisation ne nous permettra pas de la mesurer.

En résumé

La corrélation d'images nous permet de mesurer des champs de déplacements et donc de calculer les champs de déformations. Cette technique, très utilisée au laboratoire, permet notamment dans le cadre d'essais statiques sur notre alliage de mettre en évidence l'existence des bandes de localisation. La prise en compte *a priori* du comportement élastique du matériau permet d'optimiser la résolution du problème de minimisation des résidus de corrélation.

Caractérisation chemo-thermo-mécanique du nickel titane

Chapitre | 5

Sommaire

1	Analyse cristallographique	96
1.1	Les matériaux support de l'étude	96
1.2	Analyses EBSD et DRX texture	100
1.3	Analyses par DRX-phase	103
1.4	Analyses DSC	105
2	Caractérisation du comportement mécanique	107
2.1	Essais dynamiques uniaxiaux sur nickel titane nanocristallin	108
2.2	Essais dynamiques biaxiaux sur nickel-titane microcristallin	111
2.3	Essais dynamiques biaxiaux sur nickel-titane nanocristallin	119
3	Conclusion	121

1 Analyse cristallographique

1.1 Les matériaux support de l'étude

1.1.1 Le NiTi à structure microcristalline

Les essais et simulations développées dans le manuscrit utilisent un alliage de Nickel-Titane de composition chimique $\text{Ni}_{49,75\text{at}\%}\text{Ti}$. Les éprouvettes ont été taillées dans un brut laminé à froid suivi d'un recuit. L'usinage est fait par des procédés traditionnels d'enlèvement de matière par fraisage. Compte tenu des petites dimensions des éprouvettes, l'usinage a été sous-traité à un professionnel réalisant des pièces d'horlogerie.

S'agissant du lot étudié par Anne Maynadier [Maynadier, 2012] au cours de ses travaux de thèse, les résultats de l'analyse cristallographique sont issus de son manuscrit.

Paramètres de maille des phases principales La figure 5.1 représente la paramétrisation adoptée pour les mailles des phases stables principales. L'austénite a une maille cubique centrée. Au cours de la transformation, la structure cubique centrée se transforme en maille monoclinique de martensite en passant par une maille rhomboédrique de phase R.

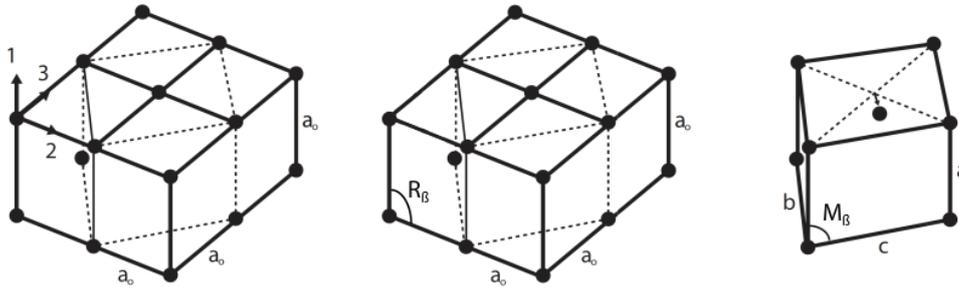


FIGURE 5.1: Paramétrisation des mailles des phases principales (seuls les atomes de titane sont représentés). A gauche : maille cubique d'austénite - Au milieu : maille rhomboédrique de la phase R - A droite : maille monoclinique de martensite - d'après [Maynadier, 2012] et [Chang, 2020]

Paramètre	a_0 (Å)	a (Å)	b (Å)	c (Å)	M_β (°)	R_β (°)
	3,015	2,889	4,12	4,622	96,8	91,5

TABLE 5.1: Paramètres des mailles pour l'austénite, la martensite du $\text{Ni}_{49,75\text{at}\%}\text{Ti}$ d'après [Maynadier, 2012] et [Chang, 2020]

La caractérisation des matrices représentatives des transformations des 17 variantes est traitée dans le chapitre 6 en vue de la modélisation numérique des alliages de NiTi.

Identification des températures de changement de phase Une mesure par DSC (Differential Scanning Calorimetry) permet de déterminer les chaleurs latentes ainsi que les températures des changements de phases. Le procédé de DSC est basé sur l'étude des différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et un échantillon de référence. On leur fait subir à contrainte nulle un cycle thermique à basse vitesse, de l'ordre de quelques degrés par minute. Connaissant les échanges thermiques entre la source et l'échantillon et la source et l'échantillon de référence, on est capable de mesurer les caractéristiques thermiques des échanges. On peut ainsi calculer les températures de début et fin de transformations ainsi que les chaleurs latentes des transformations. La figure 5.2 et le tableau 5.2 présentent les résultats de l'analyse par DSC d'un échantillon de NiTi

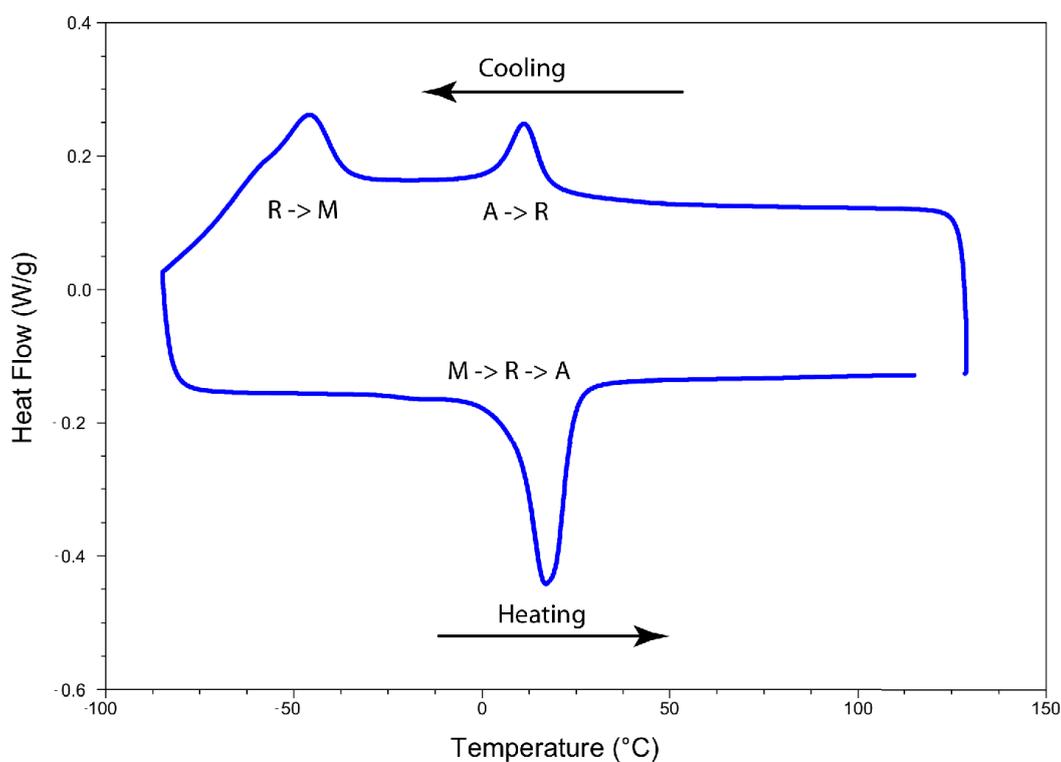


FIGURE 5.2: Analyse DSC - d'après [Maynadier, 2012]

Paramètre	M_s	M_f	A_s	A_f	R_s	R_f
	-35°C	-60°C	12,7°C	23°C	20,5°C	7,7°C

TABLE 5.2: Température de changement de phases à contrainte nulle d'après [Maynadier, 2012]

Texture La texture du matériau à été déterminée par EBSD. Sur les figures de pôle en figure 5.3 on constate une texture isotrope transverse de plan $\langle 111 \rangle$, caractéristique du procédé de mise en forme par laminage.

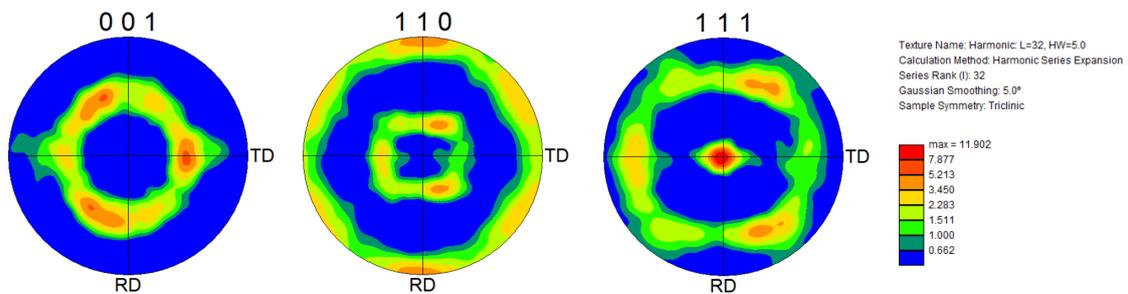


FIGURE 5.3: Analyse de la texture par EBSD - d'après [Maynadier, 2012]

Comportement mécanique en traction quasi-statique Un essai de traction quasi-statique permet de caractériser le comportement mécanique en traction du NiTi et ainsi d'observer les contraintes caractéristiques de changement de phase. La figure 5.4 montre bien le palier de transformation caractéristique de la transformation martensitique. Des observations par corrélation d'image complètent ces mesures afin d'observer les bandes de localisation de la transformation (cf. figure 5.5).

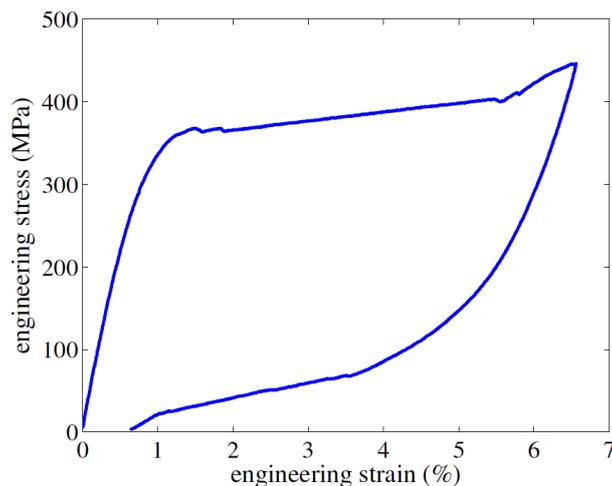


FIGURE 5.4: Courbe de traction à $\dot{\delta} = 0,01 \text{ mm s}^{-1}$ sur une éprouvette plate de NiTi ($\dot{\delta}/L = 8,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) - d'après [Maynadier, 2012]

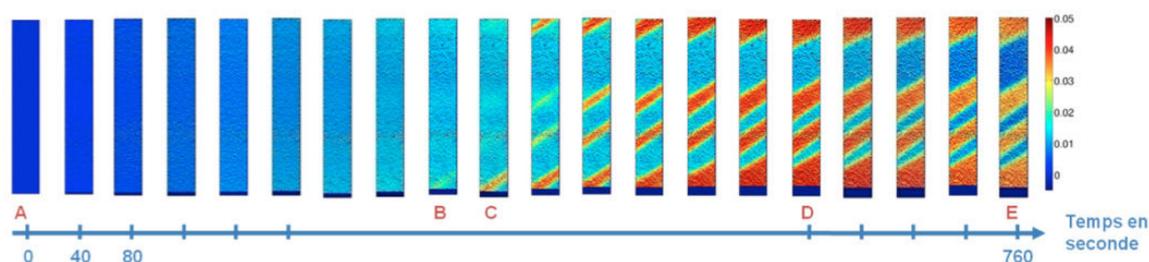


FIGURE 5.5: Champs de déformation lors d'un essai de traction à $\dot{\delta} = 0,51\text{mm s}^{-1}$ sur une éprouvette plate de NiTi ($\dot{\delta}/L = 4,2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) - d'après [Maynadier, 2012]

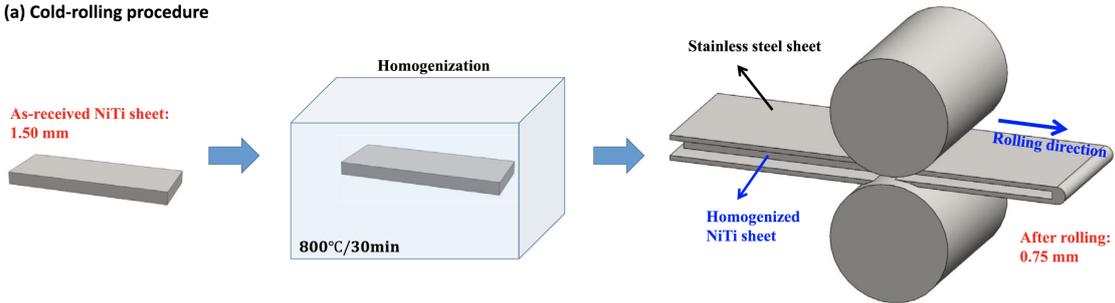
1.1.2 Le NiTi à structure nanocristalline

Le second type d'alliage à mémoire de forme dont nous disposons est également un NiTi. Sa particularité est de posséder une microstructure à taille de grains nanométrique. La figure 5.6 présente le procédé utilisé par l'équipe du professeur SUN à la Hong-Kong University of Sciences and Technologies (HKUST) pour obtenir les différentes tailles de grains. Le brut de composition $\text{Ni}_{50,6}\text{at\%Ti}$ provient d'une plaque de 1,5 mm d'épaisseur produite par *Johnson Matthey* en Chine. Un premier recuit à 800 °C pendant 30 min permet d'obtenir une structure uniforme à gros grains. Les plaques ainsi homogénéisées sont ensuite laminées à froid entre deux plaques d'aluminium jusqu'à obtenir une épaisseur d'environ 0,75 mm (50% de réduction d'épaisseur). C'est dans ce brut laminé que sont usinées par électroérosion les différentes éprouvettes pour les essais uniaxiaux et biaxiaux. A ce stade, les éprouvettes ont une structure dite "amorphe", les traitements thermiques présentés sur la figure 5.6c permettent de former les grains de différentes tailles par recristallisation. Sur les 10 nuances présentées figure 5.6c, 4 ont été étudiés lors de mes travaux.

Dans la suite on utilisera le terme de nuance pour désigner un NiTi avec une taille de grains moyenne donnée. Par exemple la nuance 50nm désigne un NiTi avec des grains de taille moyenne de 50nm correspondant au numéro 06 de la figure 5.6c

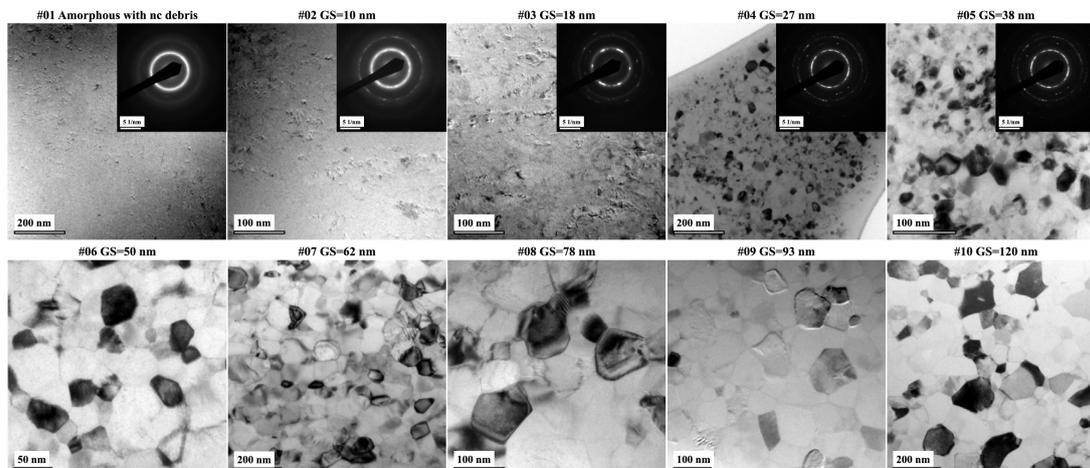
En étudiant ce matériau, il s'agissait pour nous de compléter les résultats expérimentaux de l'équipe du HKUST obtenu en situation statique par des essais dynamiques potentiellement adiabatiques. Les nuances "amorphe", 10 nm, 50 nm et 120 nm ont été retenues. La figure 5.6b présente la microstructure des matériaux obtenus par l'équipe du HKUST après traitements thermiques.

(a) Cold-rolling procedure



(a) Processus de laminage à froid pour le l'obtention du matériau "amorphe"

(b) Microstructure observation



(b) Observation des nuances au microscope électronique par transmission

Sample No	#01	#02	#03	#04	#05	#06	#07	#08	#09	#10
Heat treatment	- (cold-rolled)	250 °C/5 min +	250 °C/10 min +	300 °C/4 min +	300 °C/8 min +	300 °C/20 min +	350 °C/5 min +	500 °C/2 min +	500 °C/4 min +	500 °C/6 min +
Average GS	amorphous with nc debris	10 nm	18 nm	27 nm	38 nm	50 nm	62 nm	78 nm	93 nm	120 nm

(c) Caractérisation des procédés de traitement thermique pour chaque nuance

FIGURE 5.6: Obtention et observation du NiTi nanocristallin, d'après [Xia *et al.*, 2018]

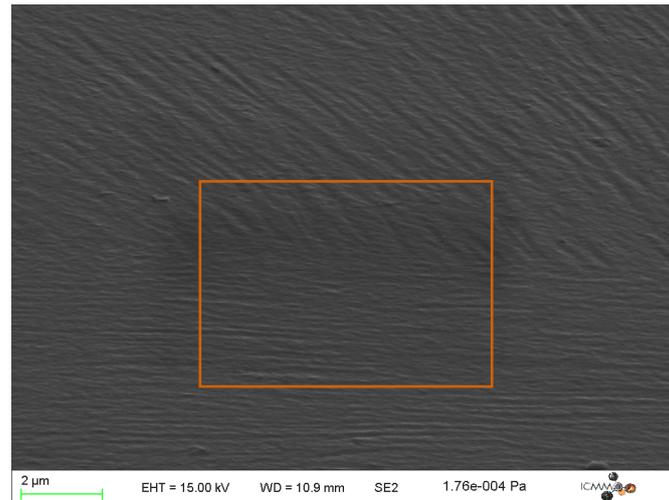
Dans la suite de cette partie, les analyses EBSD, DRX et DSC sur ce nouveau matériaux nous permettront de caractériser ses propriétés cristallographiques et nous les comparons au NiTi microcristallin.

1.2 Analyses EBSD et DRX texture

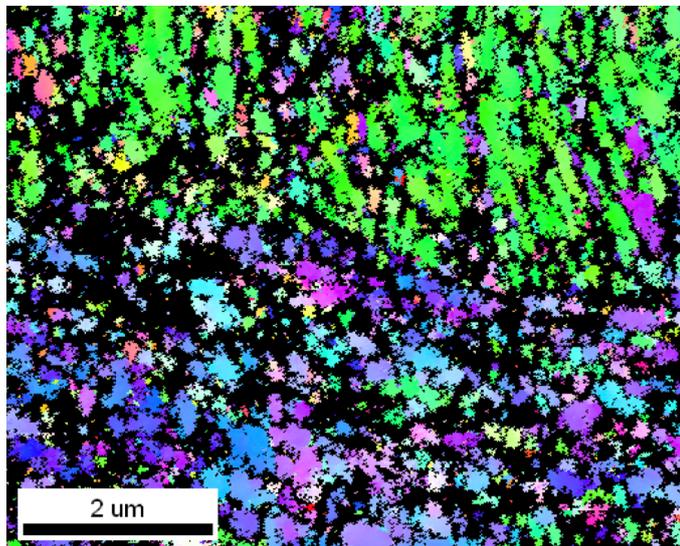
On réalise des observations au microscope électronique à balayage (MEB) et des acquisitions d'électrons rétrodiffusés (EBSD) sur des échantillons des différentes nuances dans l'objectif d'évaluer la texture du matériau et d'obtenir une fonction de distribution

des orientations (FDO) représentative des matériaux. Cette information est en particulier utile à la modélisation multiéchelle traitée dans le prochain chapitre. L'ajout d'une structure représentative de l'échantillon permet de prendre en compte d'éventuels effets d'anisotropie par exemple.

Le MEB FEG disponible au laboratoire ICCMO de l'université Paris-Saclay a été utilisé pour les observations et mesures d'orientation. Seule la nuance 120nm a pu donner des résultats concluants.



(a) Image MEB



(b) Image EBSD

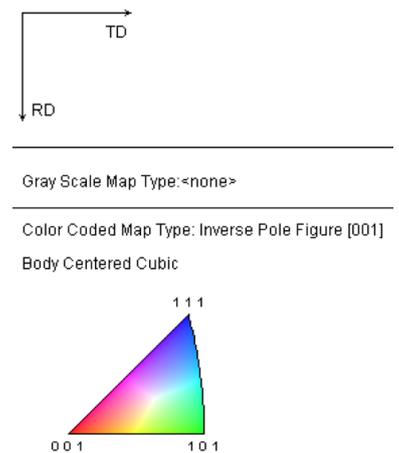
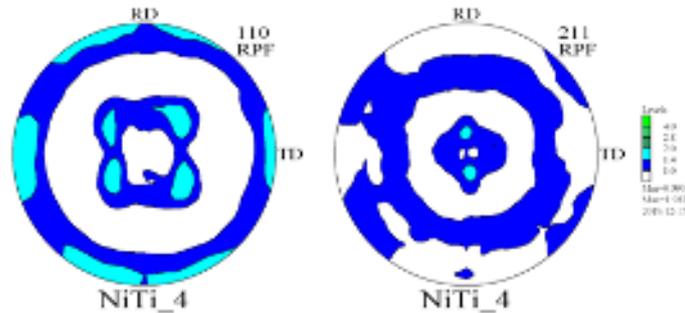


FIGURE 5.7: Micrographies MEB et EBSD

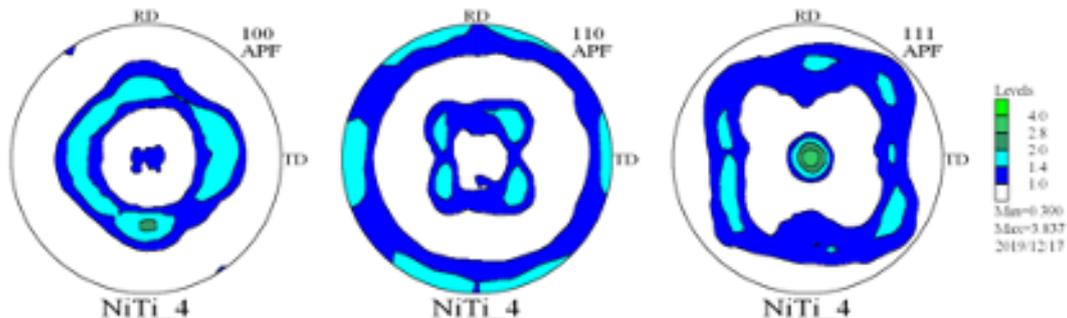
La figure 5.7 illustre quelques résultats obtenus pour ce matériau. L'image de gauche

est une micrographie obtenue en électrons secondaires (SE). L'image EBSD présentée à droite est réalisée sur la zone encadrée en orange de la micrographie de gauche. En observation SE comme en EBSD, on observe une microstructure à deux échelles : des grands domaines micrométriques contenant une multitude de grains (taille caractéristique d'une centaine de nanomètres) d'orientations assez proches. Les grands domaines diffèrent clairement par leur orientation moyenne : dans la partie basse de la zone observée, la normale au plan d'observation est orientée 111 tandis ce que dans la partie haute de l'image, la normale au plan d'observation est orientée 101 majoritairement. Cette situation peut s'expliquer par le procédé de mise en forme : les grands domaines pourraient correspondre à d'anciens grains de taille micrométrique déformés par le laminage intense.

Les petits grains sont le fruit de la recristallisation des grandes zones. Issu d'un grain d'orientation donnée, ils conservent un héritage de cette orientation. Plusieurs mesures à différentes positions ont confirmé cette microstructure à deux échelles d'une part et la prédominance de la normale d'orientation 111 : cela reste cependant qualitatif. Cette situation rend donc difficile l'obtention d'une fonction des distributions d'orientations représentative du matériau. Nous nous sommes alors tournés vers des acquisitions en DRX texture. L'ICCMO possède en effet un goniomètre. Celui-ci permet une analyse d'orientation cristalline sur un grand volume d'échantillons et ainsi de tracer des figures de pôles réellement représentatives du matériau.



(a) Figures de pôles principales



(b) Figures de pôles additionnelles

FIGURE 5.8: Micrographies reconstruites de la DRX texture sur la nuance de 50nm

Les observations sur les autres nuances n'ont pas donné de résultats concluants concernant l'indexation. On observe en revanche toujours le même type de grands domaines sur les images SE.

La source utilisée pour les analyses DRX texture est une $K\alpha$ -Chrome. On réalise deux acquisitions en condition de Bragg, une première autour des pics $\{110\}$ et la deuxième aux alentours de pics $\{211\}$. La figure 5.8 montre le résultat obtenu pour la nuance 50nm.

Les figures de pôles montrent une texture isotrope transverse de direction $\langle 111 \rangle$. Cette mesure est en accord avec les observations faites sur la nuance 120nm.

Elles rejoignent également d'autres observations faites lors de mesures d'orientation de NiTi micrométrique laminé recuit ([Maynadier, 2012], [Fall *et al.*, 2016], [Chang, 2020]).

Nous avons donc décidé de retenir pour les calculs une texture composé de 440 orientations extraite du fichier de mesure du NiTi de référence, à grains micrométrique (Cf. figure 5.3). Il s'agit de la manière la plus simple d'obtenir un fichier relativement représentatif de la texture observée globalement sur l'ensemble des échantillons, quelle que soit la taille de grains.

1.3 Analyses par DRX-phase

1.3.1 Principe de la mesure DRX-phase

L'analyse par diffraction au rayon X - phase (DRX-phase) est une méthode physico-chimique couramment utilisée pour caractériser la structure de matériaux cristallins. Elle permet par exemple de déterminer la quantité de phases résiduelles après un essai mécanique en effectuant une mesure avant et après l'essai.

La figure 5.9 illustre les spectres de raies de diffraction des 3 phases possibles présentes dans le NiTi (anticathode au cobalt). En fonction des chargements thermomécaniques qu'aura subi un AMF de NiTi, telle ou telle phase sera plus ou moins présente. Le spectre de diffraction moyen est alors une combinaison du spectre de chacune des phases séparément. A l'inverse, la connaissance d'un spectre moyen peut renseigner sur la proportion des phases en présence (à condition que la texture de l'une ou l'autre des phases ne vienne pas perturber l'identification. X. Chang dans sa thèse propose ainsi un protocole complet permettant de calculer avec une incertitude acceptable les proportions de phases du NITI à partir de la connaissance d'un spectre moyen et du spectre expérimental caractéristique de chacune des phases [Chang, 2020].

Dans l'optique d'évaluer simplement la présence de telle ou telle phase, on peut aussi plus simplement aller observer certaines raies caractéristiques des phases. Une difficulté en effet est que les 3 phases présentent parfois des pics de diffraction très proches. La martensite peut cependant facilement être identifiée si la présence des deux pics entre 90° et 100° sont observés.

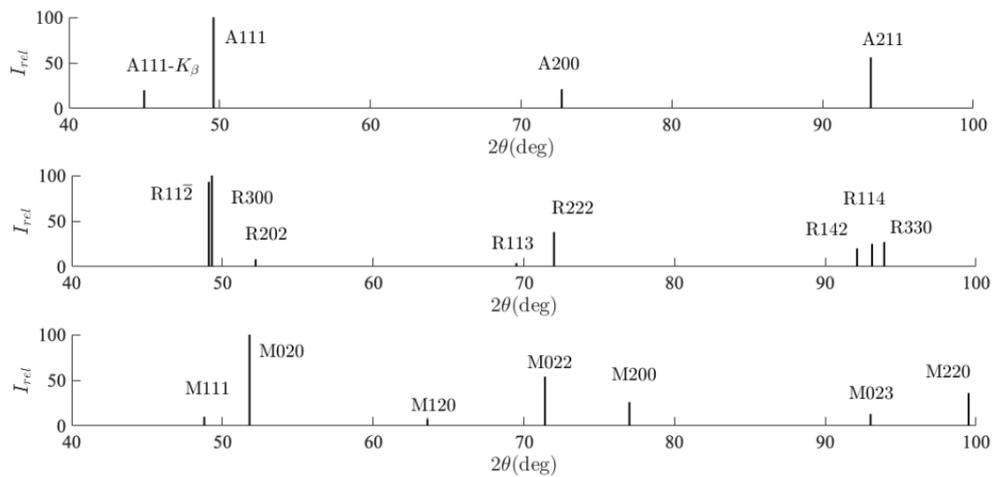


FIGURE 5.9: Valeur théorique des pics de diffractions d'après [Chang, 2020] (anticathode au cobalt - $\lambda_{K\alpha} = 0.1789nm$)

1.3.2 Résultats de mesures DRX

La figure 5.10 montre les diffractogrammes obtenus pour les différentes nuances, y compris le polycristal micrométrique. Nous avons utilisé le goniomètre Inel du laboratoire et utilisé une anticathode au cobalt ($\lambda_{K\alpha} = 0.1789nm$). Mis à part la nuance amorphe (dont l'interprétation est difficile à réaliser), les diffractogrammes sont assez proches les uns des autres.

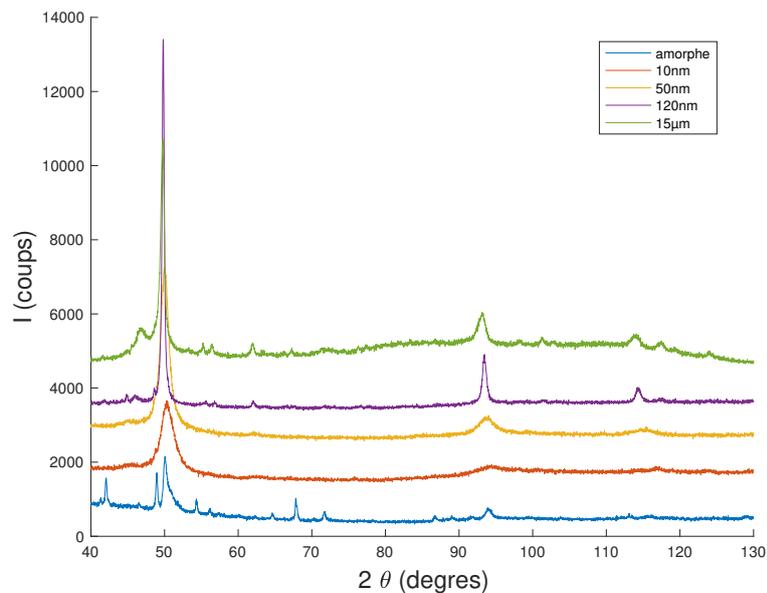


FIGURE 5.10: Comparaison des mesures DRX

Ces diffractogrammes semblent ainsi confirmer, comme indiqué dans [Xia *et al.*, 2018], que les matériaux sont majoritairement constitués d'austénite (l'austénite est caractérisée par la présence d'un pic principal autour de 50° et d'un pic secondaire aux alentours de 95°). On constate cependant que plus la taille des grains diminue plus les pics de diffractions s'étalent. [Gravereau, 2012] indique que cet élargissement peut-être lié à deux facteurs : la taille des grains et les contraintes internes.

En résumé

Cette analyse par diffraction aux rayons X montre une modification non négligeable de la forme des pics avec la réduction de la la taille des grains de la nuance. Cet élargissement pourrait s'expliquer par l'existence de contraintes résiduelles de second ordre héritées du procédé de fabrication par laminage à froid. Celles-ci s'exprimeraient d'autant plus que le recuit de recristallisation est court et donc la taille de grains faible. On s'attachera dans la suite du chapitre à identifier la source de ces variations.

1.4 Analyses DSC

La calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry - DSC - en anglais) est un outil indispensable d'analyse des températures de changement de phase et d'enthalpie de transformation des alliages à mémoire de forme en particulier.

La mesure DSC (système TA Q20) de la nuance micrométrique est reportée figure 5.2. Nous observons deux pics de transition au refroidissement, caractéristiques de la transformation de l'austénite vers la phase R, puis de la phase R en martensite. Un unique pic de transition est associé au passage de la martensite vers l'austénite durant le chauffage. La DSC met en évidence l'hystérésis de transformation entre le chauffage ($T_{M \rightarrow R \rightarrow A} = 17,5^\circ\text{C}$) et le refroidissement ($T_{A \rightarrow R} = 12,5^\circ\text{C}$ et $T_{R \rightarrow M} = -44,5^\circ\text{C}$). Elle permet, lors du refroidissement, d'identifier la variation d'enthalpie associée à la transition de l'austénite à la phase R ($\Delta h_{A \rightarrow R} = 46 \text{ J/m}^3$) et de la phase R à la martensite ($\Delta h_{R \rightarrow M} = 98 \text{ J/m}^3$).

Dans le cas du Nickel-Titane nano cristallin les transformations sont peu visibles aux premiers essais, on cherche donc à étendre la plage d'observation en température de manière à déterminer les températures de changement de phases.

Les figure 5.11 et 5.12 montrent les résultats obtenues pour les 3 nuances nanocristallines et l'amorphe.

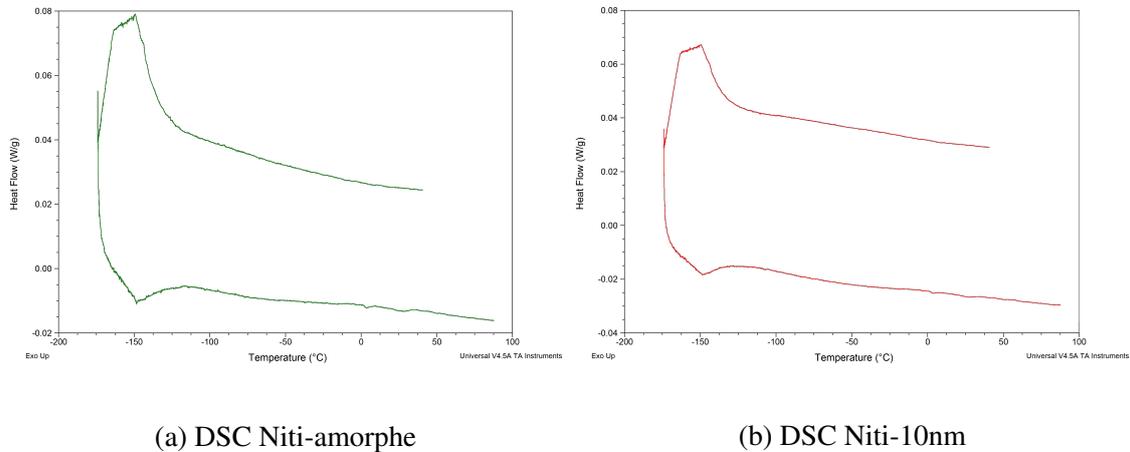


FIGURE 5.11: Mesures DSC des nuances amorphe et 10nm

Malgré l'amplitude thermique, aucun pic caractéristique d'une transformation n'est visible pour les nuances 10nm et amorphe.

Le pic le plus à gauche sur les DSC réalisé par TA est un artefact de la machine, car répétables sur toutes les tailles de grains.

On observe sur les mesures DSC de la nuance 120nm un pic de phase R et un début de pic de martensite comme pour des NiTi à structure macrocristalline. Au chauffage, ces deux pics sont bien visibles. En faisant un cycle $20^{\circ}\text{C} / -50^{\circ}\text{C} / 50^{\circ}\text{C} / 20^{\circ}\text{C}$ on peut dissocier les transformations de la phase R et de la martensite.

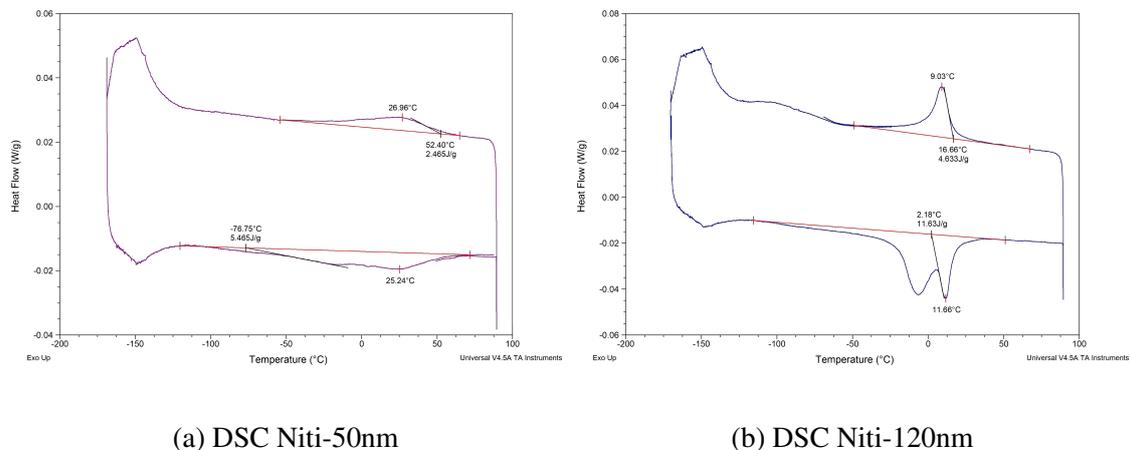


FIGURE 5.12: Mesures DSC des nuances 50nm et 120nm

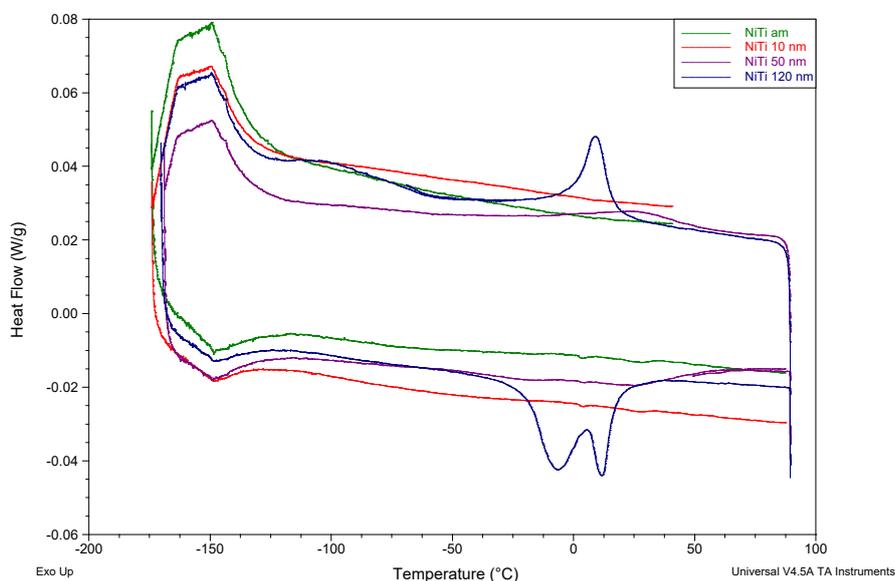


FIGURE 5.13: Comparaison des DSC

Les mesures ainsi effectuées nous permettent de déterminer les grandeurs thermodynamiques suivantes pour la nuance 120nm :

Nuance	$\Delta_h(A \rightarrow R)$	$\Delta_h(R \rightarrow M)$	$T_s^{A \rightarrow R}$	$T_s^{R \rightarrow M}$
120nm	$-28,5 \text{ MJ m}^{-3}$	$-49,6 \text{ MJ m}^{-3}$	$9 \text{ }^\circ\text{C}$	-100°C
$15 \mu\text{m}$	$-40,9 \text{ MJ m}^{-3}$	$-138,12 \text{ MJ m}^{-3}$	$12,5 \text{ }^\circ\text{C}$	$-44,5^\circ\text{C}$

TABLE 5.3: Paramètres thermodynamiques de la nuance 120nm

En résumé

Les mesures DSC réalisées sur les différentes nuances de l'alliage à mémoire de forme montrent des modifications thermodynamiques du comportement. La modification des chaleurs latentes, des températures de début de transformation et des hystérésis. Paramètres nécessaires à la modélisation du comportement mécanique.

2 Caractérisation du comportement mécanique

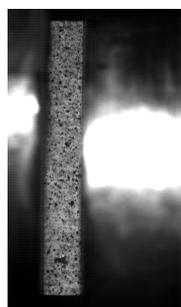
Dans cette partie, nous analysons les résultats expérimentaux obtenus pour les différentes nuances de NiTi grâce aux différents moyens d'essais présentés dans les chapitres précédents. Nous débutons par l'analyse du comportement thermomécanique uni axial des nuances

nanocristallines. Nous étudions ensuite le comportement thermomécanique du nickel titane microcristallin mesuré grâce au banc d'essai présenté dans la partie introductive, adapté à un jeu de barres "classiques". Nous analysons dans une troisième partie le comportement mécanique des nuances nanocristallines mesuré grâce au banc d'essai "4 barres".

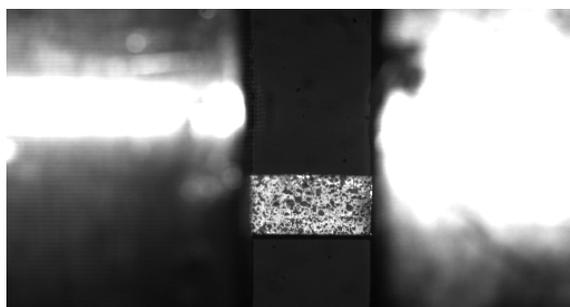
2.1 Essais dynamiques uniaxiaux sur nickel titane nanocristallin

Une série d'essais mécaniques uniaxiaux multi instrumentés a été mise en oeuvre sur les nuances de NiTi nanocristallines. Ces essais nous permettent d'appréhender le comportement et les mécanismes de transformation du matériau étudié. Par confort de lecture, les efforts, contraintes et déplacements seront tracés positivement. Les essais présentés correspondent à des essais de compression uniaxiale.

Bien que classiques, les essais 1D sont délicats à mettre en place, car le brut disponible pour fabriquer les éprouvettes ne permet pas de réaliser des géométries d'éprouvettes de compression uniaxiale très élancées. Nous ne disposons en effet que de plaques laminées d'épaisseur 0,8 mm. On fait le choix de deux géométries d'éprouvettes, l'une de faible dimension dans l'axe de sollicitation de manière à prévenir le flambement que l'on nommera géométrie 1, l'autre de dimension plus importante dans la direction de sollicitation que l'on nommera géométrie 2. L'éprouvette de géométrie 1 (cf. figure 5.14a) présente un ratio "largeur" sur "longueur" de 7,82, la longueur étant définie comme la dimension dans la direction de compression. Ce type de géométrie pose deux problèmes majeurs, bien



(a) Géométrie 1



(b) Géométrie 2

FIGURE 5.14: Géométries des éprouvettes 1D

qu'assurant le non-flambement de l'éprouvette, la contrainte qu'elle permet d'appliquer à l'éprouvette n'est pas purement uniaxiale car les frottements conduisent usuellement à une sollicitation transverse non négligeable. Le deuxième problème rencontré est lié à l'acquisition des images optiques et thermiques, l'éprouvette étant de faible épaisseur devant le diamètre des barres, la distance entre le plan focal de l'éprouvette et celui des barres crée des flous au niveau des interfaces barres / échantillon, dégradant ainsi la qualité de la zone d'étude, déjà petite par ailleurs.

La deuxième géométrie proposée permet de solutionner en partie les problèmes rencontrés précédemment. En gardant une épaisseur de 0,8 mm, on usine des éprouvettes plus

élancées dans le sens de la sollicitation, permettant ainsi une sollicitation unidirectionnelle (cf. figure 5.14b). Les résultats présentés ci-dessous sont ceux réalisés sur les éprouvettes de géométrie 2. La transformation martensitique étant exothermique, on s'attend à observer un dégagement de chaleur au cours de l'essai. On met donc en place une caméra thermique en vision arrière. Les images infra-rouges présentées ont été symétrisées de manière à ce que le sens de la sollicitation soit le même pour les images optiques et thermiques. On observe, en bas de l'image, la barre entrante et, en haut de l'image, la barre sortante. Les figures 5.15c, 5.16c, 5.17c et 5.18c présentent les évolutions temporelles de la contrainte moyenne dans l'échantillon ainsi que de la température. Le calage temporel entre les moyennes de mesures est assurée par l'emploi de la procédure présentée sur la figure 4.5b.

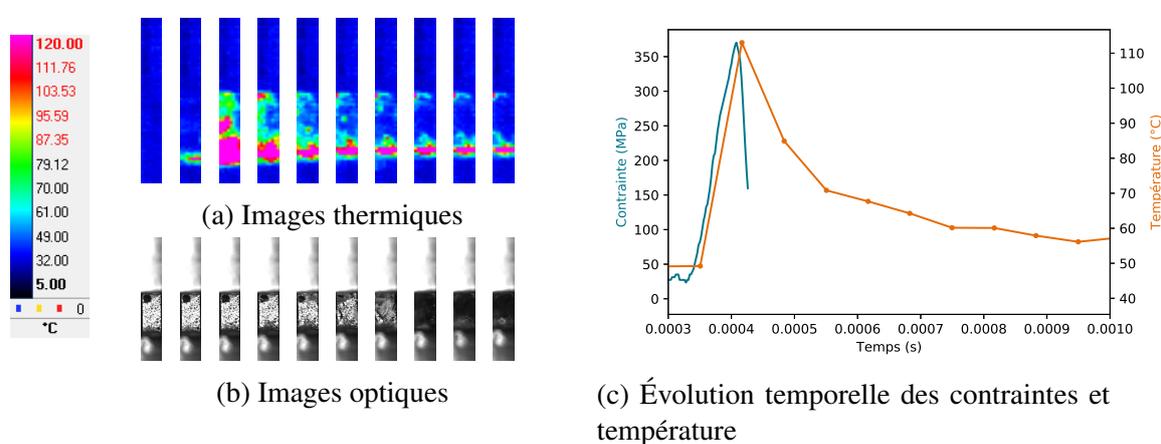


FIGURE 5.15: Niti "amorphe"

Sur les premières images de l'essai, l'échantillon se comprime suivant la direction de sollicitation avant de rompre par flambement. L'évolution de la contrainte est tracée uniquement sur le temps de chargement uni axial, la suite du signal correspondant aux barres qui s'entrechoquent. Cette partie de l'essai n'est pas représentée pour faciliter la lisibilité et n'apporte pas d'informations supplémentaires. On observe sur les images thermiques une élévation importante de la température repérable par les zones rosées sur la figure 5.15b. Les valeurs de cette élévation de température doivent cependant être considérées avec précaution car le facteur d'émissivité des surfaces est probablement altérée en particulier aux interfaces barres / échantillon où le flou de l'image est élevé. En effet, les zones les plus "chaudes" apparaissent lorsque l'échantillon n'est plus en contact avec les barres sur les dernières images. Les mesures ainsi effectuées nous permettent seulement d'estimer un ordre de grandeur de l'élévation de température et donc de la quantité de chaleur émise au cours de l'essai de compression uniaxial. La descente "douce" vers la température initiale observée sur la figure 5.15c n'est donc probablement pas représentative de la température de l'échantillon à cet instant.

On se contentera d'analyser qualitativement les images thermiques et la courbe des

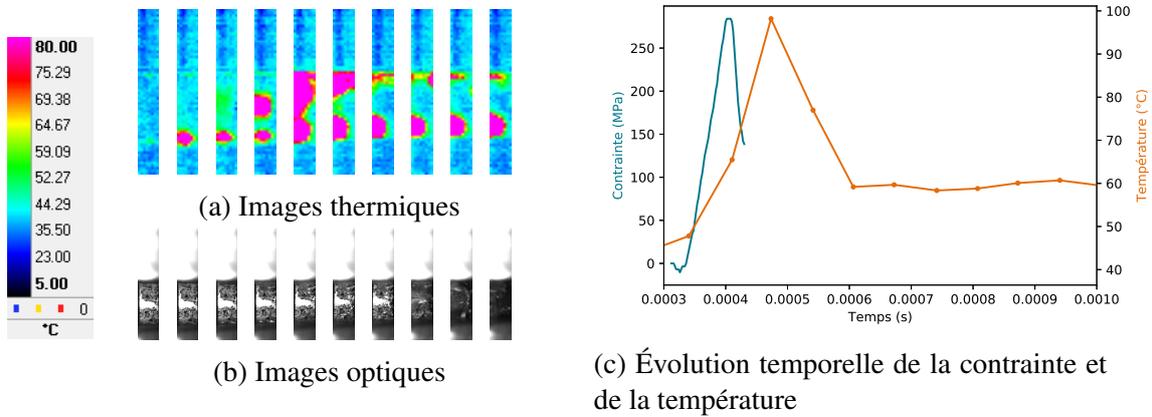


FIGURE 5.16: Niti 10nm

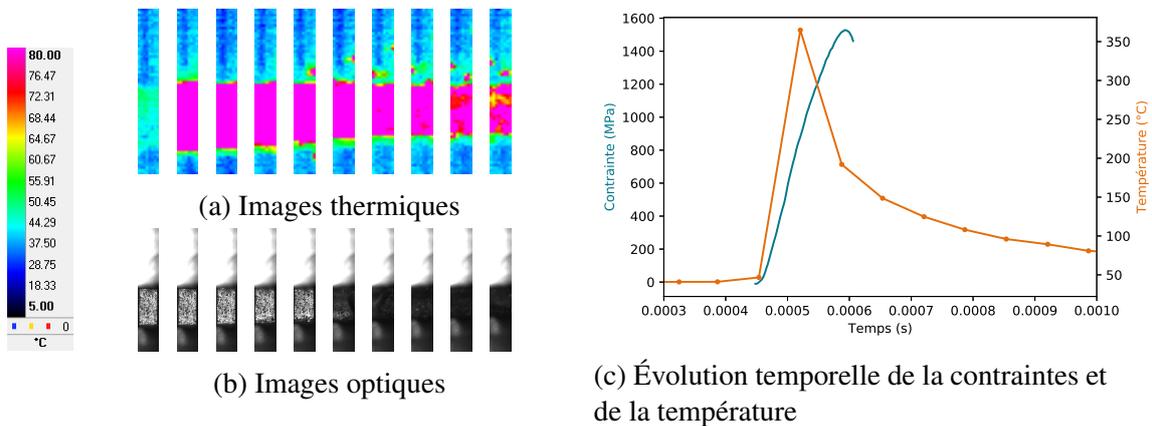


FIGURE 5.17: Niti 50nm

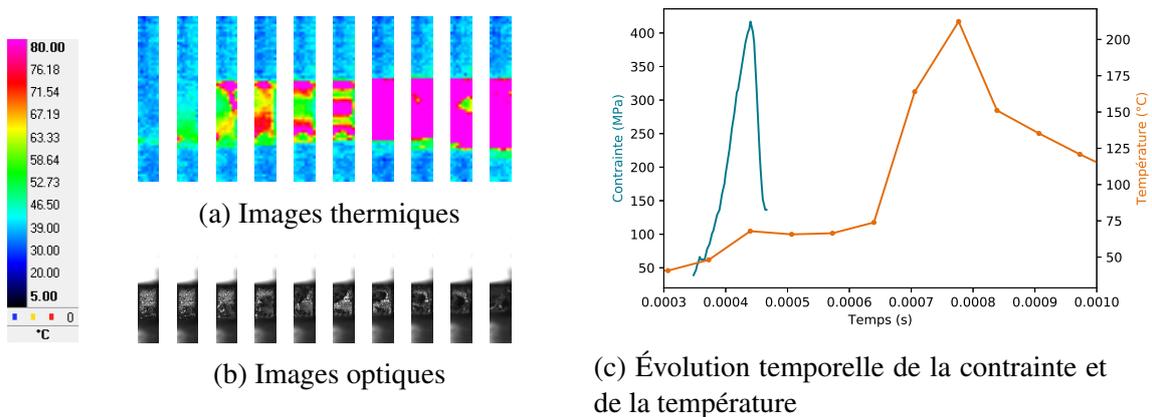


FIGURE 5.18: Niti 120nm

températures moyennes de manière à observer les mécanismes de chauffes liés à la réaction

exothermique et de refroidissement liés à la réaction endothermique. Les niveaux de contraintes atteints avant l'endommagement par flambement ou l'instabilité des interfaces avec les barres ne permettent pas de déterminer le comportement mécanique complet de l'alliage. L'échantillon étant de très faible épaisseur, la surface de contact entre les interfaces et les barres est réduite. Ainsi le moindre déplacement hors axe des barres lié aux jeux dans les paliers a tendance à faire tourner l'échantillon et provoquer sa rupture. Les bruts étant laminés à froid, on relève également une légère courbure dans la largeur de l'échantillon, facilitant le flambement de ces derniers. On constate bien sur les images thermiques un dégagement important de chaleur, indiquant que la transformation martensitique a bien lieu. Les mesures des jauges et de corrélation d'images ne nous permettent cependant pas de tracer le comportement mécanique des différentes nuances de façon complète et satisfaisante.

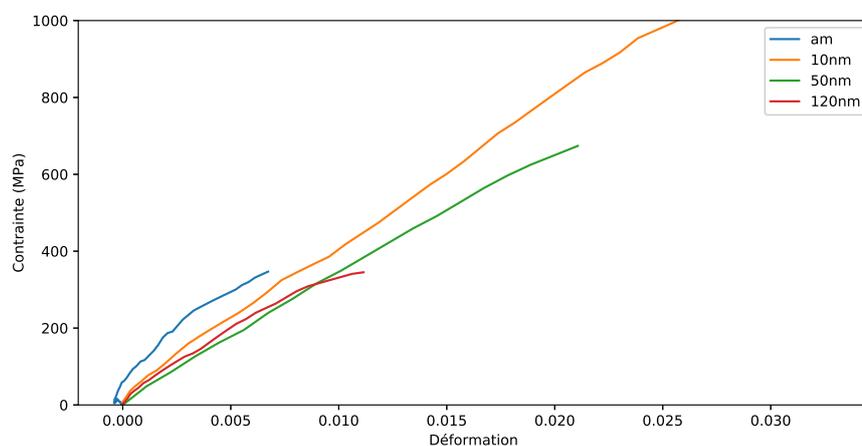


FIGURE 5.19: Comparaison des comportements mécaniques

On réalise une deuxième série d'essais en collant les interfaces barre-éprouvette avec de la résine époxy, de manière à assurer un encastrement et ainsi éviter une rotation de l'échantillon. La figure 5.19 présente les tracés des comportements mécaniques pour les quatre nuances. Les essais des nuances 120nm et amorphes n'atteignent pas la zone de transformation observée en statique, la zone d'élasticité de l'austénite est bien représentée. Bien qu'incomplet pour deux nuances les comportements dans la zone élastique linéaire de l'austénite sont identiques pour les 4 nuances. On observe un durcissement de la pente avec la diminution de la taille de grain. Les nuances 50nm et 10nm ne présentent visiblement pas de transformations bien qu'un dégagement de chaleur soit observé sur les images infrarouges.

2.2 Essais dynamiques biaxiaux sur nickel-titane microcristallin

Des essais de compression biaxiaux ont été réalisés dans un premier temps avec le système mentionné en introduction, adapté sur un banc d'essai uni axial. Ces essais ont

été réalisés sur des éprouvettes de la nuance microcristalline.

2.2.1 Géométrie des éprouvettes

Nous disposons d'un brut sous forme de plaque de 2 mm d'épaisseur pour la fabrication des éprouvettes. Afin d'assurer le bon déroulement d'un essai biaxial, il est nécessaire que les contraintes provenant des deux sollicitations s'exercent dans une même zone, que l'on nommera région d'intérêt (ROI). Il convient en effet que les contraintes et déformations ne soient pas concentrées dans les branches de l'échantillon, contrairement aux essais de caractérisation de la machine où l'on souhaitait ne pas dépendre de l'effet poisson.

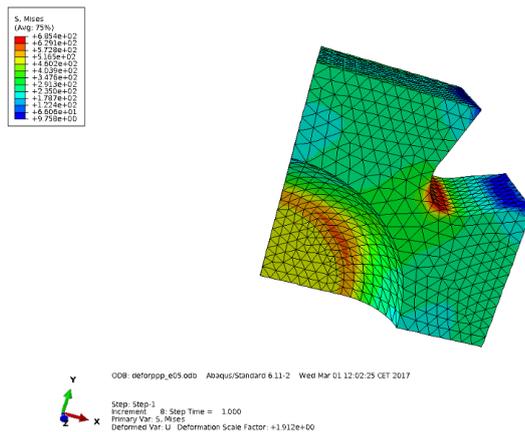


FIGURE 5.20: Modélisation de l'éprouvette

Une modélisation numérique de l'échantillon permet de déterminer la géométrie assurant une telle concentration. Afin de définir cette géométrie, une première étude statique basée sur un comportement matériau attendu (mesuré par X.Chang lors d'un essai de traction quasi statique [Chang, 2020]) permet de valider un ratio d'amincissement pour la ROI. Dans un deuxième temps, une étude dynamique permet de valider cette géométrie en observant notamment les modes de flambement. La figure 5.21 montre bien que la zone amincie au milieu permet la concentration des contraintes. Le congé entre les branches présente également un fort niveau de contraintes, mais ne dégrade a priori pas la qualité du chargement au coeur de l'éprouvette. La géométrie retenue est présentée sur la figure 5.21.

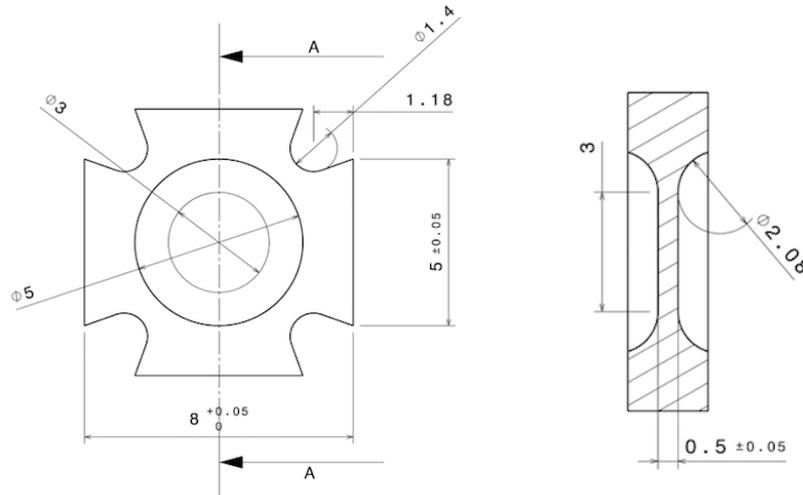


FIGURE 5.21: Géométrie de l'éprouvette 2D

Les formules de Hopkinson permettent de déterminer les efforts, il reste à définir les contraintes dans la ROI qui sont associées à aux conditions limites en efforts. On utilise pour cette détermination un modèle éléments finis élastique linéaire représentatif du comportement du matériau de l'éprouvette. On cherche en particulier à déterminer la matrice de passage \mathbf{m} (équation (5.1)) des efforts appliqués aux contraintes évaluées dans la zone centrale (moyenne sur un disque de 1mm de rayon).

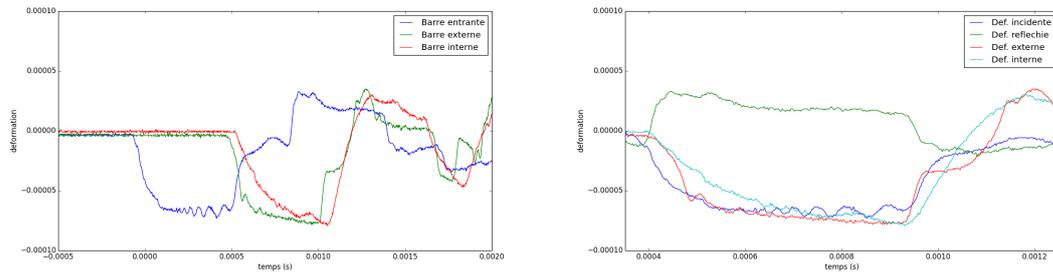
$$\begin{pmatrix} \overline{\sigma_{xx}} \\ \overline{\sigma_{yy}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{12} & m_{11} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} F_x \\ F_y \end{pmatrix} \quad (5.1)$$

On identifie : $m_{11}=0,2941 \text{ mm}^{-2}$ et $m_{12} = -0,0794 \text{ mm}^{-2}$.

2.2.2 Dépouillement des jauges

Les essais sont réalisés en utilisant une vitesse initiale de projectile autour de 1 m/s , ce qui correspond à une pression de $0,48 \text{ bar}$ dans le canon. La température ambiante de la pièce est de $29,5 \text{ }^\circ\text{C}$. Les conditions de synchronisation des différentes sources d'acquisition sont les mêmes que pour le montage uni-axial présenté dans le chapitre précédent.

La fréquence d'échantillonnage de la carte d'acquisition est de 500 KHz , la méthode de dépouillement présentée dans la partie 2.4 permet de calculer les déformations présentées sur la figure 5.22a. Afin de comparer les signaux entre eux, la figure 5.22b présente les signaux recalés temporellement à partir desquels on calcule les efforts et les vitesses aux interfaces barres/montage.



(a) Déformations calculées à partir des tensions des jauges (b) Déformations recalées temporellement

La figure 5.23 présente les vitesses et les efforts dans les barres. La vitesse entrante est supérieure aux deux sortantes aux premiers instants, cela correspond à l'établissement des contacts et à la déformation de l'échantillon. On remarque que les vitesses en régime permanent sont égales.

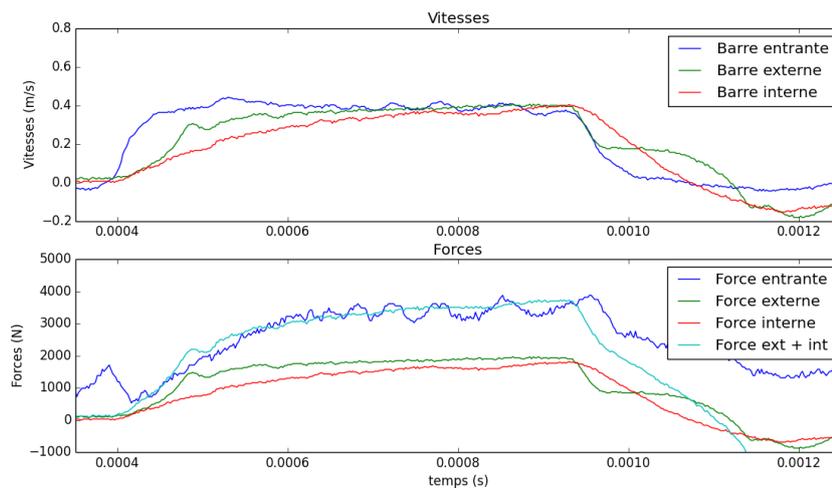


FIGURE 5.23: Vitesses et Forces calculées dans les barres

On vérifie également l'hypothèse d'équilibre des efforts, bien qu'on remarque de manière générale que la mesure sur la barre d'entrée est plus bruitée. L'obtention de la force entrante cumulant les déformations incidente et réfléchie, le bruit a tendance à augmenter.

Plusieurs essais sont réalisés à cette vitesse de manière à vérifier la répétabilité de l'hypothèse d'équilibre et de frottement sur les différents essais. L'essai est retenu au vu de la synchronisation des déformations. Les autres mesures présentent un fort décalage entre le début des déformations suivant les deux axes. Le réglage des jeux et de la lubrification sont en effet délicats. Toute erreur conduit à une désynchronisation des déformations.

2.2.3 Analyse des déformations par corrélation d'images

La capture d'images est réalisée avec la caméra Photron SA5. Une fréquence d'acquisition de 50000Hz a été utilisée afin d'estimer les mouvements de corps rigides et de visualiser toute l'éprouvette au cours de l'essai. La figure 5.24 présente l'image de référence avec les grandeurs caractéristiques. Un pixel correspond à $40 * 10^{-6}m$.

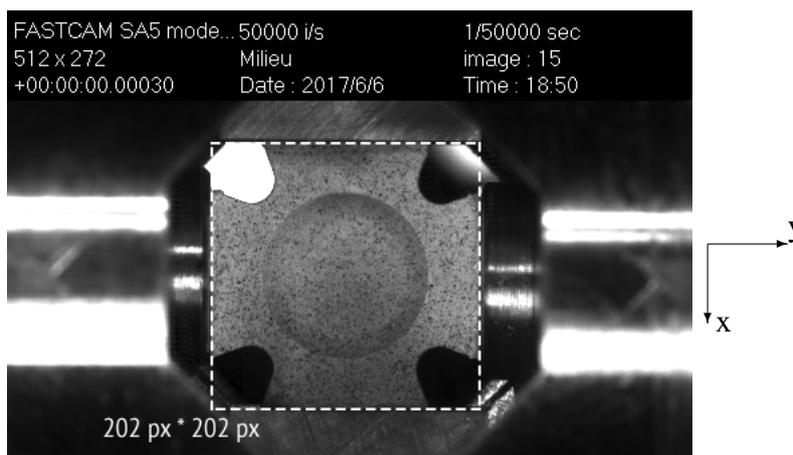


FIGURE 5.24: Image de référence pour la corrélation d'images

La corrélation d'images est réalisée en utilisant un maillage éléments finis dont la taille d'éléments est de 4px, et une longueur de régularisation de 32px. On cherche alors sur 8 éléments à approcher la solution élastique de régularisation. La figure 5.25 donne la déformation moyenne suivant les directions x et y dans la zone utile (ROI), respectivement σ_{xx} et σ_{yy} . Les images de la figure 5.26 présentent les champs de déplacement entre l'image de référence et l'image où la sollicitation est maximale suivant les axes x et y .

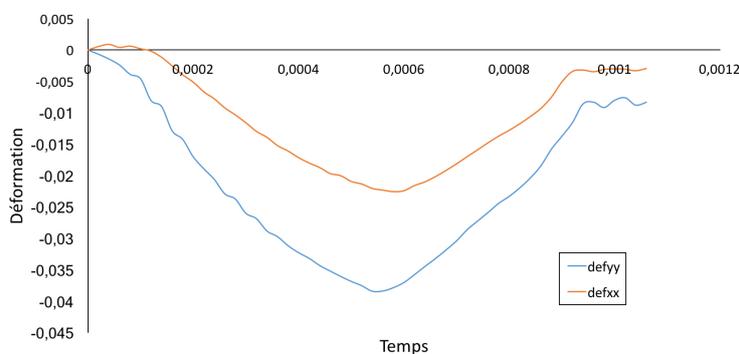


FIGURE 5.25: Déformation suivant x et y au cours du temps

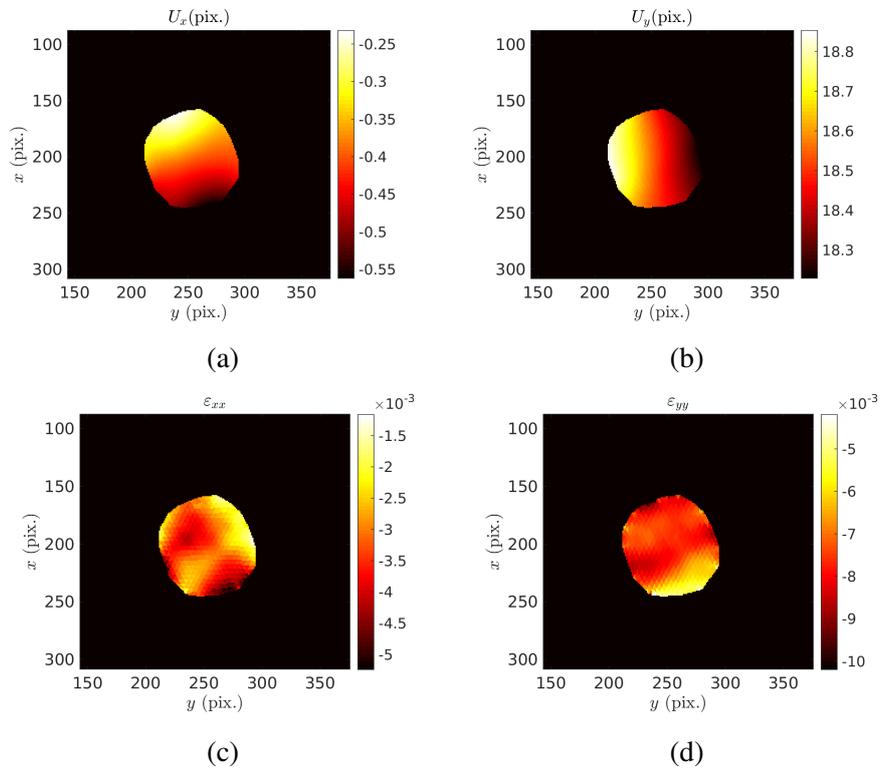


FIGURE 5.26: Champs de déplacement et de déformation suivant x et y au maximum du chargement

2.2.4 Thermique

On utilise donc pour une première série d'essais une zone permettant de visualiser toute l'éprouvette figure 5.27. Avec cette résolution, on dispose de 1000 images par seconde, donc de 2 images pour la totalité de l'essai. L'élévation de température constatée pour cet essai est d'une douzaine de degrés.

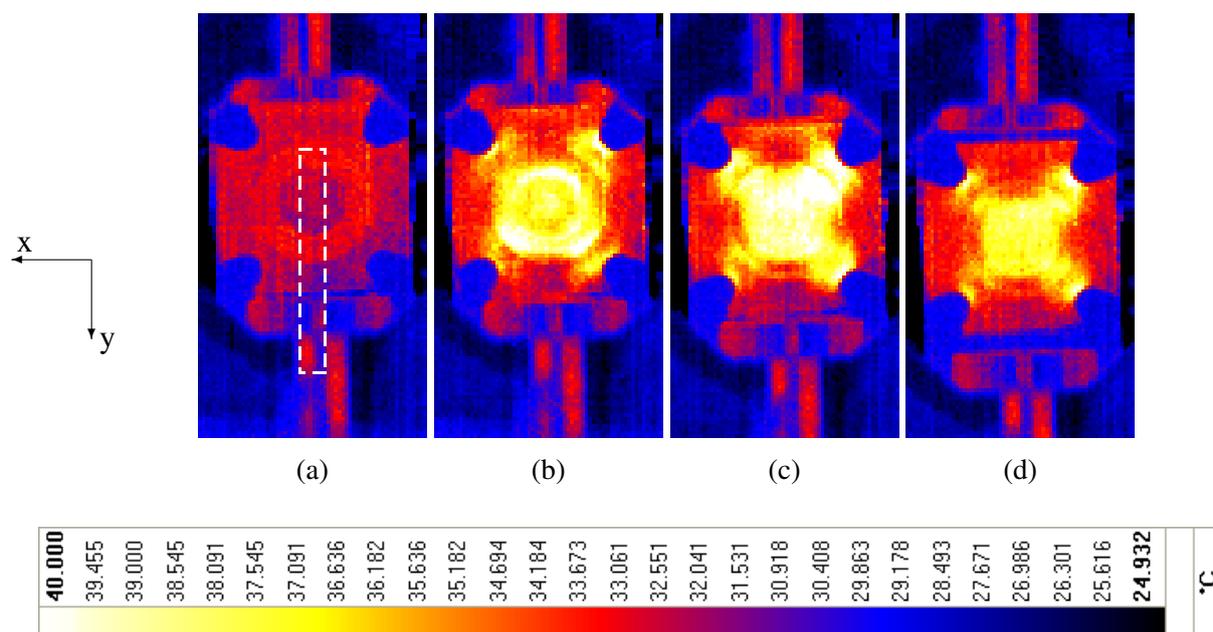


FIGURE 5.27

La zone encadrée sur la figure 5.27 correspond à l'image de $64px \times 8px$ que l'on retient pour le deuxième essai à 15000 Hz. Pour prévoir les effets de corps rigide, on place le centre de l'éprouvette à une extrémité de l'image. Les figures 5.28 et 5.29 montrent l'évolution de la température au cours de l'essai.

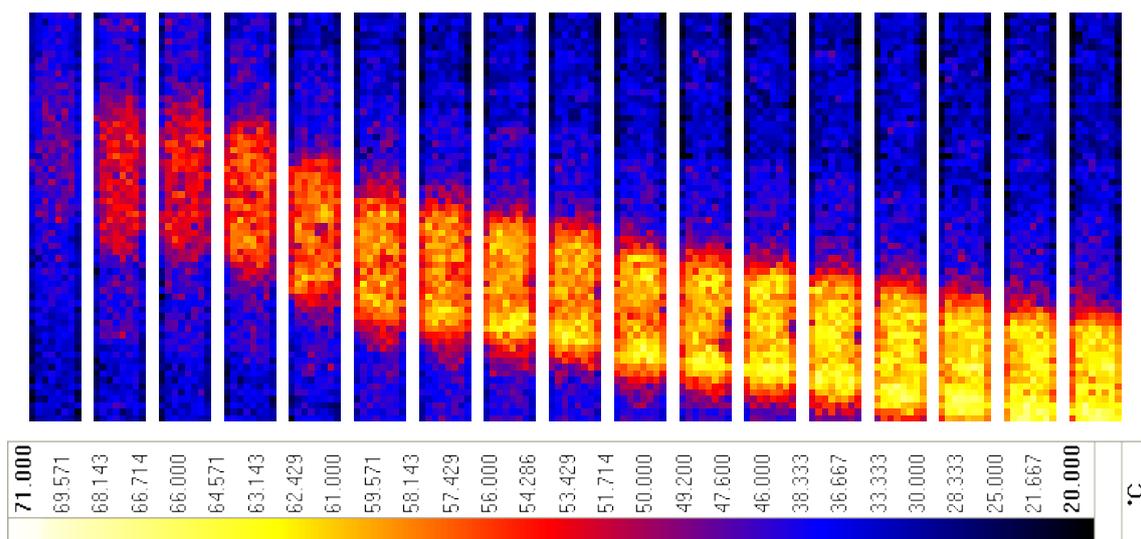


FIGURE 5.28

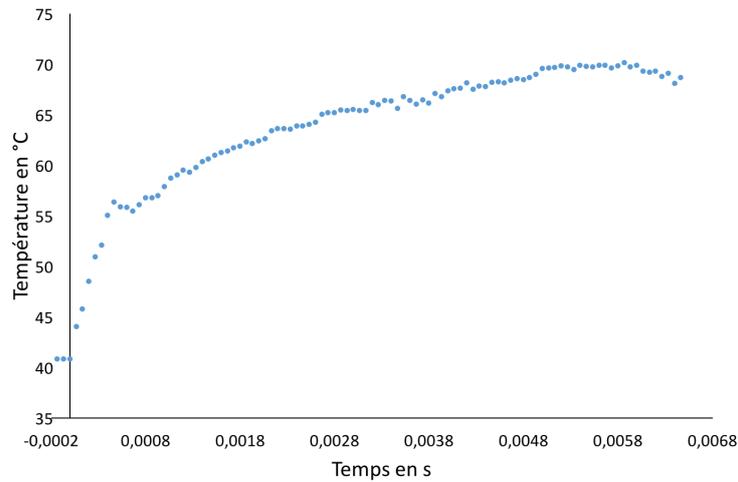


FIGURE 5.29: Mesure de la température moyenne au centre de l'éprouvette

2.2.5 Analyse

On choisit le critère de von Mises pour définir une norme des contraintes et le critère de Levy-Mises pour la norme des déformations (la déformation hors plan n'étant pas connue, elle n'est pas considérée pour le calcul). Le tracé dans le plan contrainte équivalente /déformation équivalente de l'essai est présenté sur la figure 5.30.

$$\sigma_{VM} = \sqrt{\frac{1}{2} \left((\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + \sigma_{xx}^2 + \sigma_{yy}^2 \right)} \quad \text{et} \quad \epsilon_{LV} = \sqrt{\frac{2}{3} (\epsilon_{xx}^2 + \epsilon_{yy}^2)} \quad (5.2)$$

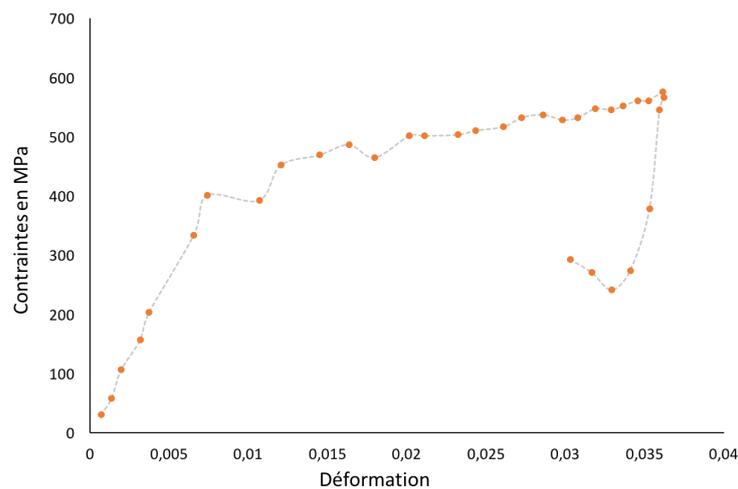


FIGURE 5.30: Courbes déformations / contraintes du NiTi microcristallin

La courbe de comportement du NiTi microcristallin présente un plateau de changement de phase très proche de celui observé en statique. La contrainte seuil de début de

transformation est plus forte que pour un essai quasi statique, en accord avec la littérature à ce sujet. La pente du plateau est également plus raide. Le comportement dynamique de l'AMF semble ainsi bien dicté par l'existence d'une transformation de phase martensitique. L'élévation de température dans la zone centrale le confirme : la variation de température est de l'ordre de 25 °C ce qui, d'après les chaleurs latentes de changements de phases, correspond à l'échauffement théorique de ce type d'AMF en conditions adiabatiques.

On observe cependant que l'échantillon continue de chauffer bien après la fin de l'essai (l'essai dure 0,8 ms). La transformation inverse à la décharge que l'on observe notamment sur la courbe de la figure 5.26 par un retour en déformation est endothermique. La température devrait ainsi diminuer dès le début de la décharge. Ce phénomène peut être lié à un effet thermique de la structure, à une transformation inverse incomplète voire auto accommodante ou à une variation incontrôlée de l'émissivité de la surface de l'échantillon. L'échantillon pivote en effet à la fin de l'essai, le contact entre l'échantillon et le montage étant rompu. Un essai utilisant une fréquence d'échantillonnage de 1000Hz a conduit aux mêmes résultats. Le phénomène paraît donc répétable.

2.3 Essais dynamiques biaxiaux sur nickel-titane nanocristallin

Une série d'essais utilisant le système 4 barres a été réalisée avec des échantillons d'AMF nano cristallin. Nous utilisons pour cela le protocole expérimental et les moyens d'essais décrits dans le chapitre précédent. Les bruts disponibles pour la réalisation des éprouvettes sont les mêmes que pour les essais uniaxiaux et les dimensions imposées par la machine sont plus strictes. Une étude similaire à celle menée pour les essais sur la nuance microcristalline permet de fixer la géométrie de l'éprouvette. Le ratio entre épaisseur nominale et zone centrale amincie est le même que pour l'éprouvette microcristalline. Les coefficients de la matrice de concentration de contrainte \mathbf{m} ont été réévalués après simulation numérique par éléments finis. On trouve : $m_{11} = 0,73375 \text{ mm}^{-2}$ et $m_{12} = -0,185375 \text{ mm}^{-2}$.

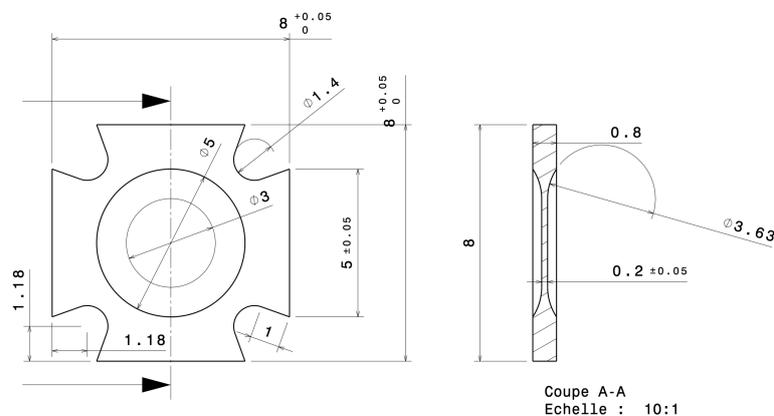


FIGURE 5.31: Géométrie de l'éprouvette 2D

Par corrélation d'images numériques, on réalise un calcul de déformation sur la totalité de l'éprouvette de manière à valider la concentration des contraintes. On trace la déformation maximale dsur toute le surface de l'éprouvette sur la figure 5.32.

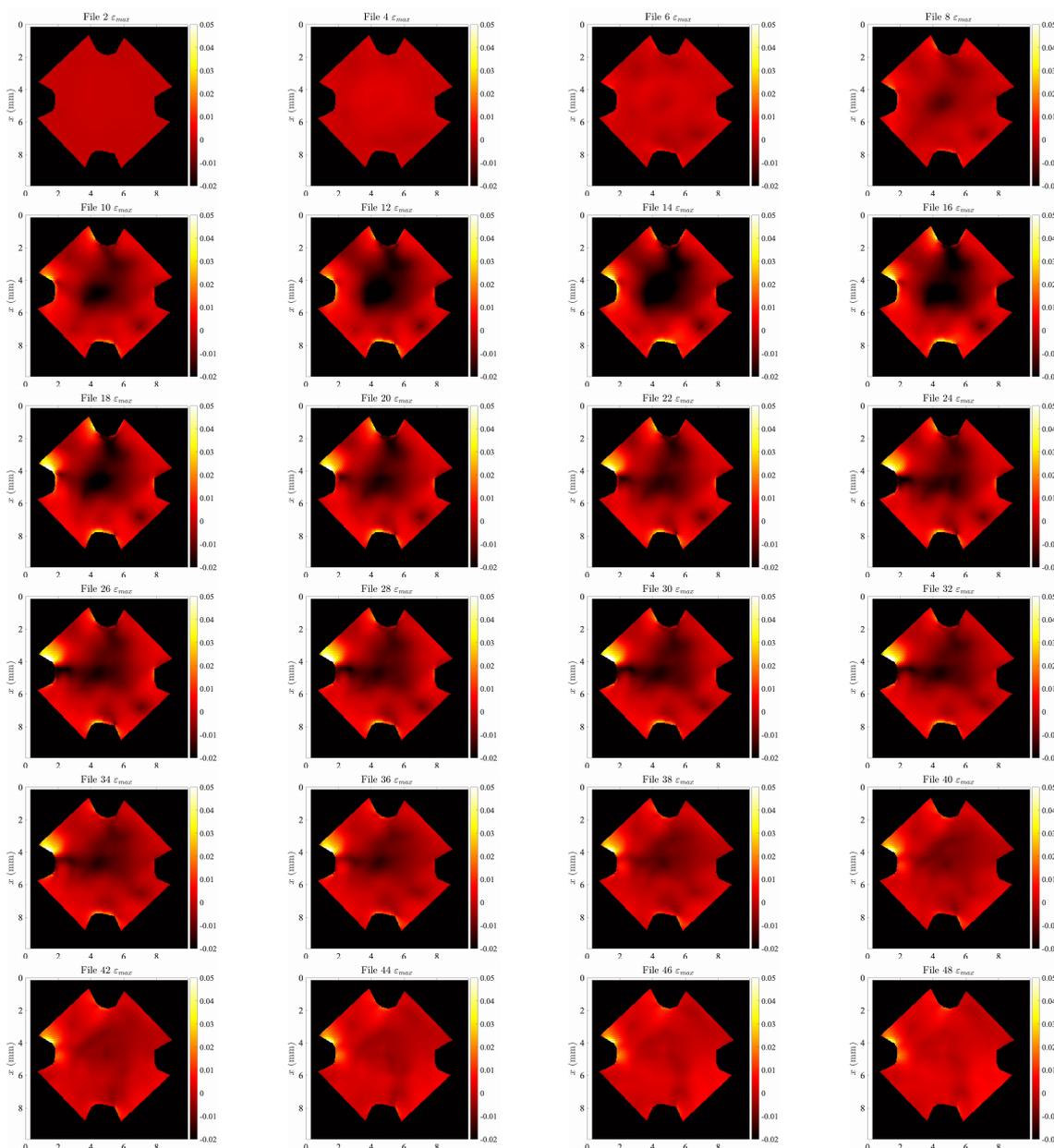


FIGURE 5.32: Champs de déformations sur l'éprouvette au cours du temps

La figure 5.32 présente les déformations maximales calculées par DIC avec une régularisation mécanique de 10 fois la taille de l'élément du maillage (La taille des éléments est de 4px et la régularisation est faite sur 40px). On remarque que les déformations sont bien localisées dans la ROI. En regardant les champs ϵ_{xx} et ϵ_{yy} , on est en mesure de déterminer

l'intensité de la déformation de l'éprouvette. Le tracé de la figure 5.33 présente les comportements mécaniques en contrainte et déformation équivalente de von Mises pour trois nuances de *NiTi*. La nuance 120nm présente une contrainte seuil proche de celle que l'on peut obtenir en quasi statique, cependant le plateau de transformation est plus raide. Le durcissement du comportement mécanique du plateau de transformation que l'on pourrait observer sur les alliages à plus gros grains est également visible sur ces essais. La nuance 120nm se comporte donc mécaniquement comme une nuance à grains micro cristallins. Les tracés des comportements mécaniques des nuances 50nm et amorphe ne présentent pas de transformations. Ce résultat avait également été observé en statique.

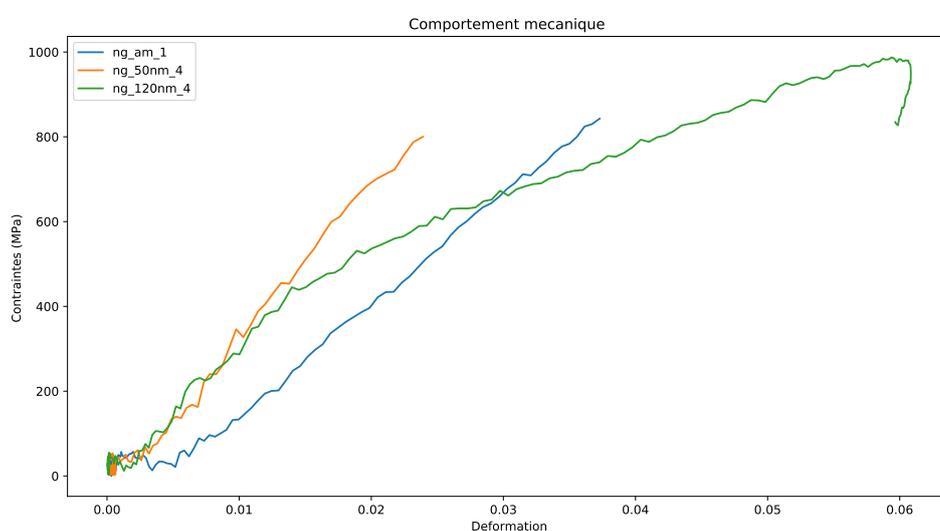


FIGURE 5.33: Comportement mécanique équivalent de Von-Mises pour 3 nuances

3 Conclusion

Bien que difficile à réaliser les essais mécaniques dynamiques sur les 4 nuances de nickel titane nanocristallin ont permis une première observation de leur comportement dynamique. Il ne nous est toutefois pas possible d'accéder à des résultats quantitatifs. La figure 5.34 superpose pour les trois nuances, amorphe, 50nm et 120nm les comportements mécaniques 1D et 2D normalisés par le critère de von Mises. L'échantillon amorphe présente un comportement élastique linéaire simple en 1D comme en 2D. Les modules d'élasticité sont comparables d'un échantillon à l'autre. Les modules d'élasticité des nuances 50nm et 120nm ont tendance à être plus élevés en 2D qu'en 1D.

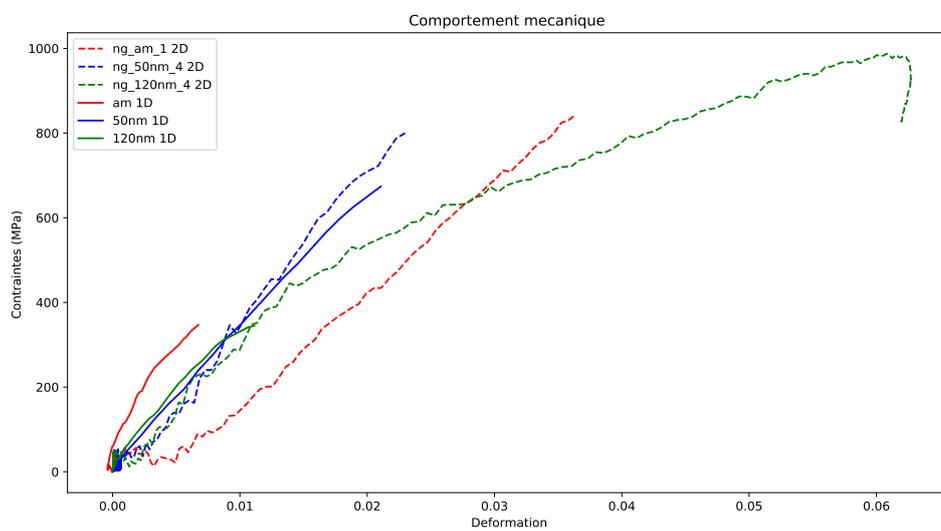


FIGURE 5.34: Comportement mécanique équivalent de Von-Mises pour trois nuances

Modélisation multiéchelle du nickel titane

Chapitre

6

Sommaire

1	Modèle multiéchelle et grandeurs caractéristiques	124
1.1	Le modèle multiéchelle [chang <i>et al.</i> , 2020]	124
1.2	Déformations de transformation des variantes	129
1.3	Grandeurs thermodynamiques	132
1.4	Identification du volume statistique V_0	134
2	Transformations de phase sous chargement thermique	135
2.1	Principe de la simulation d'une DSC par le modèle multiéchelle	135
2.2	Prise en compte de l'effet de la taille des grains	136
2.3	Simulation des cycles DSC	141
3	Compression uniaxiale et multiaxiale du NiTi nanocristallin	141
3.1	Simulation quasi statique uniaxiale	142
3.2	Simulation dynamique uniaxiale	143

1 Modèle multiéchelle et grandeurs caractéristiques ■

D'une manière générale, trois approches sont proposées pour décrire le comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme. Premièrement, le comportement thermomécanique macroscopique peut être obtenu dans le cadre des matériaux standard généralisés en utilisant une fraction volumique moyenne de martensite et la déformation moyenne de transformation associée comme variables internes [Boyd et Lagoudas, 1996], [Liang et Rogers, 1997], [Lexcellent *et al.*, 2002]. Cette approche est macroscopique mais les lois obtenues sont en général cohérentes avec la thermodynamique et les observations expérimentales. Les lois d'évolution sont cependant la plupart du temps empiriques et ces modèles ne peuvent pas rendre compte de l'évolution de la microstructure pendant le chargement. L'extension au chargement multiaxial nécessite de nouveaux paramètres et une identification minutieuse des seuils de transformation. La seconde approche considère la transformation de phase à l'échelle du monocristal via une modélisation appropriée et utilise un changement d'échelle pour dériver le comportement macroscopique. Le modèle local fait souvent appel à un processus de minimisation de l'énergie interne. Cette approche suppose une compréhension plus fondamentale de la nature des phénomènes [Patoor *et al.*, 2006], [Sun et He, 2008] et [Maynadier *et al.*, 2011]. La troisième approche est un mélange entre les deux précédentes. Elle vise plus particulièrement à décrire les phénomènes d'hystérésis en adoptant le concept de force motrice thermodynamique, agissant à la frontière entre deux phases ou sur un assemblage de variantes [Lagoudas *et al.*, 2006], [Chang, 2020]. La force doit surmonter une barrière de germination pour qu'une transformation se propage.

Au cours de leurs thèses de doctorat réalisées au LMT, A.Maynadier, M.D.Fall puis X.Chang [Maynadier, 2012][Fall, 2017][Chang, 2020] ont participé au développement d'une approche originale de modélisation basée sur la deuxième méthode et aboutissant à la troisième [Chang, 2020]. Cette modélisation est retenue et les résultats sont comparés aux résultats expérimentaux. Nous nous focalisons dans ce chapitre sur le matériau nanocristallins, dont les constantes matériau diffèrent a priori des constantes du NiTi microcristallins. Nous proposons également une méthode de prise en compte de la taille des grains.

1.1 Le modèle multiéchelle [chang *et al.*, 2020]

L'organisation des échelles est illustrée figure 6.1, de l'échelle des variantes à celle du volume élémentaire représentatif (VER). L'idée de l'approche multiéchelle est d'utiliser la fraction volumique de la variante i au temps t dans une phase ϕ ($f_i^\phi(t)$) ou un grain g ($f_i^g(t)$) pour décrire les quantités physiques à différentes échelles et instants par des opérations de moyenne appropriées. Une approche multi-échelle suppose par contre une *localisation* appropriée du chargement, puis une *homogénéisation* des grandeurs issues du calcul. Ces étapes sont fortement simplifiées dans ce qui suit puisque nous utilisons une hypothèse de chargement homogène à l'échelle du VER (température et contrainte).

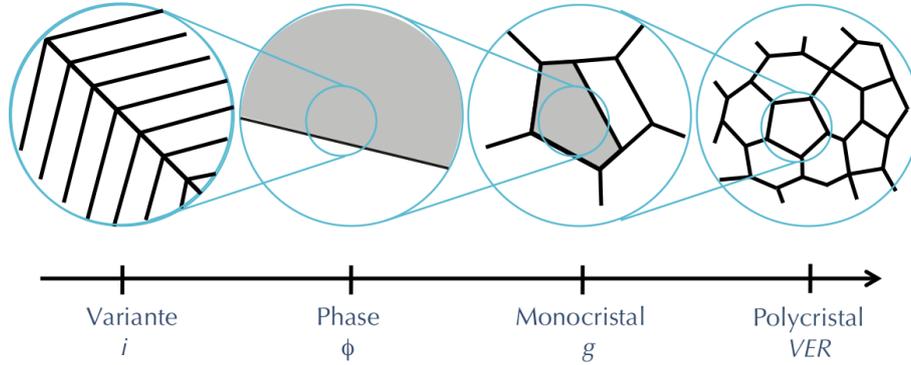


FIGURE 6.1: Echelles impliquées dans la modélisation multi-échelle des AMF : de l'échelle des variantes à celle du polycristal.

Dans ce qui suit, un monocristal ou grain g est supposé composé de plusieurs phases ϕ (austénite, martensite, etc.). Ci-après, i désigne une variante signifiant qu'une phase ϕ peut être composée de différentes variantes i en fonction de la symétrie cristalline. i est l'échelle la plus basse. Un monocristal peut contenir n différentes variantes i au total (somme de toutes les variantes dans toutes les phases) : $i = 1, 2, \dots, n$. L'austénite est ainsi composée d'une seule variante fortement symétrique, la martensite composée de 12 variantes et la phase R comporte 4 variantes.

On caractérise chaque variante i par son énergie libre de Gibbs (6.1) composée d'une énergie thermo-chimique ($g_i^t(T)$), d'une énergie mécanique ($g_i^m(\boldsymbol{\sigma})$) et d'une énergie thermo-mécanique $g_i^{tm}(T, \boldsymbol{\sigma})$.

$$g_i(T, \boldsymbol{\sigma}) = g_i^t(T) + g_i^m(\boldsymbol{\sigma}) + g_i^{tm}(T, \boldsymbol{\sigma}) \quad (6.1)$$

avec :

$$g_i^t(T) = h(i) - s_0(i)T(i) + \rho(i)c_p(i) \left[T(i) - T_0(i) - T(i) \ln \left(\frac{T(i)}{T_0(i)} \right) \right] \quad (6.2)$$

$$g_i^m(\boldsymbol{\sigma}) = -\frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma}(i) : \mathbb{C}^{-1}(i) : \boldsymbol{\sigma}(i) - \boldsymbol{\sigma}(i) : \boldsymbol{\varepsilon}_{tr}(i)$$

$$g_i^{tm}(T, \boldsymbol{\sigma}) = -\frac{\alpha_v(i)}{3} (T(i) - T_0(i)) tr(\boldsymbol{\sigma}(i))$$

où :

- $T(i)$ et $\boldsymbol{\sigma}(i)$ indiquent les chargements en température et contrainte à l'échelle de la variante i ;
- $h(i)$, $s_0(i)$, $T_0(i)$, $\rho(i)$ et $c_p(i)$ sont respectivement, la densité volumique d'enthalpie, d'entropie à la température de référence T_0 , la masse volumique et la capacité calorifique spécifique de la variante i ;

- $\mathbb{C}(i)$, $\boldsymbol{\varepsilon}_{tr}(i)$ et $\alpha_v(i)$ sont respectivement, le tenseur d'élasticité, la déformation libre de transformation, et le coefficient de dilatation volumique de la variante i ;
- $tr(\boldsymbol{\sigma})$ désigne la trace du tenseur des contraintes.

Les principales simplifications utilisées dans ce qui suit concernent le chargement et certaines propriétés. Nous considérerons que :

- la contrainte est homogène sur le VER, conduisant à : $\boldsymbol{\sigma}(i) = \boldsymbol{\sigma}$, le tenseur des contraintes macroscopique (approche de Reuss pour le milieu homogénéisé);
- la température est homogène sur le VER, conduisant à : $T(i) = T$;
- la rigidité, la masse volumique et la capacité calorifique spécifique sont considérés comme identiques pour toutes les phases et variantes : $\mathbb{C}(i) = \mathbb{C}$, $\rho(i) = \rho$ et $c_p(i) = c_p$.
- les effets dûs à la dilatation sont considérés négligeables devant les autres quantités : soit $\alpha_v(i) \simeq 0$.

La densité d'énergie libre de Gibbs s'exprime donc à une constante près selon :

$$\mathfrak{g}_i(T, \boldsymbol{\sigma}) = h(i) - s_0(i)T - \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\varepsilon}_{tr}(i) \quad (6.3)$$

Une approche stochastique de ce problème a été proposée dans la thèse de X.Chang (en considérant qu'un volume unité de variante i est très petit devant la taille d'une variante physique ou d'un grain du polycristal). Il a pu être montré qu'à l'équilibre thermodynamique, la fraction volumique f_i de variante i peut être décrit par une loi de Boltzmann (6.4).

$$f_i = \frac{\exp(-\frac{V_0}{kT} \mathfrak{g}_i)}{\sum_{i=1}^n \exp(-\frac{V_0}{kT} \mathfrak{g}_i)} \quad (6.4)$$

où V_0 désigne un volume statistique au sein duquel la fraction de variantes est calculée. k est la constante de Boltzmann ($k = 1,38064852 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2 \text{ kg s}^{-2} \text{ K}^{-1}$).

Une variante de cette fonction, proposée dans la thèse de M.D.Fall [Fall, 2017], permet de différencier les cinétiques de transformation de phase dans le cas de transformations successives. Considérant que la variante $i = 1$ correspond à la variante unique d'austénite, l'équation suivante permet de calculer la fraction de l'ensemble des variantes i :

$$f_i = \frac{\sum_{i=2}^n \exp(-\frac{V_0}{kT} \mathfrak{g}_i)}{\sum_{i=1}^n \exp(-\frac{V_0}{kT} \mathfrak{g}_i)} \frac{\exp(-\frac{V'_0}{kT} \mathfrak{g}_i)}{\sum_{i=2}^n \exp(-\frac{V'_0}{kT} \mathfrak{g}_i)} \quad (6.5)$$

Cette fonction utilise deux volumes statistiques (V_0 et V'_0) au lieu d'un seul, ce qui donne plus de liberté au modèle. La condition $V_0 = V'_0$ permet de retrouver la formulation initiale.

A partir de l'une ou l'autre de ces estimations, il est possible de calculer naturellement la fraction de chaque phase au sein d'un grain (6.6) ou au sein du VER (6.7) :

$$f_\phi = \sum_{i=1}^{n_\phi} f_i \quad (6.6)$$

n_ϕ indique le nombre de variantes d'une même phase ϕ .

$$f_\phi^{VER} = \frac{1}{n_g} \sum_{g=1}^{n_g} f_g f_\phi^g \quad (6.7)$$

n_g indique le nombre de grains du VER et f_g leur fraction volumique, à prendre en compte si chaque cristal n'a pas un poids équivalent. Cette deuxième formule correspond à une moyenne. Ces relations s'appliquent pour l'austénite, la phase R et la martensite.

Prise en compte de l'hystérésis

Le modèle multiéchelle utilisant la formule de Boltzmann est un modèle réversible par essence puisqu'il prétend définir les phases et variantes "à l'équilibre" lorsque le matériau est soumis à un chargement extérieur. Ce modèle ne peut donc pas représenter le comportement hystérétique cyclique quel qu'il soit. X. Chang dans sa thèse a montré que la solution de Boltzmann est une solution particulière d'une approche stochastique plus globale, approche permettant de rendre compte assez naturellement des phénomènes d'hystérésis, en particulier quand les transformations sont incomplètes [Chang, 2020], [chang *et al.*, 2020]. Nous n'adopterons cependant pas cette stratégie. Une approche plus simple permet de reproduire l'effet d'hystérésis dans une situation de transformation complète [Fall, 2017]. Il suffit d'introduire dans le bilan des énergies une constante additionnelle L_g . Ce terme est homogène à une enthalpie et peut être interprété comme le potentiel supplémentaire requis pour autoriser la germination d'une phase dans une autre.

Passage à l'échelle du VER - calcul des déformations

L'entropie et les déformations peuvent être considérées comme les grandeurs de sortie du modèle. Contrainte et température étant homogènes, de simples moyennes permettent de calculer entropie et déformation de transformation à l'échelle du grain puis du VER. Seules les déformations nous sont utiles. Les déformations de transformation à l'échelle du grain et du VER sont données par :

$$\boldsymbol{\epsilon}_{tr}^g = \sum_{i=1}^n f_i \boldsymbol{\epsilon}_{tr}(i) \quad (6.8)$$

$$\boldsymbol{\epsilon}_{tr}^{VER} = \frac{1}{n_g} \sum_{g=1}^{n_g} f_g \boldsymbol{\epsilon}_{tr}^g \quad (6.9)$$

La prise en compte de la déformation élastique peut se faire à tout moment. Elle s'écrit à l'échelle du grain et du VER selon :

$$\boldsymbol{\epsilon}_e^g = \mathbb{C}_g^{-1} : \boldsymbol{\sigma} \quad (6.10)$$

$$\boldsymbol{\epsilon}_e^{VER} = \frac{1}{n_g} \sum_{g=1}^{n_g} f_g \boldsymbol{\epsilon}_e^g \quad (6.11)$$

L'indice g du tenseur d'élasticité rappelle que ce calcul est réalisé à l'échelle du grain (le milieu étant supposé cubique et non isotrope, l'expression du tenseur change avec l'orientation du cristal).

La déformation totale s'obtient par simple addition des déformations élastique et de transformation (grâce à l'hypothèse de contrainte homogène).

$$\boldsymbol{\epsilon}^g = \boldsymbol{\epsilon}_e^g + \boldsymbol{\epsilon}_{tr}^g \quad (6.12)$$

$$\boldsymbol{\epsilon}^{VER} = \boldsymbol{\epsilon}_e^{VER} + \boldsymbol{\epsilon}_{tr}^{VER} \quad (6.13)$$

Même de structure simple, le modèle multiéchelle nécessite l'identification de plusieurs paramètres et la connaissance de données sur la distribution en grains. Les données dont nous devons disposer sont les suivantes :

- Le VER : il s'agit d'un fichier d'angles d'Euler issues des mesures EBSD (voir chapitre 2). Nous utilisons pour le calcul 110 orientations représentatives de la texture (voir figure 5.3). Ces données sont prélevées dans un fichier de mesure EBSD (filtrage par position et indice de confiance). La figure 6.2 montre les figures de pôles de pôles $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ discrètes associées au fichier d'orientations utilisé ;

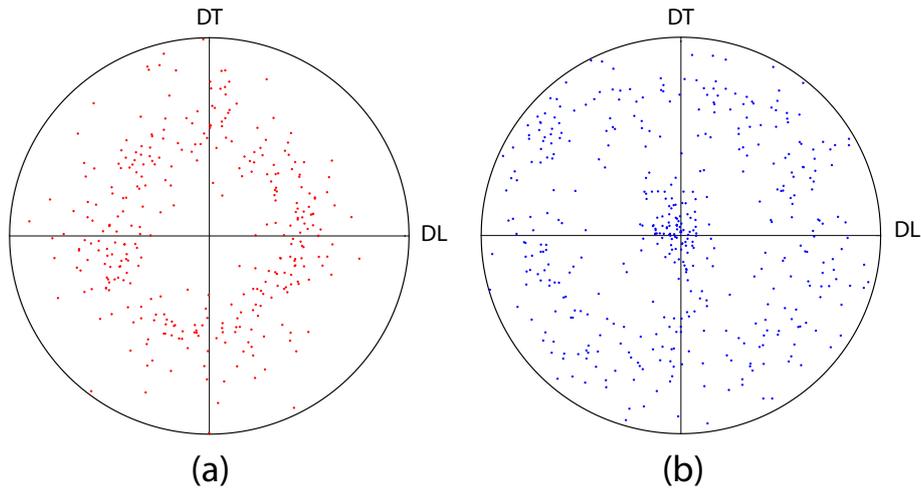


FIGURE 6.2: Figures de pôles discrètes $\langle 100 \rangle$ (a) et $\langle 111 \rangle$ (b) associées au fichier d'orientations utilisé pour la modélisation constituant le VER.

- Les tenseurs de déformation de transformation de chaque variante $\boldsymbol{\epsilon}_{tr}(i)$ doivent également être connues. Leur calcul fait l'objet de la section suivante ;
- Les densités d'enthalpie et entropie de chacune des phases (ces quantités sont les mêmes pour toutes les variantes d'une phase), ainsi que la densité d'enthalpie de germination doivent également être estimées. Leur valeur est généralement issue d'un post-traitement des mesures de DSC présentées au chapitre 2. Nous traiterons par la suite la méthode utilisée pour leur identification.

1.2 Déformations de transformation des variantes

La transformation martensitique est une transformation géométrique de la maille cristalline. Lors de la transformation de l'austénite vers la martensite, la maille rencontre différents états que l'on peut séparer en deux grandes phases. Une première transformation de la variante d'austénite (cubique) vers l'une des quatre variantes de phase R (rhomboédrique) orientées. Dans un second temps, d'une variante de phase R vers une des 12 variantes de martensite (monoclinique) orientées elles aussi. La figure 6.3 présente la transformation d'une maille d'austénite cubique à gauche vers une variante de martensite monoclinique à droite.

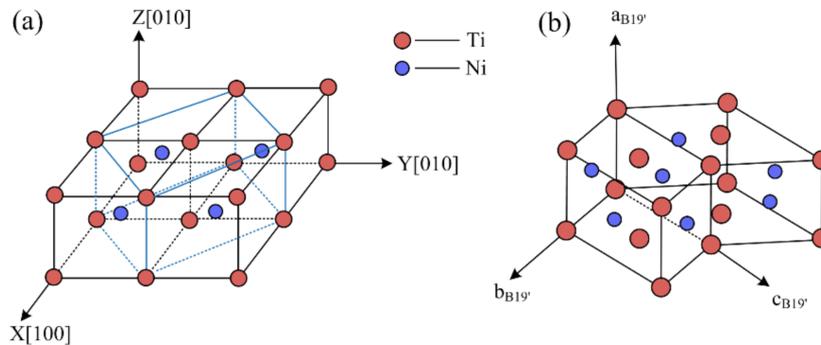


FIGURE 6.3: Caractérisation des mailles cristallines (a) maille cubique (B2) et (b) maille monoclinique (B19'), d'après [Wang, Man *et al.*, 2018]

On définit les matrices de bains U_i d'une variante i [Bhattacharya, 2003] définissant le passage de la configuration initiale à la configuration déformée pour chacune des variantes. Tel que :

$$\vec{r}_i = U_i \vec{r}_0 \quad (6.14)$$

Le tableau 6.1 regroupe les matrices de bain U_i caractérisant le passage de la structure austénitique aux variantes de martensite. Les valeurs des composantes des matrices sont

$$\begin{aligned}
U_1 &= \begin{pmatrix} \gamma & \varepsilon & \varepsilon \\ \varepsilon & \alpha & \delta \\ \varepsilon & \delta & \alpha \end{pmatrix} & U_2 &= \begin{pmatrix} \gamma & -\varepsilon & -\varepsilon \\ -\varepsilon & \alpha & \delta \\ -\varepsilon & \delta & \alpha \end{pmatrix} & U_3 &= \begin{pmatrix} \gamma & -\varepsilon & \varepsilon \\ -\varepsilon & \alpha & -\delta \\ \varepsilon & -\delta & \alpha \end{pmatrix} \\
U_4 &= \begin{pmatrix} \gamma & \varepsilon & -\varepsilon \\ \varepsilon & \alpha & -\delta \\ -\varepsilon & -\delta & \alpha \end{pmatrix} & U_5 &= \begin{pmatrix} \alpha & \varepsilon & \delta \\ \varepsilon & \gamma & \varepsilon \\ \delta & \varepsilon & \alpha \end{pmatrix} & U_6 &= \begin{pmatrix} \alpha & -\varepsilon & \delta \\ -\varepsilon & \gamma & -\varepsilon \\ \delta & -\varepsilon & \alpha \end{pmatrix} \\
U_7 &= \begin{pmatrix} \alpha & -\varepsilon & -\delta \\ -\varepsilon & \gamma & \varepsilon \\ -\delta & \varepsilon & \alpha \end{pmatrix} & U_8 &= \begin{pmatrix} \alpha & \varepsilon & -\delta \\ \varepsilon & \gamma & -\varepsilon \\ -\delta & -\varepsilon & \alpha \end{pmatrix} & U_9 &= \begin{pmatrix} \alpha & \delta & \varepsilon \\ \delta & \alpha & \varepsilon \\ \varepsilon & \varepsilon & \gamma \end{pmatrix} \\
U_{10} &= \begin{pmatrix} \alpha & \delta & -\varepsilon \\ \delta & \alpha & -\varepsilon \\ -\varepsilon & -\varepsilon & \gamma \end{pmatrix} & U_{11} &= \begin{pmatrix} \alpha & -\delta & \varepsilon \\ -\delta & \alpha & -\varepsilon \\ \varepsilon & -\varepsilon & \gamma \end{pmatrix} & U_{12} &= \begin{pmatrix} \alpha & -\delta & -\varepsilon \\ -\delta & \alpha & \varepsilon \\ -\varepsilon & \varepsilon & \gamma \end{pmatrix}
\end{aligned}$$

TABLE 6.1: Matrices de bain U_i caractérisant le passage de la structure austénitique aux variantes de martensite.

calculées à partir des paramètres de mailles :

$$\begin{aligned}
\gamma &= \frac{a(\sqrt{2}a + c \sin \beta_M)}{a_0 \sqrt{2a^2 + c^2 + 2\sqrt{2}ac \sin \beta_M}} \\
\varepsilon &= \frac{ac \cos \beta_M}{\sqrt{2}a_0 \sqrt{2a^2 + c^2 + 2\sqrt{2}ac \sin \beta_M}} \\
\alpha &= \frac{1}{2\sqrt{2}a_0} \left(\frac{c(c + \sqrt{2}a + \sin \beta_M)}{\sqrt{2a^2 + c^2 + 2\sqrt{2}ac \sin \beta_M}} + b \right) \\
\delta &= \frac{1}{2\sqrt{2}a_0} \left(\frac{c(c + \sqrt{2}a + \sin \beta_M)}{\sqrt{2a^2 + c^2 + 2\sqrt{2}ac \sin \beta_M}} - b \right)
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 U_{R1} &= \begin{pmatrix} \eta & \delta & \delta \\ \delta & \eta & \delta \\ \delta & \delta & \eta \end{pmatrix} & U_{R2} &= \begin{pmatrix} \eta & -\delta & -\delta \\ -\delta & \eta & \delta \\ -\delta & \delta & \eta \end{pmatrix} \\
 U_{R3} &= \begin{pmatrix} \eta & \delta & -\delta \\ \delta & \eta & -\delta \\ -\delta & -\delta & \eta \end{pmatrix} & U_{R4} &= \begin{pmatrix} \eta & -\delta & \delta \\ -\delta & \eta & -\delta \\ \delta & -\delta & \eta \end{pmatrix}
 \end{aligned}$$

TABLE 6.2: Matrices de bain U_i caractérisant le passage de la structure austénitique aux variantes de phase R

Le tableau 6.2 regroupe les matrices de bain U_i caractérisant le passage de la structure austénitique aux variantes de phase R. Les valeurs des composantes des matrices sont calculées à partir des paramètres de mailles :

$$\begin{aligned}
 \eta &= (\sqrt{1 + 2 \cos \beta_R} + 2\sqrt{1 - \cos \beta_R})/3 \\
 \delta &= (\sqrt{1 + 2 \cos \beta_R} - \sqrt{1 - \cos \beta_R})/3
 \end{aligned}$$

Les paramètres des mailles que nous utiliserons sont disponibles dans la littérature (à composition proche) [Bhattacharya, 2003], [Chang, 2020]. Ils sont regroupés dans le tableau 6.3.

Paramètre	a_0 (Å)	a (Å)	b (Å)	c (Å)	β_M (°)	β_R (°)
Valeur	3,015	2,889	4,12	4,622	96,8	91,5

TABLE 6.3: Paramètres des mailles pour l'austénite, la martensite et la phase R

A ces paramètres s'ajoutent les constantes d'élasticité du matériau. Nous utilisons des constantes pour le milieu cubique austénitique disponibles dans la littérature (elles sont supposées inchangées d'une phase à l'autre) :

Paramètre	C_{11}	C_{12}	C_{44}
Unité	GPa	GPa	GPa
Valeur	280	249	16

TABLE 6.4: Constantes d'élasticité cubiques du NiTi austénitique - notations de Voigt [Chang, 2020].

1.3 Grandeurs thermodynamiques

Nous devons garder en tête qu'une mesure de DSC donne accès au flux de chaleur lors d'un essai en température contrôlée (chauffage ou refroidissement). Il s'agit plus précisément du flux de chaleur (Watt) rapporté au volume de matière considéré (Q/V). Elle correspond au terme de transfert de l'équation de la chaleur donnée si dessous [Fall, 2017] :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \sum_{\phi} (h_{\phi} \dot{f}_{\phi}) + \frac{Q}{V} \quad (6.15)$$

Remarquons que cette relation n'est valable qu'à contrainte nulle (on néglige la dissipation mécanique). Elle est également valable pour un seul grain ou un VER de façon équivalente.

Le flux de chaleur peut ainsi être exprimé en fonction de la chaleur massique spécifique d'une part et de la somme du produit de l'enthalpie volumique d'une phase avec le taux de production de la phase considérée ϕ .

$$Q = V \frac{\partial T}{\partial t} \left(\rho c_p - \sum_{\phi} h_{\phi} \frac{df_{\phi}}{dT} \right) \quad (6.16)$$

La mesure du flux thermique Q à vitesse de température imposée $\frac{\partial T}{\partial t} = \dot{T}$ connue pour un échantillon de volume V permet :

- une mesure de c_p , connaissant la masse volumique ρ et en se plaçant "loin" de la transformation de phase ($\partial f_{\phi} / \partial T = 0$) :

$$c_p = \frac{Q}{V \rho \dot{T}}$$

- une mesure de la variation d'enthalpie de transformation volumique ($\Delta h = h_R - h_A$ ou $\Delta h = h_M - h_R$), par intégration du pic de dégagement de chaleur latente entre les températures de départ T_s et de fin T_f :

$$\int_{T_s}^{T_f} Q dT = V \dot{T} \left(\rho c_p (T_f - T_s) - \Delta h \int_{T_s}^{T_f} \frac{df_{\phi}}{dT} dT \right)$$

avec

$$\int_{T_s}^{T_f} \frac{df_{\phi}}{dT} dT = \int_{T_s}^{T_f} df_{\phi} = 1$$

soit

$$\Delta h = -\frac{1}{\dot{T}} \int_{T_s}^{T_f} Q dT + V \rho c_p (T_f - T_s) \quad (6.17)$$

On en déduit les valeurs d'enthalpie des phases R et martensite, une fois l'enthalpie volumique de la phase austénitique fixée.

Habituellement, la température de transformation T_{tr} est définie au point où le flux thermique associé à la transformation atteint son maximum pendant la mesure DSC. Compte tenu de ces températures, la variation de la densité d'entropie peut être exprimée comme suit :

$$\Delta s = \frac{\Delta h}{T_{tr}} \quad (6.18)$$

Comme pour la densité enthalpique, seule la variation de densité entropique est mesurable et réellement utile pour la modélisation. Les valeurs de densité d'entropie des phases R et martensitiques sont ainsi exprimées en fonction de la densité d'entropie de l'austénique. L'identification de ces quantités a été réalisée à partir d'une mesure de DSC obtenue sur l'alliage de NiTi de nuance 120nm (figure 6.4), puisque seul ce matériau parmi les 4 échantillons de la gamme nanocristallin peut être réellement considéré proche de l'équilibre thermodynamique et que les transformations au refroidissement peuvent être considérées comme complètes. Les valeurs des différentes constantes sont regroupées dans les tableau 6.5 et tableau 6.6. Une densité d'enthalpie de germination est également identifiée pour rendre compte de l'hystérésis de transformation phase R \leftrightarrow martensite.

Paramètre	h_A	h_R	h_M	$T_{A \rightarrow R}$	$T_{R \rightarrow M}$
Unité	MJ/m ³	MJ/m ³	MJ/m ³	°C	°C
Valeur	-11	-39,5	-89,1	9	-100

Paramètre	s_A	s_R	s_M	L_g
Unité	MJ/m ³ /K	MJ/m ³ /K	MJ/m ³ /K	MJ/m ³
Valeur	0,54	0,43	0,20	-18

TABLE 6.5: Principaux paramètres thermodynamiques du modèle multiéchelle pour l'alliage à mémoire de forme NiTi 120nm

Paramètre	ρ	c_p
Unité	kg/m ³	J/kg/K
Valeur	6450	350

TABLE 6.6: Paramètres thermodynamiques complémentaires du modèle multiéchelle pour l'alliage à mémoire de forme NiTi 120nm

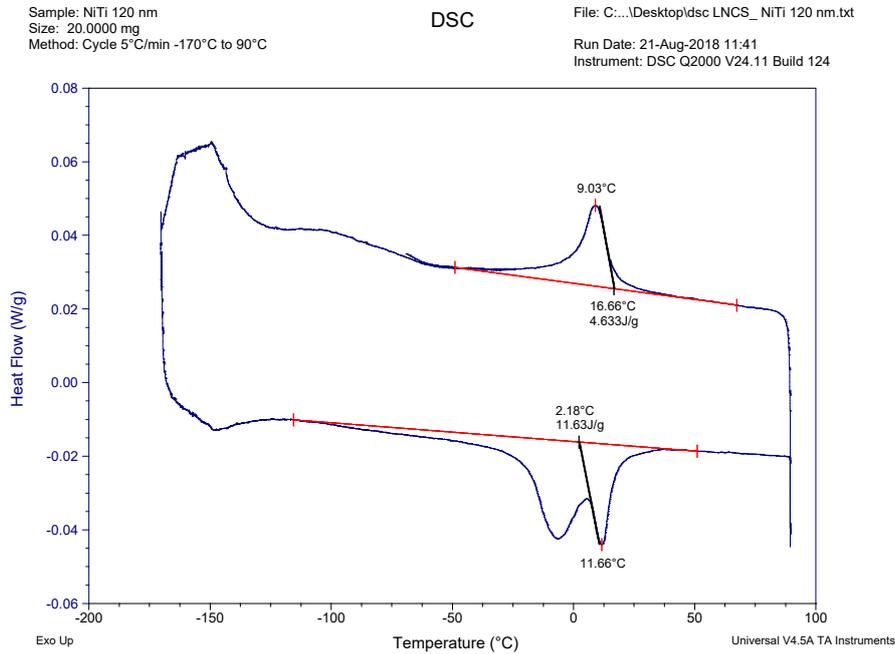


FIGURE 6.4: Mesure DSC sur le NiTi nuance 120nm.

1.4 Identification du volume statistique V_0

Le volume statistique V_0 est le seul paramètre d'ajustement du modèle multiéchelle. Il s'agit d'un paramètre réglant la cinétique des variations de fractions. Il a été montré dans la thèse de M.D. Fall [Fall *et al.*, 2016] que la quantité $\frac{V_0}{kT}$ (considérée comme une constante indépendante de la température par Fall, mais dont la définition a été précisée par X.Chang [Chang, 2020] [chang *et al.*, 2020]), pouvait être reliée aux émissions de chaleur caractéristiques des transformations de phase lors d'une DSC, selon :

$$\frac{V_0}{kT} = -\frac{4q_m}{\dot{T} \Delta s \Delta h}$$

q_m est un flux de chaleur massique qui correspond au maximum du surplus d'émission de chaleur lors de la transformation de phase (austénite \rightarrow phase R ou phase R \rightarrow martensite). \dot{T} est la vitesse de balayage de la DSC (K/min) et $\Delta s \Delta h$ est le produit des variations d'enthalpie et d'entropie de la transformation considérée. V_0 et V'_0 ont alors été identifiés à la température de transformation T_{tr} selon :

$$V_0 = -\frac{4q_m k T_{tr}^{A \rightarrow R}}{\dot{T} \Delta s \Delta h}$$

$$V'_0 = -\frac{4q'_m k T_{tr}^{R \rightarrow M}}{\dot{T} \Delta s \Delta h}$$

A partir des données expérimentales recueillies pour le NiTi microcristallin de nuance 120nm, les valeurs $V_0=8,37 \text{ nm}^3$ et $V'_0=0.78 \text{ nm}^3$ ont été affectées à la transition auténite \leftrightarrow phase R et à la transition phase R \leftrightarrow martensite respectivement.

2 Transformations de phase sous chargement thermique

Une première étape de modélisation consiste à reproduire les courbes de DSC.

2.1 Principe de la simulation d'une DSC par le modèle multiéchelle

Il s'agit a priori simplement d'une discrétisation en temps (ou température) de l'équation de flux thermique reportée équation 6.16. Compte tenu d'un chargement thermique de taux \dot{T} , le flux de chaleur au pas de temps (n) s'écrit :

$$Q^{(n)} = V\dot{T} \left(\rho c_p - \sum_{\phi} \left(h_{\phi} \frac{f_{\phi}^{(n)} - f_{\phi}^{(n-1)}}{T^{(n)} - T^{(n-1)}} \right) \right) \quad (6.19)$$

où $(n-1)$ indique le pas de temps précédent et où les quantités f_{ϕ} sont une sortie directe du modèle multiéchelle. Ce modèle de flux de chaleur a été appliqué au NiTi 120nm en utilisant le chargement thermique expérimentale (issu de la DSC expérimentale). La figure 6.5 montre le résultat de la modélisation. On constate un très bon accord avec expérience et modélisation. Cet accord n'est pas surprenant puisque la DSC du NiTi 120nm a servi à l'identification des principales constantes du modèle.

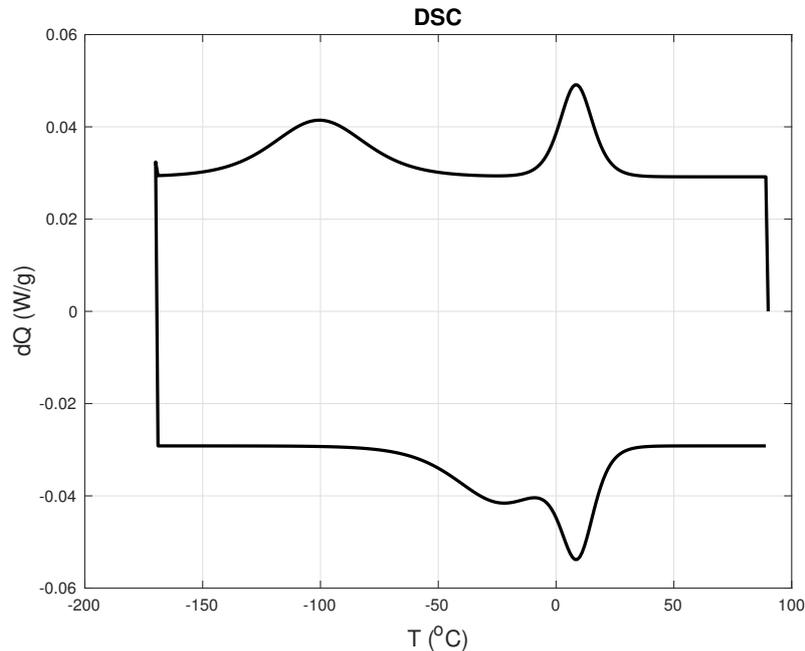


FIGURE 6.5: Modélisation du cycle DSC sur le NiTi nuance 120nm.

2.2 Prise en compte de l'effet de la taille des grains

Le modèle tel que présenté dans les paragraphes précédent ne contient a priori pas les ingrédients permettant de simuler les DSC des autres nuances nanocristallines. Leur simulation nécessite de comprendre d'abord d'où peut provenir les différences entre les DSC expérimentales des nuances 120nm, 50nm, 10nm et amorphe. La modification des DSC n'est cependant pas la seule modification de comportement observée. Les mesures de diffraction X ont ainsi clairement montré un étalement significatif des raies de diffractions à mesure d'une diminution de la taille des grains. Ce point doit être regardé de plus près.

2.2.1 Interprétation de la largeur à mi-hauteur - cas général

D'après l'étude de [Gravereau, 2012], la forme des raies de diffractions et notamment leur élargissement est définie par le produit de convolution de trois fonctions :

- une fonction dite instrumentale, caractérisant la contribution du moyen expérimental utilisé. Il peut être lié au type de source, à la chaîne d'acquisition, à la présence d'une lame ou d'un monochromateur ;
- une fonction de la taille des domaines cohérents, cette fonction permet de représenter la structure du matériau étudié ;
- une fonction de microcontraintes qui caractérisent l'état interne du matériau étudié.

L'élargissement peut être défini de plusieurs manières :

- soit par la largeur à mi-hauteur H représentant la largeur en 2θ du pic à la moitié de sa hauteur maximale,
- soit par la largeur intégrale β définie comme la largeur du rectangle de même hauteur que le pic et de même aire que l'aire sous la courbe.

Le lien entre H et β est fait par une relation de Pseudo-Voigt et le coefficient de mélange, η de la manière suivante :

$$\beta = \frac{\pi H/2}{\eta + (1 - \eta)\sqrt{\pi \ln 2}} \quad (6.20)$$

Contribution de la taille de la cristallite

On définit par L la largeur moyenne des domaines cohérents, que l'on peut relier expérimentalement à la taille des cristallites. Pour la détermination d'un ordre de grandeur de cette taille moyenne de cristallite, on utilise la relation simplifiée de Scherrer dans le cas de l'utilisation de la largeur intégrale, définie par la relation suivante :

$$\beta_L = \frac{\lambda}{L \cos \theta} \quad (6.21)$$

Avec λ la longueur d'onde et θ l'angle d'incidence du faisceau.

Contribution des microcontraintes

Les microcontraintes conduisent à des variations locales de distances interréticulaires liées aux déformations élastiques du réseau (positives ou négatives). On définit usuellement par le paramètre $\varepsilon = \frac{\Delta d}{d}$ ces distorsions (vision très simplifiée 1D des déformations). La relation entre l'élargissement des pics et le paramètre de distorsion est déterminée avec la différentielle logarithmique de la loi de Bragg au premier ordre ($2d \sin \theta = \lambda$) :

$$\frac{\delta d}{d} + \frac{\delta \sin \theta}{\sin \theta} = 0 \quad (6.22)$$

et avec $|\delta d| = 2\Delta d$ sur le domaine de variation $\pm \Delta d$, ainsi :

$$\frac{2\Delta d}{d} = \cotan(\theta) \Delta \theta \quad (6.23)$$

Finalement, l'élargissement lié à la déformation de domaines est défini par :

$$\Delta(2\theta)(rad) = 2\Delta \theta = \beta_d = 4 \tan(\theta) \varepsilon \quad (6.24)$$

Problème de séparation des diverses contributions

La caractérisation de l'élargissement des raies est couramment faite de deux manières :

- par décomposition du pic en séries de Fourier. Avec cette décomposition on a accès à $\langle L \rangle_s$, la taille moyenne pondérée des cristallites en surface et à une norme des déformations ($\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$);
- par une fonction analytique permettant de simuler la raie de diffraction. Cette méthode permet d'accéder à $\langle L \rangle_v$, la taille moyenne pondérée en volume des cristallites et à la moyenne des déformations $\langle \epsilon \rangle$. L'analyse peut être répétée dans ce cas sur une ou plusieurs raies.

La deuxième méthode est privilégiée dans la suite. La convolution, fonction définie précédemment, peut alors se noter selon :

$$\beta_{obs} = \beta_{inst} * \beta_{mat} \quad (6.25)$$

β_{inst} est la contribution liée à l'instrumentation ; β_{mat} est la contribution liée au matériau, que l'on peut décomposer à son tour en : $\beta_{mat} = \beta_L * \beta_d$, produit de convolution d'une contribution liée à la taille moyenne des cristallites et une contribution liée aux microcontraintes.

2.2.2 Méthode simple de déconvolution

On choisit la méthode qualitative basée sur les diagrammes de Williamson-Hall pour répondre à deux questions :

- Les deux sources d'élargissements sont-elles présentes ?
- L'élargissement est-il constant ou dépendant des indices (hkl) ?

L'hypothèse simplificatrice à la base des diagrammes des Williamson-Hall est que toutes les contributions sont lorentziennes, c'est à dire additives, ce qui conduit à :

$$\beta_{mat} = \beta_L + \beta_d \quad (6.26)$$

soit,

$$\beta_{mat} \cdot \cos\theta = \frac{\lambda}{L} + 4 \cdot \epsilon \cdot \sin\theta \quad (6.27)$$

Les trois cas de figure illustrés ci-dessous sont alors envisageables et permettent qualitativement de déterminer si telle ou telle contribution est significative.

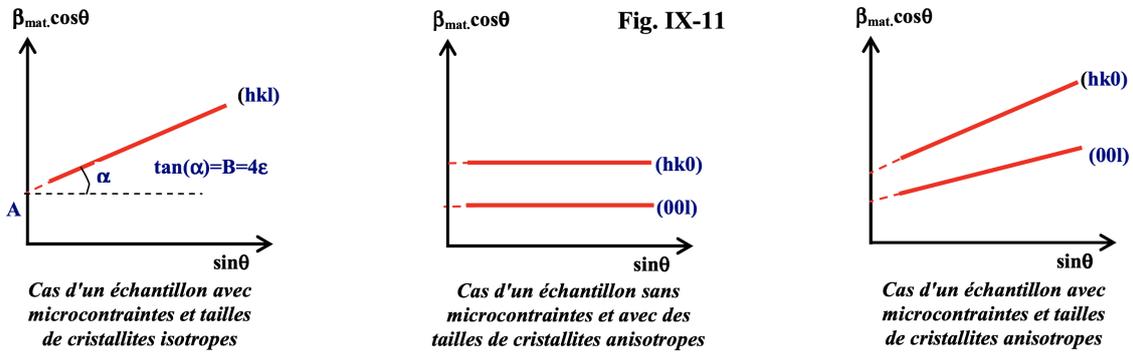


FIGURE 6.6: Cas de figures du diagramme de Williamson-Hall, d'après [Gravereau, 2012]

Ainsi, la taille moyenne des cristallites et les microcontraintes sont respectivement obtenues à partir de l'ordonnée à l'origine et de la pente de la courbe constituée des données $\beta_{mat} \cdot \cos\theta = f(\sin\theta)$ pour les trois nuances de nanocristaux.

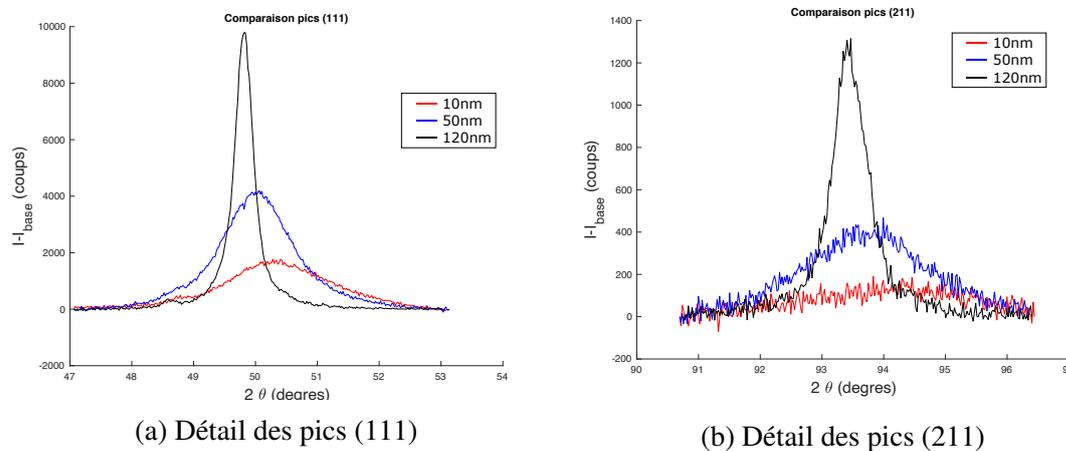


FIGURE 6.7: Comparaison des pics principaux

La figure 6.8 présente les courbes de Williamson-Hall pour les trois tailles des nano-grains de l'étude. Il s'agit de trois droites relativement parallèles et de très faible pente, semblant indiquer un effet de taille de grains dominant comparativement à l'effet des déformations.

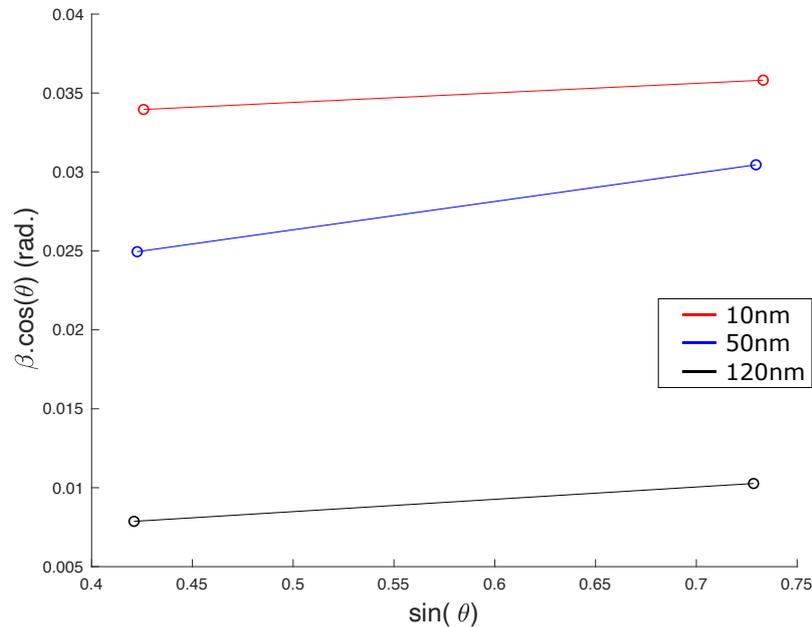


FIGURE 6.8: Diagramme de Williamson-Hall pour les tailles de grains 10, 50 et 120nm

Grâce à ces droites, on est capable de déterminer une taille moyenne de cristallites par échantillon et un niveau de déformation moyen du milieu. Les figure 6.9a et 6.9b résument les résultats obtenus. Ils confirment d'une part la faible amplitude des déformations et leur faible évolution d'un échantillon à l'autre. Le graphique de droite présente l'évolution de la taille de grains "expérimentale" en fonction des tailles des grains théoriques, ou attendues. Les valeurs ne concordent pas exactement, mais les ordres de grandeur et la tendance générale sont respectés. Une nuance à petits grains conduit bien un pic plus étalé et inversement.

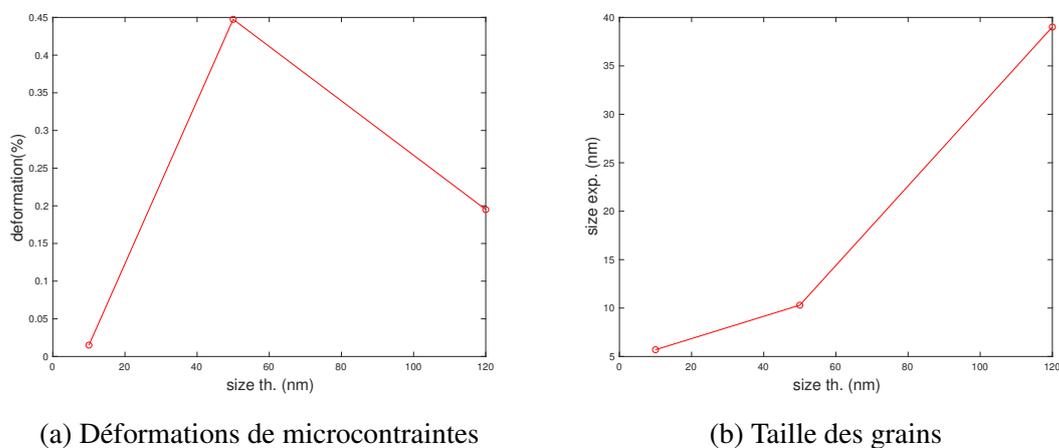


FIGURE 6.9: Contribution des fonctions tailles de grains et microcontraintes

2.3 Simulation des cycles DSC

Le niveau de déformation n'étant pas discriminant d'une nuance à l'autre, l'origine de la modification importante des courbes de DSC expérimentales n'est probablement pas à chercher dans un état de contrainte résiduelle, état qu'il aurait été possible de prendre en compte dans la modélisation multiéchelle. La prise en compte de la taille de grains est cependant possible, à travers les paramètres V_0 et V'_0 correspondant aux volumes statistiques associés aux transformations auténite \rightarrow phase R, puis phase R \rightarrow martensite.

Notons ainsi V_0^{120} et $V'_0{}^{120}$ les volumes statistiques de la nuance 120nm. La nuance 50nm et 10nm (dimensions caractéristiques théoriques) conduisent à des volumes moyens respectivement 14 fois et 1728 fois plus petits que le volume d'un grain moyen de la nuance 120nm. Nous utilisons alors ces ratios pour définir les volumes statistiques des nuances 50nm et 10nm sans modifier aucune autre variable :

$$\begin{aligned} V_0^{50} &= \frac{1}{14} V_0^{120} & V'_0{}^{50} &= \frac{1}{14} V'_0{}^{120} \\ V_0^{10} &= \frac{1}{1728} V_0^{120} & V'_0{}^{10} &= \frac{1}{1728} V'_0{}^{120} \end{aligned}$$

On modélise ensuite les cycles DSC dans les mêmes conditions d'évolution de la température qu'au cours de l'expérience : température imposée entre -170 °C et 90 °C à 5 °C/min. Les figures suivantes reproduisent les résultats obtenus.

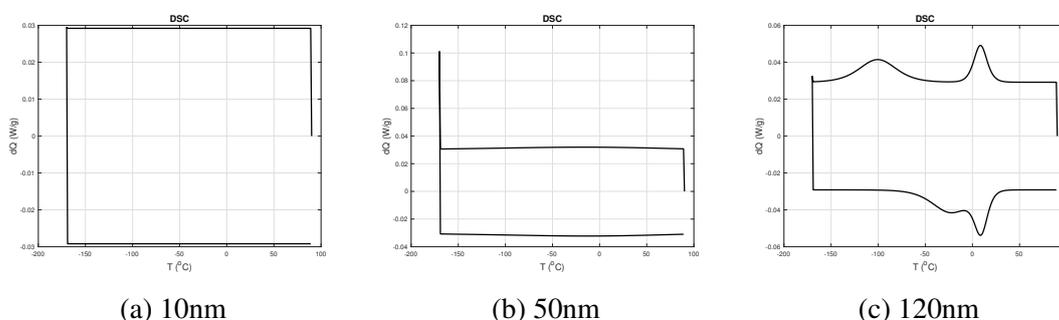


FIGURE 6.10: Modélisation des cycles DSC

Les figures montrent un étalement des pics d'émission de chaleur latente et la modification des températures de début de transformation. Ces résultats de modélisation sont en accord qualitatif avec les mesures expérimentales. Les transformations pour la nuance 10nm sont quasi imperceptibles, en accord avec les observations expérimentales.

3 Compression uniaxiale et multiaxiale du NiTi nanocristallin

Maintenant que nous disposons des paramètres de modélisation multiéchelle des 3 nuances de NiTi nanocristallin, il est possible de faire des simulations du comporte-

ment mécanique, uniaxial ou multiaxial, statique ou dynamique. Nous disposons ainsi de résultats expérimentaux de compression uniaxiale et multiaxial qu'il est possible de comparer aux résultats de modélisation.

3.1 Simulation quasi statique uniaxiale

Le terme "quasi-statique" renvoie essentiellement aux conditions thermiques utilisées pour la modélisation. Il est en effet possible de mettre à jour ou non la température du milieu en cours de chargement. Un calcul isotherme, sans mise à jour, renvoie à une simulation quasi-statique où l'échange thermique domine le caractère exothermique (ou endothermique) des transformations.

Dans un premier temps, on modélise le comportement pour les essais quasi statiques réalisés dans [Xia *et al.*, 2018]. On ne modélise ici que les trois nuances 10 nm, 50 nm et 120 nm,

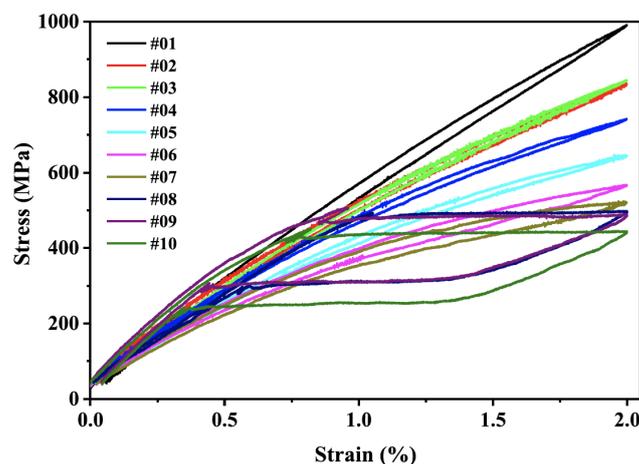


FIGURE 6.11: Comportement mécanique des nuances de NiTi - d'après [Xia *et al.*, 2018]

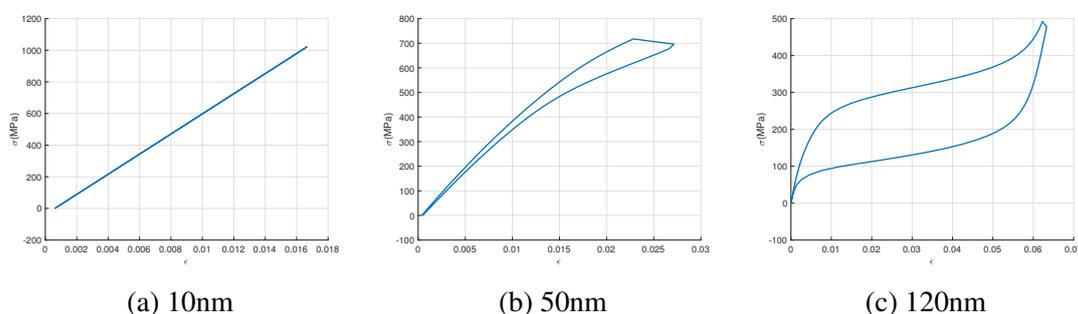


FIGURE 6.12: Modélisation du comportement mécanique quasi statique des trois nuances

La modification de la taille des grains semble ainsi expliquer en grand partie la modification du comportement mécanique, au même titre que la DSC. La disparition du cycle

d'hystérésis peut s'expliquer ainsi par un étalement très important du domaine de transformation de l'austénite en phase R et de la phase R en martensite.

3.2 Simulation dynamique uniaxiale

Une simulation multiéchelle adiabatique est également possible, en mettant à jour la température pas de temps après pas de temps connaissant la masse volumique, la capacité calorifique spécifique et les enthalpies volumiques de transformation, et en négligeant de fait tous les échanges (conduction, radiation et convection). L'équation 6.28 donne la variation de température à prendre en compte à chaque pas de temps (n) :

$$\Delta T^{(n)} = \sum_{\phi} \frac{h_{\phi}}{\rho c_p} (f_{\phi}^{(n)} - f_{\phi}^{(n-1)}) \quad (6.28)$$

La figure 6.13 présente les cycles simulés de comportement mécanique des nuances nanocristallines. Par simplicité de lecture, les figures sont présentées dans le domaine des contraintes et déformation positives, il s'agit bien cependant d'un essai de compression.

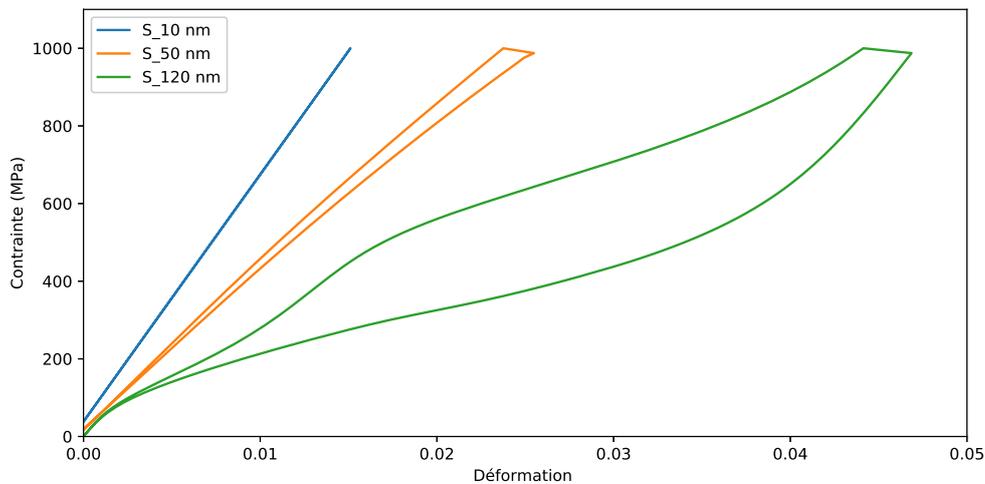


FIGURE 6.13: Courbes contrainte/déformation simulés des trois nuances

Les résultats en dynamique sont également concluants et amènent aux mêmes conclusions qu'en statique : la taille de grains et l'étalement de la transformation associée semblent jouer un rôle essentiel. Notons que cette explication reste de l'ordre de l'hypothèse. Aucun essai de validation n'a pu être proposé. Le modèle ne permet en revanche pas d'interpréter l'augmentation apparente de la raideur de l'austénite lors des essais dynamiques (cf. figure 6.11). Il conviendrait probablement d'ajuster les constantes du tenseur d'élasticité pour améliorer ce résultat (rappelons que ces constantes n'ont pas été identifiées).

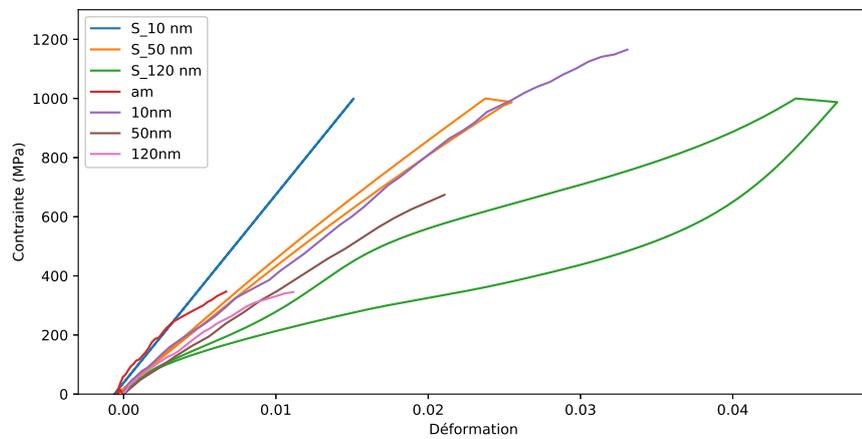


FIGURE 6.14: Comparaison modèle/essais des courbes contrainte/déformation des trois nuances. Les résultats de simulation sont désignés avec un S dans la légende.

Conclusion et perspectives

Les travaux présentés dans le manuscrit traitent finalement de deux sujets : le développement d'essais dynamiques complexes et originaux d'une part et l'analyse du comportement mécanique d'un alliage à mémoire de forme à structure nanocristalline d'autre part. A l'issue de cette thèse, il est possible de tirer les conclusions suivantes, et de proposer un certain nombre de perspectives.

Le comportement biaxial des alliages à mémoire de forme reste encore méconnu et difficile à modéliser. Et si les bandes de transformations que l'on voit apparaître en traction uni axiale quasi statique sont bien documentées, le comportement en terme de réaction de transformation à haute vitesse reste à explorer. Le caractère adiabatique de la sollicitation peut engendrer d'une part des mécanismes de transformations différents. On peut également se poser la question de la modification de ces mécanismes quand la vitesse de propagation du front de chargement mécanique (limité à la célérité des ondes) est proche de la vitesse de propagation de la transformation.

Dans un premier temps, un nouveau moyen d'essais dynamique biaxiale à été développé de sa conception complexe à sa mise au point. L'étude de conception du montage HopkinsonX se veut polyvalente et devrait être en mesure de générer, avec peu d'adaptations, de nombreux types de sollicitations bi-axiales. Le système mis au point permet dans sa version 'initiale' de créer de manière répétable, et sans problème de synchronisation, des sollicitations de compression bi axiale. Les premiers essais de caractérisations matériau ont été réalisés sur un AFM nanocristallin. Les dimensions maximales de l'échantillon de compression de 15 mm x 15 mm pour 8 mm d'épaisseur permettent d'envisager la caractérisation multi axiale dynamique de nombreux matériaux. L'application aux mousses métalliques, matériaux architecturés ou aux bétons est cependant délicate au vu du VER les caractérisant (souvent de grandes dimensions). Les tests de caractérisation du système sur aluminium comme les tests sur nickel-titane sont très prometteurs pour dans la voie des essais dynamiques multi-axiaux.

Mes travaux de thèse ont permis également d'apporter une meilleure compréhension du comportement des AMF nanocristallins grâce à l'emploi conjugué d'analyses expérimentales croisées et de l'emploi du modèle multiéchelle développé au LMT. Il s'est ainsi d'abord posé la question de l'influence des contraintes résiduelles. Des analyses par DRX phases ont montré que les spectres de diffraction étaient plus influencés par l'effet de taille de

grains que par les contraintes résiduelle (du 2eme ou 3eme ordre). Ce premier résultat nous a contraint à rechercher une explication différente des mesures de calorimétrie. Le volume statistique a semblé alors être le principal paramètre à faire évoluer pour restituer l'étalement des pics de transformation de phase observés expérimentalement. Après identification sur la nuance 120nm, l'influence de la taille de grain sur les mesures de DSC a pu être restituée de manière satisfaisante par le modèle multiéchelle pour les nuances 50nm et 10nm. Les mêmes paramètres ont ensuite été utilisés, sans aucun recalage supplémentaire, pour simuler le comportement mécanique uniaxial en traction et compression, en condition isotherme et adiabatique. Modèle et expériences ont montré une bonne concordance. La diminution du volume statistique (donc des microstructures caractéristiques) semble ainsi être la clé de compréhension du comportement du NiTi nanocristallin. Cette réduction du volume statistique s'explique probablement physiquement par un nombre de défauts de structure croissant à mesure de la diminution de la taille de grains. Le rôle joué par les sur-structures micrométriques observées au MEB reste cependant à bien analyser. Le modèle constitue dorénavant un outil d'estimation du comportement pour de nombreuses autres situations. Il pourrait être utilisé en ce sens dans le cadre du dimensionnement d'autres essais.

Les travaux que j'ai réalisés durant cette thèse conduisent par ailleurs à de nouvelles perspectives de développement d'essais multiaxiaux dynamiques.

Caractérisation de la gamme de vitesses de sollicitation et développement d'un système triaxial Les essais menés sur *NiTi* ont été réalisés à même vitesse de déformation, l'objectif étant de comparer les différentes nuances de NiTi. En vue de réaliser des essais dynamiques plus complexes et/ou de caractériser le comportement dynamique d'une large gamme de matériaux, il est intéressant de connaître l'étendue des vitesses de déformation accessibles avec ce moyen d'essai. Une étude sur un matériau bien connu à différentes pressions de tir permettrait ainsi de caractériser plus finement les capacités de la machine développée. La faible course du projectile peut alors être limitante pour atteindre de très hautes vitesses de déformations. Le système multiaxial a récemment déménagé dans une pièce où la hauteur sous plafond disponible permet d'augmenter la course du projectile. Les essais de caractérisation présentés dans le troisième chapitre montrent la pertinence de l'utilisation des systèmes des bi-ponts de jauges de déformation pour calculer les conditions aux limites de notre échantillon en effort comme en déplacement. L'ajout du système de précharge statique permet d'éliminer les microjeux présents entre les barres et l'échantillon. Les mesures ainsi effectuées sont donc reproductibles et optimales (la cinématique imposée est intégralement transmise à l'échantillon et ne sert par en partie à combler les jeux). On peut alors imaginer un système à projectile unique avec un troisième axe permettant une sollicitation triaxiale autorisant la réalisation d'un large éventail de trajets de chargements (non nécessairement triaxiaux proportionnels). Le problème d'encombrement est majeur, car pour être pertinent, un tel dispositif doit être suffisamment compact pour être placé dans une machine permettant une observation minimale des champs physiques (cinématique en particulier). Une autre solution serait d'avoir

plusieurs caméras pour effectuer de la stéréo-corrélation, mais le fait que les barres de chargement masquent la vue reste problématique en configuration tridimensionnelle.

Évolutions du type de sollicitations multiaxiales pour l'analyse du comportement mécanique Le système développé a été pensé pour être modulaire. Certaines pièces, conçues notamment pour créer des sollicitations de bi traction n'ont pas eu l'occasion d'être testées par manque de temps. Les AMF présentent ainsi habituellement une forte asymétrie entre une sollicitation statiques de traction et de compression. Il est donc intéressant de poursuivre l'étude dans ce sens pour caractériser ce phénomène en dynamique. Les études dynamiques rapides par barres de Hopkinson sont largement employées pour caractériser des chocs. Le cahier des charges auquel répond le banc d'essai développé, permet d'imaginer des sollicitations complexes et composées pour créer des cas de sollicitations innovants. La disposition actuelle de la machine permet notamment de modifier les pièces des renvois et ainsi autoriser de multiples trajets de chargement. Dans le cadre de cette thèse, seules les sollicitations d'équi-bi-compression ont été présentées. Il serait donc intéressant dans un futur proche de réaliser des expérimentations d'équi-bitraction, ainsi que de modifier la longueur des barres dans une direction de sollicitation pour imposer une sollicitation avec un trajet de chargement en forme de L (figure 6.15b). Le principal problème impactant la qualité des mesures réalisées est la géométrie de l'échantillon et notamment son épaisseur, puisqu'elle conditionne le niveau maximal des contraintes testées : ce niveau s'est révélée en partie insuffisant dans le cadre de cette étude. La conception de nouveaux échantillons est probablement à envisager.

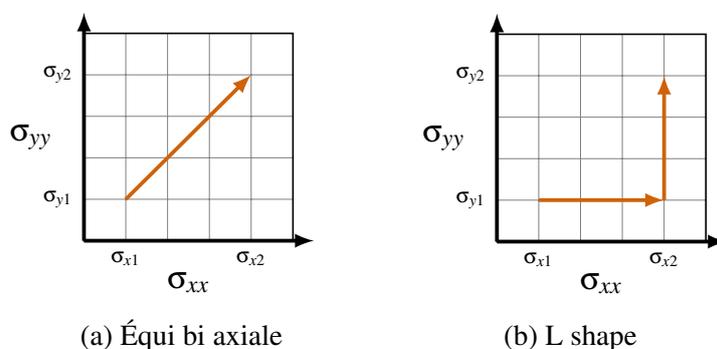


FIGURE 6.15: Trajets de chargements

Des modifications de la géométrie des échantillons pourraient également permettre de générer des chargement proportionnels à rapport de charge variable.

Calculs de la déformée de la barre intermédiaire

Annexe

A

Le calcul développé dans cette annexe permet de déterminer l'angle α à imposer au niveau de l'encastrement entre la barre intermédiaire et le triangle d'une part et la pièce glissante d'autre part.

On considère la modélisation suivante de la barre : une poutre de longueur L appuyée en $x=0$ et en glissière en $x=L$. Ce modèle reproduire les conditions aux limites du système, bien que l'axe de la glissière ne soit pas exactement celui de la barre.

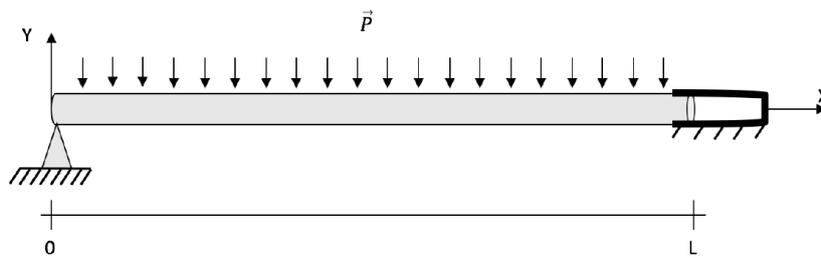


FIGURE A.1: Modélisation poutre de la barre intermédiaire

On définit un paramètre q qui est l'angle avec lequel la poutre est montée sur son support en glissière en L . On définit avec la flèche y , le module de Young E , la gravité g la masse de la poutre m et I le moment d'inertie quadratique, l'équation d'équilibre :

$$-EI \frac{d^4 y}{dx^4} = \frac{mg}{L} \quad (\text{A.1})$$

Après quatre dérivées successives, la déformée s'écrit :

$$y(x) = -\frac{1}{EI} \left(\frac{mg}{24L} x^4 + \frac{\alpha}{6} x^3 + \frac{\beta}{2} x^2 + \gamma x + \delta \right) \quad (\text{A.2})$$

où α , β , γ et δ sont quatre constantes à déterminer grâce aux conditions limites.

En $x=0$, la poutre est en appui simple, la déformée y ainsi que le moment $\frac{d^2 y}{dx^2}$ sont nuls.

- $y(0) = 0 \Rightarrow \delta = 0$
- $\frac{d^2 y(0)}{dx^2} = 0 \Rightarrow \beta = 0$

En $x = L$, la liaison impose une flèche nulle et un angle θ , la déformée y est donc nulle et $\frac{d^2y}{dx^2}$ est constant .

$$- y(L) = 0 \Rightarrow L^2 \left(\frac{mg}{24} + \frac{\alpha}{6} \right) = \gamma$$

$$- \frac{d^2y(L)}{dx^2} = \tan(\theta) = \theta \Rightarrow \alpha = -3 \left(\frac{\theta EI}{L^2} + \frac{mg}{8} \right)$$

L'équation A.2 devient donc :

$$y(x) = -\frac{1}{EI} \left(\frac{mg}{24L} x^4 - \frac{1}{2} \left(\frac{\theta EI}{L^2} + \frac{mg}{8} \right) x^3 + L^2 \left(\frac{mg}{48} + \frac{\theta EI}{2L^2} \right) x \right) \quad (\text{A.3})$$

On peut donc optimiser la déformée en fonction de θ . La figure A.2 trace la déformée de la poutre modélisée en fonction de l'abscisse x pour trois valeurs de θ . L'optimisation donne un angle au niveau de la liaison glissière de -2°

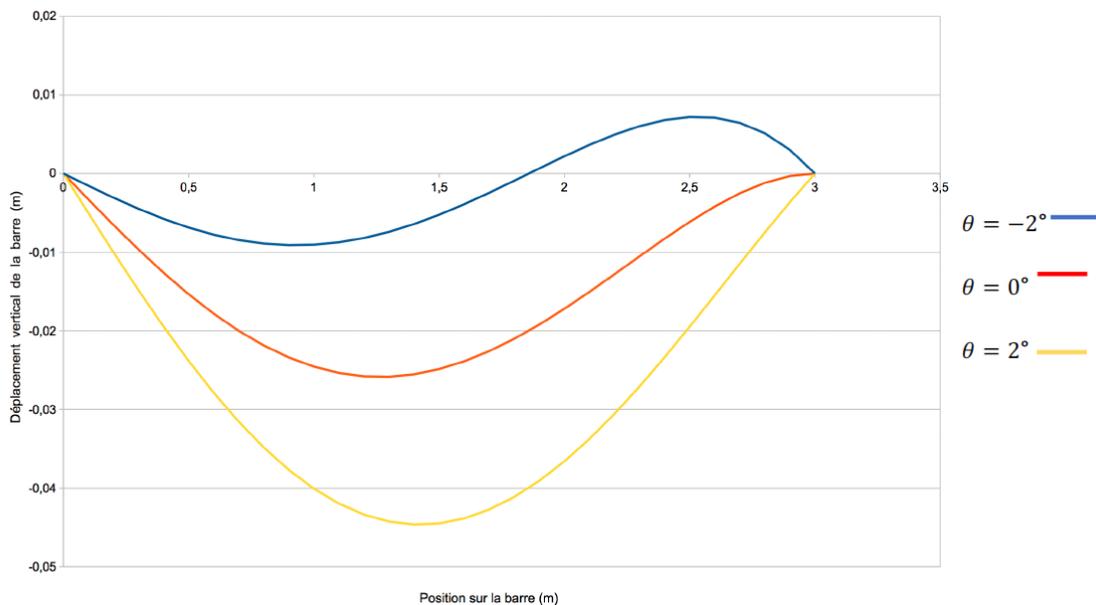


FIGURE A.2: Déformée de la barre intermédiaire suivant 3 valeurs de θ

Compression biaxiale du NiTi microcristallin

Annexe

B

La modélisation du comportement mécanique du Nickel-Titane lors d'un essai de compression multiaxial nécessite la connaissance des conditions aux limites cinématique, en effort et en température. Le modèle utilisé, développé par l'équipe de recherche et notamment Anne Maynadier [Maynadier, 2012], permet de simuler le comportement d'un volume élémentaire représentatif (VER) auquel on peut appliquer des conditions en température, contrainte ou déformation. L'essai multiaxial est réalisé dans l'optique de mettre en évidence des effets multiaxiaux liés notamment à la structure de l'échantillon, à ces conditions limites ou à des caractéristiques matériaux. La géométrie de l'échantillon étant complexe, il n'est pas aisé de connaître les échanges entre la zone d'intérêt (ROI) et le reste de l'éprouvette. Dans cette section on s'attachera à l'étude des coefficients d'échanges thermiques entre la ROI et son environnement, le reste de l'éprouvette (appelée mors par la suite) et l'air ambiant.

1 Modèle de structure aux différences finies

On modélise le comportement thermique de l'éprouvette par un modèle aux différences finies en 1D. On suppose que la contrainte est homogène dans la zone centrale de l'éprouvette. En pratique, on utilise pour la modélisation la contrainte homogénéisée de Von-Mises. L'équation de la chaleur s'écrit de la manière suivante dans notre cas :

$$\rho C \frac{dT}{dt} = k \Delta T - \frac{h_c}{S_0} (T - T_{air}) - \Delta H_2 \dot{\Phi} m + \Delta H_1 \dot{\Phi} a \quad (\text{B.1})$$

$$\rho C \frac{dT}{dt} = k \frac{d^2 T}{dr^2} + \frac{k}{r} \frac{dT}{dr} - \frac{h_c}{S_0} (T - T_{air}) - \Delta H_2 \dot{\Phi} m + \Delta H_1 \dot{\Phi} a \quad (\text{B.2})$$

Les conditions aux limites du problème thermique axisymétrique sont définies comme des conditions de Neumann, en effet en $x = 0$ au centre de l'éprouvette le flux de chaleur échangé est nul. Dans le cas d'une grande vitesse de déformation, le comportement thermique de la structure tend vers un modèle adiabatique, le flux en $x = a$ peut alors également être considéré comme nul. Une étude expérimentale de diffusion avec le reste de l'éprouvette permettrait de déterminer le coefficient λ_a .

— en 0 : $\vec{q}_0 = 0$

— en a : $\vec{q}_a = \lambda_a(T_a - T_\infty)$

Schéma implicite :

$$\rho C \frac{T_j^{n+1} - T_j^n}{\Delta t} = k \frac{T_{j+1}^{n+1} - 2T_j^{n+1} + T_{j-1}^{n+1}}{\Delta r^2} + \frac{k}{r} \frac{T_{j+1}^{n+1} - T_j^{n+1}}{\Delta r^2} - \frac{h_c}{S_0} (T_j^{n+1} - T_{air}) - \Delta H_2 \Phi m_j + \Delta H_1 \Phi a_j \quad (\text{B.3})$$

$$\begin{aligned} T_j^{n+1} + \frac{2\Delta t k}{\rho C \Delta r^2} T_j^{n+1} + \frac{\Delta t k}{\rho C \Delta r^2} \frac{T_j^{n+1}}{j} + \frac{h_c \Delta t}{\rho C S_0} T_j^{n+1} - \frac{\Delta t k}{\rho C \Delta r^2} T_{j+1}^{n+1} - \frac{\Delta t k}{\rho C \Delta r^2} \frac{T_{j+1}^{n+1}}{j} - \frac{\Delta t k}{\rho C \Delta r^2} T_{j-1}^{n+1} \\ = T_j^n + \frac{\Delta t}{\rho C} (-\Delta H_2 (\Phi m_j^{n+1} - \Phi m_j^n) + \Delta H_1 (\Phi a_j^{n+1} - \Phi a_j^n)) + \frac{h_c \Delta t}{\rho C S_0} T_{air} \end{aligned} \quad (\text{B.4})$$

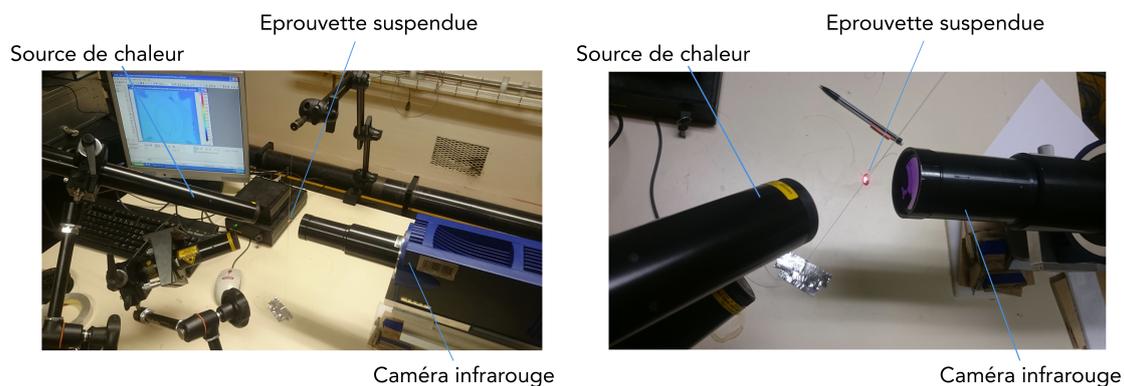
Les conditions aux limites imposent des conditions sur les températures des noeuds fictifs 0 et $N + 1$:

$$T_0 = T_2 \text{ et } T_{N+1} = T_{N-1} + \lambda_a(T_N - T_\infty) \quad (\text{B.5})$$

2 Caractérisation des paramètres d'échanges thermiques

Coefficients d'échanges avec l'air ambiant

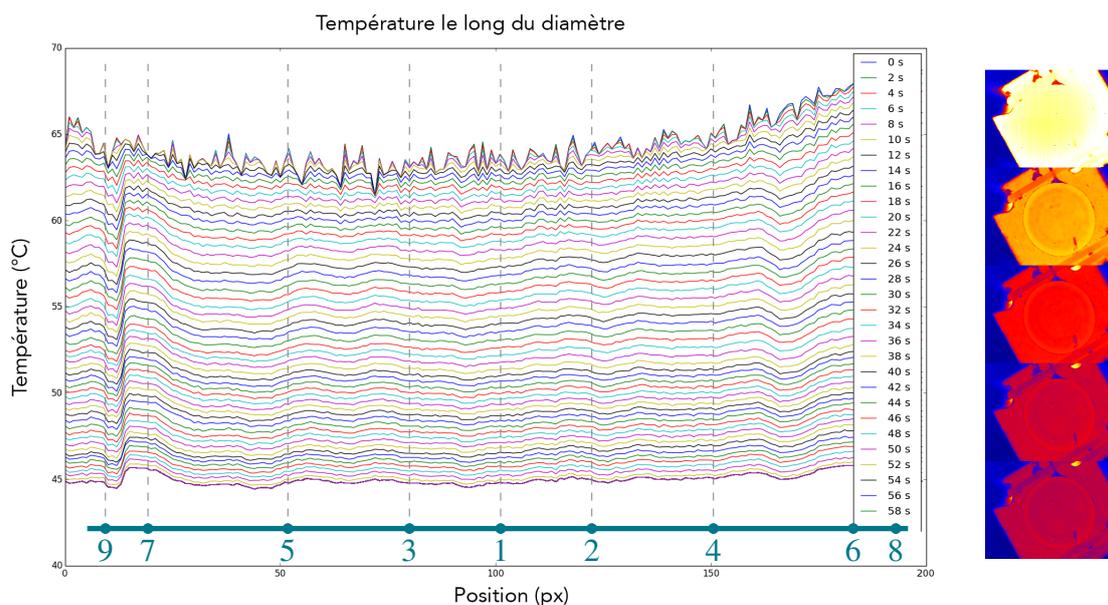
Les deux paramètres d'échanges thermiques étant fortement couplés, dans un premier temps on cherche à caractériser les échanges de toute la structure avec l'air ambiant. Le montage expérimental de la figure figure B.1 présente le dispositif mis en place pour évaluer les champs de température. Pour les relevés présentés dans la suite et l'évaluation du coefficient de convection, le système de chauffage a été remplacé par une panne de fer à souder, les lasers utilisés dans un premier temps ne permettaient pas d'apporter suffisamment d'énergie pour chauffer significativement l'échantillon. L'éprouvette est suspendue par un fil de nylon, de manière à isoler les effets convectifs recherchés des effets conductifs avec le support. L'observation du champ thermique se fait loin des points de suspension.



(a) Montage expérimental

(b) Détails du montage expérimental

FIGURE B.1: Montage expérimental



(a) Température au cours du refroidissement

(b) images thermiques

FIGURE B.2: Résultats thermiques au cours du refroidissement

Le problème thermique considéré dans cette sous-partie est un problème de convection simple sans terme source. De manière à reproduire les conditions de l'essai mécanique, la convection n'est pas forcée. L'éprouvette est chaude à l'état initial, on s'intéresse ici au refroidissement de la structure.

L'équation B.6 régit la convection naturelle lors du refroidissement :

$$\rho C \frac{dT}{dt} = -\frac{h_c}{S_0} (T(t) - T_{air}) \quad (\text{B.6})$$

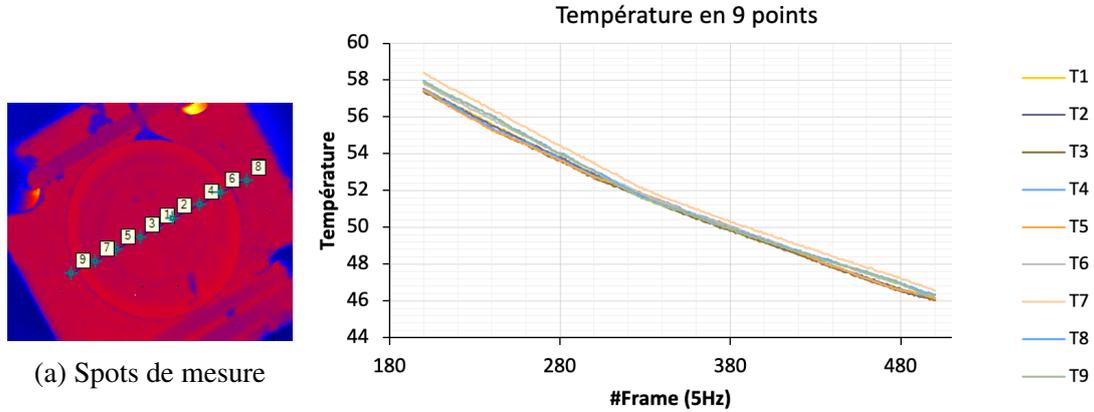
La solution recherchée est du type :

$$T(t) = Ae^{\frac{-h_c}{\rho C S_0} t} + T_{air} \quad (\text{B.7})$$

Avec les conditions initiales (à $t = 0$, $T = T_0$), on détermine h_c :

$$h_c = -\rho C S_0 \ln \left(\frac{T(t) - T_{air}}{T_0 - T_{air}} \right) \quad (\text{B.8})$$

Nous relevons la température au cours du refroidissement en 9 points, le long d'un diamètre de l'éprouvette comme le montre la figure B.4a. Le refroidissement observé est homogène le long du diamètre considéré. Une régression linéaire des droites $\ln \left(\frac{T(t) - T_{air}}{T_0 - T_{air}} \right)$ permet donc de déterminer le coefficient h_c en chaque point de mesure. Les valeurs déterminées sont reportées dans le tableau B.1. On retient donc $h_c = 8,58 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ comme valeur moyenne du coefficient de convection naturelle. La valeur obtenue correspond aux ordres de grandeur trouvés dans la littérature.



(b) Évolution de la température au cours du refroidissement

FIGURE B.3: Résultats expérimentaux

Point	1	2	3	4	5	6	7	8	9
h_c	8,576	8,576	8,576	8,470	8,470	8,576	8,682	8,682	8,682

TABLE B.1: Valeurs de h_c aux points de mesures

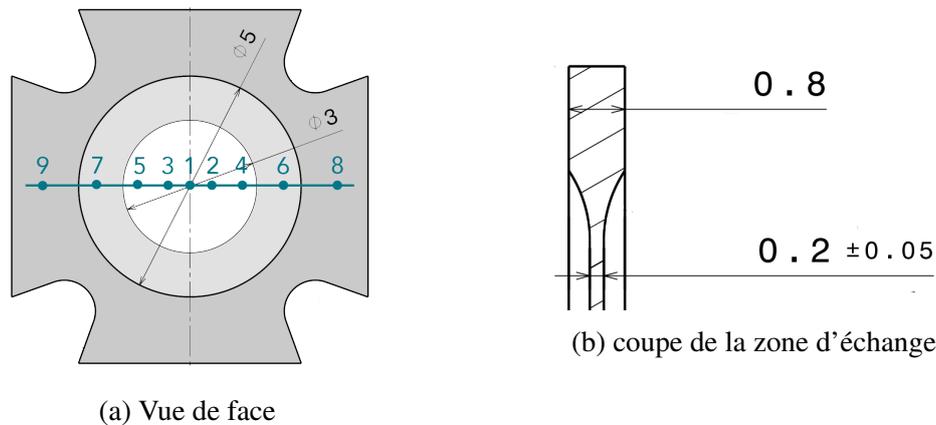


FIGURE B.4: Géométrie de l'éprouvette 2D

Coefficients d'échanges avec le reste de l'éprouvette

On réalise dans cette partie une expérimentation permettant de mesurer le coefficient de conduction entre la zone centrale de l'éprouvette (ROI) et le contour. Sur la géométrie considérée, l'épaisseur de la ROI est de 0.2 mm pour une épaisseur d'éprouvette de 0.8 mm. La zone de transition entre la ROI et le reste de l'éprouvette est réalisée par congé d'arête.. Cette zone est repérée en gris clair sur la figure B.4a, entre les diamètres 3 mm et 5 mm. L'expérience mise en place consiste à chauffer le centre de l'éprouvette (ROI) avec une panne de fer à souder sur une face et de mesurer à l'image de l'expérience précédente la température sur l'autre face grâce à la caméra infrarouge. On définit une ligne de relevée comprenant des points dans la ROI et hors de la ROI, à l'image de la figure B.4a, cette fois-ci la discrétisation de la mesure sera celle des pixels de la caméra. On relève donc la température en tout point du diamètre de l'éprouvette.

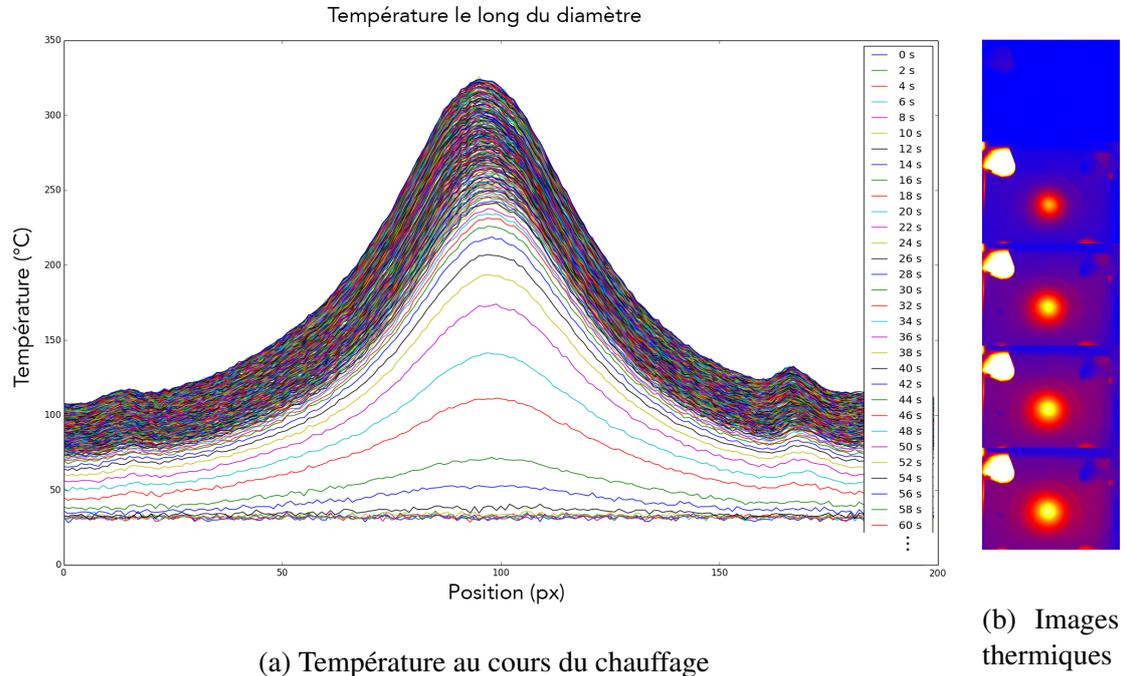


FIGURE B.5: Résultats thermiques au cours du chauffage

Les mesures de température le long du diamètre sont tracées sur la figure B.5a où l'écart de temps entre deux courbes est de deux secondes. La température est discrétisée en 12 points d'un rayon sur la figure B.6a. On constate un changement de régime autour du temps 30 secondes qui est dû au mode de chauffe du fer à souder. En effet étant piloté en température, lors de l'allumage la puissance délivrée par le fer à souder est maximale et de l'ordre de 95 W, la puissance transférée à l'éprouvette étant à ce moment-là de l'ordre de 60 W. Dès que la température de réglage est atteinte, un cycle de commande permet de maintenir cette température. On calcule la puissance transmise à l'éprouvette grâce à l'équation B.9. La puissance ainsi calculée est tracée sur la figure B.6b. Dans la phase de maintien en température, la puissance moyenne délivrée est bien plus faible, de l'ordre de 1 W. Dans l'intervalle de temps [30 - 90] s, la puissance de la source de chaleur est alors constante, on peut utiliser ce régime de transfert de chaleur pour calculer le coefficient d'échange apparent entre la zone utile (ROI) et les mors.

$$P = m * C_p * \frac{(T_f - T_i)}{\Delta t} \quad (\text{B.9})$$

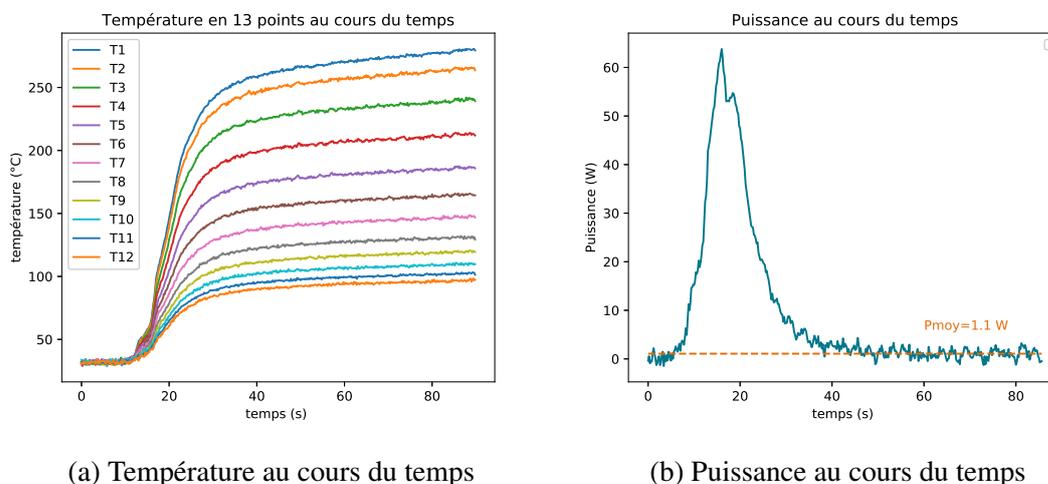


FIGURE B.6: Température et puissance au cours du temps

On souhaite quantifier à des fins de modélisation un coefficient de conduction équivalent entre la zone utile et le reste de l'éprouvette. La zone considérée étant à géométrie variable, on fait le choix de déterminer un coefficient qui ne prend pas en compte les géométries de transitions. On calcul donc un coefficient représentant le flux de chaleur à l'interface, qui pour la modélisation nécessite uniquement la connaissance de la température du mors, dite température infinie (T_{inf}).

$$\lambda_a = \frac{Q}{\Delta T} \quad (\text{B.10})$$

où Q représente la puissance thermique de la source et $\Delta T = (T_{inf} - T_{lim})$ la différence de température entre le mors (T_{inf}) et le rayon max de la ROI (T_{lim}).

3 Résultats de modélisation et comparaison expérimentale

On impose en entrée du modèle le champ de contrainte obtenu expérimentalement en vue de confronter les résultats de modélisation aux résultats expérimentaux. Le modèle en différence finie donne en sortie la fraction de chacune des phases dans la zone utile en fonction du rayon, ainsi que le champ de température et l'état de contrainte. Les figures B.7, B.8, B.9 et B.10 représentent respectivement le champ de température, la fraction d'austénite, la fraction de martensite et la fraction de phase R présents dans la zone utile. La figure B.7 montre l'évolution de la température en fonction du temps et du rayon, cette température étant homogène dans le rayon on peut simplifier les représentations temporelles dans le plan température/temps. Ces résultats ont donné lieu à une publication lors de la conférence Dymat 2018 [Quillery *et al.*, 2018]

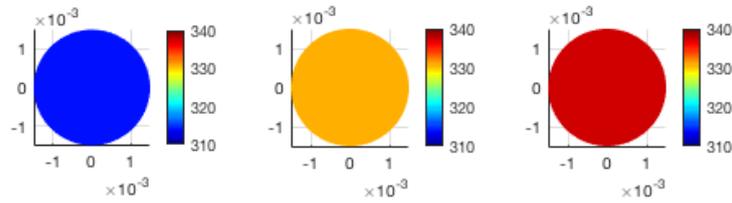


FIGURE B.7: Température dans la zone utile, à gauche $t=0$, au milieu $t=t_{final}/2$ et à droite $t=t_{final}$

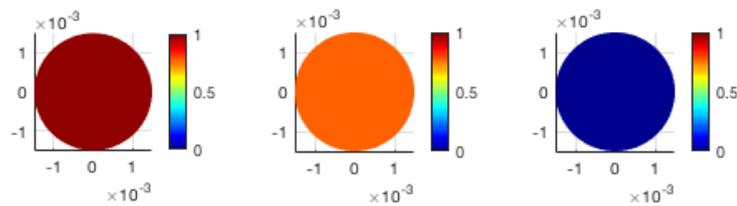


FIGURE B.8: Fraction d'austénite dans la zone utile, à gauche $t=0$, au milieu $t=t_{final}/2$ et à droite $t=t_{final}$

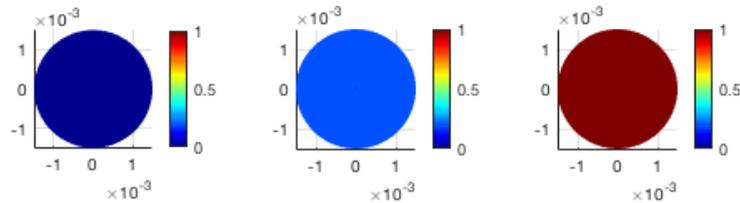


FIGURE B.9: Fraction de martensite dans la zone utile, à gauche $t=0$, au milieu $t=t_{final}/2$ et à droite $t=t_{final}$

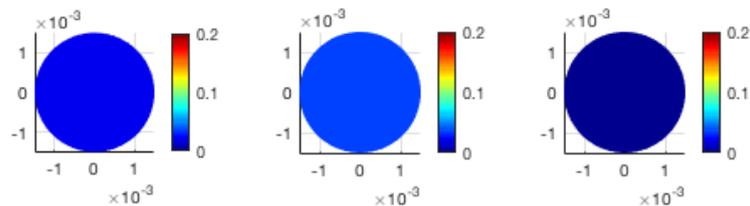


FIGURE B.10: Fraction de phase R dans la zone utile, à gauche $t=0$, au milieu $t=t_{final}/2$ et à droite $t=t_{final}$

Le champ thermique simulé présente une élévation brutale de température jusqu'à un seuil, cette élévation se retrouve également sur les mesures expérimentales, on observe

cependant des écarts importants entre le champ expérimental et le champ simulé. D'une part, l'élévation de température est moins brutale expérimentalement, et d'autre part on observe comme un retard sur la descente en température. On s'interroge donc de la dynamique et la réversibilité de la transformation.

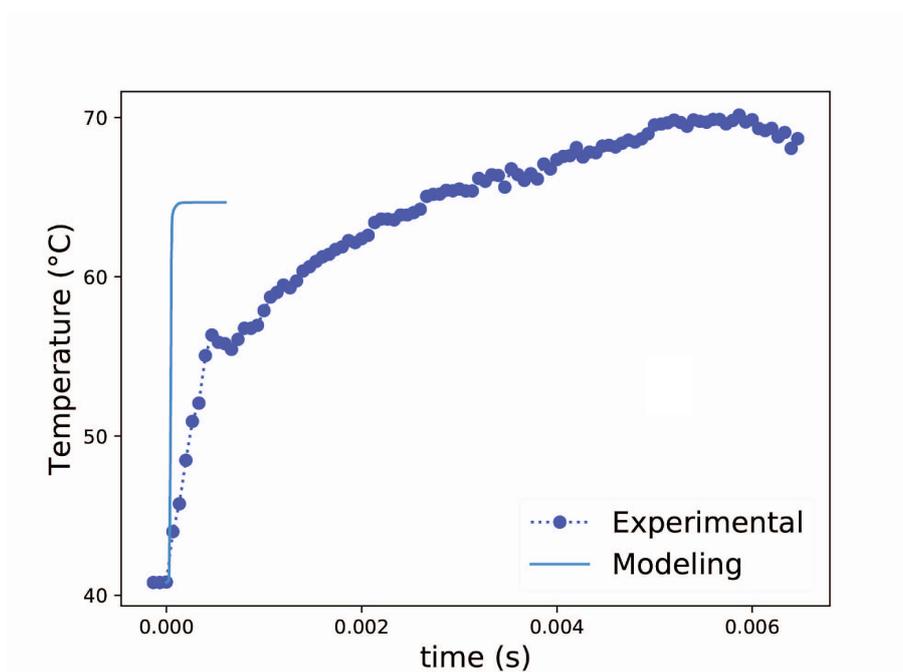


FIGURE B.11: Comparaison de l'évolution de la température au cours du temps du modèle et de l'expérience

Le comportement contrainte/déformation mesuré expérimentalement ressemble fortement à celui que l'on observe généralement pour le NiTi. On effectue donc une comparaison entre celui mesuré et celui modélisé. Des écarts importants sont néanmoins observables. Le modèle de comportement que j'utilise pour la structure ne traite pas le problème de façon autocohérente, ce qui explique que le palier est plus "raide" que ce que l'on peut trouver expérimentalement. Une autre source d'erreur peut provenir de la surestimation des efforts lié au frottement dans le montage.

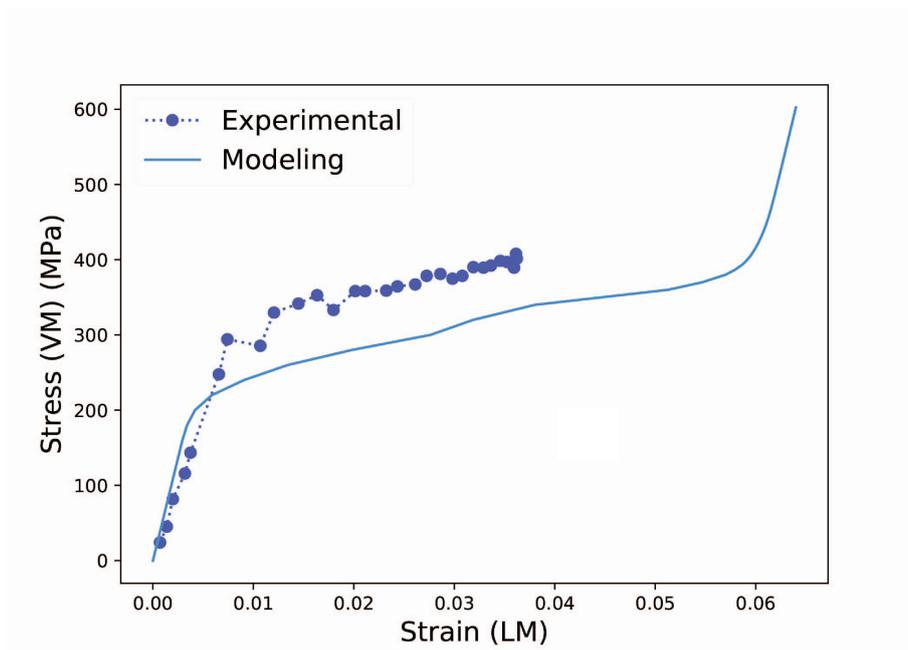


FIGURE B.12: Comparaison modèle/essais des courbes contrainte/déformation

4 Vers un modèle de VER

L'algorithme de résolution du calcul en différences finies 1D est coûteux en temps. Pour la résolution du problème thermique, on calcule dans une première itération la chaleur émise par la transformation martensite à l'aide du modèle multi échelle connaissant les contraintes. Le problème thermique nous donne alors un champ de température au cours du temps et de l'espace. Champs de température que l'on réinjecte partiellement suivant la figure B.13 dans le modèle de comportement du NiTi de manière à converger vers un champ de température admissible. La figure B.13 montre la structure du code, les variables d'entrée et de sortie de chacune des étapes ainsi que le boucle de relaxation numérique. La convergence du modèle est établie par la comparaison de la moyenne de la différence des champs de températures de l'itération N à $N + 1$ à un critère.

Les valeurs des temps caractéristiques des termes d'échanges avec l'environnement extérieur sont grandes devant le temps de l'expérience, on peut alors considérer le comportement de l'éprouvette comme adiabatique, dans ce cas, le modèle de comportement multi échelle est une bonne approximation du comportement, car on suppose la contrainte homogène le long du rayon.

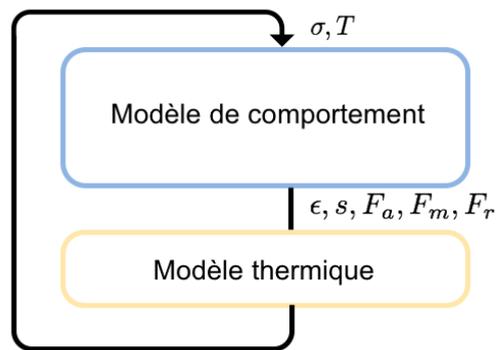


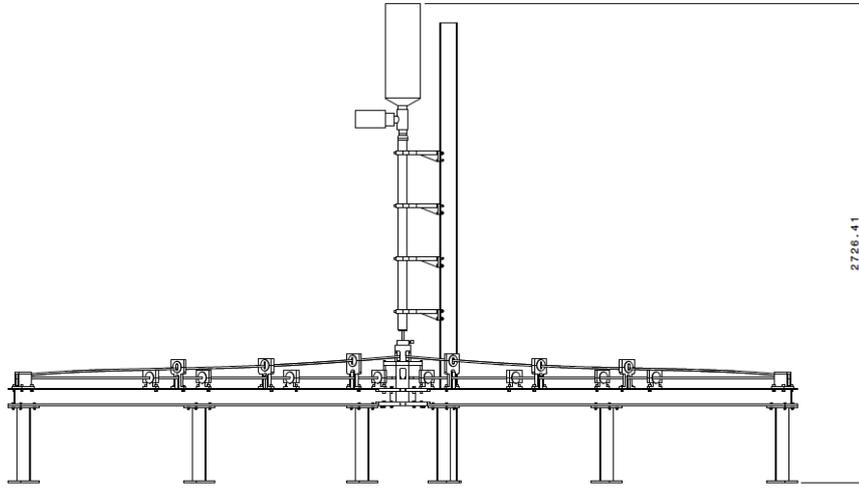
FIGURE B.13: Algorithme de résolution des problèmes VER et thermiques

On adoptera pour la suite de l'étude un modèle de comportement de type VER permettant de modéliser le comportement mécanique et les transformations à l'échelle macroscopique et faisant l'hypothèse de contrainte macroscopique homogène dans la zone d'intérêt.

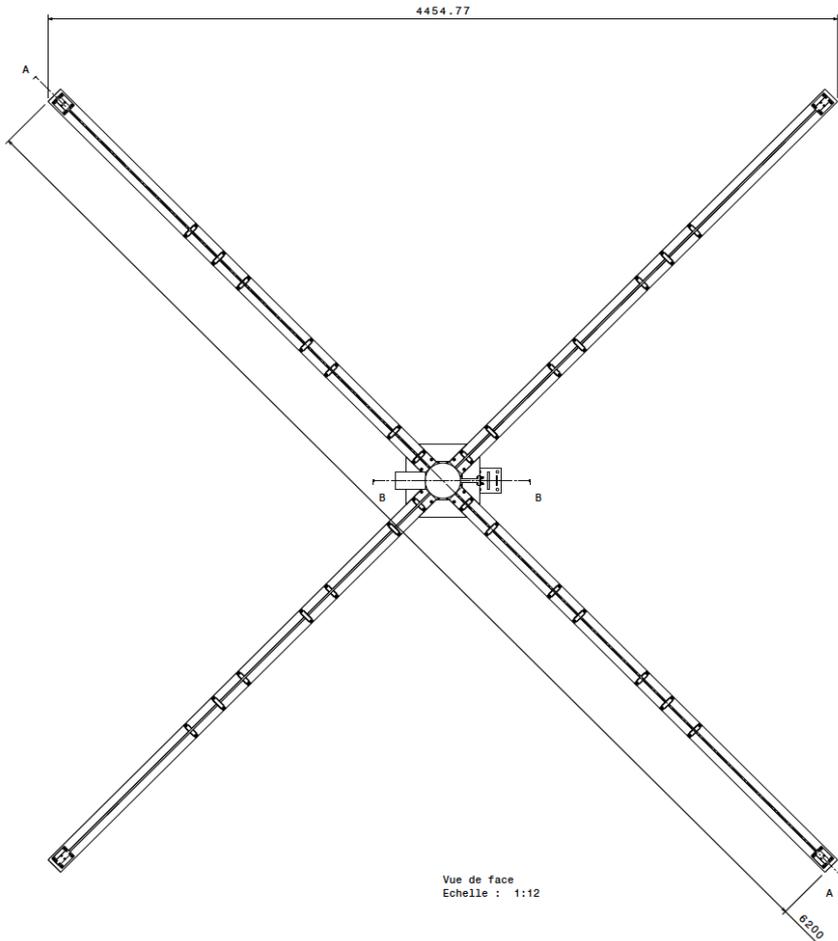
Maquette numérique

Annexe | C

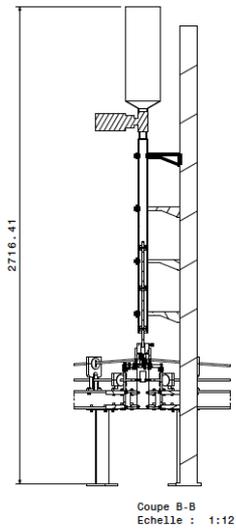




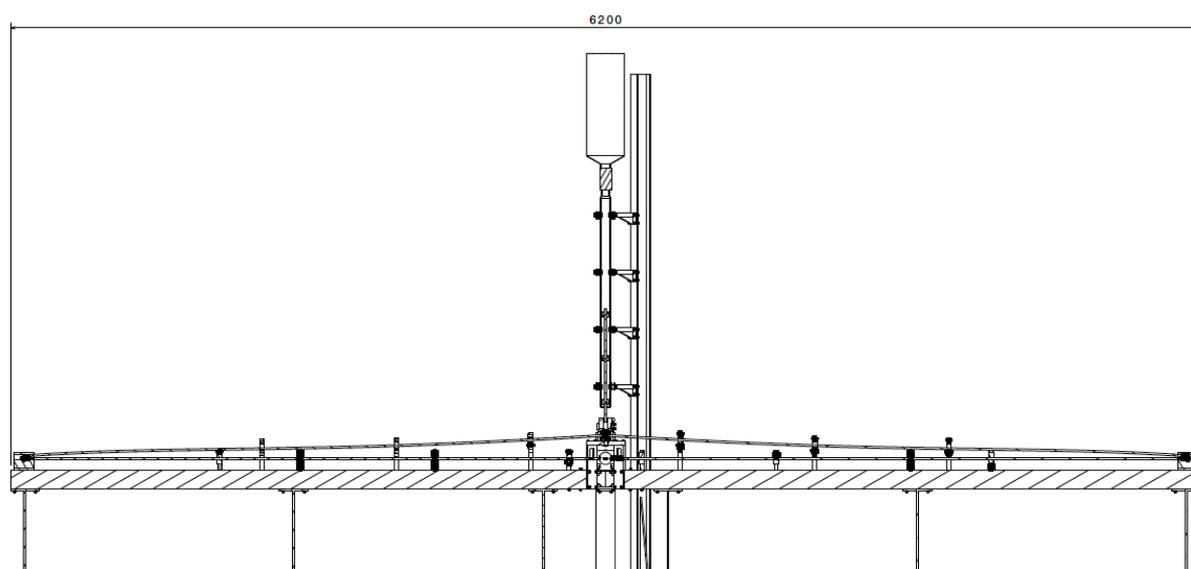
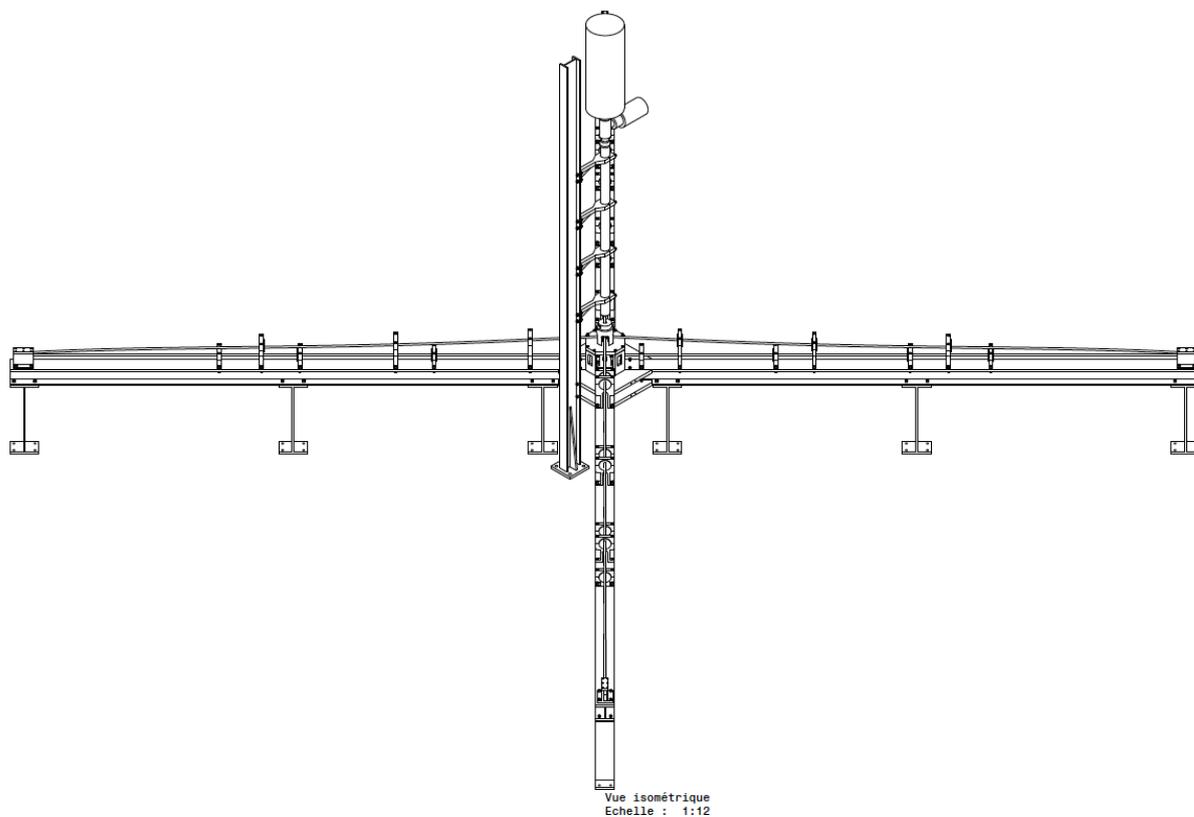
Vue de dessous
Echelle : 1:12



Vue de face
Echelle : 1:12



Coupe B-B
Echelle : 1:12



Bibliographie

- [Achenbach, 1973] ACHENBACH, J. (1973). *Wave Propagation in Elastic Solids*. Elsevier. Google-Books-ID : XyQ6ibRvst4C.
- [Adharapurapu *et al.*, 2006] ADHARAPURAPU, R., JIANG, F., VECCHIO, K. S. et GRAY, G. T. (2006). Response of NiTi shape memory alloy at high strain rate : A systematic investigation of temperature effects on tension–compression asymmetry. *Acta Materialia*.
- [Ahadi et Sun, 2013] AHADI, A. et SUN, Q. (2013). Stress hysteresis and temperature dependence of phase transition stress in nanostructured NiTi—Effects of grain size. *Applied Physics Letters*, 103(2):021902.
- [Akiki *et al.*, 2018] AKIKI, R., GIRY, C. et GATUINGT, F. (2018). Characterization of cracks of damaged concrete structures in dynamics. *In Computational Modelling of Concrete Structures, Euro-C 2018*, Bad Hofgastein, Austria.
- [Albertini *et al.*, 2014] ALBERTINI, C., CADONI, E. et SOLOMOS, G. (2014). Advances in the Hopkinson bar testing of irradiated/non-irradiated nuclear materials and large specimens. *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 372(2015):20130197–20130197.
- [Albertini et Montagnani, 1980] ALBERTINI, C. et MONTAGNANI, M. (1980). Dynamic uniaxial and biaxial stress-strain relationships for austenitic stainless steels. Volume 57:107–123.
- [Bailly *et al.*, 2011] BAILLY, P., DELVARE, F., HANUS, J., VIAL, J., BIESSY, M. et PICART, D. (2011). Dynamic behavior of an aggregate material at simultaneous high pressure and strain rate : SHPB triaxial tests. *International Journal of Impact Engineering*, 38(2-3):73–84.
- [Bhattacharya, 2003] BHATTACHARYA, K. (2003). *Microstructure of martensite : Why it forms and how it gives rise to the shape-memory effect*. Oxford university press.
- [Boyd et Lagoudas, 1996] BOYD, J. G. et LAGOUDAS, D. C. (1996). A thermodynamical constitutive model for shape memory materials. Part I. The monolithic shape memory alloy. *International Journal of Plasticity*, 12(6):805–842.
- [Bussac *et al.*, 2002] BUSSAC, M.-N., COLLET, P., GARY, G. et OTHMAN, R. (2002). An optimisation method for separating and rebuilding one-dimensional dispersive waves from multi-point measurements. Application to elastic or viscoelastic bars. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50:321–349.

- [Chang, 2020] CHANG, X. (2020). *Mesure et modélisation multiéchelle du comportement thermomécanique des alliages à mémoire de forme sous chargement mécanique multiaxial*. Thèse de doctorat, Université Paris-Saclay Ecole Normale Supérieure.
- [chang *et al.*, 2020] CHANG, x., LAVERNHE-TAILLARD, K. et HUBERT, O. (2020). Stochastic multiscale modeling of the thermomechanical behavior of polycrystalline shape memory alloys. *Mechanics of Materials*, 144:103361. Publisher : Elsevier.
- [Chen *et al.*, 2020] CHEN, J., YIN, H. et SUN, Q. (2020). Effects of grain size on fatigue crack growth behaviors of nanocrystalline superelastic NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, 195:141–150.
- [Chen *et al.*, 2001] CHEN, W., WU, Q., KANG, J. et WINFREE, N. (2001). Compressive superelastic behavior of a niti shape memory alloy at strain rate of 0.001-750/s. *International journal of solids and structures*.
- [Cranz et Schardin, 1929] CRANZ, C. et SCHARDIN, H. (1929). Kinematographie auf ruhendem Film und mit extrem hoher Bildfrequenz. *Zeitschrift für Physik*, 56(3):147–183.
- [Davies et Hunter, 1963] DAVIES, E. et HUNTER, S. (1963). The Dynamic Compression Testing of Solids by the Method of the Split Hopkinson Pressure Bar. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*.
- [Davies, 1956] DAVIES, P. R. M. (1956). Stress waves in solids. *British Journal of Applied Physics*, 7(6):203–209.
- [Davies et Taylor, 1948] DAVIES, R. M. et TAYLOR, G. I. (1948). A critical study of the Hopkinson pressure bar. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 240(821):375–457.
- [Dayananda et Rao, 2008] DAYANANDA, G. N. et RAO, M. S. (2008). Effect of strain rate on properties of superelastic NiTi thin wires. *Materials Science and Engineering : A*, 486(1):96–103.
- [Depriester *et al.*, 2014] DEPRIESTER, D., MAYNADIER, A., LAVERNHE-TAILLARD, K. et HUBERT, O. (2014). Thermomechanical modelling of a NiTi SMA sample submitted to displacement-controlled tensile test. *Jal of Solids & Structures*.
- [Durand *et al.*, 2020] DURAND, B., QUILLERY, P., ZOUARI, A. et ZHAO, H. (2020). Exploratory Tests on a Biaxial Compression Hopkinson Bar Set-up. *Experimental Mechanics*.
- [Elnasri et Zhao, 2015] ELNASRI, I. et ZHAO, H. (2015). Perforation of Aluminum Foam Core Sandwich Panels under Impact Loading : A Numerical Study. *EPJ Web of Conferences*, 94:04002.
- [Fall, 2017] FALL, M. (2017). *Mesure et modélisation du comportement thermomagnéto-mécanique des alliages à mémoire de forme*. PhD Thesis, Ecole Normale supérieure de Cachan.

- [Fall *et al.*, 2016] FALL, M. D., HUBERT, O., MAZALEYRAT, F., LAVERNHE-TAILLARD, K. et PASKO, A. (2016). A Multiscale Modeling of Magnetic Shape Memory Alloys : Application to NiMnGa Single Crystal. *IEEE Transactions on Magnetics*, 52:1 – 4. Publisher : Institute of Electrical and Electronics Engineers.
- [Follansbee et Frantz, 1983] FOLLANSBEE, P. S. et FRANTZ, C. (1983). Wave Propagation in the Split Hopkinson Pressure Bar. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 105(1):61–66.
- [Gary et Nowacki, 1994] GARY, G. et NOWACKI, W. (1994). Essai de cisaillement plan appliqué à des tôles minces. *Journal de Physique IV Colloque*, 04(C8):C8–65–C8–70.
- [Gaussorgues et Chomet, 1994] GAUSSORGUES, G. et CHOMET, S. (1994). *Infrared Thermography*. Springer Science & Business Media. Google-Books-ID : K20iCQAAQBAJ.
- [Gil *et al.*, 1995] GIL, F. J., MANERO, J. M. et PLANELL, J. A. (1995). Effect of grain size on the martensitic transformation in NiTi alloy. *Journal of Materials Science*, 30(10):2526–2530.
- [Graff, 1975] GRAFF, K. F. (1975). *Wave Motion in Elastic Solids*. Courier Corporation. Google-Books-ID : jorRAgAAQBAJ.
- [Gravereau, 2012] GRAVEREAU, P. (2012). *Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres*.
- [Grolleau *et al.*, 2008] GROLLEAU, V., GARY, G. et MOHR, D. (2008). Biaxial Testing of Sheet Materials at High Strain Rates Using Viscoelastic Bars. *Experimental Mechanics*, 48(3):293–306.
- [Hild *et al.*, 2015] HILD, F., BESNARD, G., PATTOFATTO, S., ROUX, S. et ZHAO, H. (2015). La dynamique fait son cinéma : De l’apport de l’imagerie et des mesures de champs cinématiques pour l’analyse du comportement dynamique des matériaux. *In Colloque National MECAMAT : Matériaux sous sollicitations intenses grandes vitesses et fortes pressions : de l’impact à la planétologie*, Aussois, France.
- [Hild *et al.*, 2018] HILD, F., BOUTERF, A., FORQUIN, P. et ROUX, S. (2018). On the Use of Digital Image Correlation for the Analysis of the Dynamic Behavior of Materials. *In The Micro-World Observed by Ultra High-Speed Cameras*, pages 185–206.
- [Hild et Roux, 2006] HILD, F. et ROUX, S. (2006). Digital Image Correlation : from Displacement Measurement to Identification of Elastic Properties – a Review. *Strain*, 42(2):69–80. eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1111/j.1475-1305.2006.00258.x>.
- [Hopkinson, 1914] HOPKINSON, B. (1914). A method of measuring the pressure produced in the detonation of high explosives or by the impact of bullets. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character*, 213:437–456.
- [Hou *et al.*, 2010] HOU, B., A.ONO, S.ABDENHADER, S.PATTOFATTO, Y.YI et H.ZHAO (2010). Impact behavior of honeycombs under combined shear-compression, part i experi- ments. , 48 :687–697. *International Journal of Solids and Structures*.

- [Hummeltenberg et Curbach, 2012] HUMMELTENBERG, A. et CURBACH, M. (2012). Entwurf und Aufbau eines zwei axialen Split-Hopkinson-Bars. *Beton- und Stahlbetonbau*, 107(6):394–400.
- [J.D. Campbell et Dowling, 1970] J.D. CAMPBELL, B. et DOWLING, A. R. (1970). The behaviour of materials subjected to dynamic incremental shear loading. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 18(1):43–63.
- [Kolsky, 1949] KOLSKY, H. (1949). An investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 62(11):676.
- [Kolsky, 1964] KOLSKY, H. (1964). Stress waves in solids. *Journal of Sound and Vibration*, 1(1):88–110.
- [Lagoudas et al., 2006] LAGOUDAS, D. C., ENTCHEV, P. B., POPOV, P., PATOOR, E., BRINSON, L. C. et GAO, X. (2006). Shape memory alloys, Part II : Modeling of polycrystals. *Mechanics of Materials*, 38(5):430–462.
- [Laporte et al., 2009] LAPORTE, S., DAVID, F., BOUSSON, V. et PATTOFATTO, S. (2009). Dynamic behavior and microstructural properties of cancellous bone. In *DYMAT - International Conference on the Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading*, volume 1, pages 895–900. EDP Sciences.
- [Lewis et Goldsmith, 1975] LEWIS, J. et GOLDSMITH, W. (1975). The dynamic fracture and prefracture response of compact bone by split Hopkinson bar methods. *Journal of Biomechanics*, 8(1):27–40.
- [Lexcelent et al., 2002] LEXCELLENT, C., VIVET, A., BOUVET, C., CALLOCH, S. et BLANC, P. (2002). Experimental and numerical determinations of the initial surface of phase transformation under biaxial loading in some polycrystalline shape-memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(12):2717–2735.
- [Li et Sun, 2018] LI, M. P. et SUN, Q. P. (2018). Nanoscale phase transition behavior of shape memory alloys - closed form solution of 1D effective modelling. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 110:21 – 37.
- [Li et Sun, 2002] LI, Z. Q. et SUN, Q. P. (2002). The initiation and growth of macroscopic martensite band in nano-grained NiTi microtube under tension. *International Journal of Plasticity*, 11(18):1481–1498.
- [Liang et Rogers, 1997] LIANG, C. et ROGERS, C. A. (1997). One-Dimensional Thermo-mechanical Constitutive Relations for Shape Memory Materials. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 8(4):285–302. Publisher : SAGE Publications Ltd STM.
- [Maynadier, 2012] MAYNADIER, A. (2012). *Couplage thermomécanique dans les alliages à mémoire de forme : mesure des champs cinématiques et thermiques et modélisation multiéchelle*. PhD Thesis, Ecole normale supérieure de Cachan.
- [Maynadier et al., 2011] MAYNADIER, A., DEPRIESTER, D., LAVERNHE-TAILLARD, K. et HUBERT, O. (2011). Thermo-mechanical description of phase transformation in Ni-Ti Shape Memory Alloy. *Procedia Engineering*, 10:2208–2213.

- [Mendoza *et al.*, 2019] MENDOZA, A., NEGGERS, J., HILD, F. et ROUX, S. (2019). Complete Mechanical Regularization Applied to Digital Image and Volume Correlation. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 355:27–43. Publisher : Elsevier.
- [Meyers, 1994] MEYERS, M. (1994). *Dynamic Behavior of Materials*.
- [Naylor *et al.*, 2019] NAYLOR, R., HILD, F., FAGIANO, C., HIRSEKORN, M., RENOLLET, Y., TRANQUART, B. et BARANGER, E. (2019). Mechanically regularized FE DIC for heterogeneous materials. *Experimental Mechanics*, 59(8):1159–1170. Publisher : Society for Experimental Mechanics.
- [Nemat-Nasser et Choi, 2005] NEMAT-NASSER, S. et CHOI, J. (2005). Strain rate dependence of deformation mechanisms in a ni-ti-cr shape memory alloy. *Acta Materialia*.
- [Nie *et al.*, 2018] NIE, H., SUO, T., WU, B., LI, Y. et ZHAO, H. (2018). A versatile split Hopkinson pressure bar using electromagnetic loading. *International Journal of Impact Engineering*, 116:94–104.
- [Niemczura et Ravi-Chandar, 2006] NIEMCZURA, J. et RAVI-CHANDAR, K. (2006). Dynamics of propagating phase boundaries in niti. *Journal of the mechanics and physics solids*.
- [Otsuka et Wayman,] OTSUKA, M. et WAYMAN, C. Shape Memory Materials | Materials science. Library Catalog : www.cambridge.org.
- [Patoor *et al.*, 2006] PATOOR, E., LAGOUDAS, D. C., ENTCHEV, P. B., BRINSON, L. C. et GAO, X. (2006). Shape memory alloys, Part I : General properties and modeling of single crystals. *Mechanics of Materials*, 38(5):391–429.
- [Pieczyska *et al.*, 2006] PIECZYSKA, E., GADAJ, S., NOWACKI, W., HOSHIO, K., MAKINO, Y. et TOBUSHI, H. (2006). Characteristics of energy storage and dissipation in tini shape memory alloy. *Science and ttechnology of advanced materials*.
- [Plietsch et Ehrlich, 1997] PLIETSCH, R. et EHRLICH, K. (1997). Strength differential effect in pseudoelastic NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*, 45(6):2417–2424.
- [Quillery *et al.*, 2018] QUILLERY, P., DURAND, B., HUBERT, O. et ZHAO, H. (2018). Nickel-titanium pseudo-elastic behavior under equi-biaxial dynamic loading conditions. *EPJ Web of Conferences*, 183.
- [Rittel *et al.*, 2002] RITTEL, D., LEE, S. et RAVICHANDRAN, G. (2002). A shear-compression specimen for large strain testing. *Experimental Mechanics*, 42(1):58–64.
- [Rusinek et Klepaczko, 2001] RUSINEK, A. et KLEPACZKO, J. R. (2001). Shear testing of a sheet steel at wide range of strain rates and a constitutive relation with strain-rate and temperature dependence of the flow stress. *International Journal of Plasticity*, 17(1):87–115.
- [Saletti, 2011] SALETTI, D. (2011). *Mesure de champs hétérogène dans un alliage à mémoire de forme de Nickel-Titane sous sollicitations dynamiques*. PhD Thesis, Ecole Normale supérieure de Cachan.

- [Shaw et Kyriakides, 1997] SHAW, J. A. et KYRIAKIDES, S. (1997). On the nucleation and propagation of phase transformation fronts in a NiTi alloy. *Acta Materialia*, 45(2): 683–700.
- [Stiebler *et al.*, 1991] STIEBLER, K., KUNZE, H.-D. et EL-MAGD, E. (1991). Description of the flow behaviour of a high strength austenitic steel under biaxial loading by a constitutive equation. *Nuclear Engineering and Design*, 127(1):85–93.
- [Sun et He, 2008] SUN, Q. P. et HE, Y. J. (2008). A multiscale continuum model of the grain-size dependence of the stress hysteresis in shape memory alloy polycrystals. *International Journal of Solids and Structures*, 45(13):3868–3896.
- [Tobushi *et al.*, 1998] TOBUSHI, H., Y. SHIMENO, HACHISUKA, T. et TANAKA, K. (1998). Influence of strain rate on superelastic properties of tiny shape memory alloy. *Mechanics of materials*.
- [Tomicevic *et al.*, 2013] TOMICEVIC, Z., HILD, F. et ROUX, S. (2013). Mechanics-Aided Digital Image Correlation. *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 48:330–343. Publisher : SAGE Publications.
- [Tounsi *et al.*, 2016] TOUNSI, R., MARKIEWICZ, E., HAUGOU, G., CHAARI, F. et ZOUARI, B. (2016). Dynamic behaviour of honeycombs under mixed shear-compression loading : Experiments and analysis of combined effects of loading angle and cells in-plane orientation. *International Journal of Solids and Structures*, 80:501–511.
- [Wang, Man *et al.*, 2018] WANG, MAN, ZHANG, Y. et JIANG, S. (2018). Phase Transformation, Twinning, and Detwinning of NiTi Shape-Memory Alloy Subject to a Shock Wave Based on Molecular-Dynamics Simulation | HTML.
- [Xia *et al.*, 2018] XIA, M., LIU, P. et SUN, Q. (2018). Grain size dependence of Young's modulus and hardness for nanocrystalline NiTi shape memory alloy. *Materials Letters*, 211:352 – 355.
- [Yu *et al.*, 2018] YU, C., KANG, G. et KAN, Q. (2018). A micromechanical constitutive model for grain size dependent thermo-mechanically coupled inelastic deformation of super-elastic NiTi shape memory alloy. *International Journal of Plasticity*, 105:99–127.
- [Zhang *et al.*, 2010] ZHANG, X., FENG, P., HE, Y., YU, T. et SUN, Q. (2010). Experimental study on rate dependence of macroscopic domain and stress hysteresis in NiTi shape memory alloy strips. *International Journal of Mechanical Sciences*, 52(12):1660–1670.
- [Zhao et Gary, 1995] ZHAO, H. et GARY, G. (1995). A three dimensional analytical solution of the longitudinal wave propagation in an infinite linear viscoelastic cylindrical bar. Application to experimental techniques. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 43(8):1335–1348.
- [Zhao et Gary, 1997] ZHAO, H. et GARY, G. (1997). A new method for the separation of waves. application to the shpb technique for an unlimited duration of measurement. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*.

Titre : Comportement dynamique uniaxial et biaxial des alliages à mémoire de forme de type nickel-titane nanocristallins

Mots clés : Essais dynamiques, essais multi-axiaux, alliages à mémoire de forme (AMF), matériaux nanocristallin

Résumé : Les alliages à mémoire de forme (AMF) subissent des transformations de phases solide-solide appelées transformations martensitiques, impliquant une phase "haute température", l'austénite, et une phase "basse température", la martensite. La microstructure cristalline de l'alliage joue un rôle vis-à-vis des mécanismes de transformations, et de son comportement pseudo-élastique. La réduction des grains vers une taille nanométrique offre notamment des caractéristiques thermiques et mécaniques bien différentes et peu connues. La démocratisation de l'utilisation de ces matériaux passe par la validation de modèles complets et donc par la connaissance du comportement thermomécanique multiaxial dynamique. Ce travail propose la mise en place d'essais dynamiques biaxiaux innovants pour l'étude du comportement mécanique pseudo-élastique d'un nickel titane sous compression dynamique biaxiale. Un seul et unique projectile, lancé sur un système complexe de triangles à 45°, barres et renvois d'angles, permet de solliciter l'échantillon de manière biaxiale. Le mécanisme permet notamment d'assurer la synchronisation des chargements selon les deux axes. Grâce à son architecture, le banc d'essais rend possibles

des cas de sollicitations dynamiques multiaxiales inexplorés jusqu'à présent. Le grand nombre de points de mesure par jauges de déformations collées sur les barres permet de calculer les efforts et déplacements aux limites de l'échantillon et ce indépendamment suivant les deux axes de sollicitation. L'utilisation d'une caméra thermique et d'une caméra optique permet d'identifier les champs de déformations et de sources de chaleur. Le champ de contrainte est estimé en combinant les informations des jauges de déformations et une analyse par éléments finis de l'échantillon. La déformation apparaît homogène dans la région de chargement biaxiale, où une augmentation significative de la température due à la chaleur latente de changement de phase est observée. Les essais dynamiques permettent d'autre part d'établir une courbe contrainte / déformation dynamique équivalente dans des conditions biaxiales et quasi-adiabatiques. Les expériences sont finalement comparées aux résultats du modèle axisymétrique en différences finies où la loi de comportement est donnée par un modèle multi-échelle stochastique entièrement couplé.

Title : Nickel- titanium pseudo-elastic behavior under equi-biaxial dynamic loading condition

Keywords : Dynamic testing, multiaxial testing, shape memory alloy (SMA), nanocrystalline materials

Abstract : Shape memory alloys (SMA) undergo a solid-solid phase transformation called martensitic transformation, involving a "high temperature" phase, austenite, and a "low temperature" phase, martensite. The crystalline microstructure of the alloy alters mechanisms of transformations, and its pseudo-elastic behavior. The reduction of the grains to nanometric size shows new and unknown thermal and mechanical characteristics. Knowledge of thermomechanical behavior is however essential for the validation of multiaxial models to democratize the use of these materials. This work presents the development of innovative biaxial dynamic tests for the study of the pseudo-elastic mechanical behavior of a nickel titanium under biaxial dynamic compression. A single projectile, launched on a complex system of 45° triangles, bars and transmitters, creates a biaxial sollicitation of the sample. This mechanism ensures that the loads are synchronized along the two axes. Thanks to its ar-

chitecture, the system makes possible many cases of multiaxial dynamic stress, unexplored until now. The forces and displacements across the sample are calculated independently, along both axes, from strain gauges glued on bars. The use of a thermal and optical camera allows strain and heating sources fields to be identified. The stress field is estimated by combining the information from the strain gauges placed on the bars and a finite element analysis of the specimen. The deformation appears homogeneous in the biaxial loading region of interest where a significant rise in temperature due to the phase change latent heat is observed. On the other hand the dynamic testing allows an equivalent dynamic stress/strain curve under biaxial and quasi-adiabatic conditions to be plotted. Experiments are finally compared to the results of finite difference axisymmetric model where the constitutive law is given by a fully coupled stochastic multiscale model.

