



**HAL**  
open science

# Caractérisation et modélisation du comportement dynamique des verres métalliques

Marine Bayard

► **To cite this version:**

Marine Bayard. Caractérisation et modélisation du comportement dynamique des verres métalliques. Mécanique des fluides [physics.class-ph]. Institut Polytechnique de Paris, 2020. Français. NNT : 2020IPPAE009 . tel-03768523

**HAL Id: tel-03768523**

**<https://theses.hal.science/tel-03768523>**

Submitted on 4 Sep 2022

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

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



# Caractérisation et modélisation du comportement dynamique des verres métalliques

Thèse de doctorat de l'Institut Polytechnique de Paris  
préparée à l'École Nationale Supérieure des Techniques Avancées de Paris

École doctorale n°626 Institut Polytechnique de Paris (IP Paris)  
Spécialité de doctorat : Mécanique des fluides et des solides, acoustique

Thèse présentée et soutenue à Palaiseau, le 2 septembre 2020, par

**MARINE BAYARD**

Composition du Jury :

Erik Charkaluk Directeur de recherche, École Polytechnique (LMS)	Président
Jean-Jacques Blandin Directeur de recherche, SIMaP (GPM2)	Rapporteur
Hervé Couque Expert Dynamique et Matériaux, Nexter Munitions	Rapporteur
Jean-Christophe Sanglebœuf Professeur, Université de Rennes 1 (IPR)	Examineur
Habibou Maitournam Professeur, ENSTA Paris (IMSIA)	Directeur de thèse
Marc Blétry Maître de conférence, Université Paris XII (ICMPE)	Co-directeur de thèse
Eva Héripé Ingénieur de recherche CNRS, École Centrale-Supélec (MSSMat)	Invité
François Barthelemy Responsable scientifique, DGA	Invité



# SOMMAIRE

REMERCIEMENTS	vii
NOTATIONS	xi
INTRODUCTION	xv
1 ETAT DE L'ART	1
<b>1.1 Les verres métalliques</b>	2
1.1.1 Verres et transition vitreuse	2
1.1.1.i L'état vitreux	2
1.1.1.ii La Transition vitreuse	3
1.1.2 Les verres métalliques massifs	6
1.1.3 La mobilité atomique dans les verres métalliques	10
1.1.3.i Diffusion	10
1.1.3.ii Relaxation structurale	12
1.1.3.iii Cristallisation dans les verres	14
<b>1.2 Comportement mécanique des verres métalliques</b>	20
1.2.1 Introduction	20
1.2.2 Elasticité, Anélasticité	20
1.2.3 Plasticité	23
1.2.3.i Déformation homogène	23
1.2.3.ii Déformation hétérogène	28
1.2.3.iii Transition homogène/hétérogène - Carte des déformations	33
1.2.4 Rupture	34
1.2.4.i Seuil et phénoménologie	35
1.2.4.ii Mécanismes et modes de rupture	38
1.2.4.iii Bandes de cisaillement et aspects thermiques	39
1.2.5 Comportement dynamique	41
1.2.5.i Comportement élasto-plastique	41
1.2.5.ii Rupture en dynamique	42
1.2.5.iii Bandes de cisaillement	45
1.2.6 Phénomènes modifiant le comportement mécanique	46
1.2.6.i Relaxation structurale	47
1.2.6.ii Cristallisation	47
<b>1.3 Modèles de déformation des verres métalliques</b>	49

1.3.1	Introduction sur les modèles physiques . . . . .	49
1.3.2	Modèle des volumes libres de Spaepen . . . . .	51
1.3.3	Evolutions du modèle de Spaepen . . . . .	54
1.3.3.i	Evolutions du taux de volume libre . . . . .	54
1.3.3.ii	Evolutions des formulations . . . . .	56
<b>1.4</b>	<b>Synthèse . . . . .</b>	<b>58</b>
<b>2</b>	<b>ÉLABORATION ET CARACTÉRISATION DES VERRES MÉTALLIQUES . . . . .</b>	<b>61</b>
<b>2.1</b>	<b>Élaboration . . . . .</b>	<b>61</b>
2.1.1	Choix de la nuance et de la démarche d'élaboration . . . . .	62
2.1.2	Élaboration des échantillons . . . . .	63
2.1.2.i	Préparation des éléments primaires . . . . .	63
2.1.2.ii	Élaboration de l'alliage mère . . . . .	63
2.1.2.iii	Coulée des échantillons . . . . .	64
<b>2.2</b>	<b>Techniques de caractérisation . . . . .</b>	<b>68</b>
2.2.1	Techniques de caractérisation globale . . . . .	69
2.2.1.i	Mesures de densité . . . . .	69
2.2.1.ii	Diffraction des rayons X . . . . .	70
2.2.1.iii	Calorimétrie différentielle à balayage . . . . .	72
2.2.1.iv	Mesure de la fraction cristallisée . . . . .	74
2.2.2	Technique de caractérisation locale . . . . .	76
2.2.2.i	Microscope électronique à balayage - MEB . . . . .	76
2.2.2.ii	Analyse chimique par rayons X - EDS . . . . .	79
<b>2.3</b>	<b>Caractérisation des échantillons élaborés . . . . .</b>	<b>79</b>
2.3.1	Dénomination des barreaux caractérisés . . . . .	80
2.3.2	Mesures de densité . . . . .	80
2.3.3	Mesures DRX . . . . .	82
2.3.4	Calcul des fractions cristallines . . . . .	84
2.3.5	Mesures DSC . . . . .	85
2.3.6	Observations au MEB et analyse EDS . . . . .	87
<b>2.4</b>	<b>Synthèse . . . . .</b>	<b>90</b>
<b>3</b>	<b>LES ESSAIS AUX BARRES D'HOPKINSON . . . . .</b>	<b>93</b>
<b>3.1</b>	<b>Théorie générale sur les barres d'Hopkinson . . . . .</b>	<b>94</b>
3.1.1	Principe de l'essai . . . . .	94
3.1.2	Mesures réalisées . . . . .	96
3.1.3	Techniques d'extraction des ondes . . . . .	96
3.1.3.i	Les signaux mesurés aux jauges . . . . .	96
3.1.3.ii	Transports des ondes : Dispersion et calage . . . . .	98
3.1.4	Poinçonnement des barres . . . . .	100
3.1.5	Les ondes dans la chaîne mécanique . . . . .	101
3.1.5.i	Des ondes unidimensionnelles . . . . .	101
3.1.5.ii	Création et propagation des ondes . . . . .	104

<b>3.2</b>	<b>Comportement moyen d'un échantillon élastique</b>	108
3.2.1	Les ondes au sein de l'échantillon	108
3.2.2	Du régime transitoire au régime homogène	111
3.2.3	Homogénéité de l'échantillon	112
3.2.4	Déterminer le comportement moyen de l'échantillon	113
3.2.5	Conclusion et limites de l'essai	116
<b>3.3</b>	<b>Présentation des essais réalisés</b>	119
3.3.1	Le banc d'essai	119
3.3.1.i	Présentation générale du banc d'essai	119
3.3.1.ii	Caractéristiques géométriques et mécaniques du banc	120
3.3.1.iii	Caractéristiques du système d'acquisition	121
3.3.2	Les configurations d'essais	122
3.3.2.i	Configuration de compression standard	122
3.3.2.ii	Configuration de compression diamétrale ou essai brésilien	123
3.3.3	Déroulement et post-traitement des essais dynamiques	129
3.3.3.i	Mise en place et déroulement de l'essai	130
3.3.3.ii	Post-traitement de l'essai	131
<b>3.4</b>	<b>Comment éviter de recharger l'échantillon au cours d'un essai?</b>	132
3.4.1	Méthode mise en place	133
3.4.2	Résultats obtenus	140
3.4.3	Bilan de l'étude	144
<b>3.5</b>	<b>Synthèse</b>	144
<b>4</b>	<b>CARACTÉRISATION DU COMPORTEMENT EN DYNAMIQUE</b>	<b>147</b>
<b>4.1</b>	<b>Mise en place de la campagne de caractérisation</b>	<b>148</b>
4.1.1	Obtention des éprouvettes testées	148
4.1.2	Méthode expérimentale suivie	150
<b>4.2</b>	<b>Comportement macroscopique des échantillons rompus en configuration axiale</b>	<b>151</b>
4.2.1	Réponse mécanique des échantillons rompus en une fois	152
4.2.1.i	Résultats obtenus suite aux essais	152
4.2.1.ii	Analyse de la réponse macroscopique des échantillons	155
4.2.2	Réponse mécanique des échantillons rompus en deux fois	162
4.2.2.i	Résultats obtenus suite au premier essai sans rupture	163
4.2.2.ii	Résultats obtenus suite au second essai avec rupture	165
4.2.3	Comparaison des réponses macroscopiques des échantillons testés en configuration axiale	168
<b>4.3</b>	<b>Analyse de la rupture des échantillons testés en configuration axiale</b>	<b>174</b>
4.3.1	Rupture macroscopique des échantillons	174
4.3.2	Réponse microscopique des échantillons rompus	177
4.3.2.i	Observation des surfaces de rupture au MEB	177
4.3.2.ii	Analyse chimique des faciès de rupture	181
<b>4.4</b>	<b>Réponse des échantillons testés en compression diamétrale</b>	<b>184</b>

4.4.1	Caractéristiques des essais hétérogènes menés . . . . .	184
4.4.2	Résultats obtenus suite aux essais brésiliens . . . . .	184
4.4.3	Analyse des résultats . . . . .	187
4.4.3.i	Réponse macroscopique des échantillons testés en brésilien . . .	187
4.4.3.ii	Rupture des éprouvettes . . . . .	191
<b>4.5</b>	<b>Comportement macroscopique à vitesse de déformation plus élevée</b> . .	<b>195</b>
4.5.1	Comportement macroscopique et homogénéité de l'échantillon . . . . .	196
4.5.2	Sensibilité de la contrainte maximale à la vitesse de déformation . . . . .	199
<b>4.6</b>	<b>Synthèse</b> . . . . .	<b>201</b>
<b>5</b>	<b>MODÉLISATION THERMOMÉCANIQUE DU COMPORTEMENT</b>	<b>205</b>
<b>5.1</b>	<b>Équations constitutives du modèle élaboré</b> . . . . .	<b>206</b>
5.1.1	Formulation générale tridimensionnelle isotherme . . . . .	207
5.1.1.i	Équations d'état . . . . .	208
5.1.1.ii	Équations d'évolution . . . . .	208
5.1.1.iii	Bilan . . . . .	210
<b>5.2</b>	<b>Étude du modèle sans diffusion</b> . . . . .	<b>210</b>
5.2.1	Implémentation des équations dans un code de calcul par éléments finis .	210
5.2.1.i	Description du problème . . . . .	211
5.2.1.ii	Principe et méthodologie . . . . .	212
5.2.1.iii	Schéma d'intégration explicite des équations . . . . .	214
5.2.1.iv	Schéma d'intégration implicite des équations . . . . .	215
5.2.1.v	Synthèse sur la résolution du problème mécanique . . . . .	220
5.2.2	Estimation des paramètres de la loi de comportement . . . . .	222
5.2.2.i	Paramètres du problème et influence sur le comportement du matériau . . . . .	222
5.2.2.ii	Détermination des paramètres et comparaison . . . . .	223
5.2.2.iii	Choix du jeu de paramètre final . . . . .	225
5.2.3	La localisation de la déformation sans diffusion . . . . .	226
5.2.3.i	Mise en place des simulations . . . . .	226
5.2.3.ii	Les éléments mous . . . . .	232
5.2.3.iii	Distribution initiale aléatoire de volume libre . . . . .	240
5.2.4	Synthèse . . . . .	250
<b>5.3</b>	<b>Étude du modèle avec diffusion</b> . . . . .	<b>251</b>
5.3.1	Implémentation du modèle dans un code de calcul par éléments finis par une approche partitionnée . . . . .	251
5.3.1.i	La partie mécanique . . . . .	251
5.3.1.ii	La partie diffusion . . . . .	252
5.3.1.iii	Le couplage des deux physiques . . . . .	252
5.3.2	La localisation de la déformation avec diffusion . . . . .	253
5.3.2.i	Mise en place des simulations . . . . .	254
5.3.2.ii	Effets de la diffusion sur la localisation de la déformation . . . .	257
<b>5.4</b>	<b>Synthèse</b> . . . . .	<b>264</b>

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	<b>267</b>
A PRÉPARATIONS ET DÉPOUILLEMENT DES ESSAIS DYNAMIQUES	<b>275</b>
B CARACTÉRISTIQUES DES ESSAIS DYNAMIQUES	<b>283</b>
C ESTIMATION DE LA HAUSSE DE TEMPÉRATURE LORS D'UN ESSAI DYNAMIQUE	<b>287</b>
D APPROCHE THERMODYNAMIQUE	<b>289</b>
E MATRICE JACOBIENNE DU SCHÉMA D'INTÉGRATION IMPLICITE	<b>297</b>
F PARAMÈTRES DU MODÈLE ET COMPORTEMENT HOMOGÈNE	<b>303</b>
G CONVERGENCE EN ESPACE ET EN TEMPS DU MODÈLE SANS DIFFUSION	<b>305</b>
H CONVERGENCE EN ESPACE ET EN TEMPS DU MODÈLE AVEC DIFFUSION	<b>311</b>
BIBLIOGRAPHIE	<b>317</b>





# REMERCIEMENTS

Une thèse est un long périple. Beaucoup de monde y contribue. Après trois ans et quelques mois de chemins parcourus, voici venu le temps de remercier toutes les personnes qui ont rendu ce travail possible et agréable.

Je tiens en premier lieu à remercier Habibou Maitournam (IMSIA) qui a eu la gentillesse d'accepter de diriger ma thèse. Il s'est entouré de deux personnes formidables que sont Eva Héripé (MSSMat) et Marc Blétry (ICMPE). Tout trois ont encadré mes travaux de main de maître. Il m'est impossible de faire autrement que de vous remercier simultanément tous les trois. Grâce à vous ces trois années et quelques de thèse ont été une période de pur bonheur. À vos côtés, j'ai pu apprendre les exigences du métier de chercheurs, j'ai été initié à certaines techniques expérimentales et numériques ainsi qu'à la façon de bien parler et/ou présenter des résultats. Nos rencontres et nos échanges ont toujours été riches en idées pour m'occuper pendant quelques temps! Merci aussi à François Barthelemy de la DGA qui a été mon tuteur et qui a suivi mes travaux avec bienveillance.

Mes remerciements vont ensuite à Jean-Jacques Blandin et Hervé Couque qui ont eu l'extrême gentillesse et la patience de lire mon manuscrit et d'évaluer mon travail. Ce fut un réel plaisir de répondre à leurs questions, critiques et remarques lors de ma soutenance.

Christophe Sangleboeuf et Eric Charkaluk ont bien voulu compléter le jury. Je les en remercie grandement. Les connaissances sur les verres métalliques du premier et l'œil de numéricien du second, conscients des difficultés de ces deux domaines, ont été appréciés.

Cette thèse m'a ouvert les portes de différents laboratoires dans toute la région parisienne : l'Institut des sciences de la mécanique et applications industrielles (IMSIA) de l'ENSTA Paris à Palaiseau, l'Institut de Chimie et Matériaux Paris-Est (ICMPE) à Thiais, le Laboratoire de Mécanique du Solide (LMS) à Palaiseau et le laboratoire de Mécanique des Sols, Structures et Matériaux (MSSMat) à Gif sur Yvette. J'ai également fait un très bref séjour au laboratoire Navier de l'école des Ponts et Chaussées et au centre de l'ONERA de Châtillon. Toutes les personnes que j'ai rencontré dans les différents laboratoires ont rendu cette période de thèse heureuse, agréable et fructueuse.

À l'ICMPE j'ai été accueillie dans l'équipe Métaux et Céramiques à Microstructures Contrôlées (MCMC) d'Yvan Guillot. Je le remercie chaleureusement pour son accueil. J'y ai élaboré, par divers procédés, et caractérisé, structurellement et thermiquement, des barreaux de verres métalliques base Zirconium. Dans cette tâche j'ai été très largement aidée et épaulée par Loïc Perrière. Je tiens à lui communiquer ma reconnaissance. Sa connaissance sur les matériaux et sur les verres est grande et je le remercie de l'avoir partagée avec moi. Je remercie également Yvan Cotrebil avec engouement. Il a tout d'abord été de bons conseils pour tous les travaux de préparation d'échantillons. Au fur et à mesure que nous avons travaillé ensemble, j'ai découvert un collègue sur qui je pouvais compter et avec qui je pouvais partager des conversations sur de nombreux sujets. Je le remercie également pour les quelques repas au restaurant que nous avons partagés ensemble. Enfin je remercie Rémi Pires avec qui j'ai observé mes échantillons après es-

sais au MEB. Ma gratitude va également à toutes les personnes de l'équipe MCMC, chercheurs, enseignants-chercheurs, ingénieurs, administratifs, doctorants et post-doctorants qui ont rendus mes séjours dans ce laboratoire très agréables. Un merci tout particulier aux deux Pierre qui organisaient de fantastiques parties de boules les midis estivaux.

Au MSSMat je tiens à remercier Louis qui m'a notamment aidé à utiliser le MEB Leo pour observer les faciès de rupture de mes échantillons. Il a également été un ami cher avec qui j'ai partagé mes déjeuners, mes pauses café et même une conférence en Bretagne. Il était toujours là pour m'ouvrir les portes des différentes salles du MSSMat. Je remercie également Pierre et Laure avec qui j'ai partagé de bon moment aux pauses déjeuner et café.

Du LMS, je tiens à adresser ma gratitude la plus profonde à Gérard Gary, la référence française des essais aux barres d'Hopkinson et l'un des auteurs des différents logiciels de pré et post-traitement des barres d'Hopkinson utilisés au LMS. Il m'a épaulé durant toutes mes campagnes d'essais et a bien voulu partagé, avec moi, ses connaissances sur ce type d'essai. Je le remercie pour le temps et l'énergie qu'il a investi dans mon travail. Sans lui, je n'aurais pu analyser aussi bien les résultats de mes essais. Je remercie également Vincent de Greef, l'un des développeurs des logiciels utilisés au LMS pour le dépouillement des essais aux barres d'Hopkinson, qui a toujours été là pour résoudre les différents problèmes numériques et expérimentaux. Je remercie également Philippe Chevallier et Jérémie Depuydt, les deux techniciens avec qui j'ai réalisé mes campagnes d'essais.

Du Laboratoire Navier, je remercie Patrick Aïmedieu qui a eu l'extrême gentillesse de m'accueillir à trois reprises afin de réaliser des radiographies RX de mes barreaux de verres métalliques.

De l'ONERA, je remercie Jean-Didier Garaud, ancien collègue d'Eva Hériprié et un des développeurs de la série de logiciels Zset pour le calcul mécanique de matériaux. Il a eu l'extrême gentillesse de participer à la mise en place de l'approche partitionnée utilisée dans la modélisation du comportement des verres métalliques. Ses connaissances du code Zébulon mais également ses connaissances en programmation ont été pour moi d'un grand secours. Je ne le remercierai jamais assez pour sa participation à ma thèse et pour le sujet de post-doc qu'il m'a proposé et offert au sein de son unité à l'ONERA.

Enfin, last but not least, je termine avec l'IMSIA, où j'ai passé un peu plus de trois années dans le bâtiment C. Il y a tellement de personnes que je souhaite remercier au sein de ce laboratoire que j'espère n'oublier personne et, si jamais ça devait arriver, je demande à ceux qui se sentent lésés de bien vouloir me pardonner. Je commencerai avec ceux qui ont participé à l'élaboration de la loi de comportement : il s'agit de Fabien Szmytka et de Claude Stolz. Tous deux ont eu quelques brillantes idées et les ont partagées avec moi. Je les en remercie. Un merci supplémentaire à Fabien qui avait une petite connaissance de Zébulon et qui a pu m'aider sur ce point également. Tous deux ont également été de très bons collègues avec qui j'ai partagé de longues discussions. Je remercie très chaleureusement Nicolas Thurieau, ancien post-doc sur les verres métalliques. Il a partagé avec moi ses secrets sur les verres et a été d'une grande aide dans tous les domaines, à la fois théorique, numérique et expérimental. Je tiens également à remercier Jean-François Semblat qui a un gros bagage dans les barres d'Hopkinson

et qui a bien voulu répondre à mes interrogations. Merci enfin à tous les autres membres du laboratoire : chercheurs, administratifs, stagiaires, thésards, postdocs, ingénieurs et autres intermittents. Certains (plusieurs en fait !) méritent une attention particulière. D'abord merci aux enseignants-chercheurs et professeurs qui m'ont permis de les assister en cours : Cyril Touzé, Corinne Rouby et Olivier Doaré. Enfin merci aux thésards fluidistes et solidiens pour les pauses café et déjeuner à la cantine mais aussi pour leurs idées de coin de table et pour les moments passés à préparer les TDs.

Et parce que la thèse est un travail créatif, il est nécessaire de garder toujours un esprit ouvert... Merci aux quelques personnes (thésards et postdocs), que je compte maintenant parmi mes amis, et qui m'ont permis de me débrider l'esprit au cours de cours de sport, déjeuner/dîner au restaurant, pause café, trajet en bus ou au cours des nombreux afterworks qu'on a partagés. Je pense à Gülcan Özerim, Baris Telmen, Quentin Pierron, Aurore Caquas, Thomas Corre, Louis David, Moez Masmoudi, Josiane Nguimatsia et Nicolas Thurieau. J'espère qu'on continuera à partager encore de nombreux moments ensemble.

Aussi, parce qu'une thèse peut parfois (et même souvent) être dure psychologiquement parce que la recherche, et bien, ça marche rarement et ça rate souvent, j'adresse mes remerciements les plus affectueux à mes parents et beaux parents qui m'ont permis de garder le moral. Un petit "big up" à mon chéri qui en plus de me soutenir m'a également supportée dans les derniers mois très stressants.

Ce travail a bénéficié du soutien financier de la Direction Générale de l'Armement et de l'École Nationale Supérieure des Techniques Avancées de Paris.



# NOTATIONS

Nous utiliserons la notation d'Einstein sur les indices répétés sauf avis contraire. Nous considérerons le cas d'un matériau isotrope.

## Formats des grandeurs mécaniques

$u$	Scalaire
$\underline{u}$	Vecteur de composantes $u_i$
$\underline{\underline{u}}$	Tenseur d'ordre 2 de composantes $u_{ij}$
$\mathbb{U}$	Tenseur d'ordre 4 de composantes $U_{ijkl}$

## Opérateurs tensoriels

$\text{Tr}()$	Trace d'un tenseur d'ordre 2	$\text{Tr}(\underline{\underline{u}}) = u_{ii}$
$\cdot$	Produit contracté	$(\underline{\underline{A}} \cdot \underline{\underline{B}})_{ij} = A_{ik} B_{kj}$
$:$	Produit doublement contracté	$\underline{\underline{A}} : \underline{\underline{B}} = \text{Tr}(\underline{\underline{A}} \cdot \underline{\underline{B}}) = A_{ij} B_{ji}$
$\otimes$	Produit tensoriel	$(\underline{\underline{A}} \otimes \underline{\underline{B}})_{ijkl} = A_{ij} B_{kl}$
$\  \ $	Normes canonique sur l'espace des tenseurs d'ordre 2	$\ u\  = \sqrt{\underline{\underline{u}} : \underline{\underline{u}}}$
$\  \ _{\mathbb{M}}$	Norme associée à la métrique $\mathbb{M}$	$\ u\ _{\mathbb{M}} = \sqrt{\underline{\underline{u}} : \mathbb{M} : \underline{\underline{u}}}$
$\frac{\partial}{\partial \underline{\underline{x}}}$	Dérivée partielle spatiale	$\frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{x}}} = \frac{\partial f}{\partial x_{ji}} e_i \otimes e_j$
$\cdot$	Dérivée temporelle	$\dot{f} = \frac{df}{dt}$
$\nabla$	Gradient	$(\underline{\underline{\nabla}} f)_i = \frac{\partial f}{\partial x_j}, (\underline{\underline{\nabla}} \underline{\underline{V}})_{ij} = \frac{\partial V_i}{\partial x_j}$
div	Divergence	$\text{div} \underline{\underline{V}} = \frac{\partial V_i}{\partial x_i}$
$\Delta$	Laplacien	$\Delta f = \text{div} \underline{\underline{\nabla}} f = \frac{\partial^2 f}{\partial x_i \partial x_i}$
$\delta$	Symbole de Kronecker	
$\underline{\underline{I}}$	Tenseur identité d'ordre 2	$\underline{\underline{I}} = \delta_{ij} e_i \otimes e_j$
$\mathbb{I}$	Tenseur identité d'ordre 4	$\mathbb{I} : \underline{\underline{u}} = \underline{\underline{u}}$
$\mathbb{J}$	Projecteur sur la partie sphérique	$\mathbb{J} = \frac{1}{3} \underline{\underline{I}} \otimes \underline{\underline{I}}$

$\mathbb{K}$	Projecteur sur la partie déviatorique	$\mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J}$
$\underline{\underline{dev}}()$	Déviateur d'un tenseur d'ordre 2	$\underline{\underline{dev}}(\underline{\underline{u}}) = \mathbb{K} : \underline{\underline{u}} = \underline{\underline{u}} - \frac{1}{3} \text{Tr}(\underline{\underline{u}}) \underline{\underline{I}}$

### Grandeurs mécaniques générales en petites transformations

$\underline{x}$	Vecteur position	
$S$	Élément de surface de frontière $\partial S$	
$\underline{n}$	Normale à la facette considérée	
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	Tenseur des déformations linéarisées	
$\underline{\underline{\sigma}}$	Tenseur des contraintes de Cauchy	
$\underline{\underline{s}}$	Déviateur des contraintes	$\underline{\underline{s}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}}$
$J_2$	Second invariant du déviateur des contraintes	$J_2 = \frac{1}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}$
$I_1$	Premier invariant du tenseur des contraintes	$I_1 = \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}})$
$\mathbb{C}^e$	Tenseur des modules élastiques	$\underline{\underline{\sigma}} = \mathbb{C}^e : \underline{\underline{\varepsilon}}$

### Grandeurs mécaniques de la loi de comportement

$w$	Énergie libre de Helmholtz	
$\varphi^*$	Potentiel dual de dissipation	
$T_0$	Température du système	$T(K) = T(^{\circ}C) + 273,15$
$\rho$	Masse volumique du système	
$s$	Entropie massique du système	$s = -\frac{\partial w}{\partial T}$
$\underline{q}$	Flux de chaleur	
$\underline{\underline{\varepsilon}}^i$	Composante physique de la déformation totale	$\underline{\underline{\varepsilon}}^i \equiv \underline{\underline{\varepsilon}}^e \text{ ou } \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}$
$\underline{\underline{A}}^i$	Force thermodynamique associée à $\underline{\underline{\varepsilon}}_i$	$\underline{\underline{A}}^i = -\rho \frac{\partial w}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^i}$
$d_1$	Dissipation intrinsèque	
$p$	Déformation plastique cumulée	$\int_0^t \sqrt{\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}^{vp} : \left(\frac{3}{2} \mathbb{K}\right)^{-1} : \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}^{vp}} dt$
$\underline{\underline{n}}_{vp}$	Direction de l'écoulement plastique	$\frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}}$
$E$	Module d'Young	
$\nu$	Coefficient de Poisson	

$V_a$	Volume d'activation	
$k_B$	Constante de Boltzmann	$1,38 \cdot 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$
$\dot{\varepsilon}_{0c}$	Fréquence de migration des défauts	

### Grandeurs liées à l'évolution du taux de volume libre

$v_f$	Volume libre moyen	
$x$	Volume libre réduit	$x = \frac{v_f}{\alpha v^*}$
$c_f$	Concentration instantannée en défauts	$c_f = \exp\left(-\frac{\alpha v^*}{v_f}\right) = \exp\left(-\frac{1}{x}\right)$
$c_{f_{eq}}$	Concentration en défauts d'écoulement à l'équilibre	
$D$	Coefficient de diffusion du volume libre	
$a_x$	Terme de création de défauts	
$k_r$	Coefficient cinétique de relaxation structurale	

### Grandeurs mécaniques pour les essais aux barres d'Hopkinson

$V_i$	Vitesse particulière d'un élément de la chaîne mécanique	$V_i \equiv V_{imp}, V_e, V_s$
$F_i$	Force à l'une des extrémités de l'échantillon	$F_i \equiv F_e, F_s$
$\varepsilon_i$	Onde de déformation ou (indifféremment) son amplitude	$\varepsilon_i \equiv \varepsilon_I, \varepsilon_R, \varepsilon_T$
$\rho_i$	Masse volumique d'un élément de la chaîne mécanique	$\rho_b$ ou $\rho_e$
$E_i$	Module d'Young d'un élément de la chaîne mécanique	$E_b$ ou $E_e$
$S_i$	Section d'un élément de la chaîne mécanique	$S_i \equiv S_e, S_b$
$c_i$	Célérité des ondes dans un élément de la chaîne mécanique	$c_i \equiv c_{imp}, c_e, c_b$
$L_i$	Longueur d'un élément de la chaîne mécanique	$L_i \equiv L_{imp}, L_e, L_b$
$t_I$	Durée de l'ébranlement	
$Z_{m_i}$	Impédance mécanique d'un élément de la chaîne mécanique	$Z_{m_i} = S_i \sqrt{E_i \rho_i}$
$\sigma_{nom}^{ax}$	Contrainte axiale nominale dans l'échantillon	
$\varepsilon_{nom}^{ax}$	Déformation axiale nominale dans l'échantillon	
$\dot{\varepsilon}_{nom}^{ax}$	Vitesse de déformation axiale nominale dans l'échantillon	
$\sigma_t^{ax}$	Contrainte axiale vraie dans l'échantillon	
$\varepsilon_t^{ax}$	Déformation axiale vraie dans l'échantillon	
$\dot{\varepsilon}_t^{ax}$	Vitesse de déformation axiale vraie dans l'échantillon	





# INTRODUCTION

De tous temps nous avons cherché à étudier les métaux et à les utiliser au mieux dans notre quotidien. De nos jours, nos connaissances des alliages métalliques recouvrent de nombreux domaines de la science des matériaux comme la mécanique, la thermodynamique, la chimie, etc. Parmi ces alliages, une attention particulière est portée aux verres métalliques dont la structure particulière leur confère des propriétés intéressantes pour de nombreuses applications.

De manière générale, un verre est un alliage solide dont la structure atomique particulière est obtenue par refroidissement très rapide depuis l'état liquide, sans cristallisation. L'exemple le plus connu est le verre à eau composé majoritairement de silicium et d'oxygène. Cependant, il existe de nombreux matériaux que l'on peut produire sous forme vitreuse. C'est notamment le cas des métaux. Ces derniers comptent parmi les matériaux les plus difficiles à vitrifier ce qui explique que le premier verre métallique n'ait qu'une soixantaine d'années. Dès leur apparition et surtout depuis les années 1990, où les verres métalliques sont produits sous forme massive, ils ont suscité l'engouement des chercheurs qui n'ont eu de cesse de les étudier afin de caractériser et d'optimiser leurs propriétés.

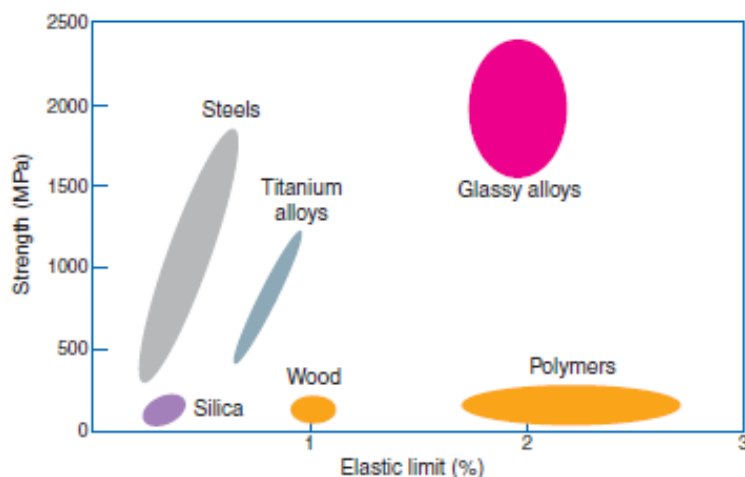


FIG. 1 Évolution de la limite élastique en contrainte en fonction de la limite d'élasticité en déformation pour différentes familles de matériaux, tiré de [Telford, 2004]

Le désordre qui règne dans la structure de ces métaux amorphes leur confère des caractéristiques très particulières et des propriétés mécaniques remarquables telles que leur résistance mécanique, leur dureté ou leur capacité à se déformer grandement dans le domaine élastique. Aussi, les verres métalliques combinent une contrainte à rupture supérieure à celle des alliages métalliques cristallins conventionnels avec une déformation élastique de l'ordre de celle des polymères (cf. figure 1). De nos jours, ces nouvelles générations d'alliages sont utilisées dans des applications de la vie quotidienne comme le sport, la téléphonie ou la bijouterie, mais également dans des technologies de pointe comme la micromécanique. Depuis quelques années, de nouveaux champs d'application potentiels s'ouvrent à ces matériaux comme l'aérospatial et la défense. Aussi, la Direction Générale de l'Armement a initié divers projets visant à étudier le

comportement mécanique et dynamique de ces matériaux en vue de les utiliser pour la protection balistique des véhicules et des personnes ([Brest, 2013, Champion, 2015, Jodar, 2018]).

La protection balistique des véhicules est ce qui motive ce projet. Elle consiste à limiter l'impact des projectiles sur le véhicule par une action mécanique adaptée du matériau de blindage. Le blindage a pour objectif de protéger le véhicule et les divers équipements électroniques sensibles qu'il contient. Aussi, le blindage doit résister à des effets combinés de pénétration et de perforation des projectiles ainsi qu'à des effets dérivant des conditions dynamiques comme des ondes de chocs ou une forte élévation de température. Les nouvelles générations de véhicules blindés sont désormais constituées d'une structure de base, qui participe à la protection balistique et qui assure toutes les fonctions du véhicule. Cette structure est couplée à un revêtement pare-balles sur sa face interne et d'un sur-blindage sur sa face externe. Si l'aspect multi-rôle de la structure impose l'utilisation de certains matériaux bien précis, a contrario, le sur-blindage qui sert uniquement à la protection balistique autorise un plus large choix de matériaux. Actuellement conçus avec des alliages d'aluminium ou de titane, les verres métalliques semblent être une alternative intéressante car ils présentent une résistance spécifique et une limite élastique supérieure aux alliages d'aluminium et de titane utilisés. Jodar, qui a étudié le comportement dynamique des verres métalliques sous choc laser, a d'ailleurs confirmé le potentiel de ces matériaux comme élément constitutif de blindage ([Jodar, 2018]).

L'utilisation des verres pour de telles applications nécessite une connaissance bien précise de leur comportement mécanique. Il est nécessaire de maîtriser les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture de ces matériaux à température ambiante et dans une gamme représentative des sollicitations rencontrées dans les applications visées. Ces études doivent notamment prendre en compte deux phénomènes caractéristiques des verres qui sont susceptibles de survenir au vu de l'application choisie. Il s'agit de la cristallisation, qui est un changement structural qui a tendance à se produire dans les verres, et de la localisation de la déformation qui survient généralement à température ambiante.

Par essence, les verres sont des matériaux thermodynamiquement "hors équilibre". Des phénomènes de cristallisation partielle ou complète peuvent donc survenir suite à des traitements thermiques (cristaux de taille nanométrique ([Leonhard et al., 1998]) mais aussi lors de la mise en forme de ces matériaux (cristaux de taille micrométrique ([Leonhard et al., 1998, Yokoyama, 2015])). Les effets de la cristallisation ont été étudiés en quasi-statique et ont montré qu'une cristallisation partielle du matériau permet de produire un composite amorphe/cristal dont les propriétés d'usage peuvent s'avérer attractives. La cristallisation partielle est une piste d'optimisation des propriétés mécaniques des verres métalliques très étudiée en quasi-statique. En revanche, de tels effets ne sont pas connus en dynamique. Il est donc intéressant de les étudier car les matériaux élaborés peuvent présenter une quantité plus ou moins importante de cristaux. L'élaboration de pièces massives pour le blindage par des procédés conventionnels ou par des procédés de frittage ou de fusion de poudres amorphes ([Perrière et al., 2019, Nowak et al., 2011, Lu et al., 2018]), plus adaptés à l'élaboration de pièces massives et complexes, peut en effet conduire à la formation de phases cristallines.

A température ambiante, les verres métalliques ont une faible ductilité en raison de la localisation de la déformation plastique dans des bandes de cisaillement qui se développent,

se propagent et interagissent jusqu'à rupture. Ces bandes se développent dans des zones du matériau où la viscosité a diminué provoquant ainsi l'adoucissement local du matériau. Cette plasticité localisée qui se produit quel que soit le chargement appliqué est un des phénomènes les moins compris bien qu'il soit essentiel à l'étude du comportement des verres métalliques.

L'objet de ce travail est double et il vise à étudier les deux phénomènes caractéristiques se produisant dans les verres et présentés ci-avant. L'impact d'une cristallisation partielle sur la réponse en dynamique du matériau a été étudiée par une approche expérimentale. Pour répondre à cet objectif, nous avons, dans un premier temps, élaboré des verres métalliques base Zr sous forme massive pour ensuite les caractériser en étudiant leur taux de cristallinité, de porosités ainsi que leur comportement mécanique en dynamique. L'étude de la localisation a été quant à elle réalisée par une approche numérique.

Ce mémoire est structuré en cinq chapitres principaux. Le premier chapitre est une étude bibliographique permettant de faire le point sur les connaissances actuelles des verres métalliques massifs. Le phénomène de transition vitreuse, les principes d'élaboration des verres métalliques et leur représentation structurale y sont introduits de même que les différents phénomènes de transports propres à ce type de systèmes amorphes. Les principaux résultats concernant les propriétés mécaniques en fonction de la température et de la vitesse de sollicitation sont ensuite détaillés. L'impact de phénomènes tels que la relaxation structurale et la cristallisation est aussi abordé. Le chapitre se termine par la présentation des différents modèles physiques existants et permettant de modéliser le comportement des verres métalliques. L'un d'eux est plus largement développé de même que toutes les évolutions dont il a été l'objet.

Le deuxième chapitre présente les techniques expérimentales d'élaboration et de caractérisation utilisées. Les méthodes de production des verres métalliques massifs à base zirconium sont d'abord décrites, à savoir la coulée par injection et la coulée par aspiration. Les techniques de caractérisation sont ensuite présentées : la mesure de densité, la diffraction des rayons X (DRX), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), la microscopie électronique à balayage et la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS). Ces diverses techniques visent à caractériser les échantillons structurellement et thermiquement. Les résultats de caractérisation des échantillons élaborés avec les deux méthodes d'élaboration sont présentés en fin de chapitre.

Le troisième chapitre introduit les essais aux barres d'Hopkinson. Les principes théoriques sur lesquels reposent ces essais de même que les défis qu'ils soulèvent sont présentés. Le banc d'essai utilisé ainsi que les deux types d'essais menés et leur dépouillement sont ensuite décrits. Une méthode d'optimisation du banc d'essai mise en place afin d'éviter le rechargement de l'échantillon est exposée en fin de chapitre.

Le quatrième chapitre présente les résultats des différentes campagnes expérimentales réalisées. Les réponses des échantillons soumis à deux types de chargement, homogène et hétérogène, sont étudiées. L'influence d'une cristallisation partielle des échantillons est également analysée pour chacun des essais réalisés. Pour chacune de ces campagnes d'essais, une étude quantitative de la réponse macroscopique des échantillons est réalisée et les effets observés sont expliqués via une interprétation des phénomènes physiques qui sont susceptibles de se produire dans le matériau. Une étude qualitative de la réponse macroscopique des échantillons et notamment des

mécanismes de rupture mis en jeu via l'observation des surfaces de rupture est faite. L'étude est complétée par une analyse EDS de certaines structures observées sur les faciès de rupture. Une étude de la sensibilité de la contrainte à rupture en fonction de la vitesse de déformation est présentée en fin de chapitre.

Le cinquième chapitre présente la méthode par éléments finis mise en place afin d'étudier la localisation de la déformation dans les verres métalliques. Le modèle visco-plastique, dérivé de la théorie des volumes libres, sur lequel cette méthode repose est d'abord présenté. Deux formulations sont considérées, l'une prenant en compte la diffusion du volume libre et l'autre non. Pour chacune des formulations, l'implémentation numérique des équations du modèle ainsi que les différentes simulations réalisées sont présentées. Différentes configurations initiales de répartition de volume libre et notamment une distribution aléatoire sont testées. Une étude sur la valeur de l'écart-type de la distribution est réalisée et l'impact de ce paramètre sur la localisation est analysé. En fin de chapitre, les réponses obtenues avec les deux modèles sont comparées, pour une distribution choisie, afin d'étudier l'impact de la prise en compte de la diffusion du volume libre sur la réponse du matériau.

# ETAT DE L'ART



## SOMMAIRE

---

<b>1.1</b>	<b>Les verres métalliques</b> . . . . .	<b>2</b>
1.1.1	Verres et transition vitreuse . . . . .	2
1.1.2	Les verres métalliques massifs . . . . .	6
1.1.3	La mobilité atomique dans les verres métalliques . . . . .	10
<b>1.2</b>	<b>Comportement mécanique des verres métalliques</b> . . . . .	<b>20</b>
1.2.1	Introduction . . . . .	20
1.2.2	Elasticité, Anélasticité . . . . .	20
1.2.3	Plasticité . . . . .	23
1.2.4	Rupture . . . . .	34
1.2.5	Comportement dynamique . . . . .	41
1.2.6	Phénomènes modifiant le comportement mécanique . . . . .	46
<b>1.3</b>	<b>Modèles de déformation des verres métalliques</b> . . . . .	<b>49</b>
1.3.1	Introduction sur les modèles physiques . . . . .	49
1.3.2	Modèle des volumes libres de Spaepen . . . . .	51
1.3.3	Evolutions du modèle de Spaepen . . . . .	54
<b>1.4</b>	<b>Synthèse</b> . . . . .	<b>58</b>

---

Ce chapitre présente l'état de l'art actuel sur les verres métalliques dans l'optique de rassembler tous les outils qui permettront de mieux comprendre leur comportement sous différentes gammes de sollicitations, et pour différents états structuraux. Le chapitre se décompose en trois sections. Dans un premier temps, une description générale des systèmes vitreux et de certaines de leurs caractéristiques est donnée. Des points concernant la synthèse et la structure particulière des verres métalliques sont aussi abordés, de même que des notions sur la diffusion, la relaxation structurale et la cristallisation afin de mieux comprendre les phénomènes de mobilité atomique. Dans une seconde section, l'analyse du comportement est menée en s'appuyant sur des constats expérimentaux et sur les mécanismes de déformation qui se produisent à l'échelle atomique. Enfin, dans une dernière partie, les modèles existants de déformation des verres sont abordés et l'accent est mis sur l'un d'eux, choisi dans cette étude pour sa simplicité et ses nombreuses améliorations récentes.

## 1.1 Les verres métalliques

### 1.1.1 Verres et transition vitreuse

#### 1.1.1.i L'état vitreux

La matière est habituellement classée selon trois catégories : solide - cristallins -, liquide et gaz. Il existe cependant d'autres états de la matière et l'état vitreux est l'un d'eux. Cet état de la matière condensée à basse température, est un état caractéristique des matériaux amorphes comme les verres ou les polymères. Il n'est pas aisé d'en donner une définition. En effet, différents aspects peuvent être évoqués : l'aspect structural, l'aspect cinétique, l'aspect thermodynamique. Pris chacun séparément, ces différents angles permettent d'appréhender une part de la définition de l'état vitreux mais pris simultanément ils en donnent une définition complète.

#### L'état vitreux du point de vue structure

Pour définir l'état vitreux d'un point de vue structural, il faut revenir à la description structurale atomique. À cette échelle, la distinction des états physiques de la matière - solide, liquide et gaz - fait appel à la notion d'ordre ou de degré d'organisation. L'ordre est présent au sein d'une structure atomique dès lors que l'agencement des atomes entre eux n'est pas dû au hasard. Cet ordre se manifeste à différentes échelles de la matière. On parle d'ordre à courte distance, si on se limite à des échelles proches de celles des distances interatomiques. On parle d'ordre à longue distance, à plus grande échelle.

Au sein de la matière, l'organisation des atomes peut être liée à leur nature et leur affinité avec d'autres atomes : on parle alors d'ordre chimique. C'est un ordre local qui n'intervient qu'à courte distance. L'organisation peut aussi être due à la position des atomes dans l'espace : on parle alors d'ordre géométrique. Ce dernier intervient à plusieurs échelles et peut être qualifié d'ordre à courte distance ou longue distance. Par conséquent, on peut observer des ordres à longue distance généralement pour les solides cristallins et des ordres à courte distance dans les liquides et les solides amorphes.

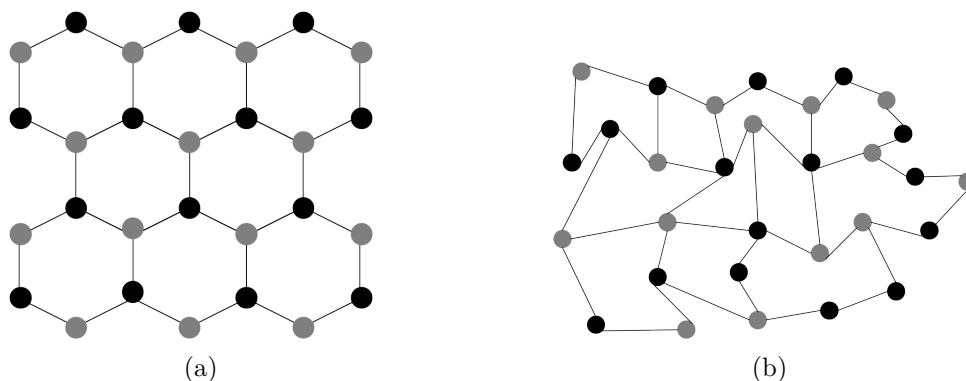


FIG. 1.1 Représentation d'une structure atomique : (a) cristal et (b) amorphe (analogie à deux dimensions)

À température ambiante, la matière solide s'organise généralement selon une structure cristalline où les atomes sont organisés sur des longues distances selon un réseau qui se répète

périodiquement et dans toutes les directions (figure 1.1a). Par opposition, l'état vitreux présente un réseau atomique avec un ordre à courte distance caractérisé par l'absence de mailles cristallines (figure 1.1b). On parlera de solide amorphe.

### Aspect thermodynamique de l'existence des solides amorphes

À température ambiante, l'état solide cristallin est un état thermodynamiquement stable de la matière condensée. L'état vitreux que l'on peut observer dans des solides à température ambiante est donc un état d'énergie plus élevée qui n'est par conséquent pas stable. En effet, le matériau peut cristalliser et revenir à une forme stable thermodynamiquement. Cette métastabilité n'implique cependant pas une probabilité importante que l'alliage cristallise. Il est possible de conserver l'état amorphe en maintenant la matière à basse température, ce qui limite les mouvements atomiques et par conséquent la germination de cristaux.

État hybride entre solide et liquide, l'état vitreux est souvent désigné comme étant un état de "liquide gelé". Cette description rend compte à la fois de l'état thermodynamique du système et de son degré d'organisation. Les verres sont des états hors équilibre. Les atomes sont comme figés sans ordre à grande distance.

### Aspect cinétique

Turnbull disait "Presque tous les matériaux peuvent être obtenus amorphes s'ils sont refroidis assez rapidement jusqu'à une température assez basse. Toute la question est de traverser la gamme de température où le matériau pourrait cristalliser sans qu'il le fasse" ([Turnbull, 1969]). La zone de température va de la température de fusion  $T_f$  à une température caractéristique des matériaux amorphes : la température de transition vitreuse  $T_g$ . En dessous de cette température, les atomes ne peuvent plus se réarranger dans la matière. Au passage de la transition vitreuse, on observe une variation continue des propriétés et de la structure du liquide qui seront conservées à l'état solide. La variation de la cinétique de refroidissement pourra entraîner une modification de la structure et des propriétés.

#### 1.1.1.ii La Transition vitreuse

##### Aspects phénoménologiques

Solides amorphes et cristallins sont généralement obtenus par refroidissement du matériau ou de l'alliage depuis l'état liquide. Si ce refroidissement se fait avec maintien de l'équilibre thermodynamique du système, c'est la forme cristalline stable qui est obtenue. En revanche, si la vitesse de refroidissement est suffisamment rapide, alors il est possible de ramener le système de l'état liquide à l'état solide amorphe en évitant la cristallisation. Au fur et à mesure que la température de l'alliage liquide diminue, sa viscosité augmente jusqu'à ce qu'il se fige en verre.

Afin de se représenter ce qui se produit lors du refroidissement d'un alliage métallique, il est possible de suivre l'évolution d'une variable thermodynamique telle que l'enthalpie  $H$

ou le volume spécifique  $V_s$  avec la température  $T$  (cf. figure 1.2). Lorsque la température de l'alliage diminue, les variables thermodynamiques varient. Quand elle devient inférieure à la température de fusion  $T_f$ , le liquide se solidifie inévitablement, de façon plus ou moins rapide. Selon la vitesse de refroidissement, deux phénomènes peuvent se produire. Si le refroidissement est lent en dessous de  $T_f$ , une variation brutale du volume (ou de l'enthalpie) spécifique est observée. La solidification s'accompagne d'une réorganisation des atomes vers une configuration stable d'énergie minimale. La cristallisation se produit. Les atomes diffusent dans la matière et s'associent à d'autres pour créer une structure compacte sous forme de mailles se répétant périodiquement dans toutes les directions. Au fur et à mesure que la température diminue, la structure continue de se compacter, ce qui minimise l'énergie du système et lui permet de rester à l'équilibre thermodynamique. Ce processus de réarrangement nécessite un certain temps qui dépend notamment des espèces chimiques du système.

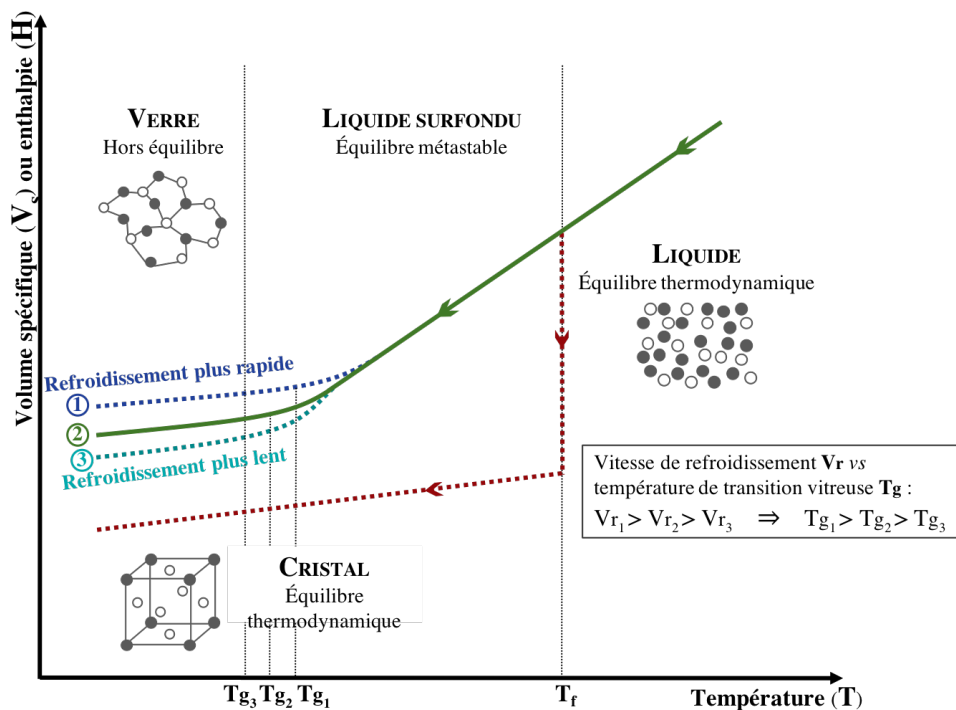


FIG. 1.2 Courbe d'évolution de l'enthalpie  $H$  ou du volume spécifique  $V_s$  en fonction de la température  $T$  au cours du refroidissement depuis l'état liquide.  $T_f$  et  $T_g$  sont respectivement les températures de fusion et de transition vitreuse.

Si le refroidissement est plus rapide, diminuant ainsi le temps de réarrangement dont les atomes disposent, la cristallisation est évitée et un état liquide est maintenu alors que la température de cristallisation à l'équilibre a été passée. Dans ce cas, la viscosité du liquide augmente ce qui gêne l'écoulement de la matière. Les atomes au sein de l'alliage perdent leur mobilité sur de longues distances. Le voisinage atomique se retrouve piégé dans une configuration similaire à celle de l'état liquide, appelée liquide surfondu. Cet état d'équilibre métastable, ou thermodynamique partiel, a une énergie supérieure à celle du solide cristallin. Dans ce deuxième cas de figure, la courbe d'évolution du volume (ou de l'enthalpie) diminue de façon continue. En même temps que la température continue de diminuer, les atomes continuent



de se réorganiser sur de courtes distances pour maintenir cet état énergétique métastable. Lorsque la température atteint une certaine valeur critique  $T_g$ , la structure se retrouve figée car les atomes n'ont plus le temps nécessaire pour s'organiser. Ce phénomène se traduit par un changement de pente sur la courbe en vert sur la figure 1.2 : le coude dans la courbe définit la transition vitreuse. La pente diminue lentement jusqu'à devenir parallèle à la courbe de l'état cristallin mais avec une énergie plus élevée. Nous notons qu'il n'y a pas de discontinuité des variables thermodynamiques, ni de la viscosité ([Busch, 2000]). De même, nous remarquons que le matériau amorphe présente un surplus de volume par rapport à son homologue cristallin.

Le verre est donc un état spécifique que l'on observe en dessous d'une température particulière. L'ordre dans la structure peut être comparé à celui du liquide que l'on observerait à un moment donné. En effet, la baisse de mobilité due à l'augmentation de viscosité limite le déplacement des atomes. Le verre peut donc être vu comme un liquide de très grande viscosité, de l'ordre de  $10^{12}$  Pa.s ([Busch et al., 1998]). La description introduite plus haut consistant à se représenter l'état vitreux comme un état de "liquide gelé" rend compte de cette haute viscosité. Le matériau se comporte comme un solide puisqu'elle ne peut plus s'écouler.

### Mesurer la température de transition vitreuse

Une fois l'état amorphe atteint, il est possible de caractériser la température de transition vitreuse grâce à des mesures de calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Sur la figure 1.3 est donné un thermogramme type pour un verre métallique élaboré sous forme massive et sous forme de ruban. Nous constatons que la transition n'est pas caractérisée par une température unique mais plutôt par une gamme de températures qui s'étend entre  $T_{g1}$  et  $T_{g3}$ .  $T_{g1}$  correspond au décrochement par rapport à l'état vitreux et  $T_{g3}$  représente la température de raccordement au comportement de liquide surfondu. La température généralement donnée pour caractériser la transition vitreuse est une température  $T_{g2}$ , comprise entre  $T_{g1}$  et  $T_{g3}$ . Elle peut être calculée de deux façons. La première consiste à calculer une température moyenne entre le début et la fin de la zone de transition vitreuse :  $T_{g1} = \frac{T_{g1} + T_{g3}}{2}$ . Cette méthode donne des erreurs de plusieurs degrés car elle dépend des températures mesurées sur le thermogramme. La seconde méthode, qui sera utilisée par la suite, consiste à relever la température  $T_{g2}$  qui correspond, sur le graphique, au point d'inflexion de la courbe.

Pour une pression fixée et une même composition, la température de transition vitreuse dépend de l'historique thermique du matériau. Elle va notamment dépendre de la vitesse de trempe. Plus le matériau sera refroidi lentement et plus sa température de transition vitreuse sera basse. Un verre obtenu à une vitesse de refroidissement plus lente présentera un volume spécifique moins important (cf. figure 1.2).

La température de transition vitreuse dépend aussi de la composition. À titre d'exemple, les verres base Mg ont des températures de transition vitreuse comprises entre 400 et 500 K ([Shi and Xu, 2011]), alors que pour les verres base zirconium, cette température oscille entre 600 et 700 K ([Wang et al., 2003b]). Pour les verres base Fe, elle est plus élevée encore et atteint des valeurs comprises entre 700 et 900 K ([Makino et al., 2007]).

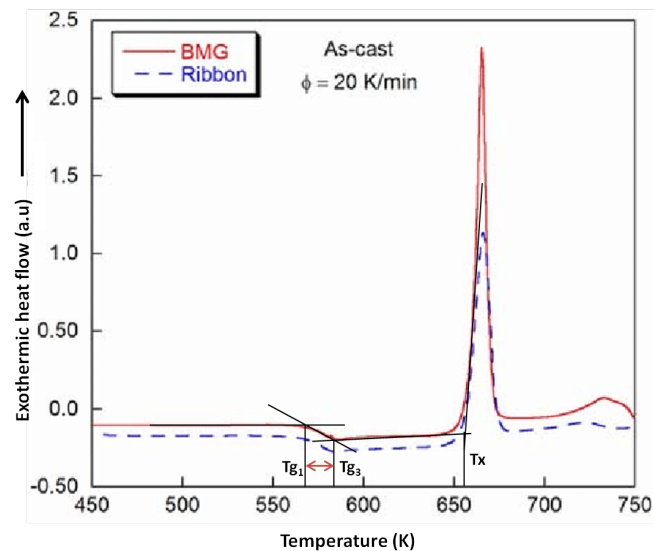


FIG. 1.3 Thermogramme de DSC type d'un verre métallique élaboré sous forme de ruban et massive, tirés de [Raghavan et al., 2008]. La vitesse de chauffe est de  $20K/min$

Du point de vue thermodynamique, la transition vitreuse marque un changement dans l'état structural du verre. Au dessus de  $T_g$ , le verre est dans un état d'équilibre métastable où les atomes ont le temps de se réorganiser afin de diminuer l'énergie du système. En dessous de  $T_g$ , les atomes ne peuvent plus se mouvoir. La transition vitreuse a, pour le verre, un caractère relaxionnel. À la température de transition vitreuse  $T_g$ , le temps d'observation expérimental et le temps de relaxation structural sont égaux. Par conséquent, les verres ne sont pas dans des états thermodynamiques stables, ils sont hors équilibre. Le couple temps-température aura une importance capitale sur les évolutions de ces systèmes. Lorsque nous donnerons des valeurs de  $T_g$ , il sera indispensable d'indiquer la configuration initiale du matériau et les paramètres cinétiques expérimentaux.

### 1.1.2 Les verres métalliques massifs

En se basant sur les éléments évoqués ci-avant, les verres métalliques peuvent se définir comme des alliages amorphes composés d'atomes métalliques et métalloïdes. Contrairement aux alliages cristallins, la structure des verres métalliques ne présente pas d'ordre à longue distance. Ils sont généralement élaborés par refroidissement rapide à partir de l'état fondu ou par tout autre procédé empêchant la cristallisation et l'organisation des atomes dans la matière : ils connaissent donc le phénomène de transition vitreuse. L'élaboration de ces matériaux présente, encore aujourd'hui, de nombreux défis. La description de leur organisation structurale est toujours très débattue.

### Les défis de l'élaboration des verres métalliques

Les verres métalliques, contrairement à leurs homologues organiques ou aux verres d'oxydes, sont des matériaux très récents. C'est en 1960 que le premier verre métallique, un alliage binaire  $Al_{75}Si_{25}$ , est élaboré ([Klement et al., 1960]). Les premiers échantillons ont été obtenus par le procédé d'hypertrempe, où l'alliage liquide était projeté sur une roue en cuivre en rotation à grande vitesse. Ce type de procédé, caractérisé par une vitesse de refroidissement

élevée, de l'ordre de  $10^6 K/s$ , ne permettait d'obtenir que de fins rubans, d'épaisseur maximale égale à  $100 \mu m$  (figure 1.4a).

À partir du milieu des années 1970, la découverte de nouvelles compositions ternaires base Pd, les systèmes Pd-Ni-P [Bagley and DiSalvo, 1973] et Pd-Cu-Si ([Chen, 1974]), a permis d'abaisser la vitesse critique de refroidissement à des valeurs de l'ordre de  $10^3 K/s$ . Pour ces deux nouveaux systèmes, des diamètres critiques plus importants, respectivement de 0,3 mm et 3 mm, ont pu être obtenus par trempe à eau. Il a fallu attendre la fin des années 1980 pour voir le véritable essor des verres métalliques grâce à la découverte de nombreux systèmes amorphisables : des verres base Mg ([Inoue et al., 1988]), puis base Zr ([Inoue et al., 1990, Peker and Johnson, 1993]), base Fe ([Inoue et al., 1997b]), base Pd ([Inoue et al., 1997a]), base Co ([Inoue et al., 1998])... Les vitesses de trempe de ces nouveaux systèmes peuvent descendre jusqu'à des valeurs de l'ordre de  $0.1 K/s$  augmentant ainsi l'épaisseur maximale amorphisable : entre 25 et 30 mm pour des nuances base Zr ([Inoue and Zhang, 1995, Johnson, 1996]), de l'ordre de 72 mm pour l'alliage  $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$  ([Inoue et al., 1997a]). Ces verres, dont l'épaisseur maximale vitrifiable est supérieure au millimètre, sont appelés verres métalliques massifs (figure 1.4b). Leur développement rapide a permis la commercialisation de certains alliages base Zr comme le Vitreloy 1 ( $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ ), pour lequel des plaques de plusieurs dizaines de centimètres, comme celle donnée sur la figure 1.4.c, ont été élaborées.

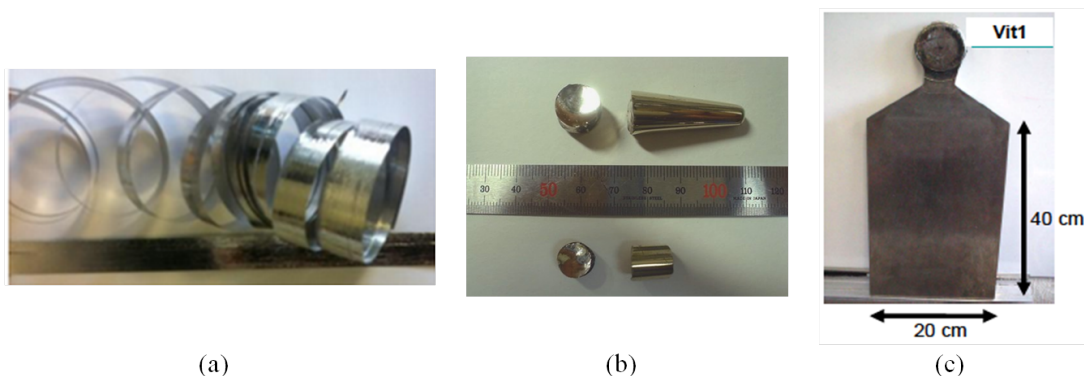


FIG. 1.4 Différentes géométries de verres métalliques : (a) ruban de verre métallique fabriqué à l'ICMPE (94, Thiais) ; (b) verre sous forme massives (source Wikipédia), (c) plaque de Vitreloy 1 commercialisées par la société Liquidmetal

Un récapitulatif des nuances amorphisables découvertes jusqu'à aujourd'hui est donné sur la figure 1.5 ([Telford, 2004]). Cette figure montre le lien étroit qui existe entre épaisseur critique d'échantillon, composition chimique et température de refroidissement. Ces deux dernières sont deux paramètres clés permettant de quantifier la capacité d'amorphisation d'un alliage (GFA Glass Forming Ability). Les recherches effectuées pour trouver de nouvelles compositions ont permis d'augmenter les épaisseurs vitrifiables de 3 à 4 ordres de grandeur tout en diminuant les vitesses de refroidissement de 6 à 7 ordres de grandeur. Des alliages avec des  $GFA^1$  plus élevés ont ainsi pu être élaborés.

1. Entre les années 1970 et 2000, deux indicateurs de la GFA étaient communément utilisés :  $\Delta T (= T_x - T_g)$  et  $T_{rg} (= T_g/T_l)$  avec  $T_x$  la température de cristallisation et  $T_l$  la température de liquidus. En revanche, ces indicateurs ont montrés des corrélations moins satisfaisantes avec le développement de nouvelles nuances ([Aljerf, 2011]). Des raisonnements sur la compacité, le nombre de constituants et sur des considérations thermodynamiques sont alors apparues (voir thèse de [Aljerf, 2011]).

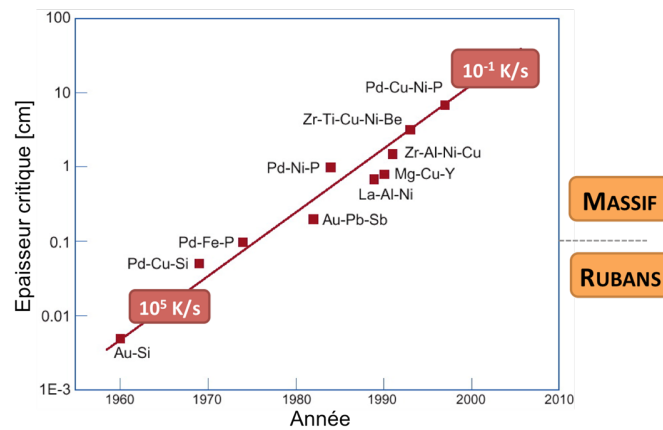


FIG. 1.5 Les différents systèmes amorphisables découverts jusqu'à nos jours : lien entre épaisseur critique, composition et vitesse de refroidissement ([Telford, 2004])

La complexité des compositions vitrifiables, de même que la précision nécessaire à l'élaboration d'un alliage métallique amorphe (une variation de quantité de l'un des éléments de moins de 1% peut empêcher ou gêner l'amorphisation), ont entraîné de nombreuses études permettant de comprendre ce qui permettait à un système de devenir amorphe ou non. Les études menées par Inoue et son groupe de recherche depuis la fin des années 1980, ont ainsi permis d'aboutir à quatre règles semi-empiriques sur le choix des métaux entrant dans la composition d'alliages dotés d'un grand GFA :

- plusieurs éléments sont requis, au moins trois et le plus souvent cinq ;
- les constituants principaux doivent avoir des différences de tailles atomiques d'au moins 12% ;
- afin de freiner les mouvements atomiques, les diagrammes de phases des alliages doivent comporter des eutectiques profonds ;
- les enthalpies de mélange entre les éléments principaux doivent être élevées et négatives.

Le respect de ces règles permet de former des verres métalliques thermiquement stables. Plus particulièrement, par l'augmentation de la valeur de  $\Delta T = T_x - T_g$  ( $T_x$  est la température de cristallisation), le domaine visqueux se retrouve davantage éloigné du domaine de cristallisation. La stabilité d'un verre est nécessaire pour l'élaboration et la mise en forme d'échantillons massifs ainsi que pour l'étude de leurs propriétés dans la zone de liquide surfondue.

Dernièrement, des méthodes alternatives, permettant de fabriquer des verres métalliques à partir de poudres amorphes, se sont développées. Ces procédés permettraient d'obtenir des verres sous forme massive et complexe quel que soit le GFA. Le développement de la technique de frittage flash (SPS, spark plasma sintering) a ouvert de nouvelles perspectives pour l'élaboration des verres métalliques [Perrière et al., 2019]. Cette technique a déjà fait ses preuves pour la fabrication de verres base Zr ([Xie et al., 2006, Nowak et al., 2011]), base Al ([Li et al., 2013]), base Fe ([Sorour et al., 2018]). L'élaboration de verres métalliques par fabrication additive (fusion laser sur lit de poudre) est aussi un procédé en plein essor. Cette méthode a déjà été testée sur des systèmes base Fe ([Mahbooba et al., 2018]) et base Zr ([Lu et al., 2018]).

## Description structurale des verres métalliques

Dans les métaux cristallins, la présence d'un réseau atomique organisé simplifie la description structurale de l'alliage et le suivi de son évolution. Dans les alliages métalliques amorphes, du fait de l'absence d'ordre à longue distance, il est difficile de donner une définition exacte et universelle de la structure de ces alliages. Or, c'est la structure particulière des verres métalliques qui leur confère leurs propriétés exceptionnelles. Aussi, les recherches visant à relier l'arrangement structural de ces alliages à leurs propriétés se sont multipliées. C'est un point encore sujet à débat, de nos jours, où deux visions s'opposent : une organisation de la matière en clusters ou une distribution aléatoire d'atomes.

L'importance de l'interaction chimique entre éléments à courte distance et la densité des verres métalliques proches de leurs homologues cristallins ( $> 98\%$  [Inoue, 1999]) sont deux arguments en faveur d'une organisation atomique particulière au sein des verres. Le premier argument suggère que l'organisation entre atomes ne peut être aléatoire et le second qu'il existe un taux important de compacité. Pour bon nombre de chercheurs, cette organisation particulière se fait sous forme de groupes d'atomes différents et irréguliers appelés clusters ([Bernal, 1959, Greer, 2009, Cheng et al., 2009]). Au sein de ces clusters, l'arrangement atomique n'est pas aléatoire comme on peut le voir sur l'exemple de l'alliage binaire  $\text{Ni}_{81}\text{B}_{19}$  (figure 1.6).

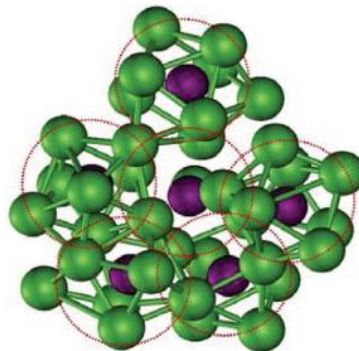


FIG. 1.6 Structure atomique du verre  $\text{Ni}_{81}\text{B}_{19}$  obtenue grâce à des simulations en dynamique moléculaire [Greer, 2009, Sheng et al., 2006]. Les liaisons Ni-B sont favorisées par rapport aux liaisons B-B ou Ni-Ni

La structuration atomique en clusters permet de décrire les verres métalliques du point de vue atomique comme un ensemble compact de polyèdres de structures (taille et forme) et de compositions chimiques différentes, distribués aléatoirement dans la matière. Parmi les polyèdres formés, les structures icosaédriques semblent être dominantes dans les alliages liquides et donc dans les verres [Lee et al., 2004, Lee et al., 2008]. La représentation atomistique sous forme d'un agencement de clusters donne une description de l'ordre à courte distance. A longue distance, la configuration atomique dans les verres est aléatoire.

La majorité des modèles de comportement (cf. section 1.3) se basent sur une distribution atomique désordonnée et aléatoire au sein des verres métalliques. Une telle représentation

atomistique implique l'existence d'un surplus de volume dans l'alliage. Ce volume excédentaire, appelé volume libre  $v_f$ , peut se définir comme la différence entre le volume du verre et le volume qu'occuperait le même système dans l'état de compacité maximale :

$$v_f = \frac{V - V^*}{V^*} \quad (1.1.1)$$

où  $V$  est le volume du verre et  $V^*$  le volume à l'état compact. L'état de compacité maximale est un état idéal non atteignable. Le volume libre  $v_f$  est supposé redistribué de manière équivalente entre les atomes de l'alliage sans changement d'énergie du système. En considérant la définition de  $v_f$  (cf. équation 1.1.1), il est aisé de voir que la variation de volume libre sera inversement proportionnelle à la variation de densité. Ainsi une diminution de volume libre entrainera une augmentation de la compacité et donc de la densité (et de la viscosité). Taub et Spaepen ont, par exemple, mesuré une variation de cinq ordres de grandeur en viscosité associée à une variation de moins de 1% en volume ([Taub and Spaepen, 1980]). La viscosité étant liée à la mobilité atomique, il est pertinent de supposer que des variations de volume libre auront une influence sur la mobilité des atomes dans l'alliage.

Dans toute la suite du manuscrit, le volume libre est adopté comme paramètre d'ordre pour décrire l'état structural des verres métalliques, et expliquer leurs propriétés physiques et mécaniques ainsi que les résultats obtenus dans les différentes études.

### 1.1.3 La mobilité atomique dans les verres métalliques

Les verres métalliques sont des matériaux amorphes et sont donc thermodynamiquement instables. Même à basse température, ils peuvent être le siège de divers mécanismes de réarrangement tels que la diffusion, la relaxation structurale et la cristallisation. Ces changements auront toujours pour conséquence de diminuer l'énergie du système afin de la rapprocher de celle du solide cristallin, qui est la forme stable à l'état solide. Le phénomène de transition vitreuse, caractéristique des matériaux amorphes, ajoute un paramètre supplémentaire. Le passage de cette transition modifie grandement la mobilité atomique et par conséquent les propriétés physiques et mécaniques.

#### 1.1.3.i Diffusion

Dans un alliage métallique conventionnel, la diffusion est un mécanisme dans lequel se produisent, à travers le réseau cristallin, des sauts atomiques d'un site vers un site voisin de taille suffisante. Ce mécanisme se produit de façon privilégiée dans des zones présentant des défauts de types dislocations ou joints de grains. Nous distinguons généralement deux processus : le processus interstitiel, dans lequel des atomes de petites tailles qui se trouvent entre les sites du réseau migrent vers d'autres interstices ; le processus lacunaire qui implique que les atomes logés sur les sites du réseau migrent vers d'autres sites vacants (ce qui implique une migration de la lacune dans le sens opposé). Concernant les alliages métalliques amorphes, il est plus difficile de catégoriser les mécanismes de diffusion du fait de l'absence de réseau cristallin. Afin de décrire la diffusion dans les amorphes, certains concepts de la diffusion dans les matériaux cristallins ont été empruntés.

Un résultat expérimental, souvent mis en avant concernant les verres métalliques, est un changement de pente dans le régime de diffusion qui survient aux alentours de  $T_g$ . Des études expérimentales, menées sur la diffusivité de différents éléments dans le Vitreloy 1 ( $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ ) et le Vitreloy 4 ( $Zr_{46.75}Ti_{8.25}Cu_{7.5}Ni_{10}Be_{27.5}$ ), ont permis de montrer la dépendance en température du coefficient de diffusion, résultant en un double comportement d'Arrhénius comme on peut le voir sur la figure 1.7 ([Geyer et al., 1996, Fielitz et al., 1999]).

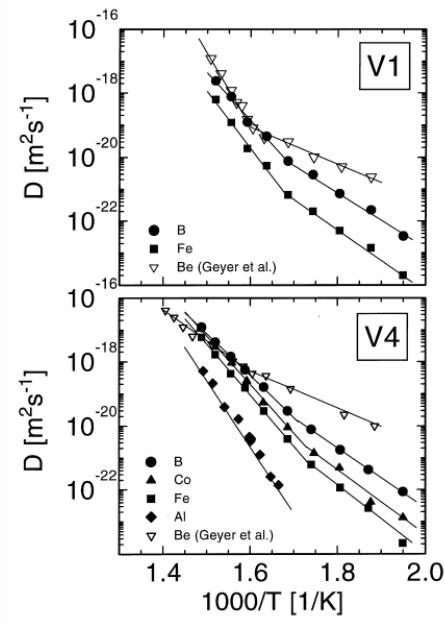


FIG. 1.7 Dépendance du coefficient de diffusion avec la température pour différents éléments diffusant dans le Vitreloy 1 et 4 (tiré de [Fielitz et al., 1999]).

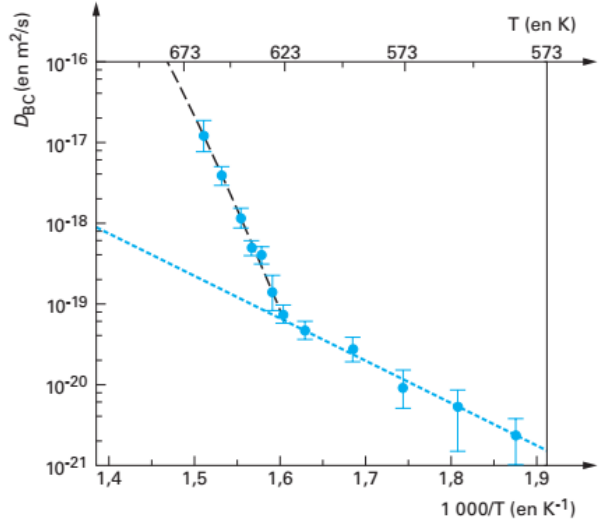


FIG. 1.8 Effet d'un recuit sur la diffusion du Be dans le Vitreloy 1. Les coefficients de la loi d'Arrhénius valent :  $D_0 = 1,82 \cdot 10^{-11} m^2 s^{-1}$ ,  $Q = 1,05 eV$  avant le coude et  $D_0 = 1,1 \cdot 10^{17} m^2 s^{-1}$ ,  $Q = 4,47 eV$  après le coude (tiré de [Champion, 2011]).

Le coefficient de diffusion  $D$  se définit grâce à une loi d'Arrhénius et a pour expression :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right) \quad (1.1.2)$$

où  $D_0$  est un facteur pré-exponentiel,  $Q$  une énergie d'activation,  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température. Pour chacun des régimes, il est nécessaire de définir des valeurs différentes du coefficient pré-exponentiel et de l'enthalpie d'activation. Une estimation de ces coefficients a été faite par Champion, pour la diffusion du Be dans le Vitreloy 1, à partir des données de Geyer et al. ([Geyer et al., 1996]) (cf. figure 1.8). Limoge, dans sa revue, a analysé divers résultats expérimentaux sur la diffusion dans les verres métalliques et a montré une corrélation claire entre les deux coefficients  $D_0$  et  $Q$  (cf. équation 1.1.2). Ceux-ci sont faibles quand l'alliage est dans l'état vitreux, et plus élevés quand la mobilité atomique augmente ([Limoge, 1997]).

En 2001, l'étude de Zumkley et al. ([Zumkley et al., 2001]) a imputé la présence du coude dans la courbe traçant la dépendance du coefficient de diffusion avec la température à des temps de relaxation trop courts. Avec des temps de traitements isothermes plus longs, le coude disparaît (cf. figure 1.9). Il semble donc qu'il n'y ait qu'un unique comportement de type Arrhénius avec des enthalpies d'activation et des facteurs pré-exponentiels qui varient. Ces variations dépendent de la composition du verre et de la nature de l'atome diffusant.

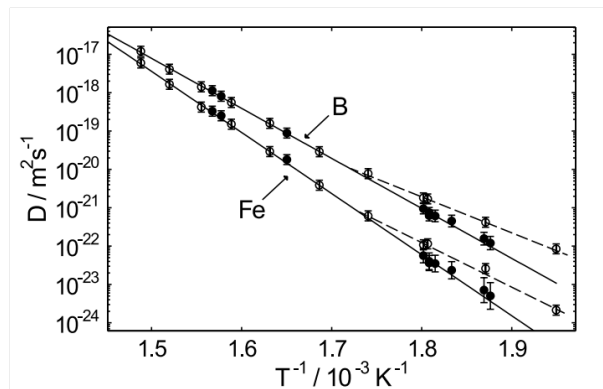


FIG. 1.9 Dépendance des coefficients de diffusion du Be et du Fe avec la température dans le Vitreloy 4. Symboles plein, verre relaxé ; symboles vides, verre non relaxé (tiré de [Zumkley et al., 2001]). Les recuits ont été réalisés à une température de 553 K (inférieure à  $T_g$ ) et ont duré entre 12 jours et 9 mois.

Dans certains travaux, la présence du coude dans la courbe du coefficient de diffusion a d'abord été imputée à un changement de mécanisme dans le mode de diffusion ([Greer, 1999], [Fielitz et al., 1999]), passant d'un mécanisme lacunaire, impliquant des sauts atomiques individuels thermiquement activés en dessous de  $T_g$ , à un mécanisme coopératif, impliquant des mouvements de groupes d'une dizaine d'atomes au dessus de  $T_g$  ([Ehmler et al., 1998, Faupel et al., 1990, Tang et al., 1999]). Les atomes se réorganisent par paquets dans des zones où la quantité de volume libre est importante. La disparition du coude dans la courbe du coefficient de diffusion, pour des temps de relaxation plus longs, semble suggérer qu'il n'y a pas de changement dans le mode de diffusion. Le coude dépendrait plutôt de l'histoire thermique du matériau. Aussi, il n'existerait qu'un unique mode de diffusion et le changement du coefficient pré-exponentiel et de l'énergie d'activation serait dû à un changement d'état structural au sein de la matière ([Rehmet et al., 2001]). Les coefficients liés à la diffusion traduisent l'ordre configurationnel qui règne dans le matériau.

La caractérisation de la diffusion dans les verres métalliques et l'influence de certains phénomènes, comme la relaxation structurale ([Zumkley et al., 2001]) ou la décomposition de la matrice qui se produit avant cristallisation pour certaines nuances comme le Vitreloy 1 ([Budke et al., 1997]), sont des points encore sujets à débat de nos jours.

### 1.1.3.ii Relaxation structurale

À température ambiante, le verre est dans un état thermodynamique hors équilibre. Il dispose d'un niveau d'énergie et d'un volume plus élevés que son homologue cristallin. Aussi, si un verre est maintenu à une température inférieure à  $T_g$ , la mobilité atomique augmente en son sein et des réarrangements atomiques se produisent sans cristallisation : c'est la relaxation structurale (cf. figure 1.10).

Ce phénomène modifie les propriétés physiques du verre et peut le fragiliser. Le changement le plus notable est une augmentation de sa masse volumique et donc de sa compacité. Pour un système base Pd, une variation de l'ordre de 0,18% a été mesurée ([Russek and Sommer, 2003]). Ce léger changement de densité de quelque dixième de pourcents a des répercussions sur des pa-



ramètres cinétiques tels que la viscosité ou la diffusivité qui peuvent varier de plusieurs ordres de grandeurs ([Taub and Spaepen, 1980]). La diffusivité diminue tandis que la viscosité augmente linéairement avec le temps.

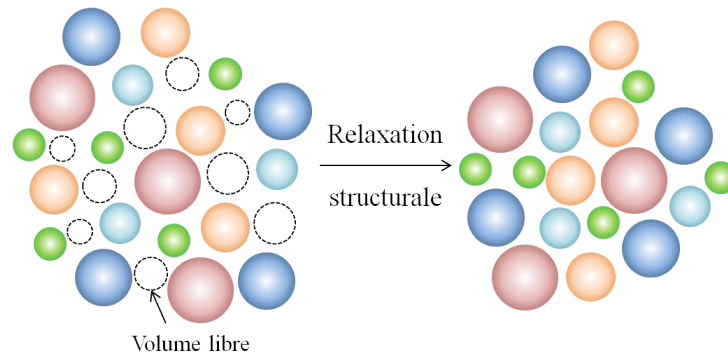


FIG. 1.10 Représentation schématique de l'évolution de la structure d'un verre pendant un recuit à  $T < T_g$ .

Slipenyuk et al. ont montré en 2004, par des mesures calorimétriques, l'équivalence, jusqu'à supposée, entre variation d'enthalpie et variation de densité lors de la relaxation structurale. Ils ont établi une relation linéaire de la forme ([Slipenyuk and Eckert, 2004]) :

$$\Delta H = K \Delta v_f \quad (1.1.3)$$

où  $\Delta H$  est la variation d'enthalpie et  $\Delta v_f$  est la variation de densité (ou de volume libre), toutes deux dues à la relaxation structurale. La valeur du coefficient  $K$  pour la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  est de  $552 \text{ kJ/mol}$  (cf. figure 1.11)

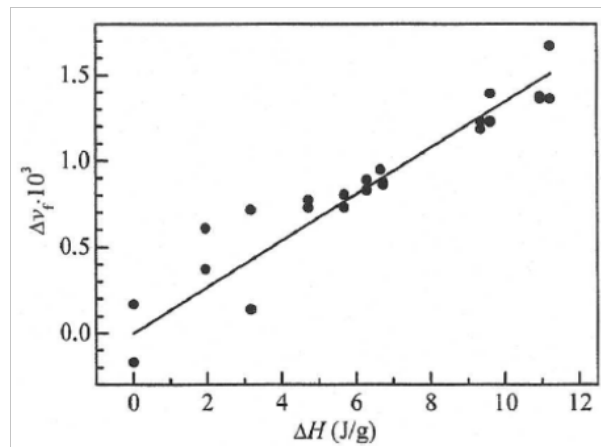


FIG. 1.11 Corrélation linéaire entre les variations d'enthalpie et de volume libre au cours de la relaxation structurale.

La relaxation structurale peut aussi être suivie par des mesures de diffraction des rayons X ([Mao et al., 1995, Tiwari et al., 2001]). Ces études ont montré que ce phénomène est associé à deux types de mécanismes :

1. un mécanisme de réorganisation très local qui augmente l'ordre chimique à courte distance sans changer la densité (CSRO Chemical Short-Range Ordering). Dans ce cas, les changements structuraux observés sont réversibles.

2. un mécanisme coopératif de mouvements d'atomes qui tend à augmenter la densité du verre (TSRO topological short-range ordering). Ce type de relaxation est très souvent irréversible.

L'effet de la relaxation sur la cristallisation est complexe à caractériser. D'une part, elle peut ralentir la cristallisation en diminuant fortement les coefficients de diffusion, c'est ce que Zunkley et al. ([Zunkley et al., 2001]) ont constaté pour le fer et le bore dans un verre base Zr. D'autre part, la cristallisation peut aussi être favorisée par la mise en ordre chimique associée à la relaxation.

### 1.1.3.iii Cristallisation dans les verres

Du fait de leur instabilité thermodynamique, les verres métalliques vont avoir tendance à cristalliser. Cette cristallisation peut survenir à l'élaboration ou lors de recuits. Selon la composition des alliages, des processus de cristallisation différents sont mis en évidence. Ils ont été classés en trois catégories [Herold and Koster, 1978] :

- Cristallisation primaire : des cristaux de l'un des éléments de l'alliage germent et croissent dans la matrice amorphe, ce qui modifie sa composition.
- Cristallisation eutectique : la séquence de cristallisation commence par une cristallisation primaire qui entraîne localement la formation d'une seconde phase. Les cristaux qui se forment sont issus de l'enchevêtrement de ces deux phases.
- Cristallisation polymorphe : la phase cristalline a la même composition que la matrice amorphe dans laquelle elle se forme.

### Cristallisation au moment de l'élaboration

Dans les verres métalliques base Zirconium, qui nous intéressent par la suite, des phases cristallines peuvent se former dans la phase liquide par nucléation hétérogène et/ou du fait de la présence d'impuretés qui réagissent fortement avec le zirconium comme l'oxygène ([Yokoyama et al., 2004]). En effet, si de l'oxygène est présent dans la phase liquide, alors un appauvrissement local de la phase amorphe en un élément se produit et des germes cristallins sont susceptibles d'apparaître. Il convient donc de contrôler au mieux l'élaboration de l'alliage mère, i.e. l'étape de fusion qui précède la trempe.

La figure 1.12 illustre le diagramme de phase de l'alliage ternaire Zr-Cu-Al et les différentes phases cristallines susceptibles de se former dans le verre. Dans ces alliages, le taux de nucléation est élevé mais la vitesse de croissance est faible, ce qui limite la formation de gros grains. Cependant, quand l'alliage emprisonne de l'oxygène, la vitesse de croissance augmente. Par conséquent, les phases cristallines croissent, comme dans la région oxydée sur la figure 1.12.b et le long de défauts de coulée de la figure 1.12.c ([Hin, 2016]). La phase  $\tau_5$ , présentée sur la figure 1.12.d, est la plus nuisible à l'aptitude à la vitrification du verre. Elle présente une température de fusion élevée qui la rend très difficile à refondre ou à dissoudre complètement.

Le comportement des verres est donc très sensible à l'oxygène. Son influence sur la cristallisation vient d'être présentée. Mais il convient aussi de souligner que l'oxygène peut fragiliser les verres ([Yokoyama et al., 2002]).

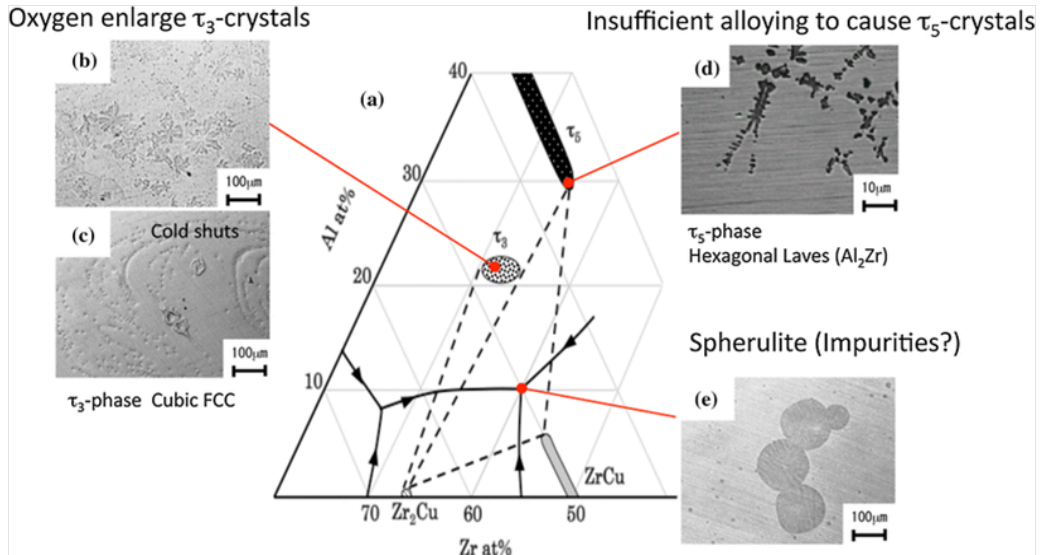


FIG. 1.12 Diagramme de phase du système ternaire Zr-Cu-Al et formation des phases cristallines dans l'alliage amorphe (tiré de [Yokoyama, 2015]).

La méthode d'élaboration peut également être à l'origine de la cristallisation dans les verres bruts de coulée. Aussi, un mauvais échange thermique entre alliage et substrat lors de l'élaboration peut conduire à l'apparition de germes cristallins. Sur la figure 1.13, nous prenons l'exemple de Yokohama dans [Yokoyama et al., 2004] qui traite de la fusion par arc d'un verre base Zr, mais les remarques que nous en tirons peuvent s'appliquer à d'autres procédés d'élaboration et d'autres compositions.

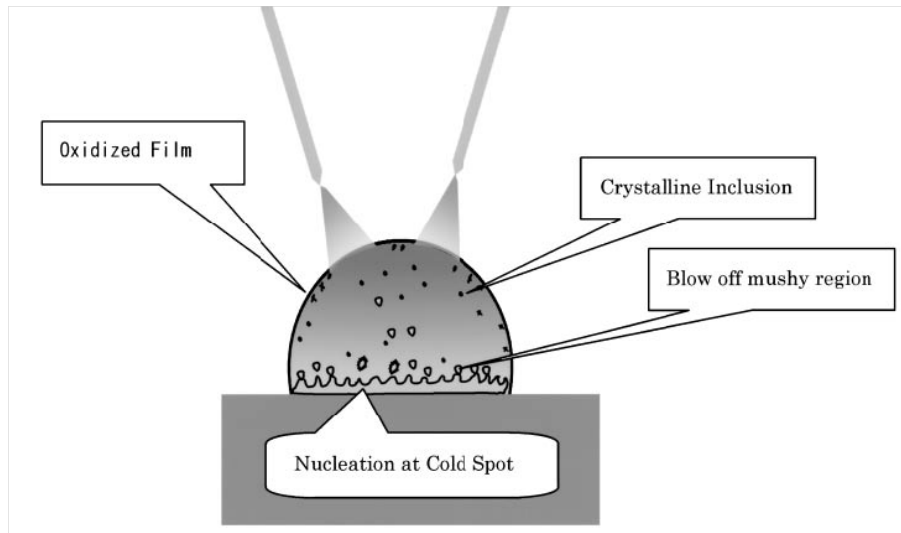


FIG. 1.13 Schéma représentatif du mécanisme de formation d'inclusions cristallines lors de l'élaboration de l'alliage mère dans un four à arc (tiré de [Yokoyama et al., 2004]).

Sur la figure 1.13, la couche d'alliage en contact avec le support ne fond pas parfaitement car l'échange thermique ne se fait pas correctement. Les raisons possibles sont des irrégularités de surface du substrat, la présence d'oxygène qui gêne le transfert de chaleur... De surcroît, un point froid (cold spot) se forme à l'interface alliage/substrat, ce qui favorise l'apparition de germes cristallins qui sont ensuite dispersés dans la matière en fusion, du fait du brassage par arc. Les germes cristallins vont pouvoir être fondus à nouveau une fois qu'ils auront atteint le

sommet du lingot d'alliage qui est directement chauffé par arc et qui est donc plus chaud. Ainsi, en fonction de l'endroit où ils se forment, les cristaux auront des formes différentes. Pour un verre base Zr, on relève trois types d'inclusions cristallines ([Yokoyama et al., 2004]) :

- des chaînes dendritiques dans le cas de germes formés dans les régions oxydées ;
- des défauts sphériques formés dans la zone semi-solide au niveau du contact entre alliage et substrat ;
- des cristaux sous forme de dendrites de taille micrométrique dans le cas de germes formés au point froid à l'interface alliage/substrat.

### Cristallisation due à des traitements thermiques

Lors d'un recuit, la densité du verre métallique augmente du fait de la disparition du volume libre (cf. section 1.1.3.ii). Le verre est alors relaxé. Si l'on poursuit ce traitement isotherme sur des temps plus longs ou à une température plus élevée, alors la cristallisation peut survenir. Le volume libre a alors complètement disparu et la structure a une compacité plus élevée du fait de son organisation à longue distance (cf. figure 1.14).

À vitesse de chauffe constante, la cristallisation apparaît au-delà d'une certaine température  $T_x$ , que l'on appelle température de cristallisation. Cette température est caractéristique de la composition chimique de l'alliage. Plus elle est élevée et plus l'état vitreux sera stable car le domaine de température correspondant à la zone de liquide surfondu sera plus étendu. La cristallisation, comme la solidification, est un phénomène exothermique qui modifie les propriétés physiques et mécaniques du matériau. Cette transformation peut être directement caractérisée, phénoménologiquement et thermodynamiquement, par des méthodes de calorimétrie qui permettent de connaître la ou les température(s) de cristallisation, les différentes phases du phénomène et la ou les enthalpie(s) de réaction. Il est aussi possible de suivre les évolutions que subit le matériau, durant la cristallisation, en mesurant les variations de ses propriétés comme sa densité ou sa résistivité électrique, par exemple. Des mesures par diffraction des rayons X permettent de déterminer la nature des phases cristallines formées.

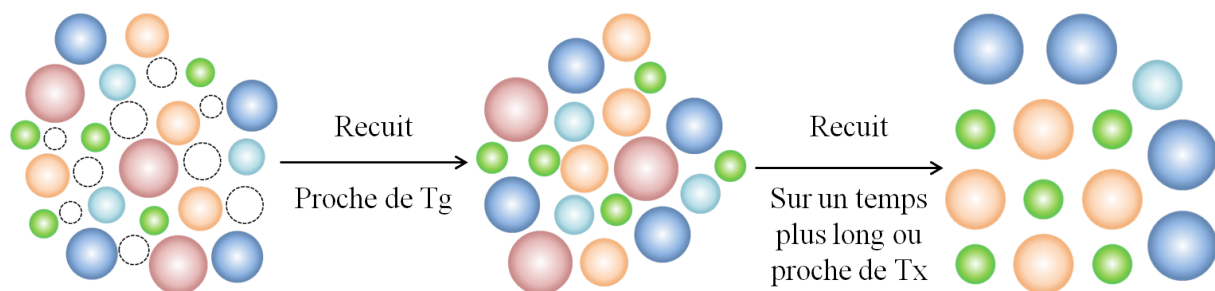


FIG. 1.14 Représentation schématique pour un verre métallique constitué de cinq atomes de la disparition progressive du volume libre avec le temps de recuit (inspiré de [Champion and Blétry, 2009]).

Dans les alliages cristallins, la théorie sur la cristallisation décrit cette transformation en deux étapes : nucléation puis croissance de germes cristallins. Des études menées sur les verres métalliques ont montré que cette théorie est bien vérifiée dans le cas des verres métalliques ([Blétry, 2004, Gravier, 2007, Champion, 2011]). La cristallisation introduit des variations de

composition de l'alliage. Les atomes diffusent et forment des germes cristallins, d'une certaine taille critique, qui croissent. La fraction volumique cristalline peut alors être déterminée par la loi de Johnson-Mehl-Avrami (JMA), qui fait intervenir notamment le taux de nucléation homogène et la vitesse de croissance linéaire qui dépendent tous deux du temps.

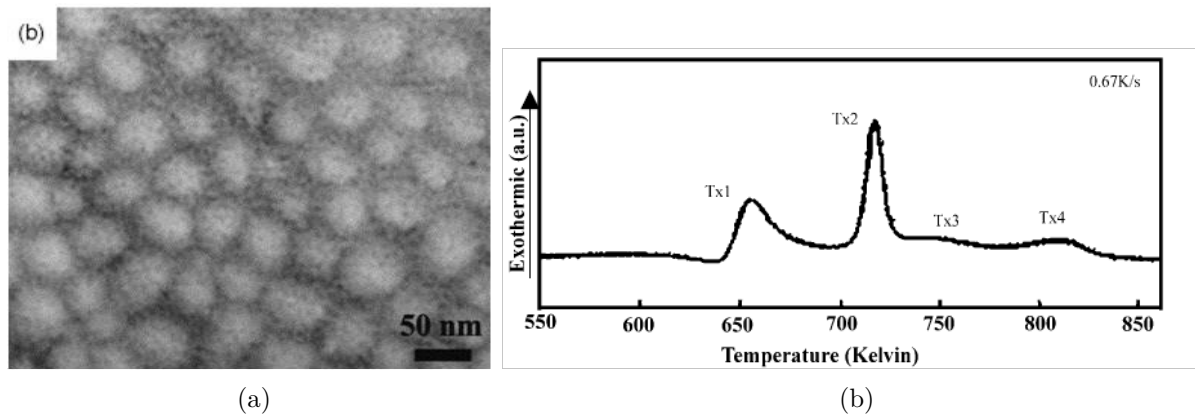


FIG. 1.15 La complexité de la cristallisation dans les verres métalliques : (a) Image MET en champ clair de la décomposition de la matrice amorphe dans le cas d'un système Al-Gd-La-Ni (tiré de [Gangopadhyay et al., 2000]); (b) Thermogramme de DSC d'un système Zr-Cu-Ni-Al faisant apparaître une cristallisation en quatre étapes (tiré de [Fan et al., 2001]).

Dans le cas des verres métalliques, la cristallisation peut parfois s'avérer complexe. Cette transformation peut être précédée d'une décomposition de la matrice amorphe (cf. figure 1.15a), ou présenter plusieurs séquences de cristallisation faisant apparaître plusieurs pics exothermiques dans les thermogrammes de DSC (cf. figure 1.15b). Les limites de l'approche de JMA dans le cas des verres métalliques sont très souvent discutées. Certains auteurs ont mesuré des valeurs du coefficient d'Avrami  $n$  plus élevées que 4, qui est la valeur maximale de ce coefficient dans la théorie classique de la cristallisation ([Pradell et al., 1999], [Wang et al., 2003a], [Blétry, 2004]). Des alternatives à l'approche JMA sont proposées visant à prendre en compte la variation des facteurs cinétiques (vitesses de germination et de croissance) ([Pradell et al., 1999]), ou à considérer un exposant d'Avrami local qui varie avec la fraction cristalline volumique  $x$  ([Gao et al., 2003]).

De nombreux systèmes métalliques vitrifiables sous forme massive voient germer des nanocristaux lorsqu'ils cristallisent. Ce type de cristallisation peut être liée à des séparations de phases dans l'état liquide ou vitreux. Des séparations de phases à une échelle aussi fine, juste avant la cristallisation, pilotent la taille des cristaux formés qui sont alors nanométriques ([Busch et al., 1995], [Löffler et al., 2000]). La nanocristallisation peut être pilotée par la pression. Wang et al. ont montré que la pression peut accélérer l'apparition de nanocristaux en empêchant la croissance de gros grains ([Wang et al., 1999]). De façon générale, de nombreux germes qui apparaissent dans les verres conduisent à des taux de nucléation très élevés mais à des vitesses de croissance très faibles. Dans des verres base Zr, des cristaux de tailles inférieures à 10 nm ont été observés. Selon Inoue, la nanocristallisation dans les systèmes base Zr est favorisée par l'ajout d'éléments tels que Pd, Pt, ou Ag. Ces éléments réagissent fortement avec le Zirconium : des paquets d'atomes se forment dans la phase amorphe et par conséquent des nanocristaux apparaissent [Inoue, 1999]. Certaines compositions peuvent aussi mener à des phases quasicristallines ([Van de Moortele, 2002]).

## Mesure de la fraction cristalline

Les cristaux qui se forment dans les verres métalliques lors de l'élaboration ou d'un recuit sont complexes, de très petite taille et de composition proche de celle de la matrice amorphe qui les entoure. Par conséquent, déterminer la fraction volumique de ces cristaux au sein de l'échantillon est souvent très difficile. Habituellement, il est d'usage de mesurer la fraction de cristaux produits par des méthodes indirectes : mesures de densités, de résistivités ou d'enthalpies de réaction.

L'utilisation des mesures par calorimétrie différentielle à balayage, obtenues lors de traitements isothermes, est le procédé le plus utilisé ([Bian et al., 2002, Puech et al., 2008, Wolff et al., 2004]). La puissance dissipée au cours du maintien isotherme est mesurée et l'intégration de la surface par rapport au temps donne une approximation linéaire de la fraction volumique de cristaux :

$$V_{cristaux} = \frac{\Delta H_{totale} - \Delta H_{p-c}}{\Delta H_{totale}}$$

où  $\Delta H_{totale}$  est l'enthalpie de cristallisation totale obtenue pour une transformation complète de l'état amorphe à l'état cristallisé et  $\Delta H_{p-c}$  est l'enthalpie de cristallisation du matériau partiellement cristallisé. Cette méthode et l'expression qui en découle sont basées sur des hypothèses fortes : la composition de l'amorphe ne peut pas varier durant la cristallisation, l'enthalpie de cristallisation est prise constante au cours de la transformation.

Une autre méthode, basée sur des mesures de résistivité du matériau maintenu à une température constante ([Orehotsky, 1979, Sahoo et al., 2004]), permet également de donner une première approximation de la fraction de cristaux dans la matrice amorphe d'un échantillon :

$$V_{cristaux} = \frac{\rho_t - \rho_0}{\rho_\alpha - \rho_0}$$

où  $\rho_0$  et  $\rho_t$  sont respectivement les résistivités du matériau testé au temps initial et au temps  $t$  où la température voulue est atteinte, et  $\rho_\alpha$  est la résistivité atteinte après avoir maintenu l'échantillon à cette température pendant un temps très long.  $\rho_\alpha$  est constante. Cette méthode, comme la précédente, donne une bonne approximation linéaire de la fraction cristalline dans le cas d'une distribution aléatoire de cristaux dans la matière. Les travaux de Kelton et Spaepen, sur la nuance  $\text{Pd}_{82}\text{Si}_{18}$  ([Kelton and Spaepen, 1985]), ont cependant montré que la cristallisation ne se produisait pas de manière aléatoire dans l'alliage. En effet, les zones d'amorçage sont localisées en surface et sur certains sites au sein de l'échantillon. Près des surfaces, la résistivité est plus sensible à la transformation cristalline qu'au sein du matériau. Kelton et Spaepen ont donc développé un modèle plus complexe capable de rendre compte des changements de résistivités entre les zones cristallisées en surface et les zones cristallisées au sein du matériau [Kelton and Spaepen, 1985].

Il existe peu de travaux effectués sur les mesures directes de fractions cristallines. On peut, par exemple, citer les travaux de Wesseling et Lewandowski [Wesseling et al., 2003] et de Gravier [Gravier, 2007], dans lesquels deux techniques de mesure ont été utilisées : les mesures directes en champ clair et indirectes en champ sombre, toutes deux présentant des inconvénients. Les mesures en champ clair conduisent souvent à une sous-estimation de la fraction cristalline

du fait d'un manque de contraste, qui rend difficile l'observation des cristaux les plus petits, et surtout parce que la superposition des particules sur les clichés MET peut mener à des images uniformément noires ([Wesseling et al., 2003]). Ce dernier phénomène est négligeable dans le cas où l'échantillon est peu cristallisé ( $V_{cristaux} < 5\%$ ). Les mesures en champ sombre rendent plus difficile la détermination de la fraction volumique de cristaux, mais elles permettent de passer outre le problème de superposition ([Gravier, 2007]). Des fractions cristallines ont ainsi pu être mesurées par Gravier avec des erreurs inférieures à 5%.

Gravier et Donnadiou ont introduit une autre méthode de mesure de la fraction cristalline via des mesures de diffraction des rayons X (DRX) [Gravier, 2007, Gravier et al., 2010]. Les mesures DRX permettent, en effet, d'obtenir de manière directe des informations sur un échantillon [Gloriant et al., 2000]. Cette méthode de calcul est basée sur trois hypothèses :

- La répartition des cristaux dans la matrice amorphe est aléatoire.
- Les cristaux sont de petite taille.
- La variation de densité du matériau suite à une cristallisation partielle est très faible ( $< 1\%$ ).

Sur la base de ces hypothèses, Gravier et Donnadiou ont pu établir que l'intensité rayonnée par l'échantillon est la somme des intensités rayonnées par chacune des phases (il n'y a pas de relation de phases entre les inclusions cristallines et la matrice amorphe). Par conséquent, les aires sous les courbes de mesures DRX se divisent en deux contributions : l'une correspondant à l'état amorphe et l'autre à l'état cristallisé. Les diagrammes de diffraction X, obtenus pour les échantillons amorphes et partiellement cristallisés, peuvent alors être utilisés pour séparer les deux contributions et calculer la fraction cristalline. Gravier a montré qu'il y a une bonne corrélation entre les mesures par MET en champ sombre et les mesures par DRX, ce qui confirme que la DRX est une bonne méthode pour mesurer la fraction volumique de cristaux dans un échantillon partiellement cristallisé, et ce même pour des fractions cristallines relativement faibles (typiquement inférieure à 10%) ([Gravier, 2007]). Gravier et Donnadiou ont comparé les méthodes de mesure de la fraction volumique de cristaux par DRX et DSC. Ils ont obtenus des valeurs très différentes pour les deux techniques. Afin de statuer sur l'une d'elles, ils ont réalisé des simulations numériques qui leur ont permis de montrer que la mesure par DRX donnait une meilleure estimation de la fraction cristalline [Gravier et al., 2010].

Encore aujourd'hui, il n'existe pas de méthode de mesure de la fraction cristalline donnant des résultats pertinents quels que soient les cas considérés. La majorité des auteurs continuent d'utiliser des méthodes indirectes bien qu'elles soient sujettes à de nombreuses approximations. Les méthodes de mesures directes - MET et DRX - semblent donner de meilleures estimations. La méthode de mesure par DRX reste la plus simple d'utilisation. Cependant, pour un taux de cristallisation inférieure à 1% ou de faible taille de cristaux, cette technique n'est pas pertinente ([Wanderka et al., 1999]).

## 1.2 Comportement mécanique des verres métalliques

### 1.2.1 Introduction

Dès leur découverte, les verres métalliques ont fait l'objet d'études intensives. Sous leur forme massive, ils ont suscité un intérêt grandissant pour leurs propriétés mécaniques exceptionnelles. La particularité de leur réponse mécanique est liée à l'existence de  $T_g$ , température de transition vitreuse. En effet, suivant la température de l'alliage, on distingue deux modes de déformation.

En dessous de  $T_g$ , à "basse" température, la contrainte à rupture des verres métalliques est très élevée et peut atteindre 2 GPa pour des verres base Zr ou 4 GPa pour des verres base Fe. À ces contraintes à rupture élevées correspondent des déformations élastiques importantes de l'ordre de 2 à 3 %. À température ambiante, les verres ont une ductilité faible en raison de la localisation de la déformation plastique dans des bandes de cisaillement. Ainsi, si la tendance des verres est d'avoir un comportement macroscopique élastique fragile à la température ambiante, il semble que localement, ils soient le siège d'une importante activité plastique. On appelle ce mode de déformation, le mode hétérogène.

Dès que la température approche de  $T_g$  et tant que l'alliage n'atteint pas la température de cristallisation, un mode de comportement homogène est observé. La température de transition entre mode homogène et hétérogène est située aux alentours de  $0,8T_g$ . Dans le mode homogène, les bandes de cisaillement disparaissent. Toute la matière contribue à la déformation plastique. L'alliage peut subir des déformations plastiques très importantes, allant jusqu'à plusieurs milliers de pourcents en traction ([Nieh and Wadsworth, 2006]).

Dans la suite de cette section, nous présentons les propriétés mécaniques des verres métalliques lorsqu'ils sont soumis à différentes conditions de chargement. Cette étude commence par la description du comportement mécanique des verres métalliques, sous sollicitation quasi-statique, via la présentation de faits expérimentaux. Nous abordons également la rupture des verres métalliques. Dans un second temps, le comportement mécanique et à rupture est étudié pour des sollicitations dynamiques. Enfin, l'impact d'un changement de l'état structural sur les propriétés des verres métalliques est analysé. Les résultats exposés ci-après présentent certains paramètres physiques (non exhaustifs) qui pourront être pris en compte dans l'analyse du comportement mécanique des verres sous sollicitations dynamiques.

### 1.2.2 Élasticité, Anélasticité

Les propriétés élastiques des verres sont pilotées par leur structure atomique. Ils peuvent présenter quelques hétérogénéités structurales ou des nanocristaux mais ceux-ci sont très localisées. Aussi, à température ambiante et pour de faibles vitesses de déformation, le comportement macroscopique des verres est généralement élastique linéaire isotrope.

#### Elasticité

Les propriétés élastiques des verres métalliques sont décrites par des grandeurs bien connues des mécaniciens qui sont le module d'Young et le coefficient de Poisson. Celles-ci



sont identiques dans toutes les directions de l'espace.

Le tableau 1.1 donne les ordres de grandeurs des propriétés élastiques et des températures de transition vitreuse pour des systèmes amorphes dont l'élément principal est indiqué. Dans ce tableau, les alliages sont classés en fonction du module d'Young croissant. On remarque, par ailleurs, que la température de transition vitreuse augmente aussi d'une ligne à l'autre. Ceci montre le lien entre la température de transition vitreuse et le module d'Young et donc l'énergie de la liaison atomique.

Élément de base	Module d'Young (GPa)	Contrainte à rupture (GPa)	Température de transition vitreuse $T_g$ (K)	Déformation élastique maximale $\frac{\sigma_y}{E}$
Ce	30	0,65	359	0,0215
Mg	49	0,98	426	0,02
Pd	90-93	1,7-1,8	452-604	0,017-0,019
Zr	85-102	1,6-2,2	613-733	0,019-0,022
Cu	84-113	1,4-2,2	696-787	0,017-0,022
Ni	109-183	3,4-3,9	791-885	0,02-0,022
Fe	195	4,2	860	0,0215

TAB. 1.1 Ordres de grandeur des propriétés mécaniques des verres métalliques et de la température de transition vitreuse pour différents systèmes de verres en fonction de l'élément majoritaire, d'après [Champion and Blétry, 2009, Wang, 2005].

La réponse des verres métalliques à basse température est caractérisée par une absence de plasticité macroscopique. Du fait de l'absence de défauts, ils présentent une plasticité localisée qui résulte de réarrangements atomiques locaux. Ces mouvements nécessitent des niveaux d'énergie ou de contraintes très élevés. Les contraintes à rupture  $\sigma_y$  observées pour les verres sont par conséquent très importantes, comprises entre 0,65 GPa pour un système base Ce et 4,2 GPa pour un système base Fe, d'après les données du tableau 1.1. Ce tableau nous montre également que la contrainte à rupture augmente avec le module d'Young.

La figure 1.16 permet de comparer des verres métalliques à différents métaux et alliages. Nous remarquons que les verres métalliques ont une rigidité qui est environ 20% inférieure à celle de leurs homologues cristallins mais que leur limite à rupture est bien plus élevée, environ deux fois supérieure à celle des alliages en titane. La limite à rupture des verres est plus proche de la résistance théorique  $\frac{E}{20}$  (zone grisée sur la figure 1.16) que tous les autres matériaux.

Des limites à rupture élevées couplées à des valeurs de module d'Young assez faibles résultent en un domaine de déformation élastique très étendu. Les limites de déformations élastiques ( $\frac{\sigma_y}{E}$ ) des verres métalliques sont très élevées, de l'ordre de 2% pour la majorité des systèmes vitrifiables ([Johnson and Samwer, 2005]). Elles peuvent aller jusqu'à 6% dans certains cas ([Jiang et al., 2012]).

La figure 1.16 montre un autre point intéressant. Les lignes inclinées grisées en pointillés, représentent les contours du rapport  $\sigma_y^2/E$ . Cette grandeur caractérise la capacité d'un matériau

à stocker et à restituer l'énergie élastique. On remarque que les verres ont une plus grande capacité de stockage et de restitution de l'énergie élastique que les autres matériaux.

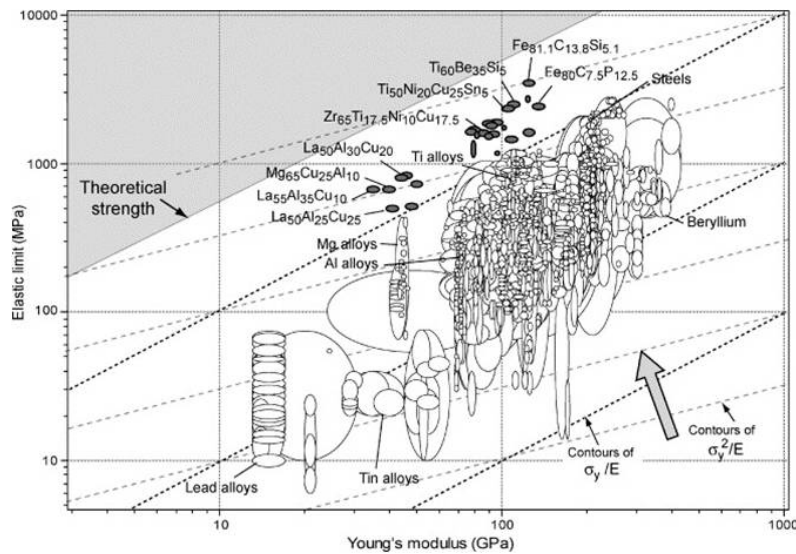


FIG. 1.16 Évolution de la limite élastique en fonction du module d'Young pour plus de 1500 matériaux différents comprenant des métaux, des verres métalliques (tâches grise en haut) et composites à matrice céramiques. Les courbes en pointillés noirs caractérisent la limite en déformation élastique  $\sigma_y/E$ . Les courbes en pointillés grises, d'équation  $\sigma_y^2/E$ , caractérise la capacité du matériau à stocker et à restituer l'énergie élastique (d'après [Ashby and Greer, 2006]).

Il est aussi intéressant de regarder l'évolution du module de cisaillement  $\mu$  et du module de compressibilité  $B$  pour discuter des propriétés élastiques des verres métalliques. Ces alliages sont généralement moins denses que leurs homologues cristallins. Cette différence oscille entre 0,5 et 2% ([Dougherty et al., 1994, Inoue, 1999]). Par conséquent, les distances interatomiques sont, en moyenne, légèrement plus grandes dans les verres métalliques. Le module de compressibilité étant lié aux forces cohésives des liaisons, il en résulte que celui-ci est plus faible dans les verres métalliques, d'environ 6% ([Schuh et al., 2007]). Ainsi, du fait de la faible compressibilité des verres métalliques, une déformation axiale sera fortement transmise latéralement ce qui résulte en un coefficient de Poisson plus élevé que pour les alliages métalliques cristallins. Pour la plupart des verres métalliques, il est de l'ordre de 0,3 à 0,4 ([Rouxel et al., 2008]). La combinaison d'un faible module d'Young et d'un coefficient de Poisson élevé implique que le module de cisaillement des verres métalliques est plus faible, inférieur d'environ 30% par rapport à leurs homologues cristallins ([Knuyt et al., 1986, Weaire et al., 1971]).

## Anélasticité

La réponse au cisaillement décrite ci dessus est très spécifique aux verres et elle caractérise leur comportement anélastique (ou viscoélastique). La contribution viscoélastique des verres métalliques représente la part de la déformation qui est recouvrable avec un certain délai, une fois qu'il n'y a plus de contrainte appliquée. À l'échelle microscopique, certains atomes pourront se retrouver dans des régions où la topologie est instable. Dans ces régions, la réponse au cisaillement induira des déplacements atomiques locaux mais aussi des réarrangements anélastiques des atomes voisins ([Schuh et al., 2007]). Le nombre d'atomes impliqués dans ces

événements est faible mais les déformations locales sont si importantes qu'une fois cumulées, elles contribuent grandement à la déformation macroscopique.

Il existe d'autres sources d'anélasticité dans les verres, comme les effets thermoplastiques ou magnétoélastiques, que l'on rencontre aussi dans les alliages cristallins.

Il est possible d'étudier la déformation anélastique de ces matériaux par des mesures de frottements intérieurs (cf. figure 1.17). Une augmentation forte de la dissipation est observée à la transition vitreuse.

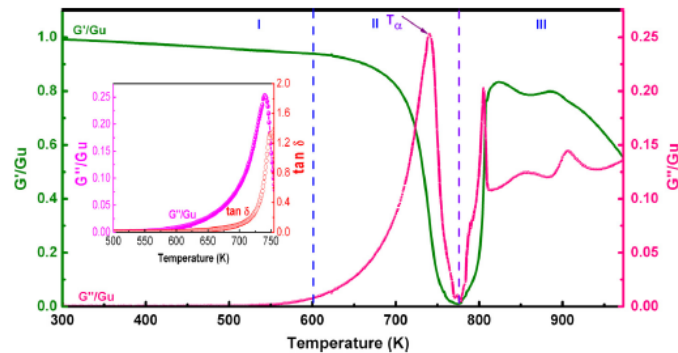


FIG. 1.17 Variation du module élastique et du module de perte en fonction de la température  $T$ , pour une fréquence de 0,3 Hz et une vitesse de chauffe de 3 K/s sur un verre base Cu (tiré de [Qiao and Pelletier, 2014]).

Une augmentation de la dissipation est aussi constatée avec l'amplitude du stimulus ([Fursova and Khonik, 2002a]). De telles mesures de frottements internes ont montré qu'à haute température, le comportement anélastique des verres métalliques ne peut être décrit que grâce à une large distribution de temps de relaxation car les réarrangements atomiques et l'environnement atomique local suivent eux-mêmes une distribution tout aussi large ([Schuh et al., 2007]).

### 1.2.3 Plasticité

À l'échelle macroscopique, la déformation des verres est le résultat d'une accumulation de déformations locales selon des mécanismes de réarrangements atomiques. Suivant certains critères de température, de vitesse de sollicitations ou de composition du système vitreux, ces mécanismes peuvent être redistribués de façon homogène ou de façon hétérogène dans l'espace et le temps. Dans cette section, nous présentons tout d'abord le comportement homogène des verres métalliques. Nous étudions l'influence des conditions d'essai sur le régime stationnaire et nous décrivons ensuite le régime transitoire. Dans un second temps, nous introduisons le comportement hétérogène des verres métalliques. L'influence de paramètres, tels que la pression et la géométrie, sur leur réponse mécanique est étudiée. Enfin, un bilan est dressé autour d'une carte des déformations proposée par [Schuh et al., 2007].

#### 1.2.3.i Déformation homogène

Le mode de déformation homogène intervient quand la température du verre devient suffisamment élevée, près ou dans la zone de liquide surfondu. La localisation disparaît et l'ensemble du matériau participe à la déformation. Dans ce mode de déformation, le verre peut être vu soit comme un matériau très ductile, soit comme un liquide surfondu visqueux (lorsque la température est élevée). Il est capable d'atteindre des déformations très importantes, pouvant aller

jusqu'à plusieurs milliers de pourcents ([Nieh and Wadsworth, 2006]). Cette ductilité est associée à une diminution de la contrainte d'écoulement ([Blétry, 2004, Lu et al., 2003]). Ce mode de déformation a été très étudié car il a pour application directe la thermo-formabilité des verres.

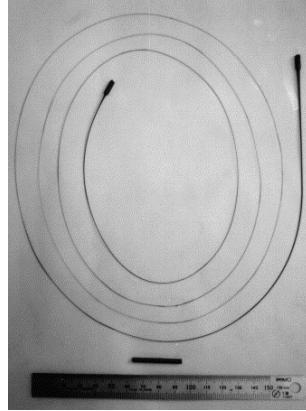


FIG. 1.18 Déformation jusqu'à 20 000% d'un alliage  $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$  dans la région du liquide surfondu (tiré de [Nieh and Wadsworth, 2006]).

### Régime stationnaire

Le régime stationnaire survient quand la contrainte se stabilise. L'écoulement homogène atteint un état d'équilibre, c'est-à-dire que le désordre local provoqué par la déformation disparaît immédiatement grâce aux réarrangements atomiques locaux. La déformation homogène macroscopique est alors le résultat de la superposition de tous ces événements microscopiques. Dans le mode homogène, la matière peut être vue comme un fluide visqueux qui s'écoule. La viscosité est donc un paramètre tout indiqué pour décrire la rhéologie du verre dans le comportement homogène stationnaire.

La viscosité dynamique  $\eta$  d'un matériau se définit généralement comme sa résistance à l'écoulement. Lorsqu'elle diminue, le matériau peut subir de plus grandes déformations. La viscosité est le rapport entre la contrainte de cisaillement  $\tau$  et la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ . Souvent, elle est évaluée à partir d'essais de compression uniaxiaux lors desquels on mesure la contrainte  $\sigma$  et la vitesse de déformation uniaxiale  $\dot{\epsilon}$ . Dans le cadre de tels essais, on a les relations  $\dot{\gamma} = \sqrt{3}\dot{\epsilon}$  et  $\tau = \frac{\sigma}{\sqrt{3}}$ , ce qui conduit à la relation donnant la viscosité :

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\sigma}{3\dot{\epsilon}} \quad (1.2.1)$$

Dans le régime stationnaire, la viscosité est constante avec la déformation. Elle ne dépend alors que de la température et de la vitesse de déformation.

En fonction de la vitesse de déformation, il est possible de distinguer deux régimes de déformation homogène ([Johnson et al., 2002, Kawamura et al., 2001, Lu et al., 2003]). À faible vitesse de déformation, la viscosité ne dépend pas de la vitesse de déformation : c'est le régime newtonien. À vitesse de déformation plus élevée, la viscosité diminue fortement avec la vitesse de déformation : on parle de régime non-newtonien (cf. figure 1.19.1.a).

L'évolution de la viscosité a la même allure quelle que soit la température d'essai ([Kato et al., 1998, Kawamura et al., 2001]). Toutes ces courbes peuvent être rassemblées sur une courbe maîtresse (cf. figure 1.19.2.a) en traçant :

$$\frac{\eta}{\eta_N} = f(x) \quad (1.2.2)$$

où  $\eta_N$  est la viscosité newtonienne. La fonction de  $f(x)$  est liée au modèle choisi pour décrire le comportement du matériau. On remarque sur la figure 1.19.1.b que la contrainte d'écoulement suit un comportement opposé à la viscosité. Dans le régime newtonien, la contrainte d'écoulement augmente avec la vitesse de déformation puis dans le régime non-newtonien, la dépendance devient plus faible.

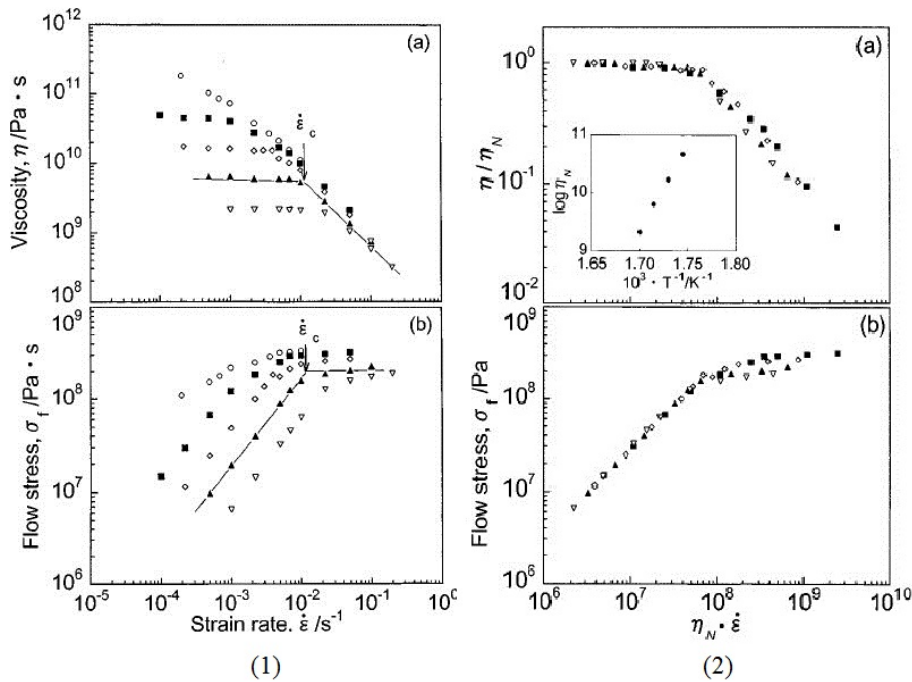


FIG. 1.19 (1) : Évolution de la viscosité (a) et de la contrainte d'écoulement (b) avec la vitesse de déformation pour différentes températures dans le cas d'un verre base Pd. Chaque symbole représente une température différente. Le domaine newtonien correspond aux branches horizontales; (2) courbes maîtresses obtenues à partir des données de la figure 1.19.1 (tiré de [Kawamura et al., 2001]).

Quand la température du verre augmente, sa viscosité newtonienne diminue progressivement (cf. figure 1.20). Généralement, cette variation de la viscosité est décrite par une loi de Vogel-Fulcher-Tammann (VFT) qui s'écrit :

$$\eta_N = \eta_0 \exp\left(\frac{D^* T_0}{T - T_0}\right) \quad (1.2.3)$$

où  $D^*$  est le paramètre de fragilité et  $T_0$  la température idéale de transition vitreuse. Plus ce coefficient est élevé, plus le verre est dit "fort". Un verre fort voit sa viscosité varier lentement pendant le refroidissement, ce qui permet une mise en forme plus aisée. Par exemple, pour la silice,  $D^*$  a une valeur de 150. Pour les verres métalliques,  $D^*$  a une valeur intermédiaire ([Busch et al., 1998]) : elle est de 22,7 pour le Vitreloy 4 par exemple.

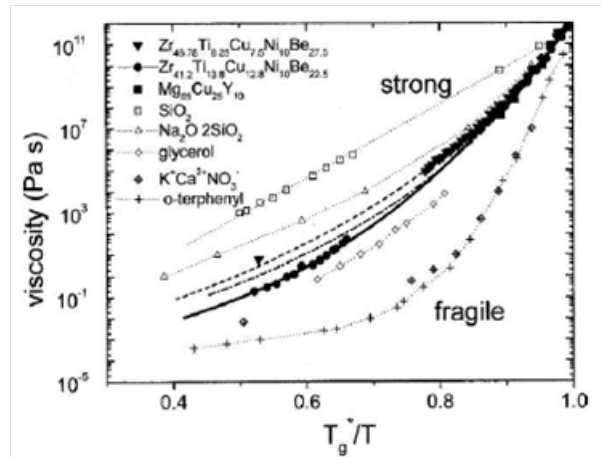


FIG. 1.20 Variation de la viscosité en fonction de la température réduite ( $\frac{T}{T_g}$ ) pour différentes classes de verres. Les Vitreloy 1 et 4 sont comparés à des verres minéraux ou organiques (tiré de [Busch et al., 1998]).

Pour les verres métalliques, la loi VFT, donnée par la relation 1.2.3, permet de décrire les valeurs de la viscosité sur quinze ordres de grandeurs ([Johnson, 1999]).

### Régime transitoire

Dans le régime transitoire, les réarrangements atomiques locaux ne permettent pas de compenser le désordre local provoqué par la déformation. La contrainte d'écoulement macroscopique évolue alors avec la déformation.

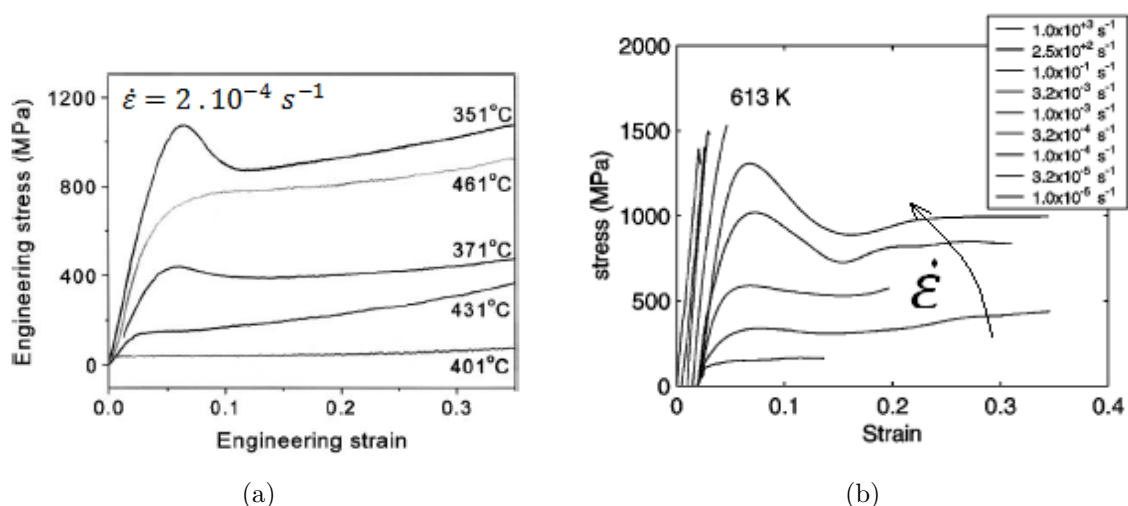


FIG. 1.21 Apparition de pics de contrainte en fonction de la vitesse de déformation et de la température d'essai : (a) dépendances avec la température ([Lee et al., 2003]; (b) dépendance avec la vitesse de déformation ([Johnson et al., 2002]).

La réponse du matériau lors d'essais de compression uniaxiaux à vitesse de déformation constante fait apparaître sur les courbes contrainte/déformation des pics de contraintes, que l'on nomme overshoots. L'apparition de ces pics de contraintes est favorisée par une diminution de

la température (cf. figure 1.21a) et/ou une augmentation de la vitesse de déformation (cf. figure 1.21b). Pour des vitesses élevées, des oscillations de contrainte apparaissent.

Les courbes données sur la figure 1.22a) montrent la superposition de deux essais : en rouge un essai de sauts de vitesse de déformation et en noir un essai à vitesse de déformation constante (la vitesse de cet essai est égale à l'une des vitesses de l'essai avec sauts). On remarque, d'une part, que l'amplitude des overshoots augmente avec la valeur du saut de vitesse [Kawamura et al., 1999]). D'autre part, on constate que la contrainte plateau en fin d'essai est la même pour les deux essais. Il semble que cette grandeur ne soit pas affectée par l'histoire thermo-mécanique du matériau. Lors du retour à une vitesse nominale, après une série de sauts de vitesse, le matériau rétablit un niveau de contrainte égal à celui obtenu pour un essai à vitesse de déformation constante. Tout se passe comme si le matériau avait "oublié" le chemin suivi.

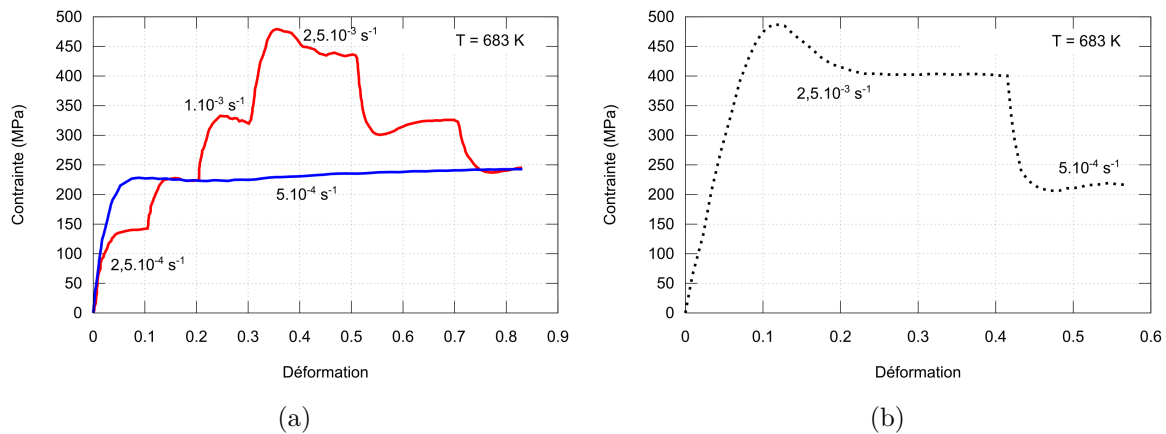


FIG. 1.22 Réponse des verres métalliques à des essais de sauts de vitesse de déformation dans le domaine homogène : (a) comparaison entre un essai avec saut avec retour à une vitesse nominale (courbe rouge) et un essai à cette vitesse nominale sans saut (courbe bleue) ([Blétry, 2004] ; (b) essai de sauts de vitesse mettant en évidence les undershoots ([Blétry et al., 2007]).

Aux overshoots correspondent des undershoots. Si l'on impose des sauts de déformation à un verre en diminuant la vitesse de déformation, la contrainte passe par un minimum avant de réaugmenter (cf. figure 1.22b).

Kawamura et al. ont étudié le phénomène d'overshoots ([Kawamura et al., 1999]). En dehors du lien qui existe entre l'amplitude du saut de vitesse et la variation d'amplitude de l'overshoot, ils ont tiré différentes conclusions de leurs études. Ils ont remarqué une variation de l'amplitude du pic de contrainte après un essai de relaxation : plus la contrainte est relaxée et plus l'overshoot est important. Ils ont également étudié la différence de régime suivant que l'essai de relaxation est mené avant ou après le pic de contrainte. Dans le premier cas, le matériau relaxera moins et moins vite que si l'essai de relaxation est effectué après le pic de contrainte.

Ces phénomènes transitoires sont interprétés par les auteurs comme étant dus à une augmentation de la mobilité du fait de la déformation plastique. Cette augmentation de la mobilité est liée à une diminution de la viscosité ([de Hey et al., 1998, Schuh et al., 2007]).

### 1.2.3.ii Déformation hétérogène

À basse température ( $T < 0,8 T_g$ ), pour une sollicitation uniaxiale, la réponse macroscopique des verres métalliques est essentiellement élastique. Du fait de l'absence de défauts cristallins le matériau va être capable de soutenir des niveaux de contraintes très élevés, proches de la contrainte théorique à rupture. Le matériau se déforme alors localement, de façon hétérogène. La déformation est localisée dans des bandes de cisaillement de faible épaisseur.

Dans cette partie, nous décrivons l'origine de la localisation de la déformation sous forme de bandes ainsi que les caractéristiques de celles-ci en termes d'épaisseur, niveau de déformation, état structural, etc. Nous étudions ensuite l'influence de la pression, de la température, de la vitesse de déformation et de la géométrie d'échantillon sur l'évolution de la plasticité dans le mode hétérogène.

#### Localisation de la plasticité et bandes de cisaillement

Dans le mode hétérogène, la plasticité des verres et leur rupture sont contrôlées par la formation et la propagation de bandes de cisaillement ([Greer et al., 2013]). Dans le cas d'alliages cristallins déformés à grande vitesse, comme les aciers, la formation d'une bande est souvent interprétée comme suit : la quasi totalité de la déformation plastique est convertie localement en chaleur alors que pour ces matériaux la contrainte d'écoulement a tendance à diminuer quand la température augmente. La conséquence directe est une localisation quasi-adiabatique dans les zones les plus chaudes et déformées le plus rapidement. À basse vitesse, l'endommagement peut aussi être à l'origine de la localisation dans le cas de vitesses plus faibles ([Fressengeas and Molinari, 1985]). Dans le cas des verres métalliques, la température joue un rôle indéniable dans la plasticité et dans l'évolution des bandes. Cependant, la localisation de la déformation et la formation des bandes sont majoritairement attribuées à un adoucissement du matériau du fait d'une diminution locale de la viscosité ([Wright et al., 2001, Kanungo et al., 2004]). Dans le mode homogène, l'adoucissement est associé au pic de contrainte.

Du fait de l'absence de défauts cristallins dans les verres métalliques, ceux-ci sont capables de soutenir des niveaux de contraintes très élevés, proches de la contrainte théorique à rupture ( $E/20$ ). Lorsque la contrainte dans le matériau va approcher cette valeur théorique, elle va relaxer dans certaines zones par déplacement de la matière ([Champion and Blétry, 2009]). Celui-ci est associé à une baisse de viscosité qui provoque l'adoucissement du matériau à l'origine de la localisation de la déformation. Dans cette région adoucie, la vitesse de déformation augmente tandis que la contrainte diminue ([Wright et al., 001]). Les régions voisines de cette zone sont aussi perturbées, ce qui conduit à la propagation de cette zone locale de plasticité ([Schuh et al., 2007]).

À l'intérieur des bandes de cisaillement, la structure du verre est différente par rapport à celle de la matrice amorphe environnante. L'ordre chimique y est diminué du fait de la déformation ([Pampillo, 1972]). L'adoucissement dû à la formation de bandes est rémanent. Si l'échantillon est poli après un essai, les bandes réapparaissent aux mêmes endroits sur l'échantillon. Seul un traitement de recuit peut restaurer l'ordre chimique ([Chen, 1973, Polk and Turnbull, 1972,



Spaepen, 1977]).

Les verres métalliques sont qualifiés de matériaux fragiles, du fait de l'absence de ductilité macroscopique significative. Cette considération ne prend cependant pas en compte les niveaux de déformation élevés atteints dans les bandes de cisaillement. Quand la contrainte peut être accommodée localement, l'écoulement plastique se produit dans une ou plusieurs bandes où la viscosité est plus faible. Des déformations de l'ordre de plusieurs centaines de pourcents peuvent être atteintes localement ([Champion and Blétry, 2009]). À l'échelle macroscopique, il est possible de ne pas mesurer de déformation ou alors de mesurer une déformation de quelques pourcents. De manière générale, le premier cas s'observe lors d'essais de traction (cf. figure 1.23a) et le second, lors d'essais de compression (cf. figure 1.23b).

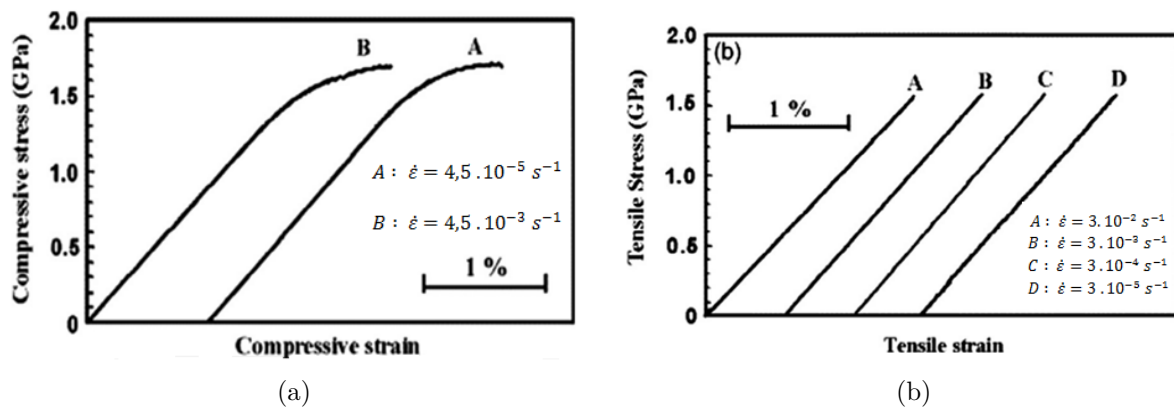


FIG. 1.23 Plasticité macroscopique en fonction du mode de sollicitation (a) compression et (b) traction pour différentes vitesses de sollicitations (tiré de [Zhang et al., 2003a, Guo et al., 2007]).

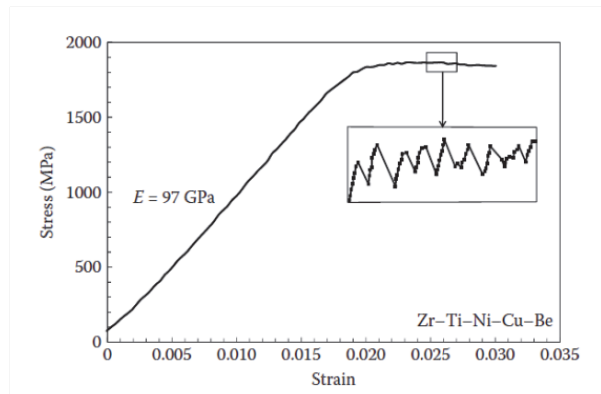


FIG. 1.24 Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un verre base Zr comprimé à une vitesse de déformation constante de  $10^{-4} s^{-1}$  (tiré de [Wright et al., 2001]).

La déformation dans une bande est stoppée, soit quand la force motrice du cisaillement n'est plus assez importante, soit quand la déformation est totalement accommodée par le cisaillement accumulé dans la bande, qui relaxe alors la contrainte ([Schuh et al., 2007]). Ces situations interviennent dans le cas d'essais confinés tels que l'indentation, l'essai brésilien, etc. La formation d'une première bande est alors suivie par la formation d'une multitude de bandes avec la déformation. On peut alors observer le phénomène de "serration" qui correspond à un mécanisme de relaxation de la contrainte. L'apparition de petits décrochements sur les courbes

force/déplacement issues d'essais d'indentation ([Burgess and Ferry, 2009]) ou sur des courbes contrainte/déformation d'essais de compression traduisent l'apparition de ce phénomène (cf. figure 1.24). ([Jiang et al., 2006, Song et al., 2008]).

Les bandes peuvent être observées quand elles arrivent à la surface de l'échantillon où elles forment des marches ([Nair and Geetha Priyadarshini, 2016]) (cf. figure 1.25). On considère généralement qu'elles ont une épaisseur de l'ordre de 10 à 20 nm. Elles se forment avec un angle d'environ  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation ([Greer et al., 2013]).

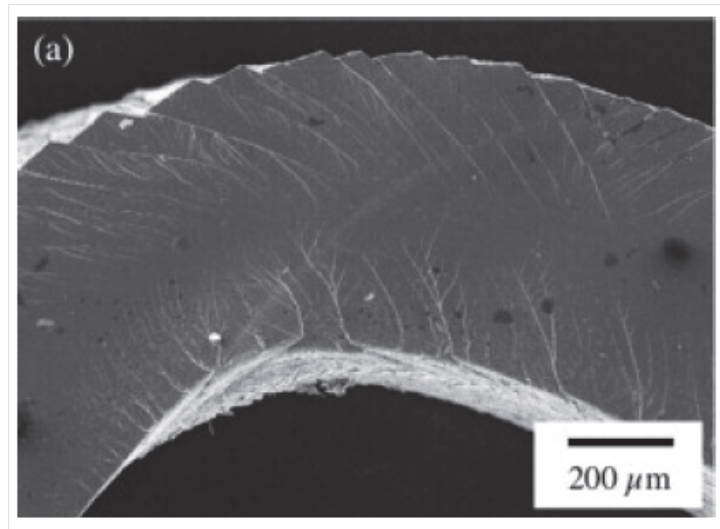


FIG. 1.25 Image obtenue au microscope électronique à balayage montrant des bandes de cisaillement dans un ruban base Zr (tiré de [Conner et al., 2003])

Suivant la composition, il est possible de voir apparaître une unique bande, qui provoque la rupture prématurée de l'échantillon, ou plusieurs laissant la possibilité à l'échantillon de se déformer de quelques pourcents (cf. figure 1.26).

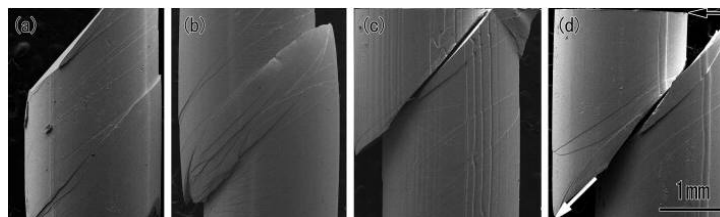


FIG. 1.26 Évolution de la morphologie d'un verre Zr-Cu-Fe-Al, en fonction de la concentration en zirconium, après des tests de compression : de gauche à droite la concentration en zirconium augmente et celle en cuivre diminue (tiré de [Zhang et al., 2010])

### Dépendance de la plasticité à la pression

Les critères de plasticité renseignent sur les mécanismes de déformation intervenant dans les matériaux. Dans leur étude ([Schuh et al., 2007]), Schuh et al ont entrepris de rassembler les valeurs de limites à rupture issues de différentes études expérimentales en fonction de la triaxialité des contraintes, c'est-à-dire du rapport entre la contrainte hydrostatique et la contrainte équivalente de von Mises (cf. figure

1.27) ([Lewandowski and Lowhaphandu, 2002, Lowhaphandu et al., 1999, Donovan, 1989, Flores and Dauskardt, 2001, Lu and Ravichandran, 2003]). Ils ont ainsi montré que la contrainte à rupture en compression est supérieure à celle en traction. Cette dépendance de la limite à rupture à la pression, ajoutée à l'absence de réseau cristallin et à la fragilité des verres, sont autant d'arguments qui montrent l'inadéquation de critères de type von Mises ou Tresca, qui n'incluent pas d'effet de contrainte normale ou de contrainte hydrostatique ([Champion and Blétry, 2009]). Des critères de plasticité de type Mohr-Coulomb ou Drucker-Prager se révèlent plus pertinents pour la modélisation de matériaux présentant un comportement dépendant de la pression. Ils permettent, en effet, d'inclure une contribution de la pression ou de la contrainte normale au cisaillement et donc au déclenchement de la plasticité. Ces critères sont, en particulier, bien adaptés à la modélisation de la réponse mécanique de matériaux présentant des limites à rupture différentes en compression et en traction.

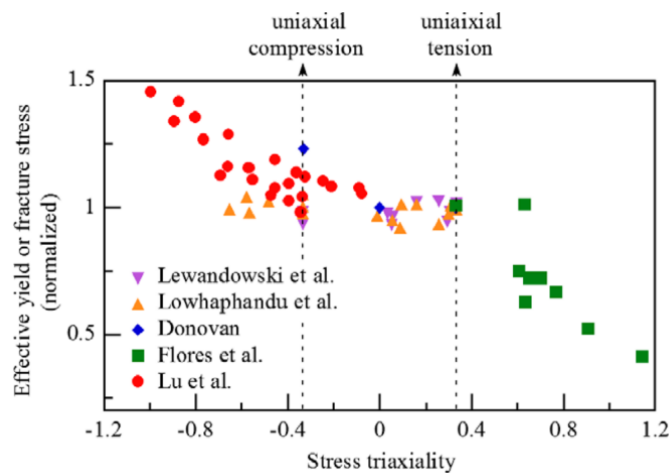


FIG. 1.27 Données expérimentales issues de diverses études illustrant la dépendance à la pression sur le comportement plastique des verres métalliques. Les contraintes sont normalisées et exprimées en fonction de la triaxialité des contraintes (tiré de [Schuh et al., 2007])

### Influence de la température et de la vitesse de déformation

La température et la vitesse de déformation peuvent avoir une influence sur la localisation. Généralement, les bandes de cisaillement sont observées à basse température. Cependant, il est possible de les observer également à haute température même si leur formation est plus complexe ([Schuh et al., 2004]). Comme nous l'avons vu précédemment, la formation d'une bande résulte d'un déséquilibre en déformation entre une zone de faible viscosité et la matrice environnante plus dense. Si la température du matériau augmente, alors la matrice environnante voit sa densité diminuer et, par conséquent, le déséquilibre qui régnait s'atténue petit à petit. Pour réinstaurer ce déséquilibre et observer des bandes de cisaillement à haute température, il est nécessaire d'augmenter la vitesse de déformation. Finalement, l'apparition des bandes résulte d'une compétition entre vitesse de déformation et température.

## Effets d'échelle et d'état structural sur la plasticité

Dans les verres métalliques, un effet d'échelle sur les mécanismes de rupture est généralement observé. Dans leur étude, Conner et al. ont par exemple observé une dépendance entre l'espacement des bandes de cisaillement et la taille de l'échantillon ([Conner et al., 2003]). Les bandes sont plus resserrées dans des échantillons ayant une taille caractéristique plus faible (cf. figure 1.28).

Cet effet d'échelle a aussi été observé sur des courbes de comportement d'essais de compression, où une déformation à rupture, supérieure à celle généralement observée, a été mesurée pour des éprouvettes ayant des facteurs de forme inférieurs à 1. Quand le facteur de forme est supérieur à 1, les bandes, qui font un angle d'environ  $45^\circ$  avec la direction de sollicitation, traversent l'échantillon de part et d'autre provoquant sa rupture prématurée (cf. figure 1.29a). En revanche, si le facteur de forme est inférieur à 1, alors les bandes ne traversent pas l'échantillon dans toute sa largeur. Elles se retrouvent confinées entre les plateaux de compression et leur densité augmente (cf. figure 1.29b).

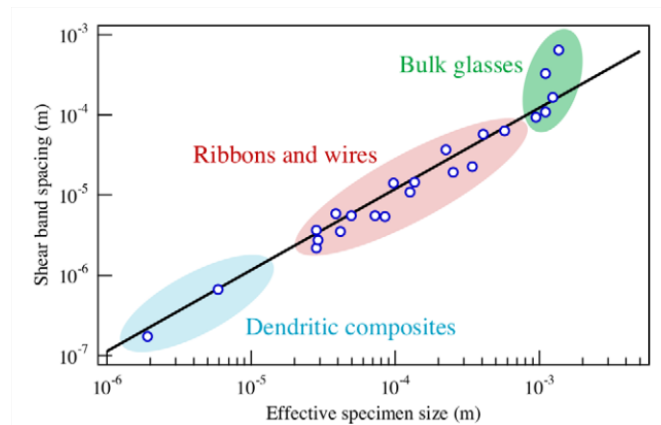


FIG. 1.28 Espacement moyen entre les bandes de cisaillement en fonction de la taille caractéristique des échantillons de verres métalliques (tiré de [Schuh et al., 2007], d'après [Conner et al., 2003])

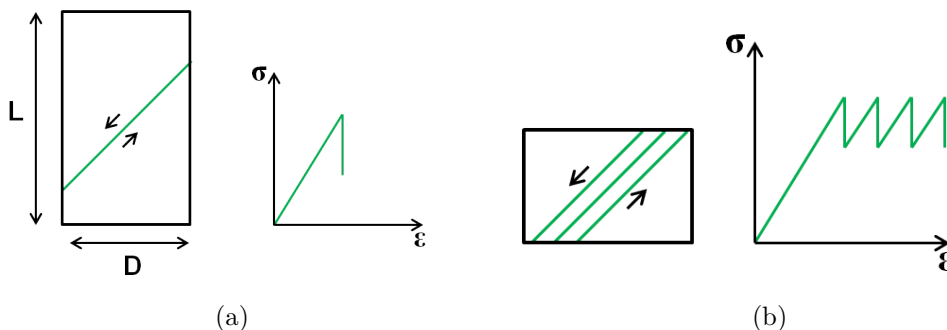


FIG. 1.29 Schéma représentatif de l'apparition des bandes dans le cas de deux essais de compression avec des facteurs de forme  $L/D$  différents (a) supérieur à 1 et (b) inférieure à 1.

L'augmentation de la densité des bandes est d'autant plus grande que l'échantillon est de petite taille ([Conner et al., 2004]). Dans ce cas, les serrations sont très prononcées et per-

mettent d'étudier la dynamique des bandes de cisaillement. Des géométries permettant de développer un état de contrainte hétérogène dans le matériau sont à privilégier si l'on veut observer une ductilité macroscopique : essais d'indentation ([Keryvin et al., 2008a]), essais brésiliens ([Brest et al., 2014]).

Nowak ([Nowak, 2009]), a remarqué que pour des échantillons prélevés dans un même barreau de verre métallique, le comportement n'est pas toujours le même. Elle a prélevé des échantillons à différentes positions entre le centre et le bord du barreau. Cette variation dans la réponse du matériau pourrait être due à une différence d'état structural entre les échantillons. Ces différences peuvent être significatives en fonction de l'endroit où l'échantillon a été prélevé dans le barreau.

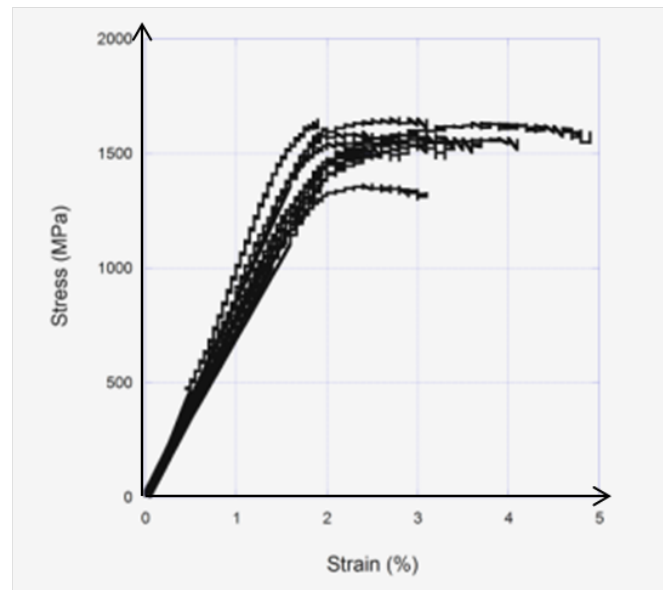


FIG. 1.30 Réponse mécanique en compression de différents échantillons prélevés dans un même barreau (tiré de [Nowak, 2009])

### 1.2.3.iii Transition homogène/hétérogène - Carte des déformations

Le passage d'un mode de déformation à l'autre est conditionné par la température  $T$  et la vitesse de déformation en cisaillement  $\dot{\gamma}$  ([Johnson et al., 2002, Lu et al., 2003]) : c'est un phénomène thermiquement activé. En plus de ces deux paramètres interviennent l'état structural et la contrainte de cisaillement  $\tau$ . La loi d'écoulement constitutive a donc pour expression :

$$\dot{\gamma} = f(\text{structure}, T, \tau)$$

En se basant sur cette constatation, Spaepen a élaboré à la fin des années 1970 une carte des déformations permettant de distinguer les deux modes de déformation et de déterminer leurs conditions d'apparition. Cette carte avait été élaborée sur la base du modèle de déformation des volumes libres ([Spaepen, 1977]). Trente ans plus tard, elle a été améliorée par Schuh et al. ([Schuh et al., 2007]). Elle se subdivise en deux versions complémentaires qui mettent en avant l'apparition des différents modes de déformation sur des critères de température, de contrainte normale au cisaillement et de vitesse de déformation en cisaillement. Cette nouvelle carte prend également en compte les effets de pression, les divers degrés d'écoulement avec serration, la

séparation claire entre écoulement newtonien et non-newtonien. La figure 1.31 montre l'une des versions de cette nouvelle carte des déformations. Elle classe les différents modes de déformation en termes de contrainte-température. Aussi, on voit que pour des températures inférieures à environ  $0,8 T_g$ , le comportement est d'abord élastique à basse contrainte puis devient hétérogène. À plus haute température, la déformation devient homogène. Le régime est d'abord newtonien à des niveaux de contrainte faibles, puis non-newtonien. Pour des niveaux de contrainte plus élevés, le mode hétérogène est observé.

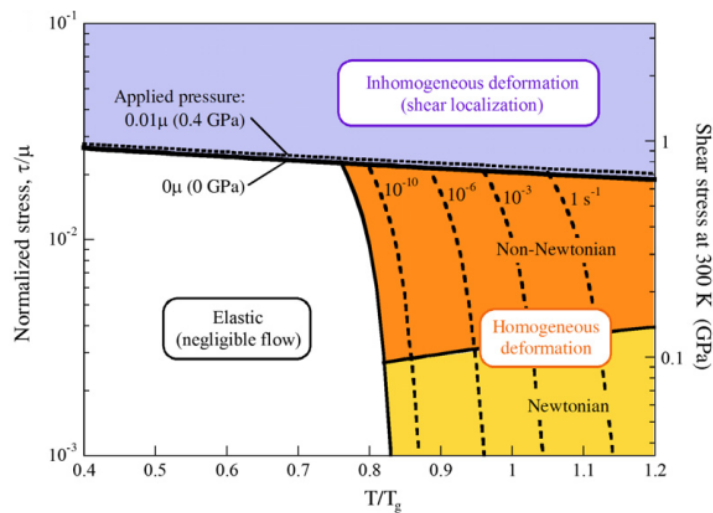


FIG. 1.31 Cartes des déformations en cisaillement des verres métalliques en termes de contrainte-températures. Les valeurs des contraintes sont celles du Vitreloy 1 (tiré de [Schuh et al., 2007])

## 1.2.4 Rupture

Dans la théorie de la mécanique de la rupture, les matériaux sont généralement classés en deux catégories : les matériaux dits fragiles caractérisés par une déformation plastique "nulle" et les matériaux dits ductiles qui sont susceptibles de se déformer plastiquement avant rupture. Ces deux catégories se distinguent par les mécanismes et les énergies mises en jeu pendant la rupture.

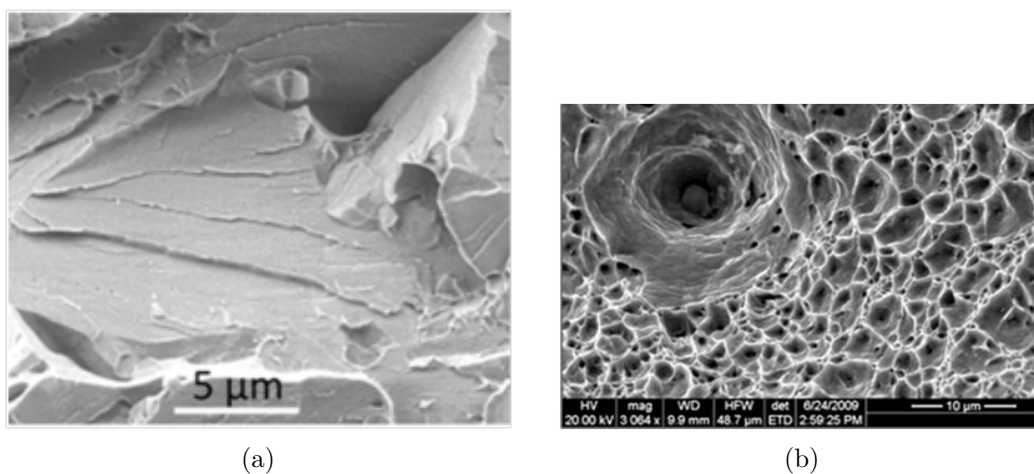


FIG. 1.32 Surfaces de rupture observées dans des aciers : (a) rupture fragile par clivage ; (b) rupture ductile avec présence de cupules (tiré de [Pineau et al., 2016])

Dans un matériau ductile, les surfaces de rupture sont complexes et conséquentes. Elles révèlent la présence de cupules (cf. figure 1.32b). Dans un matériau fragile, les surfaces sont moins accidentées, ce qui est synonyme d'une activité plastique moindre voire nulle (cf. figure 1.32a). Pour identifier dans quelle catégorie classer un matériau, on fait souvent référence à sa ténacité. Cette grandeur quantifie la capacité d'un matériau à s'opposer à la propagation d'une fissure.

Le classement des verres métalliques en terme de rupture est peu trivial. En effet, si ces alliages sont décrits comme étant macroscopiquement fragiles à basse température, ils sont susceptibles de dissiper une grande quantité d'énergie par déformation plastique via la formation des bandes de cisaillement et la localisation de la plasticité. Cette particularité les distingue, d'une part, des autres catégories de verres comme les verres d'oxydes, qui ont des ténacités plus faibles, mais aussi des métaux cristallins (cf. figure 1.33). À part la formation de bandes de cisaillement, les verres métalliques ne disposent pas d'autres barrières à la propagation de fissures tels que celles que l'on peut observer dans les alliages cristallins (joint de grains, écrouissage). Les verres se situent donc dans une catégorie intermédiaire : on les qualifie de quasi-fragile. Leur ténacité, qui peut prendre des valeurs entre  $2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour des systèmes base Fe ([Lewandowski and Greer, 2005]) et  $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  pour des systèmes base Zr ([Kim et al., 2009]), varie entre celle des céramiques fragiles et celle des métaux tenaces.



FIG. 1.33 Ténacité  $K_c$  et limite d'élasticité  $\sigma_y$  de certaines familles de matériaux (tiré de [Kruzic, 2016].)

Dans ce qui suit, nous décrivons les propriétés et la phénoménologie de la rupture dans les verres métalliques. Nous analysons aussi les phénomènes qui se produisent dans les bandes de cisaillement au moment de la rupture.

#### 1.2.4.i Seuil et phénoménologie

Dans la section précédente (1.2.3.ii), nous avons vu une différence de réponse du matériau suivant le type de sollicitation. En traction, les verres ne se déforment pas plastiquement et la rupture est de type fragile : la contrainte augmente linéairement jusqu'à la rupture. À l'inverse, en



compression, une déformation plastique de quelques pourcents peut être observée. Des différences de comportement s'observent également dans les angles et les faciès de rupture.

Zhang et al. et Lund et al. ont rassemblé l'ensemble des angles de rupture mesurés sur des éprouvettes après essais de traction et de compression. Zhang et al. ont testé un verre base Zr à différentes vitesses de déformation et ont mesuré les différents angles de rupture pour les deux types de sollicitation ([Zhang et al., 2003b]). Lund et al. ont quant à eux réalisé une revue des différents angles mesurés sur des verres base Zr et Pd, à partir d'essais de traction et de compression issus de la littérature ([Lund and Schuh, 2004]). Il en résulte qu'en traction la surface de rupture fait un angle d'environ  $56^\circ$  avec la direction de sollicitation (cf. figure 1.34a) alors qu'elle fait un angle moyen de  $42^\circ$  dans le cas d'un essai de compression (cf. figure 1.34b).

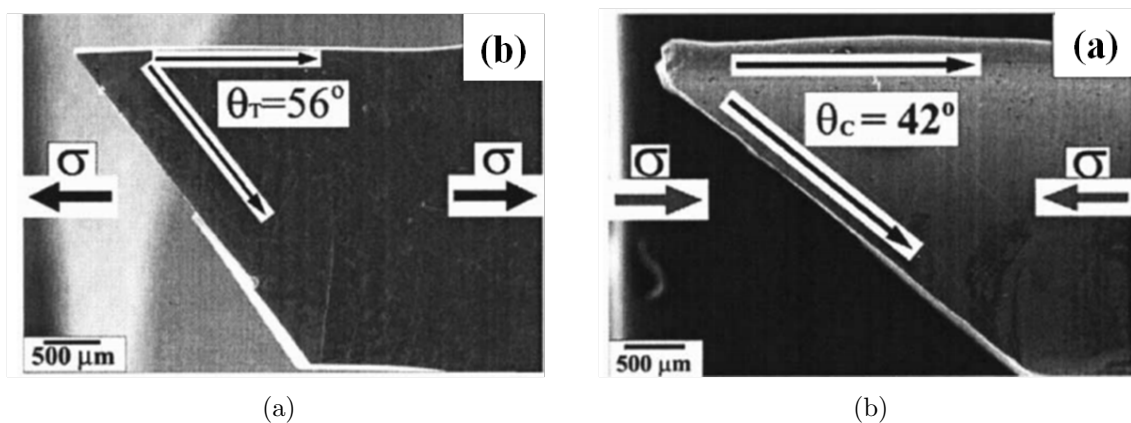


FIG. 1.34 Angle de rupture de verres métalliques testés sous sollicitation uniaxiale : (a) traction et (b) compression (tiré de [Zhang et al., 2003b])

Cette différence dans les angles de rupture en compression et en traction vient corroborer la pertinence du choix d'un critère de plasticité de type Mohr-Coulomb ou Drucker-Prager pour modéliser le comportement des verres métalliques.

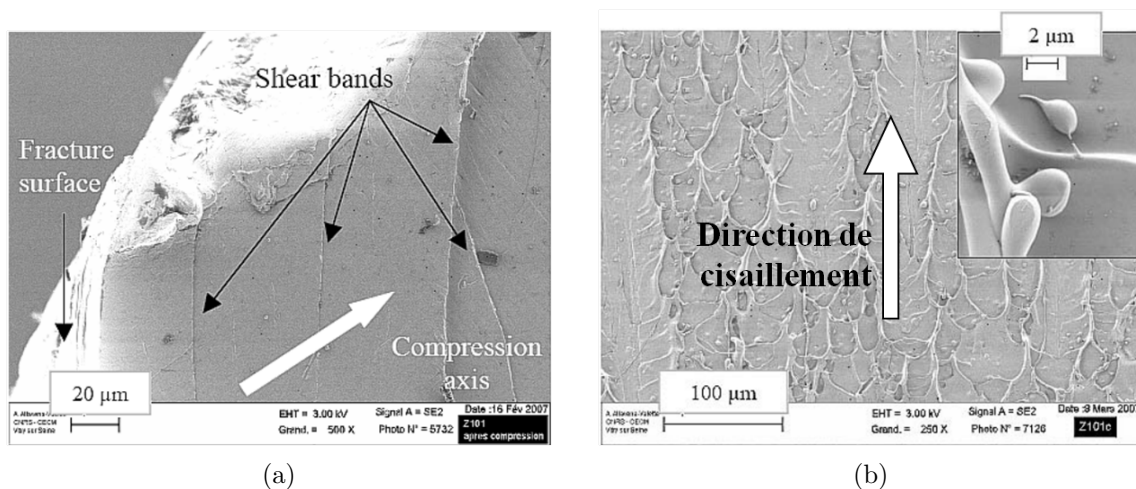


FIG. 1.35 Observation en microscopie électronique à balayage d'un alliage base Zr après rupture en compression : (a) partie latérale de l'échantillon montrant l'émergence de bandes de cisaillement ; (b) faciès de rupture ductile avec présence de veines cisillées et de gouttelettes d'alliage fondu (tiré de [Nowak et al., 2008])



Les faciès de rupture des verres métalliques sont spécifiques et diffèrent selon le type de sollicitation. Ils rendent compte de la déformation suivant des bandes de cisaillement (cf. figure 1.35a). En compression, une structure en veines cisillées est très souvent observée (cf. figure 1.35b). Elle est caractéristique d'un écoulement visqueux et d'une très grande déformation. Il est aussi fréquent de remarquer à la surface des faciès, des gouttes d'alliage signe d'une fusion locale du matériau. Nous reviendrons sur cet aspect thermique dans la section 1.2.4.iii.

En traction, la surface de rupture montre la présence de veines en cupules (cf. figure 1.36a). Ces cupules ont des tailles qui s'étendent sur plusieurs ordres de grandeur (de la centaine de nanomètres à la dizaine de micromètres [Champion and Blétry, 2009]).

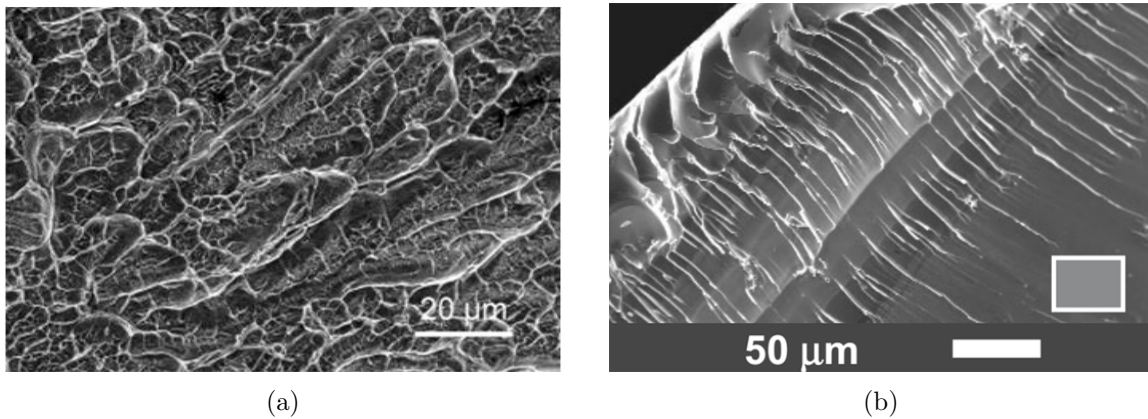


FIG. 1.36 (a) Faciès de rupture ductile en traction pour un verre base Zr : structure de veines en cupules (tiré de [Pasko et al., 2009]) ; Faciès de rupture fragile en compression pour un verre base Mg : la structure en rivière est le signe d'une rupture par clivage (tiré de [Puech et al., 2007])

Ces surfaces de rupture complexes sont le signe d'une certaine ductilité locale. En contraste avec ces constatations, il est possible d'observer, dans des verres base fer ou magnésium, des faciès moins accidentés avec des structures en rivière signe d'une rupture fragile (cf. figure 1.36b).

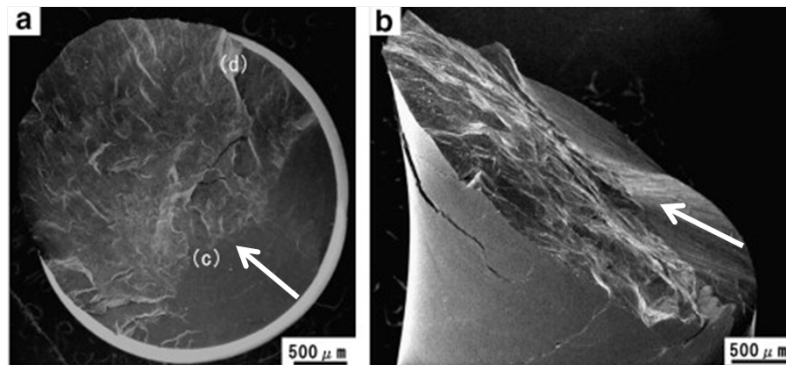


FIG. 1.37 Faciès de rupture d'une éprouvette d'un verre base Zr rompue en traction : on observe une zone lisse, en amont de la région en veines cupulaires. C'est la zone d'initiation de la rupture. Les flèches blanches indiquent le sens de propagation (tiré de [Yokoyama et al., 2008])

Il est à noter que le faciès en veines ne couvre pas toute la surface de rupture. À l'initiation de la rupture, une surface lisse dénuée de veines est visible comme le montre la figure 1.37.

### 1.2.4.ii Mécanismes et modes de rupture

Les différences de faciès de rupture observés dans le paragraphe précédent s'expliquent par des modes de ruptures distincts. En compression, la rupture se fait essentiellement selon le mode II qui est un mode de glissement plan. La contrainte normale vient comprimer le plan de cisaillement maximal ce qui provoque une rupture majoritairement contrôlée par la contrainte de cisaillement (cf. figure 1.38a). Des cupules se forment et sont entraînées du fait du cisaillement. Elles s'allongent plus ou moins en fonction de l'adoucissement local. Sur la surface finale, on peut observer des veines cisillées ((cf. figure 1.35b) qui forment des lignes indiquant la direction du cisaillement. En traction, la rupture est une combinaison de mode I (mode d'ouverture) et de mode II. Sur la figure 1.38b, le schéma explicatif du phénomène est donné : (1) la contrainte normale "tire" sur le plan de cisaillement alors que la contrainte de cisaillement s'applique le long du plan, il en résulte la nucléation de pores ; (2) ces pores sont étirés et ils se propagent jusqu'à la rupture qui survient en (3), on observe alors des veines radiales autour de cupules (cf. figure 1.36a).

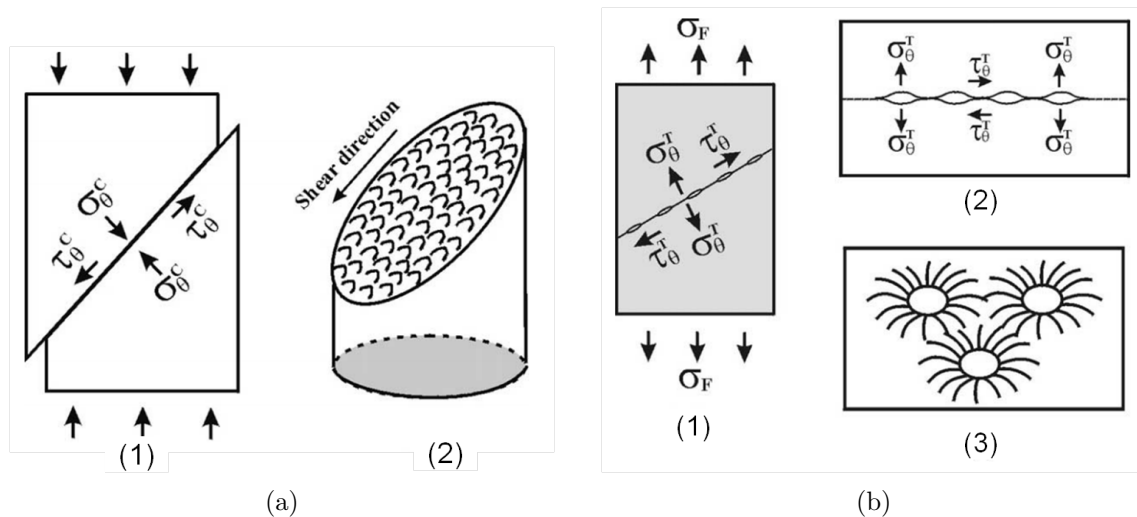


FIG. 1.38 Illustration des mécanismes de rupture (a) en compression et (b) en traction ([Zhang et al., 2003a])

Les différences observées entre les deux ruptures en compression, ductile pour un verre base Zr (figure 1.35b) et fragile pour un verre base Mg (figure 1.36b) peuvent s'expliquer en raisonnant sur l'état structural du verre ([Champion and Blétry, 2009, Puech et al., 2007]). Si le verre est dans un état de désordre important, il a une ténacité et une énergie de rupture élevée. Par exemple pour le Vitreloy 1, la ténacité  $K_c$  est de  $86MPa\sqrt{m}$  et l'énergie de rupture  $G_c$  est de  $72kJ \cdot m^{-2}$ . Dans ce cas un faciès en veines cisillées se forme. Si le verre subit un recuit, alors sa ténacité chute. Pour le Vitreloy 1, une ténacité de  $8MPa\sqrt{m}$  et une énergie de rupture de  $0,4kJ \cdot m^{-2}$  ont été mesurées après un recuit de 12h proche de  $T_g$ . La rupture est alors fragile avec un faciès de type clivage. Ce type de surface est observé pour les verres base Mg et Fe avec  $K_c \sim 2MPa\sqrt{m}$  et  $G_c \sim 0,4kJ \cdot m^{-2}$ . Dans le cas où le paramètre d'ordre adopté est le volume libre, ces différences de comportement peuvent s'expliquer par la variation du volume libre liée à la relaxation structurale. Les commentaires faits ci-avant montrent par ailleurs la faible aptitude

de certaines nuances, base Mg et Fe, à former et/ou retenir ce volume excédentaire.

Lewandowski et al. ont aussi étudié le lien entre l'énergie de rupture  $G_c$  et le rapport de la contrainte de cisaillement sur le module de compressibilité  $\frac{\mu}{B}$  ([Lewandowski and Greer, 2005]). Ils ont ainsi proposé un critère permettant de classer les verres en deux catégories. D'après la figure 1.39, il existe un seuil situé aux alentours de 0,41-0,43 au-dessus duquel l'énergie de rupture chute et la rupture fragile apparaît. Ce critère a pu être établi en fonction du coefficient de Poisson en rapprochant les énergies de rupture à ce coefficient pour les nuances testées. Pour des coefficients de Poisson supérieurs à 0,3, la rupture est ductile. Ce critère reste valable quels que soient la composition ou l'état structural.

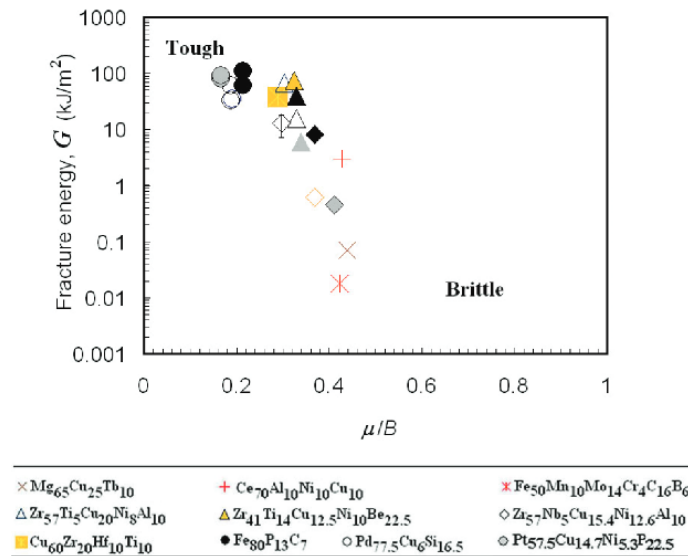


FIG. 1.39 Corrélation entre l'énergie de rupture et le ratio  $\mu/B$  du module de cisaillement sur le module de compressibilité pour différentes nuances de verres métalliques (tiré de [Lewandowski and Greer, 2005]).

### 1.2.4.iii Bandes de cisaillement et aspects thermiques

Nous avons vu dans la section précédente (1.2.3.ii) que dans le mode hétérogène, la déformation se localise dans des bandes de cisaillement. La rupture est donc liée à la formation de ces bandes et à leur évolution.

La forme des faciès en veine et la présence de gouttelettes d'alliages sur les surfaces de rupture sont autant de signes de l'élévation de température dans la bande de cisaillement comme l'ont mesuré Gilbert et al. au moment de la rupture ([Gilbert et al., 1999]). La localisation de la plasticité dans les bandes entraîne une augmentation de la température avant la rupture. Lewandowski et Greer ont montré ce phénomène sur un échantillon de Vitreloy 1 qu'ils ont recouvert d'un film d'étain avant de le déformer ([Lewandowski and Greer, 2006]). Après déformation, ils ont observé de petites gouttes d'étain près des bandes de cisaillement, ce qui montre que localement la température de l'alliage a dépassé la température de fusion de l'étain (505 K) (cf. figure 1.40). Cette méthode ne permet pas de quantifier l'élévation de température du fait de la conductivité du matériau et de la vitesse de propagation de la bande. Néanmoins, des mesures suggèrent que l'élévation de la température dans les bandes est de l'ordre du millier de Kelvin en quelques nanosecondes. L'expérience a montré que la zone de fusion était plus large

que la taille des bandes ce qui montre que les bandes ne seraient pas entièrement adiabatiques.

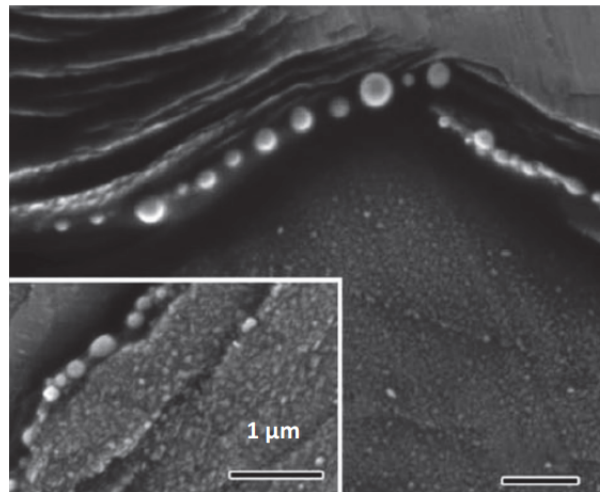


FIG. 1.40 Micrographie après essai de la surface d'un verre base Zr recouvert d'étain (tiré de [Lewandowski and Greer, 2006])

Yang et al. ont mesuré la température dans les bandes au moment de la rupture et ils ont montré que celle-ci était proche de la température de transition vitreuse  $T_g$ , comme on peut le voir sur la figure 1.41 ([Yang et al., 2006a]). Ces valeurs ne semblent cependant pas justifier la formation de gouttelettes d'alliage sur les faciès de rupture en veines cisailées. Elles ne sont pas suffisantes pour expliquer la fusion de l'alliage. Lors d'essais de compression, la valeur de la résilience est élevée, de l'ordre de  $20MJ \cdot m^{-3}$ . Au moment de la rupture au contact de l'air, une oxydation spontanée se produit, notamment sur les arêtes des faciès en veines. La chaleur dégagée par cette réaction est de plusieurs  $KJ \cdot mol^{-1}$ . Les énergies mises en jeu dans cette réaction pourraient être à l'origine de la fusion observée ([Champion and Blétry, 2009]).

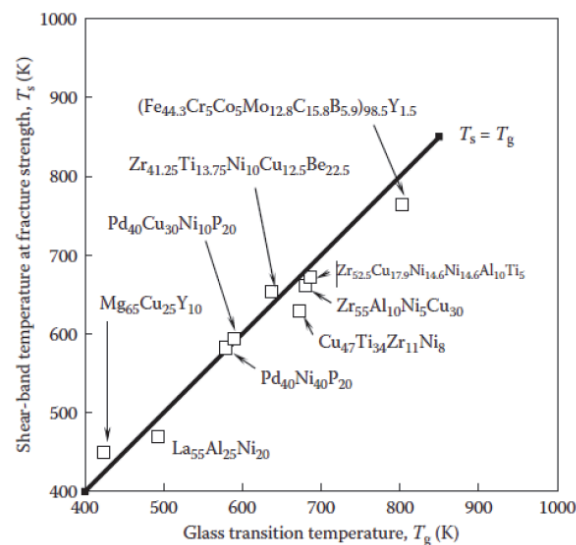


FIG. 1.41 Température mesurée dans les bandes de cisaillement en fonction de la température de transition vitreuse (tiré de [Yang et al., 2006a])

L'augmentation de la chaleur dans les bandes paraît suffisante pour diminuer la viscosité de plusieurs ordres de grandeurs au sein de la bande. La baisse de cette viscosité entrainerait

la formation d'une couche pseudo-fluide avec une viscosité inférieure à celle de la matrice environnante. La forme des faciès en veines cisillées peut alors être attribuée à des instabilités de cette couche fluide. Des modèles d'écoulement perturbés entre deux plans solides permettent d'assimiler la rupture et les faciès qui en découlent à l'écartement rapide de deux surfaces planes entourant une couche de fluide de plus faible densité (ce qui provoque le cisaillement du fluide) ([Spaepen and Turnbull, 1974]).

Afin de retarder la rupture et augmenter la ductilité des verres, il est possible de ralentir la propagation des bandes de cisaillement. En ralentissant la propagation des premières bandes formées, d'autres bandes sont susceptibles de se développer ce qui permet à l'échantillon d'exhiber une certaine ductilité et de retarder la rupture. Certains auteurs ont réussi à augmenter la ductilité des verres en faisant obstacle à la propagation des bandes via l'ajout de particules ductiles ([Hufnagel et al., 2002a]), de porosités ([Wada et al., 2005]) ou encore de bandes de cisaillement pré-existantes ([Park et al., 2005]).

### 1.2.5 Comportement dynamique

Dans les verres métalliques, il y a un effet temps-température. Les effets de la vitesse en dynamique sur le comportement des verres sont semblables à ceux de la température dans le comportement sous sollicitation quasi-statique. Lorsque les vitesses de chargement augmentent, les verres métalliques ont tendance à avoir un comportement essentiellement élastique fragile. Les constats qui seront établis dans la suite se baseront essentiellement sur des résultats expérimentaux de compression dynamique menée à des vitesses de déformation intermédiaires ne dépassant pas  $10^4 s^{-1}$  (barres d'Hopkinson, essais d'impact direct, ...).

#### 1.2.5.i Comportement élasto-plastique

Dans les matériaux cristallins, il est d'usage de voir une sensibilité positive des propriétés mécaniques à la vitesse de sollicitation. La limite élastique par exemple a tendance à augmenter. Ceci peut s'expliquer par la dépendance avec le temps des mécanismes de déformation impliquant des dislocations. Ainsi, Longère et al. ont pu mesurer une différence de limite élastique entre un essai quasi-statique et un essai dynamique qui s'élève à 150 MPa ([Longère and Dragon, 2013]). Pour les verres, un autre constat est fait et dès que la vitesse de déformation commence à devenir supérieure à l'unité, une dépendance à la vitesse ne semble pas être toujours observée. Bruck et al. ont mené des essais de compression sur un dispositif de barres d'Hopkinson sur du Vitreloy 1 et ont suivi l'évolution thermique des différents échantillons. Ils ont remarqué que pour des vitesses de déformation comprises entre  $10^2 s^{-1}$  et  $10^4 s^{-1}$ , la contrainte à rupture est indépendante de la vitesse et aucun échauffement adiabatique n'est décelé avant la rupture ([Bruck et al., 1996]). Subbash et al. ont également mené des essais aux barres d'Hopkinson sur cette même nuance. Ils ont tiré les mêmes conclusions que Bruck et al et ont de plus montré que la contrainte à rupture, comprise entre 1800 et 2200 MPa, ne dépendait pas du facteur de forme de l'échantillon ([Subbhash et al., 2002]). Liu et al. qui ont mené des essais sur des éprouvettes de Vitreloy 1, avec une géométrie différente (éprouvette chapeau), ont également observé que pour cette nuance la contrainte à rupture n'est pas sensible à la vitesse de déformation ([Liu et al., 2005a]). A contrario, Xue et al. ont mené des essais dynamiques sur une autre nuance contenant du Beryllium,  $Zr_{38}Ti_{17}Cu_{10.5}Co_{12}Be_{22.5}$  pour des

vitesse de déformation allant jusqu'à  $10^3 s^{-1}$ . Ils ont conclu que la contrainte et la déformation à rupture diminuaient toutes deux avec la vitesse ([Xue et al., 2008]). Cet effet négatif de la vitesse de déformation sur la valeur de la contrainte à rupture a été observé sur d'autres nuances de verres métalliques pour des essais équivalents, avec des vitesses de déformation allant jusqu'à  $3 \cdot 10^3 s^{-1}$  : des verres base Zr ([Li et al., 2017, Hufnagel et al., 2002b]), un verre base Pd ([Mukai et al., 2002]) et des verres base Zr/Hf ([Gu et al., 2003, Li et al., 2003]). Une sensibilité positive de la contrainte à rupture à la vitesse de déformation a été observée dans un verre base Nd ([Liu et al., 2005b]). Concernant la déformation à rupture, là encore des constats contradictoires se présentent. Si certains auteurs n'observent pas de déformation plastique [Xue et al., 2008, Hufnagel et al., 2002b, Li et al., 2017], d'autres ont pu observer des plateaux plastiques parfaits ([Li et al., 2003]) pour des alliages Zr/Hf sur des échantillons avec un facteur de forme de 1,24. Cette déformation à rupture diminue avec la vitesse de déformation.

Ces observations contradictoires laissent sous-entendre que le comportement dynamique dépend de la nuance étudiée. Les conditions d'essai et de chargement, les géométries d'échantillon peuvent aussi avoir une influence sur les résultats analysés. Il en ressort qu'en dynamique les verres présentent majoritairement un comportement élastique linéaire, suivi d'une rupture soudaine. Certaines nuances permettent de voir apparaître des plateaux plastiques parfaits sur les courbes contrainte/déformation.

### 1.2.5.ii Rupture en dynamique

Les études du comportement en compression de nombreuses nuances testées en quasi-statique et en dynamique ont permis de rassembler de nombreux résultats concernant les limites à rupture en contrainte (cf. figure 1.42).

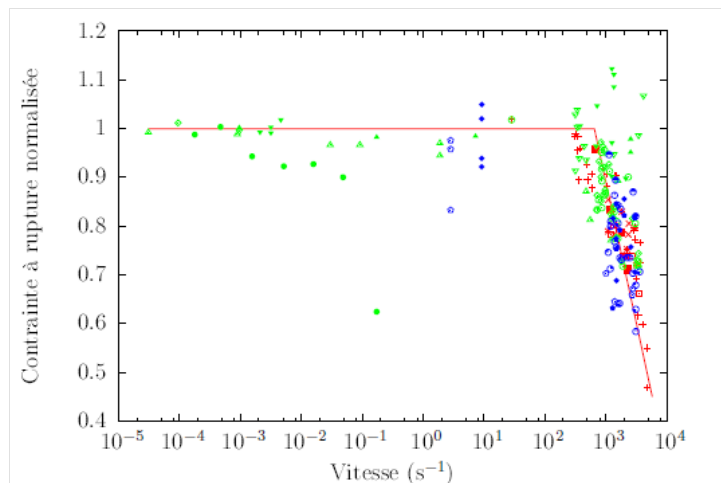


FIG. 1.42 Dépendance de la limite à rupture normalisée par la contrainte à rupture en quasi-statique avec la vitesse de déformation (tiré de [Brest, 2013]). Cette figure a été obtenue à partir des études de [Bruck et al., 1996, Hufnagel et al., 2002b, Gu et al., 2003, Subhash et al., 2002, Mukai et al., 2002]

L'accumulation de données sur la figure 1.42, permet d'observer une tendance pour la contrainte à rupture. Sur un domaine couvrant environ sept ordres de grandeur en vitesse de déformation, le comportement du verre ne dépend pas de la vitesse de déformation. En revanche,

au-delà de  $800\text{ s}^{-1}$ , une chute importante de la contrainte à rupture est observée pour la majorité des nuances testées. Une même tendance a été observée par Couque et al. sur un verre base Zr testé sur un autre type d'essai, la compression par impact direct ([Couque et al., 2009]).

Sur la figure 1.42, l'intersection des droites correspond à la transition d'un comportement plastique parfait à un mode visqueux. La limite de  $800\text{ s}^{-1}$  est théorique. En fait, la vitesse seuil de changement de comportement dépend de chaque nuance considérée. Au delà de cette vitesse limite, un adoucissement du matériau est observé. Il est souvent associé à l'échauffement adiabatique. Dans leur étude, Liu et al. ont atteint des vitesses de déformation supérieures à  $10^4\text{ s}^{-1}$ . Ils ont remarqué qu'après une chute soudaine de la contrainte normalisée entre  $800\text{ s}^{-1}$  et  $10^4\text{ s}^{-1}$ , la tendance ralentit et la contrainte ne change quasiment plus avec la vitesse de déformation pour des vitesses plus élevées ([Liu et al., 2010]).

Les modes de rupture en statique et en dynamique semblent différer. Si en quasi-statique la rupture survient principalement sur un plan unique (cf. figure 1.43a), en dynamique, la rupture est majoritairement multifragmentaire (cf. figure 1.43b). Des fragments de toute taille et faisant différents angles avec l'axe de sollicitation sont récupérés après rupture. Il est cependant possible d'observer en dynamique une rupture selon un plan unique ([Liu et al., 2010, Li et al., 2017, Xue et al., 2008, Mukai et al., 2002]) Dans ce cas, l'angle que font les fragments avec l'axe de sollicitation est en moyenne identique à celui mesuré en quasi-statique : environ  $56^\circ$  en traction et  $42^\circ$  en compression.

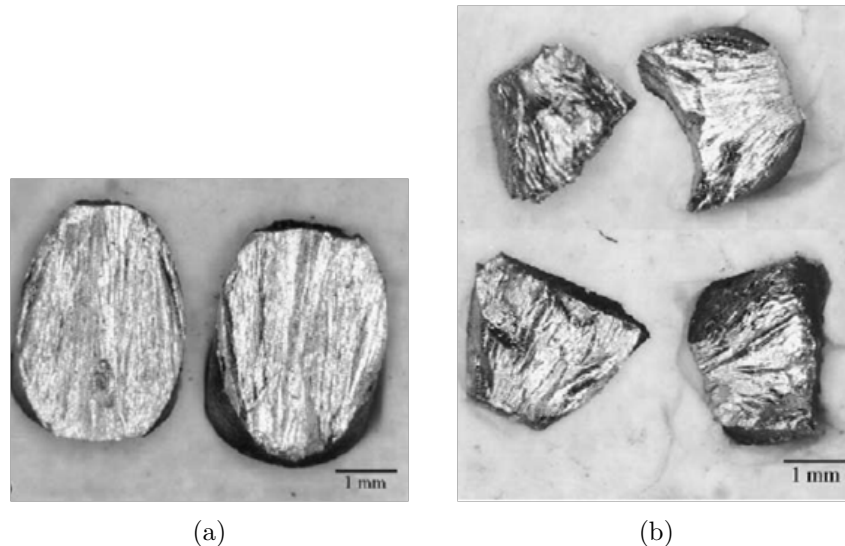


FIG. 1.43 Photographies de fragments d'échantillons après des essais de compression (a) en quasi-statique et (b) en dynamique ([Li et al., 2003])

De façon générale, les faciès de rupture en dynamique sont plus rugueux et irréguliers. Ils comportent trois zones comme on peut le voir sur la figure 1.44. Les essais dynamiques sont généralement menés à température ambiante sur des verres bruts de coulée et donc contenant une forte concentration de volume libre. Sous chargement dynamique, toutes ces zones de fortes concentrations sont des sites potentiels de localisation de la plasticité où des bandes se forment. Les faciès de rupture observés après essais en témoignent. Les surfaces de rupture obtenues,



suite à des essais dynamiques, présentent le même type de structures que ceux obtenus en quasi-statique mais avec des caractéristiques différentes (cf. figure 1.45). Les dimensions des veines ne sont pas aussi régulières qu'en quasi-statique. Les surfaces de rupture présentent également d'autres structures spécifiquement observées en dynamique comme des microfissures, des bandes de cisaillement ou encore des marches. On remarque que les différentes structures observées sont réparties de façon aléatoire sur la surface de rupture (cf. figure 1.45)([Liu et al., 2005a]).

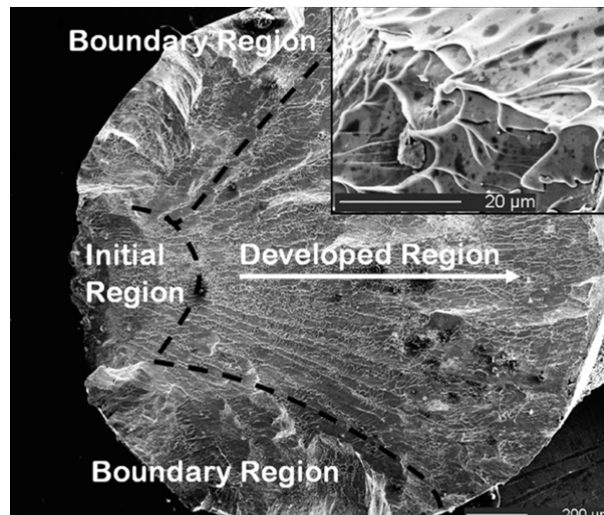


FIG. 1.44 Vue de dessus d'une surface de rupture sur un verre base Zr laissant apparaître trois régions différentes : une zone d'initiation, une zone de propagation et des zones frontières (tiré de [Liu et al., 2010]).

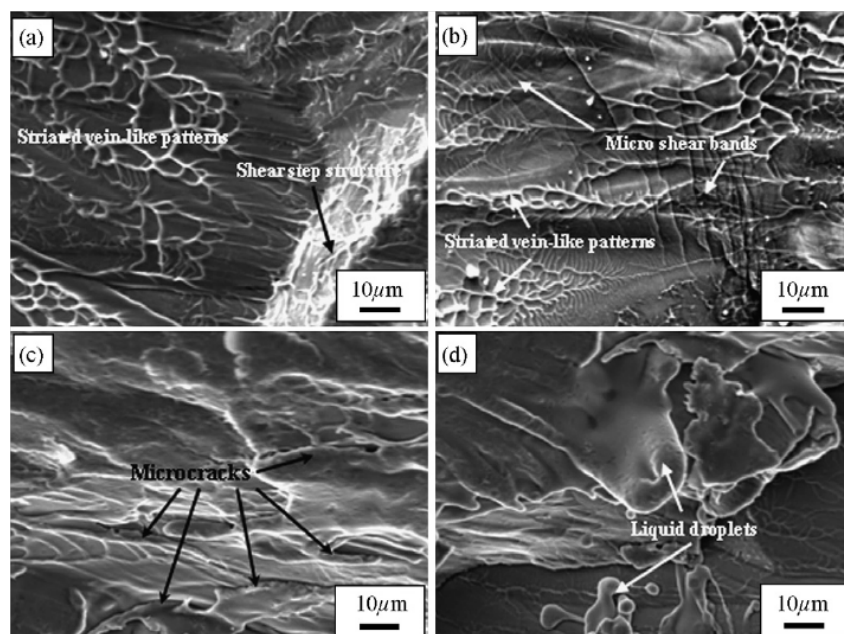


FIG. 1.45 Faciès de rupture types obtenus après essais dynamiques en compression et témoignant de la forte déformation par cisaillement (tiré de [Xue et al., 2008]). On y remarque des structures types : veines cisillées de tailles différentes (a,b), marches dues au cisaillement (a), micro-fissures (c), micro bandes de cisaillement (d).

Les traces de fusion locale de l'alliage sont davantage visibles. Les zones d'alliage fondu



s'étendent au fur et à mesure que la vitesse de déformation augmentent, ce qui témoigne d'une activité thermique de plus en plus importante (cf. figure 1.46). Les gouttelettes d'alliage observées en quasi-statique deviennent des nappes d'alliage qui peuvent recouvrir les surfaces en veines cisillées ([Fan, 2017]).

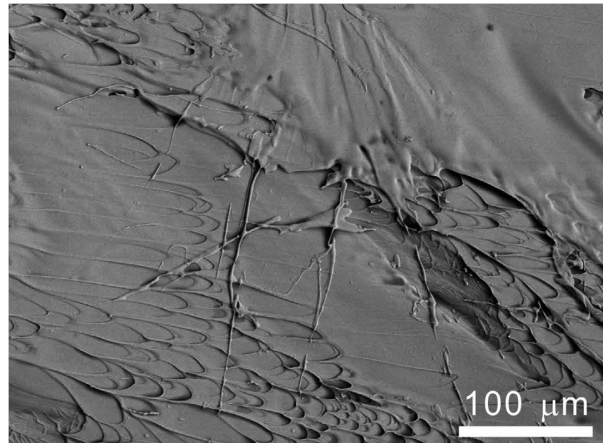


FIG. 1.46 Fine couche d'alliage fondu recouvrant les structures en veines cisillées (tiré de [Fan, 2017]).

Enfin, dans les essais dynamiques de type impact direct ou barres d'Hopkinson, il est assez fréquent que l'échantillon subisse plusieurs chargements. Les zones rechargées sont visibles sur les surfaces de rupture car elles sont aplanies (cf. figure 1.47).

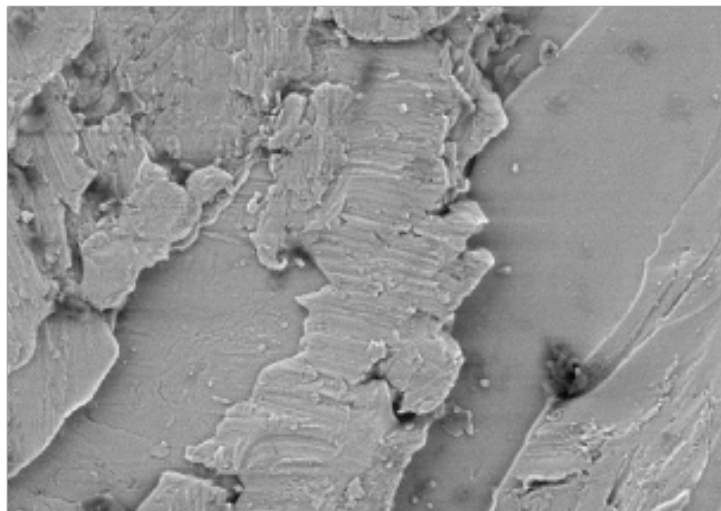


FIG. 1.47 Surface de rupture présentant des zones aplanies typiques dues à un effet de rechargement (tiré de [Couque et al., 2009]).

### 1.2.5.iii Bandes de cisaillement

Les travaux de [Sergueeva et al., 2004] et [Mukai et al., 2002] ont montré qu'à basse vitesse une seule bande se forme alors qu'à haute vitesse une multitude de bandes se forment simultanément. Dans leur étude, Mukai et al. ont étudié les effets d'une augmentation de la vitesse de déformation sur la réponse en compression d'un verre base Pd et notamment sur le comportement des bandes de cisaillement. Ils ont remarqué qu'à vitesse de déformation crois-

sante (et supérieure à  $10^{-1} s^{-1}$ ), l'amplitude des serrations diminue de même que la déformation et la contrainte à rupture. Ces résultats montrent que le phénomène de serration est un phénomène permettant d'accommoder la déformation ou de relaxer la contrainte. L'absence de serrations en dynamique montre donc l'incapacité du matériau à accommoder la déformation ([Mukai et al., 2002]). Le taux de nucléation des bandes n'est pas suffisant pour accommoder les niveaux de déformation imposés et une rupture prématurée survient.

Si l'activité des bandes n'est pas visible sur les courbes de comportement, il semble toutefois pertinent, au vu des faciès de rupture, qu'un certain nombre de bandes se développent. Au fur et à mesure que des niveaux de contrainte croissants sont appliqués à un échantillon, les bandes se forment en son sein. De même qu'en quasi-statique, on peut supposer qu'en dynamique les bandes se forment à des niveaux de contrainte inférieurs à la contrainte à rupture. En quasi-statique, du fait que les niveaux de contrainte augmentent lentement, les bandes ont le temps de se développer jusqu'à maturité. Elles peuvent se croiser et se ramifier. Une bande dominante finit par se former et provoquer la rupture. En dynamique, les niveaux de contrainte augmentent rapidement et les bandes n'ont pas le temps de se développer jusqu'à maturité. Leur développement est inhibé à l'échelle microscopique. Aussi, pour des sollicitations dynamiques, les bandes qui se forment doivent accommoder des niveaux de chargement plus intenses. Cependant, parce qu'elles se développent moins qu'en quasi-statique, les bandes qui se forment accommodent des déformations plus faibles qu'à basse vitesse. Cet effet, couplé à la complexité des chargements dynamiques impliquent qu'un nombre plus important de bandes se développent ([Li et al., 2003, Liu et al., 2010, Champion and Blétry, 2009]). Ces bandes instables, qui se développent spontanément, sont autant de sites potentiels d'initiation de la rupture ce qui explique que les échantillons rompent en plusieurs fragments.

Enfin, des essais de nanoindentation dynamique menés par Zhang et al. ont permis d'étudier le développement des bandes en fonction des évolutions locales de la contrainte normale et de la vitesse de déformation. Il a montré que la contrainte normale joue un rôle majeur dans le comportement des verres car elle diminue le temps de formation des bandes tout en augmentant la température dans les bandes de manière significative. En dynamique, les phénomènes de formation et propagation des bandes sont supposés se produire de façon adiabatique ([Hufnagel et al., 2002b]).

Au vu des différentes constatations faites dans cette partie, il semble que la vitesse de déformation ait une influence sur la formation et la propagation des bandes ainsi que sur la morphologie des faciès de rupture. Ceci est vérifié pour les matériaux présentant un mode visqueux ([Li et al., 2003, Mukai et al., 2002, Liu et al., 2005b]) mais aussi pour les matériaux qui ne présentent pas de sensibilité de la contrainte à rupture macroscopique à la vitesse de déformation ([Liu et al., 2005a, Bruck et al., 1996]).

### 1.2.6 Phénomènes modifiant le comportement mécanique

Les traitements thermiques isothermes sur les verres métalliques entraînent des transformations - relaxation ou cristallisation - qui modifient leurs structures mais aussi leurs propriétés.

### 1.2.6.i Relaxation structurale

La relaxation peut se produire de manière réversible ou irréversible comme nous l'avons vu en section 1.1.3.ii. Les changements structuraux induits par cette transformation vont avoir des conséquences sur le comportement des verres métalliques.

Dans le cas d'une relaxation réversible (recuits cycliques) qui change l'ordre chimique sans changer l'ordre topologique, un changement réversible à la fois de la structure et des propriétés est observé. Si une cinétique ainsi que des conditions de pression et de température identiques sont appliquées, alors le coefficient de frottement interne [Morito and Egami, 1984] de même que le module d'Young [Kursumović et al., 1980] seront les mêmes après retour à température ambiante. A contrario, si le recuit se fait à température plus élevée, au retour à température ambiante le module d'Young sera moins élevé.

Dans le cas d'une relaxation irréversible qui change l'ordre topologique et donc la densité, des changements irréversibles des propriétés élastiques et anélastiques seront observés. Du fait de l'augmentation de la densité qui a été citée en section 1.1.3.ii, le module d'Young augmente lui aussi ([Russew and Sommer, 2003]). La relaxation rend les réarrangements anélastiques internes difficiles et diminue les coefficients de frottements internes ([Fursova and Khonik, 2002b, Pelletier et al., 2000]). Deng et Argon ont montré dans leur étude qu'un recuit entraîne une augmentation de la dureté et une diminution de la déformation élastique à rupture ([Deng and Argon, 1986]). La contrainte à rupture ne semble pas être influencée par la relaxation [Nair and Geetha Priyadarshini, 2016]. Ramamurty et al. ont observé une diminution de la résilience ([Ramamurty et al., 2002]). Cette diminution est probablement due à un changement de mécanisme de rupture comme en atteste l'évolution des structures sur les faciès de rupture. Les veines cisailées disparaissent progressivement au profit de faciès de type clivage. Zhao et al ont montré une diminution du coefficient de Poisson qui, couplée à une augmentation du module d'Young, induit une augmentation du module de cisaillement ([Zhao and Zhao, 2012]). Du point de vue de la rupture, ces auteurs montre que la ténacité n'est pas influencée par les recuits.

De manière générale, la relaxation structurale fragilise le matériau lorsque celui-ci revient à température ambiante. Cependant, il est possible de restaurer la ductilité du matériau par irradiation ([Gerling et al., 1987]) ou déformation à chaud ([Inoue et al., 1993]).

En ce qui concerne le comportement en température, là encore la relaxation structurale a des conséquences. On a vu plus en amont que la courbe contrainte fonction de la déformation d'un verre métallique pouvait passer par un pic de contrainte. Un traitement thermique d'un échantillon avant essai peut entraîner l'apparition d'un pic de contrainte. Avec des temps de recuit plus long, l'overshoot est plus important ([de Hey et al., 1998]).

### 1.2.6.ii Cristallisation

La cristallisation partielle d'un verre métallique modifie fortement ses propriétés mécaniques selon la quantité de cristaux. Les caractéristiques mécaniques à froid du composites cristall/amorphe s'en retrouvent modifiées. En effet, l'augmentation de la fraction cristalline résulte en une augmentation des propriétés mécaniques comme la dureté Vickers [He et al., 1999] et le

module d'Young [Wang et al., 2001]. Une augmentation de ces propriétés de l'ordre de 20 %, par rapport à l'état amorphe, a été mesurée pour la croissance de la phase  $Zr_2CuPd$  dans un système Zr-Al-Cu-Pd ([Basu and Ranganathan, 2003])

L'évolution de la contrainte à rupture avec la fraction cristalline est plus complexe à caractériser. En effet, pour des cristaux de taille nanométrique, la contrainte à rupture augmente avec la fraction volumique de cristaux jusqu'à un maximum atteint pour une fraction de cristaux d'environ 40 % et des tailles de cristaux nanométriques. Pour des fractions plus élevées, la contrainte chute ([Inoue, 2000a, Fan et al., 1999]). Ce changement de comportement serait dû à la percolation des cristaux qui favoriserait une rupture fragile en empêchant la formation et la propagation des bandes de cisaillement. L'évolution des faciès de rupture, avec la fraction de cristaux, montrant une disparition progressive des faciès en veines au profit de faciès de type clivage, tendent à confirmer le changement de mode de rupture comme l'ont montré Xing et al. ([Xing et al., 1998]), et Nagendra et al. ([Nagendra et al., 2000]). Ces derniers ont aussi observé une chute de la résilience du fait de la cristallisation. La remarque faite ci-avant concernant la contrainte à rupture ne s'applique plus dès lors que l'on prend en compte la cinétique de refroidissement de l'alliage ou une taille de cristaux plus importante. En effet, avec des tailles de cristaux plus importantes, de l'ordre du micromètre, alors la contrainte à rupture chute dès l'apparition de la première phase cristalline ([Bian et al., 2000]). De même la cinétique de refroidissement de l'alliage au moment de sa vitrification influe sur la valeur de sa contrainte à rupture ([Inoue, 2000a]). La cristallisation entraîne une diminution des frottements intérieurs ([Pelletier et al., 2000]). Cette diminution du pic de frottement est corrélée à une diminution de la mobilité atomique dans le verre.

Certains auteurs ont cherché à déterminer l'origine des modifications des propriétés mécaniques avec la cristallisation. Il semble pertinent de dire que les cristaux sont plus durs que la matrice amorphe. Ces inclusions plus "dures" et non-déformables introduites dans la matrice tendent à augmenter la dureté du composite final. Greer, suggère que la modification de composition de la matrice, du fait de la cristallisation primaire, influe grandement sur les variations de propriétés ([Greer, 2001]). Enfin, les inclusions cristallines dans la matrice amorphe constituent des obstacles à la propagation des bandes ce qui aurait pour conséquence d'augmenter la contrainte à rupture.

Il semble finalement qu'il y ait une différence entre la réponse d'un matériau cristallisé par recuits et un matériau présentant des cristaux formés pendant l'élaboration. Pour ces derniers, les caractéristiques mécaniques sont globalement dégradées alors que pour les premiers des améliorations peuvent être observées ([Leonhard et al., 1998]). Cette différence est due à la taille des cristaux qui se forment. Ceux-ci sont plus gros lorsqu'ils se forment à l'élaboration.

En ce qui concerne l'influence de la cristallisation sur les propriétés à chaud des verres, les recherches sont assez peu nombreuses. Deux tendances s'opposent. D'une part, certains auteurs concluent que pour des fractions de cristaux inférieures à 25%, il semblerait que les propriétés mécaniques du matériau ne soient pas influencées. Deux études menées par Eckert et al. ([Eckert et al., 2001]) et Reger-Leonhard ([Reger-Leonhard et al., 2000]) sur un verre de nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_{15}Al_{10}$  ont permis de faire ce constat. D'un autre côté, de nombreux auteurs montrent une variation des propriétés à chaud dès l'apparition des premières phases cristallines

([Kim et al., 2003, Waniuk et al., 1998, Tsao and Spaepen, 1985]). Ils mesurent notamment de fortes augmentations de la viscosité.

## 1.3 Modèles de déformation des verres métalliques

### 1.3.1 Introduction sur les modèles physiques

L'interprétation des données issues d'études expérimentales n'a pas encore atteint un état satisfaisant du fait que l'origine de la (visco)plasticité dans les verres demeure l'objet de nombreux débats théoriques. De nombreux modèles visant à reproduire le comportement des verres ont été proposés. Il existe toute une liste de modèles qui mènent à une relation entre la contrainte uniaxiale  $\sigma$  et la vitesse de déformation uniaxiale  $\dot{\epsilon}$  du type :

$$\dot{\epsilon} = A \sinh(b\sigma) \quad (1.3.1)$$

où les formes de  $A$  et  $b$  varient selon les modèles. On peut citer certains exemples comme :

- le modèle des volumes libres, qui permet une modélisation satisfaisante de mesures DSC et de courbes de comportement dans le cas d'essais uniaxiaux dans le mode homogène ([Spaepen, 1977, Spaepen, 2006, de Hey et al., 1998, Blétry et al., 2006, Blétry et al., 2007, Blétry et al., 2014])
- la reformulation de ce modèle faite par Evenson et Bush ([Evenson and Busch, 2011]), en s'appuyant sur le modèle phénoménologique d'Adam et Gibbs ([Adam and Gibbs, 1965]) qui ont donné une explication à l'écart observé dans les verres à la relation de Stokes-Einstein (cf. section 1.1.3.i, [Duine et al., 1993, van den Beukel, 1988, Zhu et al., 2010]).

La forme donnée en équation (1.3.1) a aussi été postulée par Argon dans sa théorie sur les Zones de Transformation en Cisaillement (STZ) [Argon, 1979]. Cette théorie a conduit à deux catégories de modèles basées sur les STZ : des modèles avec des défauts pré-existants ([Falk and Langer, 1998, Langer, 2006]) et ceux sans défauts préexistants (modèle de cisaillement coopératif [Johnson and Samwer, 2005]). Il existe bien d'autres modèles aboutissant à une relation de la forme de celle donnée en équation (1.3.1), dont une liste est donnée dans [Wang et al., 2015].

Le modèle de relaxation structurale directionnelle permet de relier la relaxation structurale à l'évolution de la viscosité ou au comportement en fluage des verres métalliques massifs par l'intermédiaire d'une distribution d'énergie d'activation ([Khonik et al., 1998, Khonik, 2001, Bobrov et al., 2006]).

Granato développe une approche selon laquelle les unités structurales élémentaires des verres sont des défauts interstitiels de même nature que les atomes présents dans la matrice amorphe [Granato, 2011]. Ce modèle rend compte de manière satisfaisante de nombreux aspects du comportement des verres métalliques massifs comme la viscosité non-arrhénienne, le changement de chaleur spécifique avant et après  $T_g$  ou encore la relaxation structurale. Cette théorie a ensuite été développée par Khonik et al. Le modèle qu'ils ont établi permet de décrire l'évolution de la viscosité avec l'état structural du verre, les frottements internes, le module de cisaillement et d'autres phénomènes ([Khonik et al., 2015, Mitrofanov et al., 2016]).

Le modèle des défauts quasi-ponctuels (DQP) a été initialement développé pour décrire la réponse mécanique de polymères ([Gauthier et al., 1997]). Cette théorie a été étendue au comportement des verres métalliques massifs avec succès ([Qiao et al., 2016]). Elle repose sur la notion de mouvements atomiques hiérarchiquement corrélés. Elle est susceptible de modéliser la déformation élastique, anélastique et plastique des verres métalliques. Cependant l'application du modèle DQP dans le cas des verres reste complexe et son application au cas de la déformation plastique des verres métalliques n'a pas encore été faite. En revanche, le modèle DQP a été appliqué aux mesures de frottements internes.

La déficience de liaison atomique est considérée comme un écart par rapport au nombre de coordination de structures atomiques idéales du fait d'un changement d'ordre chimique ou topologique à courte distance. Le modèle de déficience de liaison se base sur cette déviation locale au nombre de coordinations et permet de prendre en compte les variations chimiques et topologiques locales ([Zhu et al., 2008a]). Cette théorie permet une modélisation cohérente de la diffusion dans les verres métalliques massifs ([Zhu et al., 2008b]) ainsi que de la relaxation structurale et des déformations inélastiques ([Zhu et al., 2010]).

Kato et Chen et al. ont développé un modèle basé sur la notion de contrainte fictive. Leur modèle rhéologique de base est un modèle de Maxwell. Afin de caractériser la réponse inélastique des verres métalliques, ils ajoutent un paramètre structurel, la contrainte fictive, qui est analogue à la température fictive et qui décrit la dépendance non-linéaire du temps de relaxation pour modifier un désordre structural induit par la contrainte ([Chen et al., 2000, Kato et al., 2000]). Ce désordre structural serait la cause du comportement non-newtonien. Le modèle de la contrainte fictive reproduit avec succès plusieurs caractéristiques du comportement visco-élastique non linéaire des verres métalliques massifs ([Kim, 2004, Lu et al., 2003]).

Une approche davantage phénoménologique attribue la (visco)plasticité dans les verres métalliques à des régions de type liquide qui ont un comportement visqueux lors de la déformation ou de la transition vitreuse ([Wang et al., 2013]). Leur distribution est déterminée expérimentalement plutôt que par prédiction ([Jiao et al., 2013]). Cette approche a été utilisée pour expliquer les résultats de déformation homogène ([Ge et al., 2016, Chen et al., 2016]), de relaxation structurale ([Zhu et al., 2013]), comportement anélastique ([Wang et al., 2012]) et pour donner un premier aperçu de la transition homogène/hétérogène ([Wang et al., 2014]).

Dans notre étude nous avons choisi d'utiliser le modèle des volumes libres auquel nous apporterons quelques modifications. Dans cette section, nous commençons par présenter le modèle des volumes libres dans sa version originale tel qu'il a été pensé par Spaepen. Nous décrivons ensuite les évolutions qu'il a subi en commençant par la prise en compte de la variation de la quantité de volume libre avec la déformation plastique, qui a permis d'enrichir le modèle en ajoutant une équation d'évolution cinétique de la quantité de volume libre. Nous verrons ensuite les différentes formulations qui ont été développées afin d'appliquer ce modèle à la modélisation d'essais multiaxiaux ainsi que des phénomènes de localisation.

### 1.3.2 Modèle des volumes libres de Spaepen

Le modèle des volumes libres a été développé par Spaepen à la fin des années 1970 ([Spaepen, 1977]). C'est un modèle simple qui est souvent utilisé pour modéliser le comportement viscoplastique des verres métalliques. Il se base sur une modélisation monoatomique de la déformation qui est très proche des modèles de fluage diffusion dans les solides cristallins. La déformation plastique se produit grâce aux déplacements de défauts d'écoulement. À l'échelle microscopique, ces défauts correspondent à des sites de volume libre dont la taille est supérieure à une taille critique. Dans le cadre d'une description mono-atomique, cette taille critique est de l'ordre d'un volume atomique. Les atomes de l'alliage sont alors susceptibles de réaliser des sauts dans ces sites, ce qui crée localement du glissement. Une fois les sauts effectués, les atomes retrouvent leur état d'équilibre ([Champion and Blétry, 2009, Schuh et al., 2007]). D'après la théorie de Spaepen, le mécanisme de déformation élémentaire est donc un saut atomique (cf. figure 1.48).

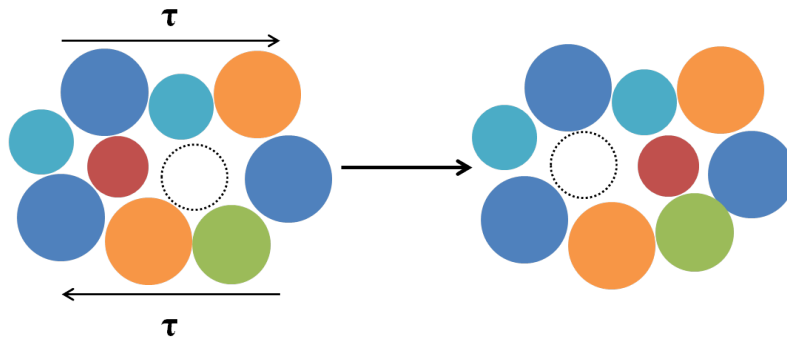


FIG. 1.48 Schéma représentatif (pour un système quinaire) du mécanisme de déformation élémentaire du modèle des volumes libres. Dans le modèle initial développé par Spaepen l'alliage était monoatomique.

L'application d'une contrainte va introduire un biais dans la direction des sauts qui vont se faire majoritairement dans le sens d'application de cette contrainte. La déformation macroscopique est alors le résultat de l'accumulation des déformations microscopiques qui résultent d'une partie des sauts diffusifs dans le sens d'application de la contrainte. Ce type de mécanisme est favorisé dans les zones où la concentration de volume libre est élevée. S'agissant d'un mécanisme de type diffusion, les énergies d'activation mises en jeu sont de l'ordre de  $15 - 25 k_B T_g$  ([Shi et al., 2000]), où  $k_B$  est la constante de Boltzman et  $T_g$  la température de transition vitreuse. S'il n'y a pas de contraintes extérieures appliquées, l'activation des sauts atomiques est due à des fluctuations thermiques. Dans ce cas il y a autant de sauts en avant et en arrière, au-dessus de la barrière énergétique d'activation. Si une contrainte est appliquée, alors il y a davantage de sauts atomiques qui se font dans la direction d'application de la contrainte : c'est le mécanisme élémentaire de l'écoulement ([Spaepen, 1977]).

Étant donné ce qui précède, la vitesse de déformation  $\dot{\gamma}$ , dans la théorie de Spaepen, est le produit de la fraction de sites potentiels  $c_f$  pour un saut (les défauts d'écoulement de taille supérieure à la taille critique) par le nombre de sauts net par seconde  $flux$  dans la direction

d'application de la contrainte :

$$\dot{\gamma} = c_f \times flux \quad (1.3.2)$$

La barrière énergétique que l'atome doit franchir pour diffuser est notée  $\Delta G_m$ . Dans le cas où une contrainte est appliquée, cette barrière énergétique est biaisée par la contrainte de cisaillement. Suivant le sens d'application de la contrainte et donc le sens de déplacement des atomes, la contrainte exerce un travail positif ou négatif. Soit  $\tau$  la contrainte de cisaillement et  $a$  l'aire de l'atome projetée sur le plan de cisaillement, alors  $\tau a$  est la force que la contrainte exerce sur un atome. Si l'atome se déplace d'une longueur  $\lambda$ , alors  $\tau \lambda a$  est la norme du travail qu'exerce la contrainte sur un atome. Dans la description monoatomique,  $\lambda$  est de l'ordre de la valeur du diamètre atomique, donc  $\lambda a$  représente le volume atomique que l'on note  $\Omega$  et le travail de la contrainte vaut alors  $\tau \Omega$ . Après un saut, l'atome sollicité voit son énergie libre diminuée de  $\Delta G = \tau \Omega$ . Les sauts atomiques pouvant s'effectuer dans le sens de la contrainte aussi bien que dans le sens inverse, le nombre de sauts nets par seconde est donc la différence entre le flux dans le sens de la contrainte à travers la barrière d'activation  $\Delta G_m - \frac{\Delta G}{2}$  et le flux de retour à travers la barrière  $\Delta G_m + \frac{\Delta G}{2}$ . Le flux net de sauts atomiques a donc pour expression :

$$flux = \nu \left[ \exp\left(-\frac{\Delta G_m - \frac{\tau \Omega}{2}}{k_B T}\right) - \exp\left(-\frac{\Delta G_m + \frac{\tau \Omega}{2}}{k_B T}\right) \right] \quad (1.3.3)$$

où  $\nu$  est la fréquence de vibration atomique soit la fréquence de Debye,  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température. D'après l'équation (1.3.2), la vitesse de déformation plastique en cisaillement a pour expression :

$$\dot{\gamma}_p = c_f 2\nu \sinh\left(\frac{\tau \Omega}{2k_B T}\right) \exp\left(-\frac{\Delta G_m}{k_B T}\right) \quad (1.3.4)$$

L'expression de  $c_f$ , la concentration en défauts d'écoulement, est basée sur l'approche de Cohen et Turnbull ([Cohen and Turnbull, 1959]) qui rend compte notamment de la diffusion dans les liquides. Dans leur théorie, le volume libre atomique est défini comme la différence entre le volume moyen qu'occupe l'atome  $\bar{v}$  et le volume de l'atome  $v_0$  :  $v_f^{atomique} = \bar{v} - v_0$ . Pour calculer la distribution de volume libre, ils se placent dans le cas d'un système de sphères dures dans lequel le volume libre moyen peut se redistribuer entre les atomes sans que l'énergie du système ne soit modifiée :

$$p(v) = \frac{\alpha}{v_f} \exp\left(-\frac{\alpha v}{v_f}\right) \quad (1.3.5)$$

avec  $v_f$  le volume libre moyen,  $\alpha$  un facteur géométrique qui corrige le chevauchement du volume libre entre deux sites,  $0,5 < \alpha < 1$ .

Nous avons dit plus haut qu'un saut diffusif ne pouvait se faire que si la taille du site vacant était supérieure à une taille limite que l'on note  $v^*$  et qui est du même ordre de grandeur que  $\Omega$ , le volume de matière engagé dans un saut atomique. On en déduit que la concentration en défauts d'écoulement  $c_f$  est égale à la probabilité totale de trouver un trou de taille supérieure



à  $v^*$ , soit :

$$c_f = P(v > v^*) = \int_{v^*}^{\infty} p(v)dv = \exp\left(-\frac{\alpha v^*}{v_f}\right) \quad (1.3.6)$$

Les équations telles que nous les avons présentées ci-dessus sont celles établies par Spaepen en 1977 pour déterminer la loi d'écoulement viscoplastique dans les verres métalliques qui est postulée comme étant valable à la fois en mode homogène et hétérogène.

Une autre approche très utilisée pour modéliser le comportement des verres métalliques est celle d'Argon ([Argon, 1979]), développée seulement deux ans après celle de Spaepen. Son approche est basée sur la même représentation atomique du verre que Spaepen mais il s'inspire des mécanismes de déformation des polymères pour décrire la déformation. Dans son modèle, le mécanisme élémentaire de déformation est le résultat d'un réarrangement spontané d'un paquet d'atomes appelé communément Zone de Transformation par Cisaillement (STZ pour Shear Transformation Zone) ([Argon, 1979]). Sous l'action d'une contrainte de cisaillement, cette STZ subit une distorsion inélastique d'un état de faible énergie vers un autre état identique en passant par un état activé d'énergie et de volume plus élevés. Ce processus est schématisé sur la figure 1.49 dans le cas d'un alliage quinaire. Une STZ est transitoire et n'est pas visible au sein du matériau. Ce n'est pas un défaut structural comme une dislocation dans un cristal. Une STZ ne peut être observée que lorsqu'elle est dans la configuration activée. Le volume d'une STZ a été estimé par des simulations numériques : ces groupes d'atomes seraient constitués de quelques atomes à une centaine [Srolovitz et al., 1983, Lund and Schuh, 2003, Champion and Blétry, 2009]). La structure et la taille des STZ sont fonction de l'état structural local du verre.

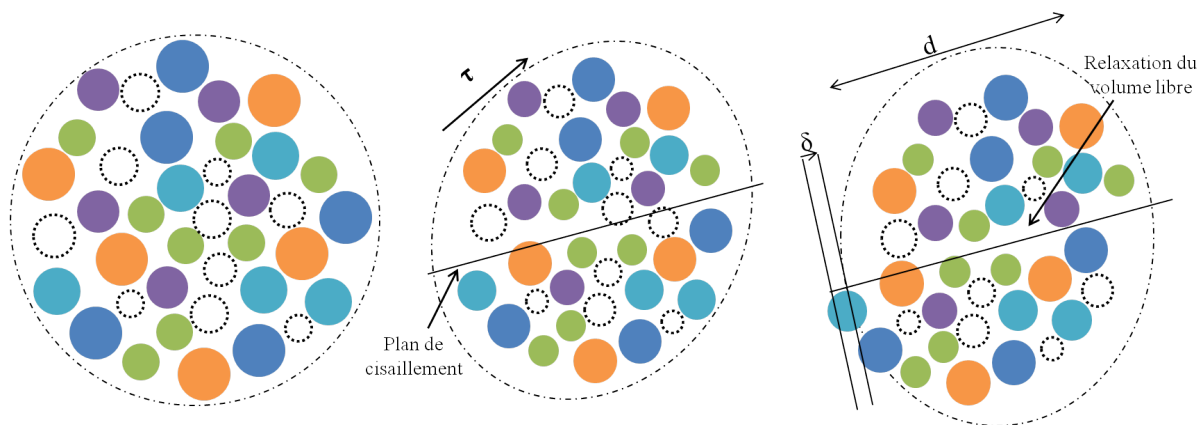


FIG. 1.49 Représentation schématique du mécanisme de déformation élémentaire par STZ pour un alliage quinaire. Dans le modèle d'Argon ([Argon, 1979]), tous les atomes sont identiques.

Le mode de transformation par cisaillement thermiquement activé, sous l'action d'une contrainte, débute dans des régions de l'alliage où la densité est plus faible. Ces zones de plus grande malléabilité sont considérées comme des défauts. Leur cisaillement induit de la déformation anélastique avec une proportion de déformation plastique. A contrainte élevée, les mouvements atomiques sont vus comme des réarrangements du volume libre dans des zones où sa concentration est élevée. Argon aboutit à une expression pour la vitesse de déformation, qui est :

$$\dot{\gamma} = \beta \gamma_0 \nu \exp\left(\frac{\Delta\varepsilon + \gamma_0 \tilde{\tau} \Omega_f}{k_B T}\right) \sinh\left(\frac{\sigma \gamma_0 \Omega_f}{k_B T}\right) \quad (1.3.7)$$

où  $\beta$  représente la fraction volumique de sites où la déformation a lieu (qui est similaire à la concentration de défauts  $c_f$  dans le modèle de Spaepen) et  $\Omega_f$  est le volume engagé dans la déformation plastique.  $\gamma_0$  est la déformation locale en cisaillement d'un site,  $\nu$  est la fréquence de vibration atomique,  $\bar{\tau}$  est la contrainte limite théorique de cisaillement,  $\Delta\varepsilon$  l'énergie de déformation élastique stockée dans la zone cisailée et  $\sigma$  est la contrainte appliquée. Cette équation est très semblable à celle de Spaepen (équation (1.3.4)). Cependant, les régions concernées par les phénomènes plastiques dans le modèle d'Argon sont de volume plus grand que dans le cas du mécanisme de Spaepen.

Les niveaux d'énergie des STZ ont été estimées à environ  $20 - 120 k_B T_g$  ([Schuh et al., 2007]). On remarque que l'énergie du procédé de saut atomique diffusif est dans la plage inférieure des énergies des STZ. Cette différence peut s'expliquer par le fait que les STZ impliquent un réarrangement d'un plus grand nombre d'atomes que le procédé par sauts diffusifs.

Le mécanisme d'Argon est moins précisé que celui de Spaepen : les réarrangements atomique s'effectuent dans des "poches de volume libre". A contrario, la théorie d'Argon permettra de modéliser une plus grande quantité d'essais mécaniques car elle permet la prise en compte de la composante anélastique en plus de la composante plastique.

### 1.3.3 Evolutions du modèle de Spaepen

Depuis la modélisation de Spaepen dans les années 1970, le modèle a connu de nombreuses évolutions. Une des premières améliorations a consisté à prendre en compte les changements microstructuraux du verre liés à la relaxation structurale et à la création de volume libre liée à la déformation plastique.

#### 1.3.3.i Evolutions du taux de volume libre

Dans un verre métallique, la quantité de volume libre peut varier de deux façons : elle peut tendre vers sa valeur dans l'état d'équilibre thermodynamique métastable du fait de la relaxation structurale, ou augmenter du fait de la déformation plastique. Nous présentons ces deux types d'évolution en nous basant sur les notions développées dans la théorie de Spaepen. Nous raisonnons notamment sur la concentration de défauts  $c_f$ .

Un verre soumis à un traitement thermique isotherme voit sa viscosité augmenter linéairement avec le temps. D'après l'équation (1.3.4), la viscosité  $\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$  (cf. équation (1.2.1)), est inversement proportionnelle à  $c_f$ , la concentration en défauts. Une augmentation de la viscosité entraîne donc une diminution de la quantité de défauts selon :

$$\frac{d\eta}{dt} \propto -\frac{1}{c_f^2} \frac{dc_f}{dt} \quad (1.3.8)$$

Étant donné que l'augmentation de la viscosité est linéaire, le taux l'évolution de la quantité de défauts a la forme suivante :

$$\frac{dc_f}{dt} = -k_r c_f^2 \quad (1.3.9)$$

où  $k_r$  est la constante de relaxation structurale qui dépend de la température. Des mesures de viscosité réalisées notamment par Van den Beukel et al. ont montré que la vis-

cosité atteignait une valeur de saturation pour des recuits à des températures proches de  $T_g$ . Par conséquent,  $c_f$  atteint également une valeur de saturation que l'on nomme  $c_{\acute{e}q}$  ([van den Beukel and Sietsma, 1990]). En prenant en compte cette valeur  $c_{\acute{e}q}$  à l'équilibre métastable, la cinétique d'évolution du volume libre s'écrit, d'après Van den Beukel et al. :

$$\frac{dc_f}{dt} = -k_r c_f (c_f - c_{\acute{e}q}) \quad (1.3.10)$$

Les phénomènes transitoires dans le mode homogène, présentés en section 1.2.3.i, sont interprétés par les auteurs comme étant dus à une augmentation de la mobilité du fait de la déformation plastique. Cette augmentation de mobilité est liée à une augmentation de volume libre ([de Hey et al., 1998, Schuh et al., 2007]). Des mesures de densité ont montré que la déformation dans le domaine homogène diminue la densité et augmente donc le volume libre ([Harms et al., 2003]).

Par des mesures calorimétriques, de Hey et al. ont montré que le volume libre créé est proportionnel à la déformation plastique ([de Hey et al., 1998]), i.e. :

$$dx \propto d\varepsilon^p \quad (1.3.11)$$

où  $x$  est le volume libre réduit tel que  $c_f = \exp\left(-\frac{1}{x}\right)$ . Le taux de création du taux de défauts  $P(c_f, T, \dot{\varepsilon}^p)$  a alors pour expression :

$$P(c_f, T, \dot{\varepsilon}^p) = a_x \dot{\varepsilon}^p c_f \ln^2 c_f \quad (1.3.12)$$

où  $a_x$  est le taux de création de défauts. Finalement, l'équation d'évolution du taux de défauts à pour expression :

$$\frac{dc_f}{dt} = a_x \dot{\varepsilon}^p c_f \ln^2 c_f - k_r c_f (c_f - c_{\acute{e}q}) \quad (1.3.13)$$

Le caractère transitoire de la réponse des verres métalliques résulte d'une non compensation entre les procédés de création et de relaxation des défauts d'écoulement. En effet, suivant le mécanisme prépondérant, une augmentation ou une diminution de la quantité de défauts est observée. La déformation plastique mène à une augmentation de la quantité de défauts qui s'accompagne d'un phénomène d'adoucissement du matériau intervenant après le pic de contrainte. La contrainte diminue jusqu'à ce que le processus de relaxation thermodynamique vienne compenser la création de défauts d'écoulement par la déformation plastique. Une fois le régime stationnaire atteint, les deux processus thermodynamiques se compensent. On peut alors déduire un taux de défauts d'équilibre dynamique :

$$c_f^* = c_{\acute{e}q} + \frac{a_x}{k_r} \dot{\varepsilon} \ln^2 c_f^* \quad (1.3.14)$$

Spaepen en 1977 ([Spaepen, 1977]) a aussi tenté de modéliser le mécanisme d'adoucissement dans les verres en se basant sur des résultats d'essais de fluage. Il élabore ainsi une expression purement théorique qui repose cependant sur les mêmes conclusions que de Hey et al. Pour le terme d'annihilation de défauts d'écoulement, il propose d'abord un terme basé sur des sauts diffusifs annihilant chacun une partie du volume libre excédentaire ([Spaepen, 1977]).

En revanche, pour le terme de création de défauts, il propose une expression différente basée sur l'idée que l'adoucissement du matériau implique la création de défauts. La création de défauts requiert la création d'un volume interne. Ce volume interne peut être créé localement par la déformation d'un paquet d'atomes rangés aléatoirement du fait de la dilatation ([Spaepen, 1977, Spaepen, 2006]). Un atome du paquet peut sauter dans un site vacant de taille inférieure à  $v^*$ . En "poussant" les autres atomes autour du site vacant, il crée une certaine quantité de volume excédentaire. Spaepen propose donc un taux de création  $\frac{dv_f}{dt}$  qui a pour expression :

$$\frac{dv_f}{dt} = 2c_f k_f \frac{\alpha v^* k_B T}{v_f S} \left[ \cosh \left( \frac{\sigma \varepsilon_0 v_0}{2k_B T} \right) - 1 \right] \quad (1.3.15)$$

où  $S = 2\mu(1+\nu)/3(1-\nu)$  avec  $\mu$  le module de cisaillement et  $\nu$  le coefficient de Poisson,  $\sigma \varepsilon_0 v_0$  est le travail exercé par la contrainte externe,  $k_f$  est un taux de création qui dépend de la température. Dans le cas de hauts niveaux de contraintes, les fonctions hyperboliques dans les équations (1.3.4) et (1.3.15) sont remplacées par des exponentielles et on retrouve la relation de Hey et al. donnée en équation (1.3.12).

### 1.3.3.ii Evolutions des formulations

Très utilisé pour modéliser le comportement viscoplastique des verres métalliques, le modèle de Spaepen a vu sa formulation modifiée afin de permettre la modélisation d'essais sous conditions multiaxiales ainsi que la prise en compte des effets de température et/ou de diffusion. Dans cette partie, nous ferons une revue des différentes formulations établies à partir du modèle de Spaepen.

Blétry est reparti des deux équations d'évolution établies pour  $c_f$  (équation (1.3.15)) et pour  $\dot{\varepsilon}$  (équation (1.3.4) réexprimée pour une déformation axiale) et a pris en compte la composante élastique de la déformation, en rajoutant le terme  $\dot{\sigma}/E$  dans l'équation de la vitesse de déformation totale du verre. Tout en restant dans le cadre uniaxial, l'ajout de la composante élastique de la déformation lui a permis de rendre compte des phénomènes transitoires de type overshoots au cours de la déformation du verre en température ([Blétry, 2004]).

Dans leur travail, Huang et al. développent un modèle isotherme en petites déformations basé sur la théorie de Spaepen et visant à modéliser le comportement hétérogène des verres sollicités en cisaillement ([Huang et al., 2002]). Ils repartent de l'expression (1.3.4) et de l'équation d'évolution du volume libre développée par Spaepen ([Spaepen, 1977]) où ils ajoutent un terme de diffusion du volume libre  $D \Delta v_f$ . Pour généraliser ces équations à un état multiaxial, ils utilisent la contrainte équivalente de von Mises en cisaillement. De plus, ils décomposent la déformation en trois contributions : une composante élastique, une composante viscoplastique et une composante de dilatation inélastique associée à un excès de volume libre. Huang et al. réalisent une analyse de stabilité du modèle par perturbation. Ils parviennent ainsi à montrer l'existence d'une réponse stable et d'une réponse instable qu'ils assimilent respectivement aux modes homogène et hétérogène.

Dans son travail, Gao a développé une méthode par éléments finis implicite basée sur la théorie des volumes libres afin de modéliser la déformation dans le mode hétérogène et l'apparition des bandes de cisaillement ainsi que leur interaction ([Gao, 2006]). De même que Huang et al., il repart de l'équation (1.3.4), réexprimée pour une déformation axiale, et de l'équa-

tion d'évolution du volume libre développée par Spaepen ([Spaepen, 1977]). Pour généraliser ces équations à un état multiaxial, il utilise la contrainte équivalente de von Mises. Enfin, il introduit la composante élastique de la déformation. Ce modèle permet notamment de modéliser l'important adoucissement qui se produit dès que le volume libre  $v_f$  augmente. Par une perturbation du volume libre dans seulement deux éléments de son éprouvette, il parvient à observer la localisation dans une bande de cisaillement. Cette théorie ne considère cependant que les effets de variation de volume libre pour expliquer la localisation. Li et al. vont améliorer le modèle de Gao en prenant en compte les effets thermiques et la composante hydrostatique dans la contrainte équivalente grâce à un critère de type Drucker-Prager. Pour l'équation d'évolution de la température, ils ne prennent en compte que le terme de conversion du travail dû à la déformation plastique. Le terme de diffusion n'est pas pris en compte ([Li et al., 2014]). Par une perturbation de la quantité de volume libre dans certains éléments de leur éprouvette, ils parviennent à modéliser la localisation de la déformation pour des essais de traction et de compression. Les bandes qui se développent dans les éprouvettes simulées font, avec la direction de sollicitation, un angle de  $55^\circ$  en traction et de  $44^\circ$  en compression ce qui est très proche des valeurs expérimentales.

Les théories qui ont été présentées ci-avant ont été formulées en utilisant la théorie des petites déformations. Toujours en se basant sur la théorie des volumes libres, Anand et Su, Hennan et Anand et Yang et al. ont formulé des modèles en grandes déformations. Anand et Su ont développé un modèle isotherme, pour des matériaux amorphes viscoplastiques, qui prend en compte la sensibilité à la pression dans la réponse du matériau au travers d'un critère de type Mohr-Coulomb ([Anand and Su, 2005]). Le modèle a été implémenté dans un programme aux éléments finis et a été appliqué aux verres métalliques pour étudier leur réponse sous des sollicitations de type traction, compression, flexion et indentation. Le modèle permet de rendre compte des principales caractéristiques des réponses du matériau à ce type de sollicitations. Hennan et Anand ont développé un modèle visant à reproduire le comportement à chaud des verres métalliques ([Hennan and Anand, 2008]). Ce modèle comprend de nombreux paramètres qui n'ont pas toujours un lien avec les changements macro- ou microstructuraux que l'on peut observer dans les verres. De plus, ils modifient l'équation (1.3.4) en insérant une contrainte de cisaillement effective qui introduit un seuil dans la plasticité, ce qui n'est pas représentatif de la réponse des verres qui se déforment viscoplastiquement dans le mode homogène. Yang et al. ont développé un modèle qui prend en compte les cinétiques d'évolution du volume libre, l'écrouissage, l'adoucissement thermique et la dépendance de la viscosité à la vitesse de déformation ([Yang et al., 2006b]). Ils prennent en compte les effets thermiques dans l'expression de l'énergie libre de Helmholtz en considérant la dilatation thermique et l'effet de la dissipation sur la température du solide, ce qui constitue la façon la plus simple de prendre en compte les effets thermiques. Leur modèle a été validé par comparaison à des données expérimentales d'essais de compression et de flexion. Le modèle permet de capturer avec précision les caractéristiques de la réponse du matériau comprenant les variations de viscosité avec la température et la vitesse de déformation, les variations de la concentration en défauts à l'équilibre avec la température et la vitesse de déformation, la dépendance des espacements entre bandes de cisaillement avec l'épaisseur de l'échantillon, l'évolution des courbes contrainte-déformation dans le cas d'essais

de compression uniaxiaux.

Dans les travaux de Yang et al., l'équation d'évolution de la température ne prend pas en compte certains termes comme les termes d'évolution entropique ou la dérivée de l'énergie libre par rapport à la concentration de volume libre. Il ne prend pas non plus en compte la diffusion du volume libre qui peut devenir importante suivant la température ou la durée d'essai. Thamburaja et Ekambaram ont développé un modèle multiaxial en grandes déformations qui est capable de modéliser la réponse des verres métalliques dans le domaine du liquide surfondu ([Thamburaja and Ekambaram, 2007]). Leur approche se base sur une théorie qui utilise les principes de la thermodynamique et le concept de l'équilibre des microforces. Une équation cinétique de la concentration en volume libre est formulée en ajoutant à l'énergie libre de Helmholtz utilisée pour les alliages cristallins un terme d'énergie libre de défauts d'écoulement qui dépend de la concentration en volume libre et de son gradient spatial. Pour la cinétique d'évolution de la quantité de volume libre, ils prennent en compte plusieurs types de contributions : la diffusion du volume libre (qui est négligée dans les simulations), la création de volume libre due à la déformation, la création de volume libre due à la pression hydrostatique, l'annihilation de volume libre du fait de la relaxation structurale. Le taux de déformation viscoplastique se décompose en une partie déviatorique et une partie sphérique. Leur modèle reproduit assez fidèlement les résultats d'essais de compression avec et sans sauts de vitesses à différentes températures dans la zone de liquide surfondu. Il réussit aussi à prédire raisonnablement l'orientation des bandes de cisaillement en compression pour des essais menés dans la zone de liquide surfondu, à une vitesse de déformation plus élevée. Cependant, dans sa formulation, le modèle suppose qu'en l'absence de contrainte appliquée, une déformation plastique peut se produire du fait de la variation de volume libre ce qui n'est pas observé dans les verres métalliques.

## 1.4 Synthèse

Dans ce chapitre bibliographique, nous avons passé en revue différentes caractéristiques physiques et mécaniques des verres métalliques et plus spécifiquement des verres métalliques massifs que nous étudions dans ce travail.

Les verres n'ont pas d'ordre à longue distance. Ce sont des matériaux amorphes qui sont loin de l'état thermodynamique d'équilibre. Élaborés majoritairement par refroidissement rapide depuis l'état liquide, ils connaissent le phénomène de transition vitreuse qui se produit à la température  $T_g$  et qui sépare deux domaines caractéristiques : en dessous de  $T_g$ , le matériau est dans un état vitreux thermodynamique hors équilibre alors qu'au-dessus de  $T_g$ , il est dans un état d'équilibre métastable appelé liquide surfondu. La distinction entre état vitreux ( $T < T_g$ ) et état de liquide surfondu ( $T > T_g$ ) est fondamentale car elle a une influence sur les propriétés de l'amorphe (diffusion, réponse mécanique) et parce qu'elle permet d'expliquer des phénomènes de changements structuraux comme la relaxation structurale qui s'accompagne notamment d'une augmentation de la densité. Pour des maintiens en température à  $T < T_g$ , le matériau pourra revenir à un état d'équilibre thermodynamique. Le volume libre peut être adopté comme paramètre d'ordre afin de caractériser l'état structural du matériau. C'est ce qui est fait par la suite. Ce paramètre est utilisé pour expliquer l'évolution des propriétés physiques et mécaniques du matériau.

L'élaboration des verres métalliques reste encore de nos jours un défi et peut constituer un frein à leur utilisation comme matériaux de structure. Il existe un lien très fort entre vitesse de refroidissement, composition et taille critique de l'échantillon. Par la suite, une nuance base Zr ( $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ ) est élaborée sous forme massive à l'aide de certaines techniques d'élaboration conventionnelles. Sa caractérisation structurale et thermique est ensuite réalisée via diverses techniques de caractérisation. Les résultats mettront en avant la cristallisation partielle de certains échantillons.

La cristallisation des verres est complexe. Elle peut intervenir au moment de l'élaboration du fait de la présence d'oxygène ou du fait de la présence d'un gradient thermique dans l'échantillon. Des cristaux de taille moyenne égale à  $5\mu m$  et contenant de l'oxygène ont été formés dans un verre de nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  lors de l'élaboration par fusion par arc ([Yokoyama, 2015, Leonhard et al., 1998]). La cristallisation peut intervenir à la suite de traitements thermiques qui génèrent de nombreux cristaux de natures différentes et de tailles généralement nanométriques, du fait d'un taux de germination élevé et d'un taux de croissance faible. Dans le cas de la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ , une taille de cristaux comprise entre 5 et 10 nm a été mesurée ([Leonhard et al., 1998]). La mesure de la fraction volumique de cristaux reste une question délicate. Les mesures indirectes, qui sont les moyens de calcul les plus utilisés, sont sources d'erreur. Les mesures par DRX semblent plus pertinentes bien qu'elles ne permettent pas de déceler des taux inférieurs à 1%. Cette technique sera utilisée dans la suite de cette étude.

Pour les verres métalliques, en fonction de la température et de la vitesse, on décèle deux modes de déformation. Pour des températures inférieures à environ  $0,8T_g$  et/ou de grandes vitesses de déformation, le mode de déformation dit hétérogène est caractérisé par une limite élastique, une déformation élastique maximale et une dureté supérieures à celles des alliages cristallins. Pour la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ , ces grandeurs sont égales à environ 1,8 GPa pour la limite élastique en compression, 2-3% pour la déformation élastique maximale et 5 GPa pour la dureté Vickers. Le matériau est macroscopiquement stable avec des signes d'une importante activité plastique localisée dans des bandes de cisaillement et visible sur les faciès de rupture complexes. La cristallisation (pour des cristaux nanométriques) améliorent les propriétés mécaniques comme le module d'Young, la dureté ou la contrainte à rupture tant que la fraction volumique de cristaux est faible. Pour des taux de cristallisation plus élevés, la cristallisation semble fragiliser le matériau et faire chuter la contrainte à rupture. Pour la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ , une transition est observée pour une fraction cristalline de 45%. Pour des cristaux de taille micrométrique, un même module d'Young et une même contrainte à rupture ont été mesurés pour une fraction volumique moyenne de 7% (par rapport à un échantillon totalement amorphe). En revanche, aucune déformation plastique n'a été mesurée.

A des températures plus élevées et/ou de faibles vitesses de déformation, le matériau se déforme de manière homogène. Il devient alors très ductile et les bandes de cisaillement disparaissent : la plasticité s'étend à tout le matériau qui peut subir d'importantes déformations quel que soit le type de sollicitation. Dans ce second mode de déformation, l'étude de la rhéologie du verre en terme de viscosité fait apparaître deux régimes : newtonien pour lequel la viscosité est indépendante de la vitesse de déformation et non-newtonien où la viscosité diminue avec la

vitesse de déformation.

Les études sur le comportement en dynamique des verres métalliques sont peu nombreuses. Les résultats présentés ont notamment montré une dépendance des réponses observées à la composition, à la géométrie d'éprouvette et aux conditions d'essais. Pour la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ , il n'existe à notre connaissance qu'une seule étude menée par Brest qui a réalisé des essais brésiliens sur un dispositif aux barres d'Hopkinson ([Brest, 2013]). Concernant, l'impact d'une cristallisation partielle sur le comportement en dynamique, à notre connaissance aucune étude n'a été réalisée.

Il existe de nombreux modèles permettant de reproduire la réponse (visco)plastique des verres métalliques et d'autres phénomènes comme la relaxation, la diffusion, la variation de viscosité... Concernant la modélisation de la réponse des verres à des sollicitations mécaniques, un modèle a été longuement présenté : il s'agit du modèle des volumes libres de Spaepen. Ce modèle est très utilisé du fait de sa simplicité. Il modélise la déformation plastique comme le résultat d'une succession de sauts atomiques dans des zones de taille suffisante appelées défauts d'écoulement. Ce modèle a connu de nombreuses évolutions qui ont permis de compléter sa formulation. Les plus pertinentes d'entre elles sont l'ajout de la déformation élastique dans la déformation totale et la prise en compte d'une cinétique d'évolution du taux de défauts avec trois contributions : un terme de diffusion, une création de défauts du fait de la déformation, une annihilation/création thermique par relaxation structurale.

L'approche de Spaepen est retenue pour cette étude. A la loi d'écoulement établie par Spaepen, nous ajoutons la composante élastique de la déformation ainsi que l'équation d'évolution du taux de défauts établies par de Hey et al ([de Hey et al., 1998]). L'influence de la prise en compte de la diffusion du volume libre est également étudiée. Une approche numérique est mise en place visant à modéliser le comportement hétérogène des verres métalliques.



# ÉLABORATION ET CARACTÉRISATION DES VERRES MÉTALLIQUES

# 2

## SOMMAIRE

<b>2.1</b>	<b>Élaboration</b> . . . . .	<b>61</b>
2.1.1	Choix de la nuance et de la démarche d'élaboration . . . . .	62
2.1.2	Élaboration des échantillons . . . . .	63
<b>2.2</b>	<b>Techniques de caractérisation</b> . . . . .	<b>68</b>
2.2.1	Techniques de caractérisation globale . . . . .	69
2.2.2	Technique de caractérisation locale . . . . .	76
<b>2.3</b>	<b>Caractérisation des échantillons élaborés</b> . . . . .	<b>79</b>
2.3.1	Dénomination des barreaux caractérisés . . . . .	80
2.3.2	Mesures de densité . . . . .	80
2.3.3	Mesures DRX . . . . .	82
2.3.4	Calcul des fractions cristallines . . . . .	84
2.3.5	Mesures DSC . . . . .	85
2.3.6	Observations au MEB et analyse EDS . . . . .	87
<b>2.4</b>	<b>Synthèse</b> . . . . .	<b>90</b>

Dans le présent chapitre, les moyens d'élaboration et de caractérisation utilisés dans ce travail ainsi que les résultats obtenus suite à la caractérisation des matériaux élaborés sont présentés. La nuance élaborée et la démarche d'élaboration suivie sont tout d'abord introduites. Le procédé d'élaboration et les différentes méthodes de coulées utilisées sont ensuite décrites. Enfin la caractérisation des barreaux de verres métalliques élaborés est abordée en commençant par la description des différentes méthodes de caractérisation puis en décrivant les résultats obtenus.

## 2.1 Élaboration

Le but de cette étude est d'étudier le comportement dynamique des verres métalliques par une approche expérimentale. Pour mener à bien cet objectif, des verres métalliques sous forme massive ont été élaborés. Les échantillons étudiés ont été pour une partie élaborés par nos soins à l'Institut de Chimie et des Matériaux Paris-Est (ICMPE), et pour une autre part par la société Vulkam amorphous metal située à Saint-Martin-D'Hères (38).

### 2.1.1 Choix de la nuance et de la démarche d'élaboration

La première étape de ce projet a consisté à choisir la nuance étudiée. Cette nuance devait pouvoir être élaborée à une vitesse de refroidissement relativement faible et être thermiquement stable. Une famille de verres métalliques remplissant ces critères sont les verres base Zirconium. On a donc sélectionné un système vitrifiable de cette famille. La composition de la nuance choisie est donnée dans le tableau ci-dessous :

Élément	Zr	Cu	Ni	Al
% at.	55	30	5	10
% mas.	67,01	25,46	3,92	3,6

TAB. 2.1 Composition de la nuance étudiée en pourcentage atomique et massique

Les propriétés de la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  ont été très étudiées dans la littérature : cristallisation ([Liu et al., 2002, Yokoyama et al., 2004, Yokoyama, 2015]), relaxation structurale ([Qiao and Pelletier, 2011, Haruyama et al., 2010]), comportement dans le régime newtonien ([Reger-Leonhard et al., 2000]), comportement dans le régime hétérogène ([Brest et al., 2014]) ... Cette nuance a été élaborée jusqu'à des tailles caractéristiques de l'ordre de 16mm en injection casting ou encore 30mm en suction casting ([Inoue and Zhang, 1996]). Elle est thermiquement stable : elle possède un domaine dans le régime de liquide surfondu assez étendu puisque  $\Delta T = T_x - T_g = 90K$ .

Une fois la nuance choisie, une stratégie d'élaboration en trois étapes a été mise en place à l'ICMPE.

**Choix du moyen d'élaboration :** L'ICMPE dispose de trois procédés d'élaboration susceptibles de fabriquer des verres sous formes massives : la coulée par gravité, la coulée par aspiration et la coulée par injection. Chacun de ces procédés est décrit dans la section 2.1.2. Le premier permet d'élaborer des échantillons de plus de 10mm de diamètre, alors que les deux autres sont limités à des échantillons de l'ordre de 5mm de diamètre. La première campagne d'élaboration a donc consisté à élaborer un à deux barreaux sur chacun des trois procédés et à le(s) caractériser grâce aux techniques de caractérisation décrite en section 2.2 afin de vérifier s'ils sont bien amorphes. À l'issue de cette première étape, un procédé d'élaboration a été retenu sur la base des différents résultats de caractérisation : il s'agit de la coulée par injection.

**Etude des paramètres d'élaboration :** La seconde campagne d'élaboration a été menée sur le procédé d'élaboration choisi afin de choisir les paramètres d'élaboration optimaux. Deux paramètres étaient à ajuster : la pression d'injection et la température de coulée. Le premier a été fixé en fonction des données de la littérature et le second a été fixé de manière empirique. Quatre barreaux ont été élaborés en faisant varier ce paramètre. La caractérisation de chacun des barreaux a permis de trouver l'ordre de grandeur de la valeur de la température garantissant le meilleur état structural possible.

**Elaboration des échantillons finaux en vue des tests sous sollicitations dynamiques :**

La dernière campagne d'élaboration a consisté à élaborer les barreaux pour les essais

dynamiques. Quatre barreaux ont été élaborés à l'ICMPE avec le procédé et les paramètres choisis. Sept barreaux ont été élaborés en parallèle par la société Vulkam avec un autre procédé.

### 2.1.2 Élaboration des échantillons

L'élaboration des verres métalliques s'est faite en trois étapes :

1. Découpe et pesée des éléments primaires de l'alliages (section 2.1.2.i)
2. Élaboration de l'alliage mère (section 2.1.2.ii)
3. Coulée des échantillons à partir de l'alliage mère (section 2.1.2.iii)

#### 2.1.2.i Préparation des éléments primaires

Les verres métalliques étudiés dans ce projet ont été élaborés à partir d'éléments métalliques primaires purs à 99,99% : Zirconium, Cuivre, Nickel et Aluminium. Ces métaux primaires sont sous forme de barreaux, lopins, fils... Chacun des éléments métalliques a été découpé et pesé en tenant compte de son pourcentage massique dans l'alliage final. La précision de la balance utilisée est de 0,01 g.

Une fois les éléments pesés, ceux-ci sont placés dans un creuset en cuivre (figure 2.1) afin d'y être mélangés par fusion.

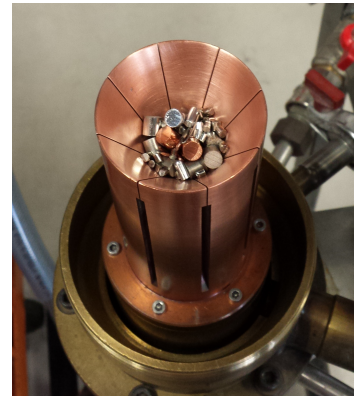


FIG. 2.1 Les éléments primaires positionnés dans le creuset en cuivre

#### 2.1.2.ii Élaboration de l'alliage mère

L'alliage choisi pour cette étude comprend des éléments tels le zirconium ou le nickel qui ont des points de fusion élevés. La préparation d'un pré-alliage par fusion est donc indispensable afin de diminuer la température du liquidus. Cette étape consiste à réaliser le mélange homogène des éléments primaires grâce à plusieurs cycles de fusion par induction en quasi-lévitiation sous gaz noble et dans un creuset en cuivre refroidi. Le brassage électromagnétique des éléments garantit l'homogénéisation de l'alliage. A la fin de chaque cycle de chauffage, il est nécessaire de réduire lentement la température de l'alliage jusqu'à la température ambiante afin de ne pas créer de contraintes internes dans le matériau. Celles-ci pourraient le faire exploser lors de l'étape de chauffe du cycle suivant.

Pour les barreaux élaborés à l'ICMPE, l'élaboration de l'alliage mère se fait dans un creuset tulipe en cuivre à secteurs refroidis par circulation d'eau, en atmosphère d'hélium (cf. figure 2.2.a). Une attention particulière a été accordée au positionnement des éléments primaires dans le creuset. Les éléments dont la température de fusion est la plus basse doivent être placés sur le dessus afin qu'ils ne s'écoulent pas entre les secteurs. Les éléments en cuivre ne doivent pas être mis en contact avec le creuset qui lui aussi est en cuivre. Trois cycles de chauffe par induction

avec retournement <sup>1</sup> haute fréquence de l'alliage ont été réalisés (cf. figures 2.2.b-c). La puissance injectée dans la bobine est comprise entre 15 et 20 kW.

Pour les barreaux élaborés et fournis par la société Vulkam, les cycles de chauffage/refroidissement de l'alliage se font sous atmosphère d'Argon. Ils sont répétés jusqu'à obtention d'une température de solidification constante.

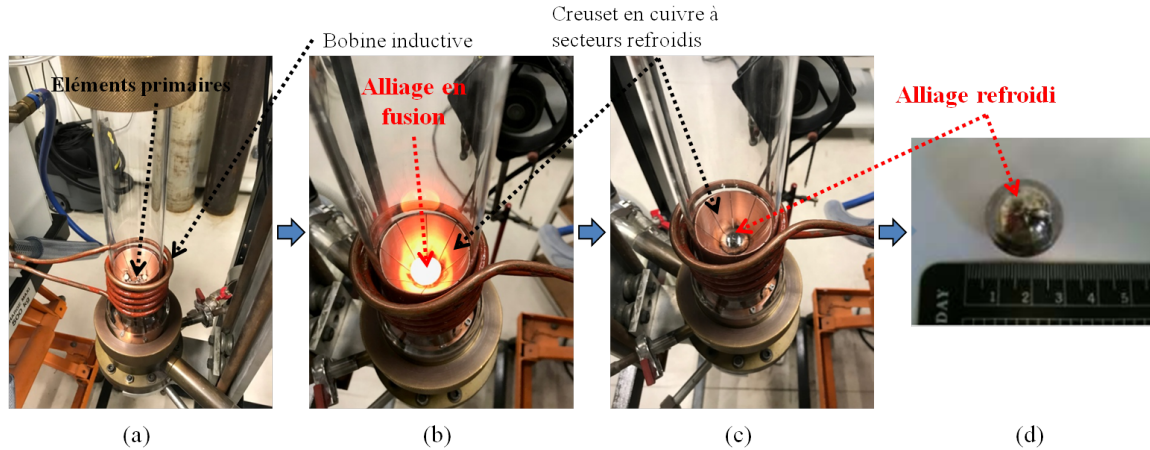


FIG. 2.2 Étapes d'élaboration de l'alliage mère à l'ICMPE : (a) mise en place des éléments primaires dans le creuset, mise sous vide et injection d'Hélium ; (b-c) cycles de chauffe par induction et refroidissement dans un creuset refroidi ; (d) alliage mère obtenu.

Dans la plupart des cas, l'alliage mère obtenu est cristallisé. L'étape suivante consiste donc à refondre l'alliage mère avant de le tremper afin d'obtenir un alliage amorphe.

### 2.1.2.iii Coulée des échantillons

Une fois l'alliage mère ou pré-alliage obtenu, celui-ci est de nouveau chauffé jusqu'à fusion complète afin d'être mis en forme dans un moule, où il est ensuite refroidi très rapidement : c'est l'étape de coulée. Généralement, le refroidissement de l'alliage liquide se fait par échange thermique entre l'alliage et la surface froide de contact du moule ou substrat. Notons  $S$  l'aire de cette surface froide et supposons que sa température soit maintenue constante à  $T_{src}$ . Le substrat joue alors le rôle d'une source de chaleur. Pendant un temps  $\delta t$ , des flux de chaleur sont échangés entre l'alliage et le substrat : l'alliage perd de la chaleur qu'il transmet au substrat. En supposant que la dissipation de la chaleur par le substrat est instantanée et totale, le bilan d'échange calorifique est le suivant [Champion, 2011] :

$$c\rho V \left( -\frac{\partial T}{\partial t} \right) = hS(T - T_{src}) \quad (2.1.1)$$

où  $c$  est la capacité thermique massique de l'alliage,  $\rho$  sa masse volumique,  $V$  son volume,  $T$  sa température et  $h$  le coefficient de transfert thermique en  $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$ .

La vitesse de refroidissement pour de faibles épaisseurs  $e$ , a alors pour expression :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{h(T - T_{src})}{cpe} \quad (2.1.2)$$

1. Le retournement se produit au début de chaque cycle de chauffe quand le courant commence à circuler dans la bobine inductrice. A ce moment là, le champ inductif crée une force sur l'alliage qui se retourne et se met à léviter.

D'après l'équation (2.1.2), plus  $c$  est petit et plus la vitesse de refroidissement est grande. La valeur de  $c$  dépend de la composition du système chimique choisi et est donc relié au GFA. Un autre paramètre pouvant faire varier la vitesse de refroidissement est le coefficient d'échange thermique  $h$ . Plus celui-ci sera grand et plus le refroidissement sera rapide.  $h$  va dépendre de la qualité du contact entre l'alliage et le substrat. Pour que  $h$  soit le plus grand possible, la surface de contact devra :

- être lisse afin d'éviter que des bulles de gaz ne se forment et empêchent un bon transfert de chaleur
- être très peu oxydée afin de ne pas contaminer l'alliage en oxygène
- avoir une capacité thermique élevée pour bien évacuer la chaleur. Le cuivre est un bon candidat et est très souvent utilisé

Les techniques de mise en forme utilisées et décrites ci-dessous sont basées sur ce principe.

### Drop Casting ou Coulée par gravité

Dans le procédé de coulée par gravité, l'alliage fondu coule dans un moule sous son propre poids. Le processus de mise en forme est le suivant (figure 2.3) :

- L'alliage est placé dans un creuset tulipe en cuivre à secteurs refroidis par eau et sous Hélium. Le fond du moule est doté d'un doigt amovible qui coulisse verticalement.
- L'alliage est réchauffé par induction jusqu'à fusion complète puis le chauffage par induction est éteint (figure 2.3a)
- Le fond du moule est tiré verticalement vers le bas afin de faire couler l'échantillon (figure 2.3b)

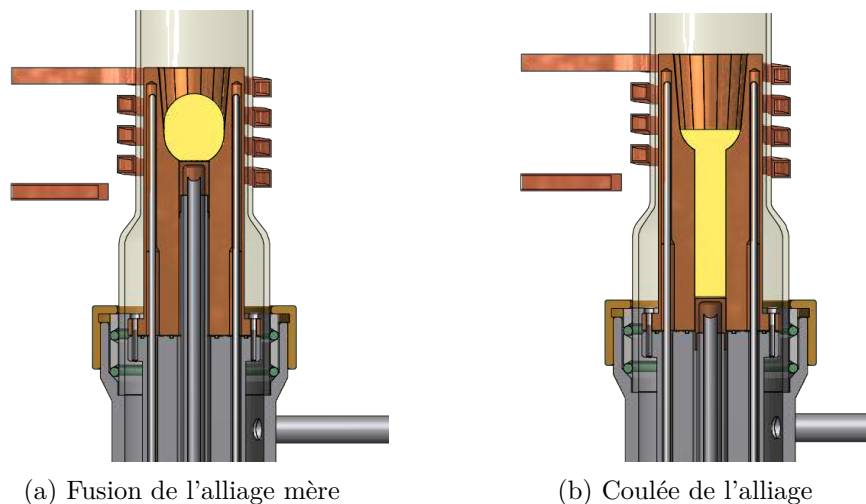


FIG. 2.3 Principe de la coulée par gravité ou Drop Casting : (a) fusion du pré-alliage dans un creuset en cuivre refroidi, (b) coulée de l'alliage dans un moule à fond amovible (images ICMPE)

Ce procédé d'élaboration a été utilisé à l'ICMPE durant la première phase d'élaboration. Il n'a finalement pas été retenu car les barreaux en verres métalliques élaborés étaient cristallisés.

## Injection Casting ou Coulée par injection

Le procédé de coulée par injection est celui qui a été retenu à l'ICMPE pour l'élaboration d'une partie des barreaux étudiés. Lors de la coulée par injection, l'alliage fondu est injecté sous pression positive dans une lingotière cylindrique refroidie. Ce type d'élaboration se fait en deux étapes :

1. Allongement et séparation de l'alliage mère sur une nacelle refroidie (figure 2.4) : l'alliage mère est pré-formé afin de pouvoir être inséré par la suite dans une buse en quartz. Pour cela, le pré-alliage (cf section 2.1.2.ii) est chauffé par induction par un solénoïde qui, en se déplaçant, permet d'étirer l'alliage et de le séparer en deux ou plusieurs morceaux allongés. Cette étape se fait en atmosphère d'hélium, sur une nacelle en cuivre refroidie par eau.
2. Injection de l'alliage allongé en lingotière
  - L'alliage est fondu complètement par induction, en atmosphère d'hélium, dans une buse en quartz. Cette dernière est percée en son bout par un trou de diamètre compris entre 0,9 et 1,1 mm.
  - L'alliage fondu est injecté sous pression positive d'argon dans une lingotière en cuivre cylindrique (figure 2.5d) refroidie par circulation d'eau. Les figures 2.5a et 2.5b, montrent respectivement le schéma de principe de la coulée par injection ainsi qu'une photo du four utilisé. Sur la figure 2.5c est présentée une photo du dispositif à l'intérieur du four avant et pendant fusion de l'alliage. On y aperçoit la bobine inductive, l'alliage dans la buse en quartz et le socle en cuivre dans lequel est déposée la lingotière en cuivre. C'est dans ce socle que circule l'eau servant à refroidir la lingotière. Cette dernière est de géométrie cylindrique et permet d'élaborer des barreaux de diamètre 5,5mm et de longueur 70mm. Un des barreaux obtenus est présenté sur la figure 2.5d.

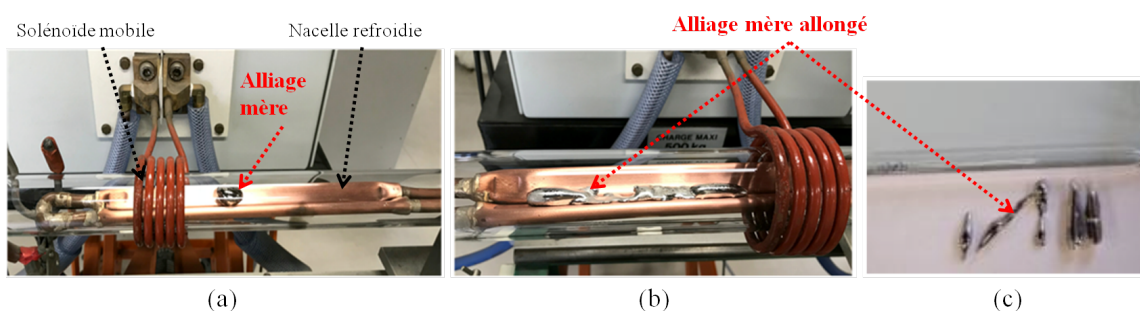


FIG. 2.4 Etirage sur nacelle refroidie : (a) alliage mère placé sur la nacelle sous atmosphère hélium, (b) alliage mère allongé sur la nacelle, (c) morceaux d'alliage étirés obtenus

Les deux paramètres clés de la coulée par injection sont la température de l'alliage et la pression d'injection. Ils sont à l'origine de la qualité structurale des barreaux élaborés.

**Température :** La température de l'alliage doit notamment être supérieure à la température de fusion de la nuance élaborée afin de garantir une fusion totale de l'alliage. Cependant, elle ne doit pas être trop élevée car, à vitesse de refroidissement constante (cf. équation



(2.1.2)), plus l'alliage sera chaud plus le temps de refroidissement sera long. De ce fait l'échantillon sera susceptible de cristalliser au cours de l'élaboration.

**Pression :** La pression d'injection doit être contrôlée afin qu'il n'y ait pas de bulles dans les barreaux finaux. Des pressions de l'ordre de 100 mbars sont conseillées [Blétry, 2004].

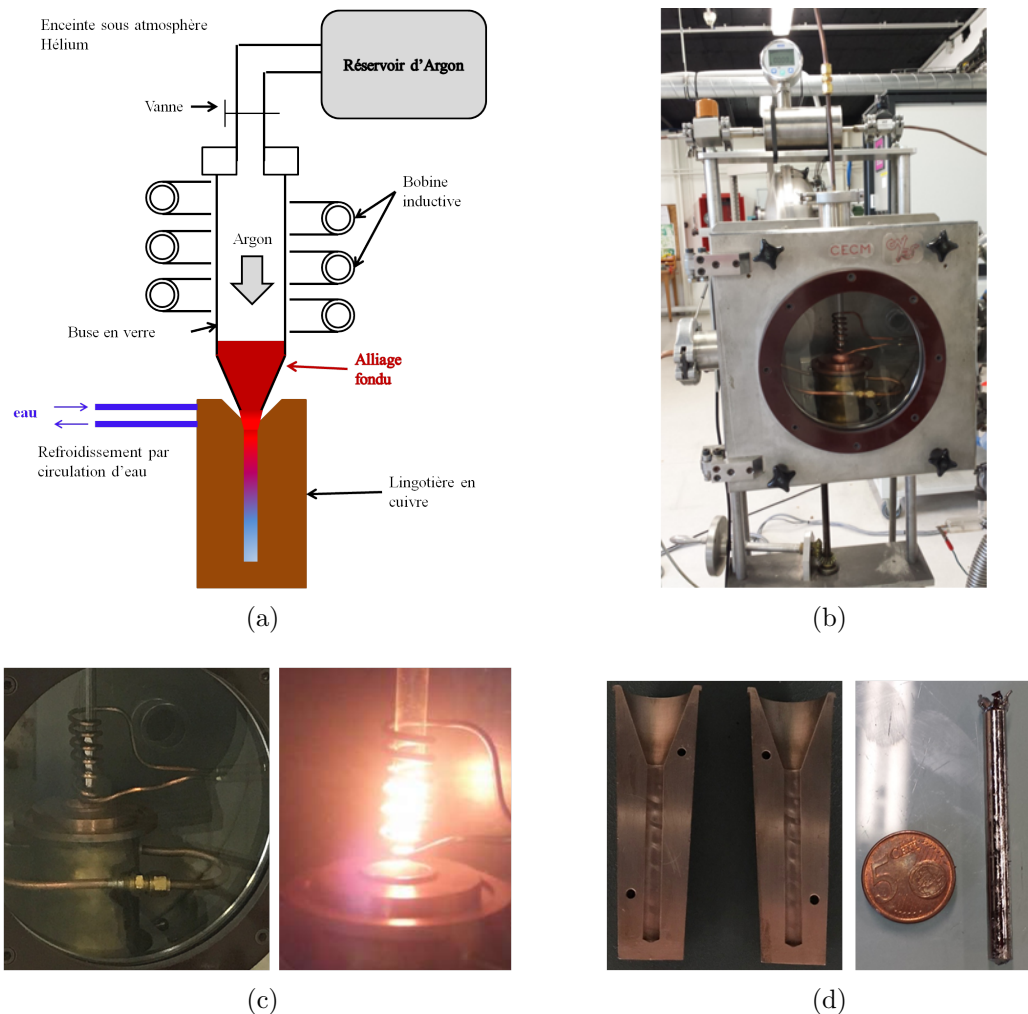


FIG. 2.5 Coulée par injection : (a) schéma de principe de la coulée par injection, (b) photo du four d'injection, (c) photo de l'alliage dans la buse en quartz avant et pendant la fusion, (d) photos de la lingotière et d'un barreau en verre métallique après injection (cylindre de diamètre  $\varnothing = 5,5\text{mm}$ )

Au cours des coulées par injection réalisées à l'ICMPE, les températures ont été mesurées à travers le hublot du four grâce à un pyromètre optique. Elles variaient entre 1300 et 1500 °C. Les pressions injectées étaient quant à elles comprises entre 100 et 115 mbar pour la troisième phase d'élaboration, celle qui a fourni les barreaux pour la campagne d'essais dynamiques. Au cours de la première phase d'élaboration, des pressions de 100 à 200 mbar ont été utilisées.

### Suction Casting ou Coulée par aspiration

Dans le procédé de coulée par aspiration, l'alliage fondu est aspiré dans un moule cylindrique refroidi par eau. Le schéma de principe de ce type de coulée est présenté sur la

figure 2.6. Les différentes étapes de mise en forme sont les suivantes :

- L'alliage et le métal absorbant de gaz sont placés dans une enceinte en atmosphère d'argon ;
- Le métal absorbant de gaz est chauffé par arc jusqu'à fusion totale. Cette étape va permettre de supprimer tous les gaz parasites de l'enceinte et notamment l'oxygène ;
- L'alliage mère est chauffé et homogénéisé par arc, jusqu'à fusion totale ;
- L'alliage mère est moulé par aspiration dans un moule en cuivre refroidi par circulation d'eau.

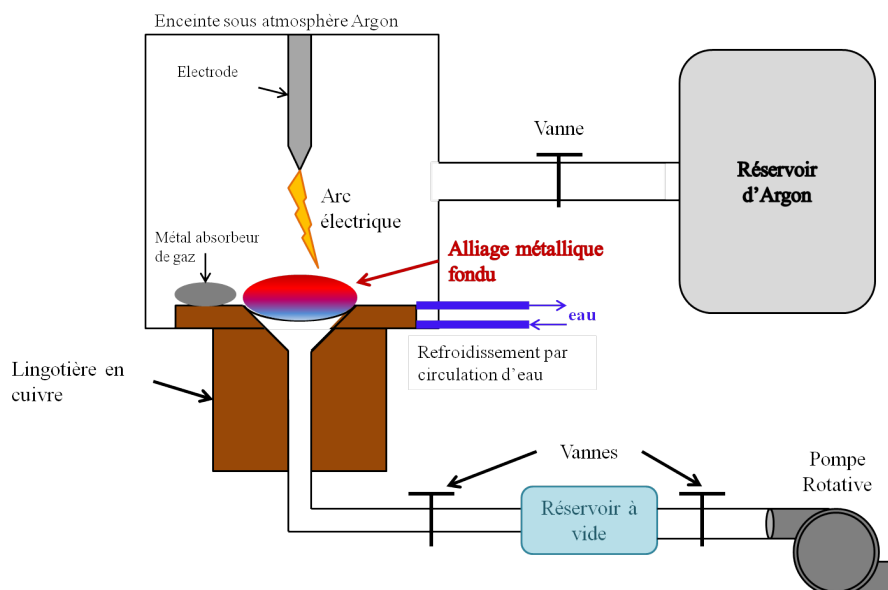


FIG. 2.6 Schéma de principe du procédé de coulée par aspiration

Le procédé de coulée par aspiration a été utilisé à l'ICMPE lors de la première phase d'élaboration mais n'a pas été retenu car le barreau élaboré présentait une cavité quasi débouchante le long de son axe et il était partiellement cristallisé. En revanche la coulée par aspiration est le procédé qui a été utilisé par la société Vulkam qui a fourni l'autre partie des barreaux étudiés dans ce travail. Ces barreaux avaient un diamètre de 5mm et une longueur d'environ 60mm (cf. figure 2.7)

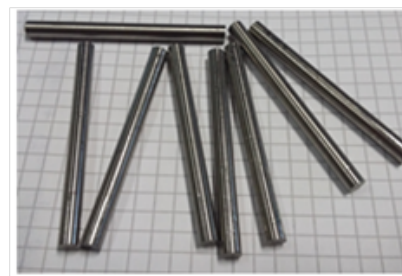


FIG. 2.7 Photo des barreaux élaborés par aspiration et fournis par la société Vulkam amorphous metal

Les barreaux cylindriques élaborés par injection ou aspiration qui ont été testés en dynamique ont été caractérisés structurellement et thermiquement par différentes techniques de mesures.

## 2.2 Techniques de caractérisation

A l'issue de la phase d'élaboration, les barreaux cylindriques obtenus ont été caractérisés. La densité des barreaux a été mesurée par une méthode d'Archimède. Afin de vérifier que les matériaux élaborés étaient amorphes, on a procédé à leur caractérisation structurale et thermique



grâce à des mesures de diffraction des rayons X (DRX) et de calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Des observations au microscope électronique à balayage (MEB) ont aussi été menées.

## 2.2.1 Techniques de caractérisation globale

### 2.2.1.i Mesures de densité

Selon le principe de la poussée d'Archimède, tout corps plongé dans l'eau, entièrement ou partiellement, subit une force strictement verticale et ascendante, appliquée en son centre de gravité. Cette force ou poussée est égale au poids du volume de liquide déplacé. C'est ce principe qui a été utilisé pour mesurer la densité des barreaux élaborés. Le schéma de principe est présenté figure 2.8.

Chaque barreau a été pesé dans l'air puis dans l'eau donnant respectivement les masses  $m_{air}$  et  $m_{eau}$ . La masse volumique  $\rho_{ech}$  et le volume  $V_{ech}$  de l'échantillon ont ensuite été calculés avec les formules suivantes :

$$\rho_{ech} = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} (\rho_{eau} - \rho_{air}) + \rho_{air} \quad (2.2.1a)$$

$$V_{ech} = \alpha \frac{m_{air} - m_{eau}}{\rho_{eau} - \rho_{air}} \quad (2.2.1b)$$

où  $\alpha$  est un facteur de correction de la balance ( $0,99985$ )<sup>2</sup> qui permet la prise en compte de la poussée aérostatique du poids de réglage.  $\rho_{eau}$  et  $\rho_{air}$  sont respectivement les masses volumiques de l'eau et de l'air. Cette dernière est prise égale à  $0,0012 \text{ g/cm}^3$ .

Les mesures de densités ont été réalisées à l'ICMPE sur les barreaux entiers. La balance utilisée est une balance d'analyse Mettler Toledo XP 105 avec une précision de  $0,01\text{mg}$ .

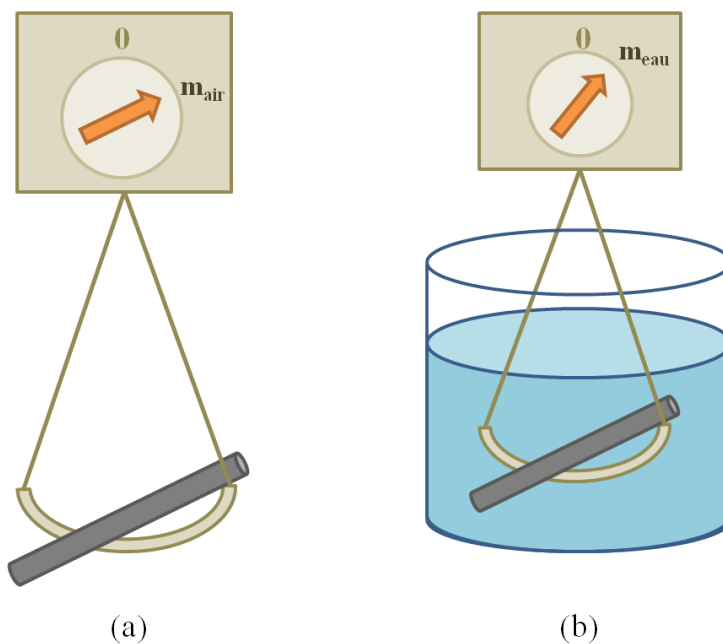


FIG. 2.8 Principe de la mesure de densité des barreaux de verres métalliques. L'échantillon est d'abord pesé dans l'air (a) puis dans l'eau (b).

2. valeur du facteur de correction de la balance utilisée

### 2.2.1.ii Diffraction des rayons X

#### Généralités

Les rayons X appartiennent au spectre électromagnétique haute fréquence. Ils sont caractérisés par une longueur d'onde comprise entre  $10^{-12}$  et  $10^{-8}$  m ce qui correspond à des fréquences<sup>3</sup> comprises entre  $3 \cdot 10^{16}$  et  $3 \cdot 10^{20}$  Hz. Ce type de rayonnement électromagnétique est utilisé dans différentes techniques d'analyse telles que la spectroscopie, la tomographie, la radiographie ou encore la diffractométrie qui est présentée ici.

Les mesures de diffraction aux rayons X renseignent sur la microstructure d'un échantillon. Ce type de rayonnement est particulièrement indiqué pour l'étude de l'état structural de matériaux cristallins où la distance entre les plans d'atomes réticulaires est de l'ordre de l'Angström, i.e. l'ordre de grandeur des longueurs d'onde du rayonnement X. Suivant leur direction, les rayons diffusés par les atomes interfèrent entre eux de manière destructive ou constructive. Les interférences constructives correspondent à une différence de chemin entre deux rayons X qui est égale à un nombre entier de longueurs d'onde. Les directions des rayons qui interfèrent de manière constructive obéissent à la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin(\theta)$$

où  $d$  est la distance entre plans réticulaires,  $\theta$  l'angle d'incidence du faisceau X sur le plan diffractant,  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau et  $n$  l'ordre de diffraction ( $n \in \mathbb{N}$ ). Les interférences constructives se manifestent sur le diffractogramme par la présence des pics de Bragg. Un schéma de principe illustrant la loi de Bragg et ses variables est présenté sur la figure 2.9.

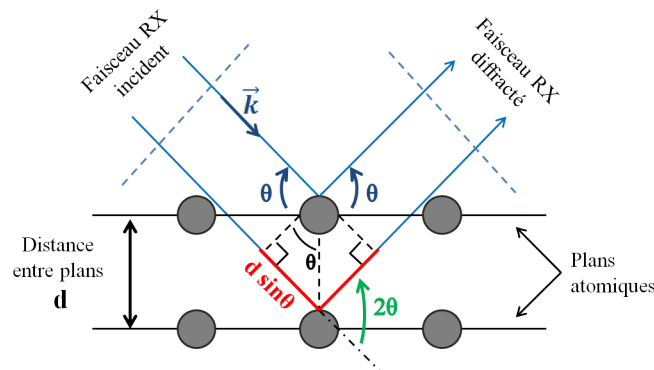


FIG. 2.9 Schéma de principe de la diffraction des rayons X et de la loi de Bragg

#### La diffraction des rayons X appliquée aux verres métalliques

Les mesures de diffraction des rayons X appliquées à des échantillons en verres métalliques renseignent sur leur état structural. Le diffractogramme de l'échantillon étudié est obtenu par un balayage de sa surface suivant l'angle  $\theta$  et la mesure de l'intensité du signal diffracté. Le diffractogramme type d'un matériau amorphe est donné sur la figure 2.10 (courbe noire). Il se

3.  $\lambda = \frac{c}{f}$  où  $c$  est la célérité des ondes dans le vide ( $3 \cdot 10^8$  m/s)

caractérisé par l'absence de pics de Bragg et la présence d'anneaux de diffusion. Si l'échantillon est cristallisé (suite à l'élaboration ou à un traitement thermique), les pics qui apparaissent sur le diffractogramme renseignent sur la nature des phases cristallines présentes (cristallographie et paramètre de maille) et sur leur taille de grains (largeurs des pics) (cf. figure 2.10, courbe rouge).

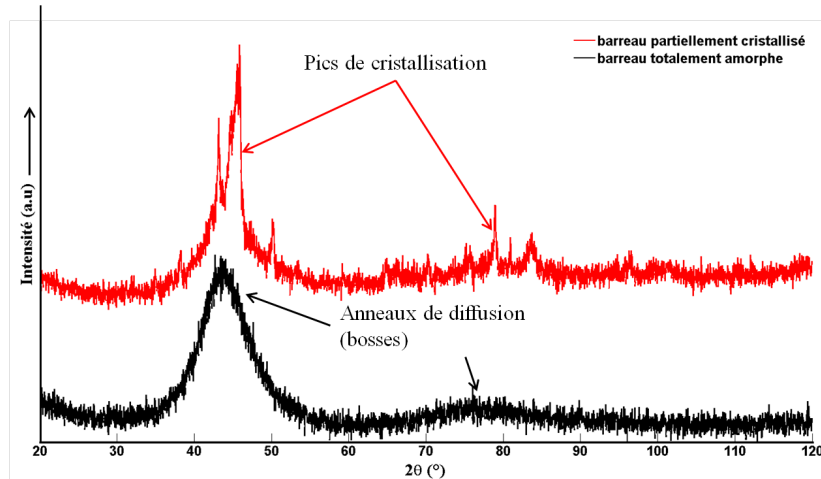
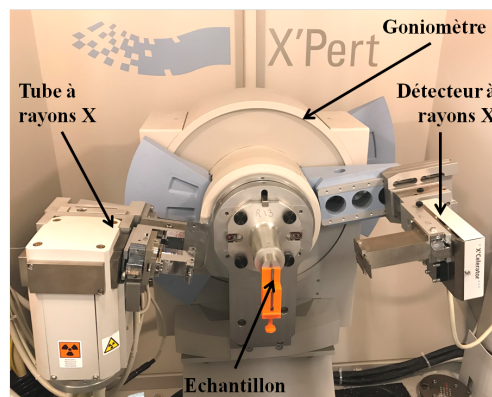
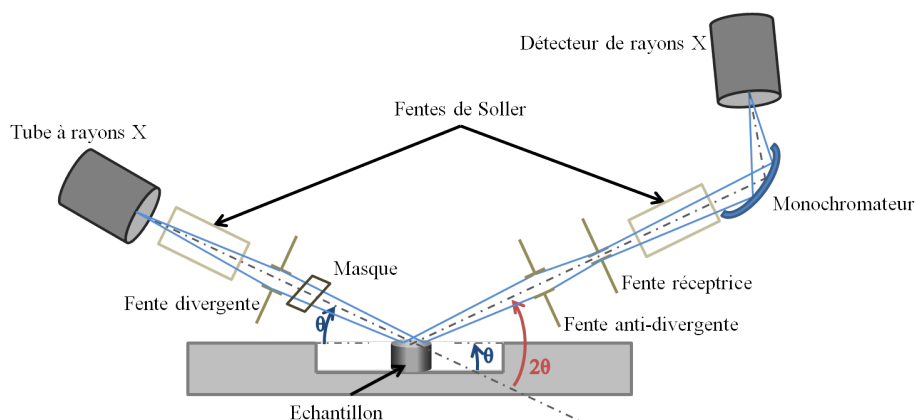


FIG. 2.10 Courbes DRX de deux échantillons de verre métalliques : l'un totalement amorphe (en bas) et l'autre partiellement cristallisé (en haut)



(a)



(b)

FIG. 2.11 (a) Photo du diffractomètre Bragg-Brentano utilisé, (b) Schéma représentatif du diffractomètre utilisé

Les mesures de DRX ont été réalisées à l'ICMPE sur un diffractomètre Bragg-Bentano X'pert PRO MPD PANalytical IN SITU équipé d'un détecteur X'Celerator (cf. figure 2.11a). La configuration de la machine est en  $\theta - \theta$  (cf. figure 2.11b). Le tube à rayons X est en cobalt. Les rayons émis ont une longueur d'onde  $\lambda_{K\alpha} = 1,789 \text{ \AA}$ . La puissance du générateur est fixée à 40kW et son intensité à 30 mA. Les fentes divergente et anti-divergente qui pilotent la longueur éclairée par le faisceau sont respectivement de  $1/4^\circ$  et de  $1/2^\circ$ . Le masque qui pilote la largeur éclairée est de 5mm. Les propriétés de balayage choisies sont  $0,02^\circ$  pour la taille de pas en  $\theta$ , et une vitesse de balayage de  $0,011^\circ/\text{s}$ .

### 2.2.1.iii Calorimétrie différentielle à balayage

#### Généralités

La calorimétrie différentielle à balayage ou Differential Scanning Calorimetry (DSC) est une technique de mesure qui permet de caractériser la thermodynamique des transitions de phases d'un échantillon. Durant ces transformations, l'échantillon peut soit :

- absorber de la chaleur : on parle de transformation endothermique
- produire de la chaleur : on parle alors de transformation exothermique

Cette analyse thermique se fait par comparaison de flux de chaleur ou de température entre l'échantillon qui subit les transformations de phases et une référence inerte. Dans le cas de matériaux amorphes, et notamment des verres métalliques, il est alors possible de déterminer, pour un échantillon donné, les caractéristiques des différentes transitions de phases :

- la température de transition vitreuse (endothermique),  $T_g$
- la ou les température(s) de cristallisation (exothermique),  $T_x$
- la ou les température(s) de fusion,  $T_m$
- les enthalpies de réaction de chacune de ces transformations

Il existe deux types de DSC. Dans le cadre de cette étude, une DSC à flux de chaleur a été utilisée. Son principe de fonctionnement est donné ci-après.

#### La DSC à flux de chaleur

L'échantillon et la référence (dans notre cas un creuset vide) sont placés dans la même enceinte disposant d'une seule source de chaleur. Cette enceinte est représentée sur la figure 2.12.

Pendant la chauffe de l'enceinte, du fait des changements d'enthalpie ou de capacité calorifique de l'échantillon, une différence de température entre le creuset vide et le creuset contenant l'échantillon va être mesurée avant d'être convertie en flux de chaleur. Les courbes tracées sur la figure 2.13 permettent d'expliquer le principe de mesure via la DSC. Lorsque la cellule chauffe, la température du creuset de référence (creuset vide) augmente plus rapidement que la température du creuset avec échantillon. Ceci est dû à la différence de capacité calorifique entre le creuset avec échantillon et le creuset vide. Sur la figure 2.13 la courbe grise (température de

référence) augmente légèrement plus vite que la courbe orange (température de l'échantillon). Lors d'une chauffe à vitesse constante, les deux courbes augmentent parallèlement et de façon linéaire jusqu'à ce qu'une transition de phase de l'échantillon se produise. Du point de vue de l'échantillon, cette transformation se fait à température constante  $T_t$ . La courbe orange présente un plateau durant la durée de la transformation. En revanche, du point de vue du creuset de référence, la température continue à augmenter linéairement. Une fois la transition de phase complète, la température de l'échantillon augmente à nouveau jusqu'au temps  $t_f$ . À partir de cet instant, la température de l'échantillon augmente de nouveau linéairement et parallèlement à la température de référence.

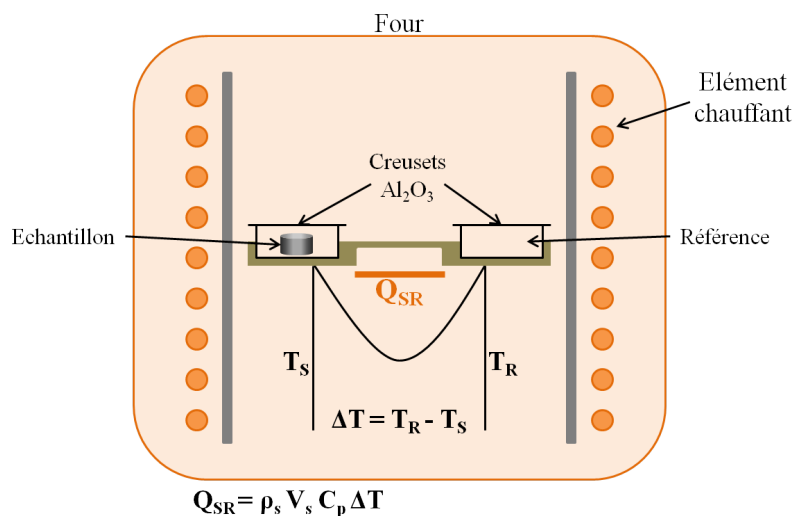


FIG. 2.12 Schéma représentatif de la DSC à flux de chaleur utilisée. Ce dispositif est constitué d'une unique enceinte qui est composée d'un four et d'un capteur intégré. Sur celui-ci sont définies les positions des creusets avec échantillon et de référence. Sur la surface du capteur (sous les positions allouées aux creusets) sont connectés des thermocouples. Ceux-ci mesurent à la fois les températures absolues de l'échantillon  $T_S$  ou de la référence  $T_R$  et la différence de température entre eux  $\Delta T$

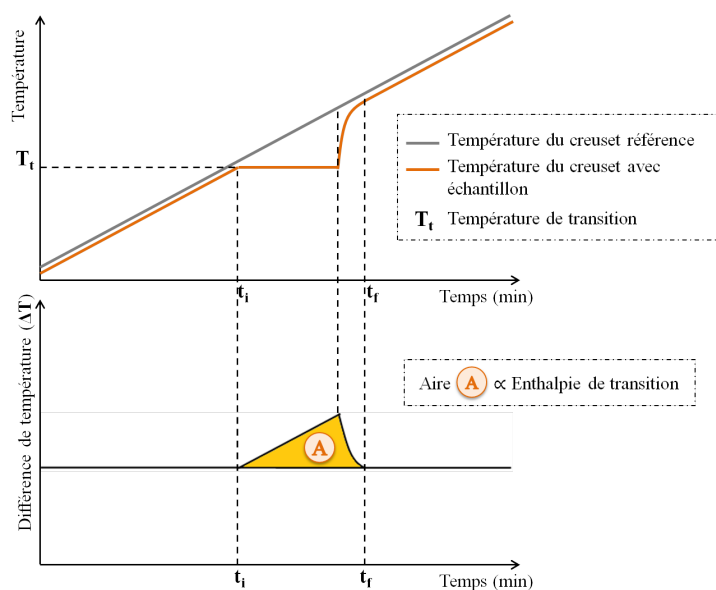


FIG. 2.13 Principe de fonctionnement de la calorimétrie différentielle à balayage (cas particulier d'une transition de phase exothermique)

Sur la partie basse de la figure 2.13 a été tracée la différence de température  $\Delta T$  entre échantillon et référence. Durant la transformation, le calcul de la différence de température engendre un pic (orange sur la figure). L'aire du pic est alors reliée à l'enthalpie spécifique de la transformation.

Les mesures de DSC ont été réalisées sur un appareil Netzsch DSC 404 F1 Pegasus, à une vitesse de chauffe constante de 20 K/min. Le cycle thermique complet est donné sur la figure 2.14. Les échantillons testés sont des rondelles d'environ 100mg découpées dans les barreaux élaborés.

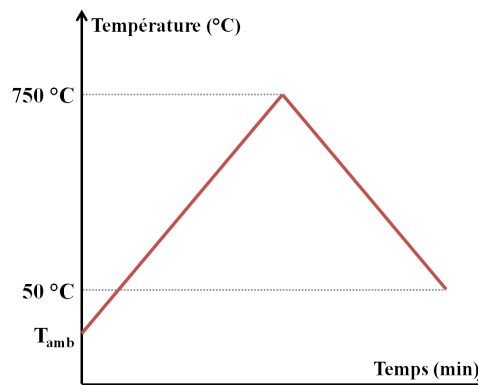


FIG. 2.14 Cycle thermique imposé lors des mesures de DSC. La vitesse de chauffe est de 20K/min.

Du fait de la dérive de la cellule, il est nécessaire, afin de quantifier les essais, de les corriger en considérant une ligne de base. Cette ligne de base est obtenue lors d'un premier balayage selon le même cycle de chauffe que celui des essais (figure 2.14). Durant cette première mesure, le creuset, qui contiendra par la suite l'échantillon, est vide. Cette mesure est ensuite retranchée au second balayage (celui avec échantillon).

#### 2.2.1.iv Mesure de la fraction cristallisée

Des mesures quantitatives de fractions cristallines ont été réalisées sur des échantillons partiellement cristallisés. La méthode de mesure par DRX introduite en section 1.1.3.iii a été utilisée. Cette méthode et son utilisation sont détaillées ci-dessous.

### Théorie de la méthode

Les équations et notations présentées dans cette sous-partie sont tirées de [Gravier, 2007]. On rappelle qu'on suppose la densité constante entre un échantillon partiellement cristallisé et un échantillon totalement amorphe. L'hypothèse est faite d'une répartition aléatoire de cristaux de petites tailles dans la matrice amorphe. Leurs orientations cristallographiques sont par conséquent réparties de la façon aléatoire. Les cristaux sont incohérents avec la matrice et entre eux. Par conséquent, l'intensité totale diffusée par l'échantillon partiellement cristallisé est la somme des intensités diffusées par chacune des phases, cristalline d'une part et amorphe d'autre part. Pour un volume diffractant contenant une partie amorphe et une partie cristallisée, on a donc :

$$I_t = I_a + I_c \quad (2.2.2)$$

avec  $I_t$  l'intensité diffusée totale,  $I_a$  l'intensité diffusée par la partie amorphe,  $I_c$  l'intensité diffusée par la partie cristallisée. Les expressions des deux termes du membre de droite de

l'équation (2.2.2) sont calculées avec [Warren, 1990] (voir dans l'ordre, pages 122 et 44).

Si on considère un matériau amorphe, l'intensité diffusée  $I_a$  dépend du nombre d'atomes  $N_{am}$  constituant la phase amorphe et du carré du facteur de diffusion atomique moyen  $f_a$  selon la relation :

$$I_a = \alpha N_{am} f_a^2 \quad (2.2.3)$$

Comme on l'a supposé plus haut, les cristaux sont de petite taille et incohérents entre eux, par conséquent l'intensité diffusée par la phase cristalline dépendra elle aussi du nombre d'atomes et du carré du facteur de diffusion moyen  $f_c$  selon la relation :

$$I_c = \beta n_c x_c f_c^2 \quad (2.2.4)$$

$x_c$  et  $n_c$  représentent respectivement le nombre de cristallites présents et le nombre d'atomes dans un cristallite. Le nombre d'atome  $N_c$  dans la totalité des cristallites vaut donc :  $N_c = x_c n_c$

Les équations permettant de calculer  $I_a$  et  $I_c$  font apparaître deux coefficients  $\alpha$  et  $\beta$ . Pour un même volume diffractant comprenant  $N_0$  atomes, ces paramètres peuvent être déterminés à partir de l'intensité totale intégrée  $I_0$  pour les conditions limites qui sont 100% amorphe et 100% cristallisé. En prenant en compte l'hypothèse faite sur la densité en début de sous-section, l'intensité totale intégrée  $I_0$  est conservée et on a les expressions suivantes :

$$\alpha = \frac{I_0}{N_0 f_a^2} ; \quad \beta = \frac{I_0}{N_0 f_c^2} \quad (2.2.5)$$

En reprenant les quatre équations précédentes, l'expression de l'intensité totale diffusée est :

$$I_t = I_a + I_c = \frac{I_0}{N_0} (N_{am} + N_c) \quad (2.2.6)$$

Cette équation montre que l'intensité totale diffractée est proportionnelle au nombre total d'atomes qui est égal à la somme des atomes dans la phase cristalline et dans la phase amorphe. Pour accéder à la fraction volumique des phases, il faut introduire le volume atomique moyen. En admettant que les volumes atomiques moyens dans les deux phases sont similaires, on peut conclure d'après l'équation (2.2.6) que l'intensité totale tracée sur les courbes de diffraction est la somme de deux contributions. Ces contributions sont directement proportionnelles à la fraction volumique de chacune des phases concernées.

### Application à notre étude

On suppose que l'on a, d'une part un diagramme de diffraction d'un échantillon de nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  qui soit totalement amorphe et d'autre part, un diagramme (obtenu dans les mêmes conditions) d'un échantillon de la même nuance et partiellement cristallisé. Il est alors possible de soustraire au diagramme de l'échantillon partiellement cristallisé la contribution qui correspond à la phase amorphe. Ce calcul est fait via le logiciel HighScore de Malvern Panalytical. Le diagramme de diffraction de l'échantillon amorphe est dilaté selon l'axe  $\bar{y}$  jusqu'à venir tangenter la courbe de l'échantillon cristallisé (figure 2.15). Les aires sous les courbes sont mesurées,  $A_a$  pour l'échantillon totalement amorphe et  $A_{pc}$  pour l'échantillon cristallisé. A partir de ces valeurs, la fraction cristalline volumique est calculée selon la formule (2.2.7)

$$V_{cristaux} = \frac{A_{pc} - A_a}{A_{pc}} \quad (2.2.7)$$

## 2.2.2 Technique de caractérisation locale

### 2.2.2.i Microscope électronique à balayage - MEB

De manière générale, le microscope électronique à balayage permet d'étudier la morphologie de la surface d'un échantillon : ces informations sont fournies sous forme d'images en tons de gris. Le fonctionnement de ce dispositif, dont un schéma est donné sur la figure 2.16 repose sur l'interaction électrons/matière. Les électrons primaires sont émis par un canon et dirigés par un réseau de lentilles avant d'interagir avec la matière. Le faisceau d'électrons balaye une partie de la surface de l'échantillon définie par une matrice de points. Les signaux provenant de cette interaction sont ensuite détectés et traités. L'intensité du signal en chaque point est traduite en un niveau de gris du pixel de l'image.

Les électrons du faisceau qui irradient la surface pénètrent et diffusent ponctuellement dans un petit volume de matière appelé poire d'interaction (figure 2.17b). Le volume de cette dernière dépend de la tension d'accélération des électrons incidents et du numéro atomique moyen de l'échantillon. Dans ce volume, électrons du faisceau et atomes de la matière interagissent produisant certains phénomènes comme :

- Des pertes d'énergie des électrons incidents
- Des réémissions d'électrons et de photons d'énergies différentes
- La vibration du réseau électronique
- Des courants induits
- Une élévation de température locale

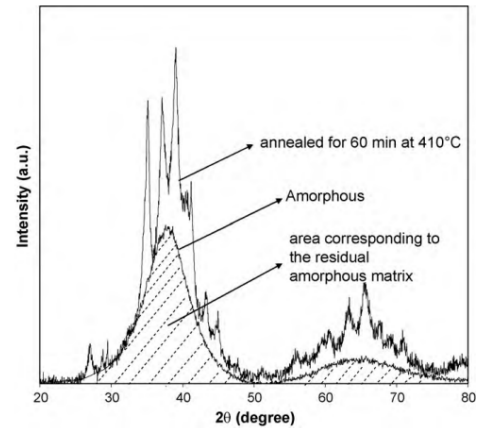


FIG. 2.15 Courbes de diffraction X d'un échantillon recuit à 410 °C pendant 60min et de l'amorphe [Gravier et al., 2010]. En mesurant les aires sous les courbes, il est possible de calculer la fraction cristalline dans l'échantillon recuit.



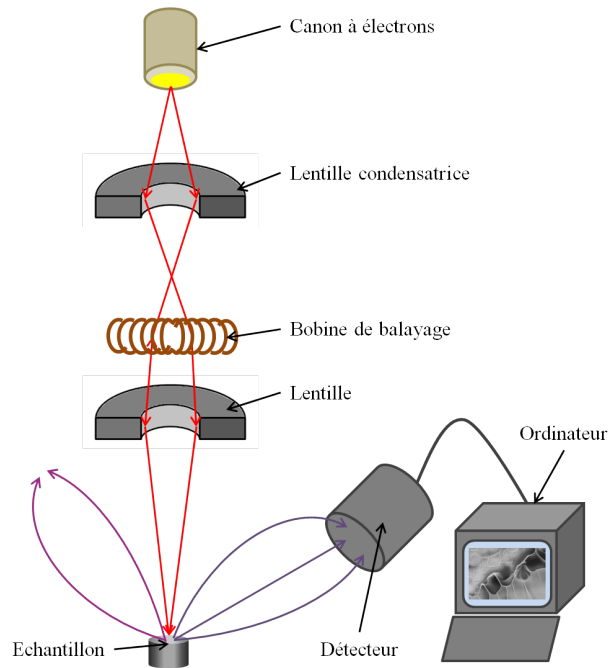


FIG. 2.16 Schéma représentatif d'un microscope électronique à balayage. L'enceinte du microscope est sous vide secondaire.

Sur la figure 2.17a ci-dessous sont représentés tous les rayonnements possibles émis lors de l'interaction entre un faisceau d'électrons accélérés et un échantillon.

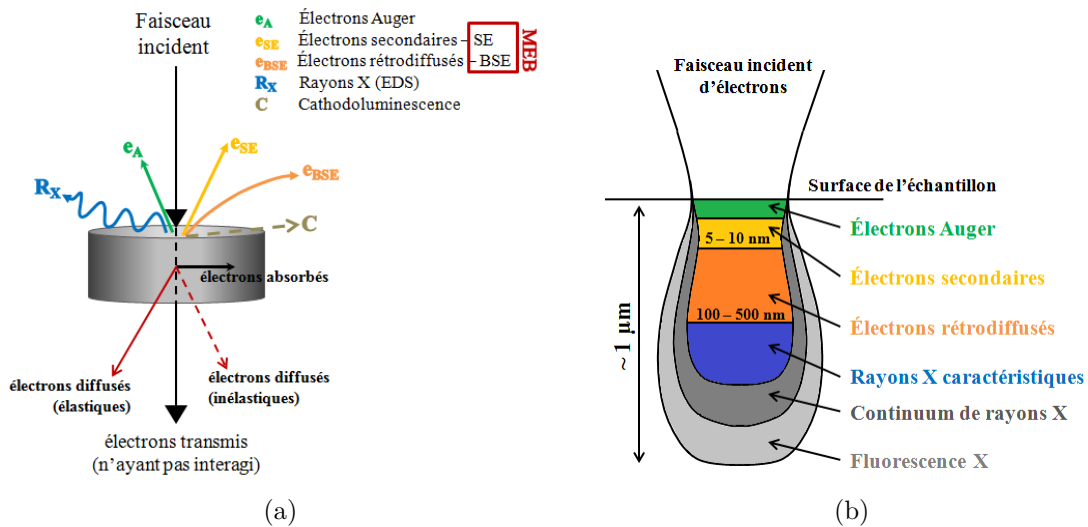


FIG. 2.17 Principe de l'interaction électrons/matière : (a) rayonnements émis, (b) poire d'interaction. Plus l'énergie du faisceau incident est élevée plus la poire d'interaction est grande et plus on détecte de radiations.

Les émissions des rayonnements sont simultanées. Afin d'être détectées, les radiations doivent atteindre la surface de l'échantillon. La profondeur de détection dépend de l'énergie des radiations émises. Les électrons secondaires, issus d'une interaction de type inélastique entre les électrons primaires excités et le nuage électronique (cf. figure 2.18.a), sont de faible énergie (5eV). Ils ont un libre parcours moyen de 5 à 10 nm et sondent donc le matériau en surface. Leur exploitation donne des images, de très haute résolution, de la topographie de l'échantillon.

Les contrastes observés sur ces images sont surtout dus aux variations du relief de la surface (variation du nombre d'électrons détectés).

Les électrons rétrodiffusés sont issus de l'interaction élastique entre les électrons primaires du faisceau incident et les noyaux d'atomes de l'échantillon (cf. figure 2.18.b). Ces électrons sont beaucoup plus énergétiques (20KeV) et ont un libre parcours moyen supérieur à 100 nm. Ils peuvent donc être libérés à une plus grande profondeur dans l'échantillon (cf. figure 2.17b). La résolution de l'image s'en trouve amoindrie par rapport aux images en électrons secondaires. Les électrons rétro-diffusés renseignent à la fois sur la topographie et sur la composition chimique de la zone balayée. Le contraste sur l'image est fonction du numéro atomique de l'électron. Les électrons les plus lourds rétrodiffusent davantage que les plus légers.

Les rayons X, plus éloignés de la surface, sont de plus forte énergie (jusqu'à 30KeV). Ils permettent de caractériser la structure électronique des éléments constituants. Ils sont introduits dans la section suivante (cf. section 2.2.2.ii)

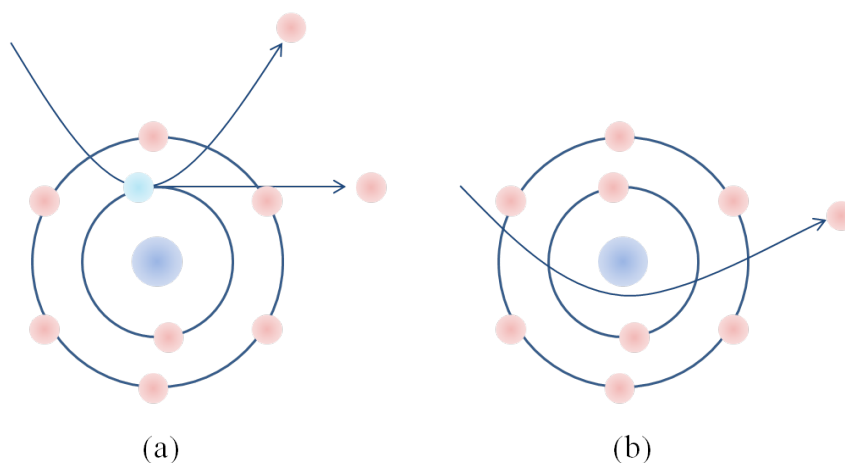


FIG. 2.18 Émissions électroniques (a) secondaire et (b) rétrodiffusée

Généralement, un microscope électronique à balayage comporte trois types de détecteurs. On compte un détecteur de rayons X et deux détecteurs d'électrons : un d'électrons secondaires (SE pour secondary electrons) et un d'électrons rétro-diffusés (BSE pour back-scattered electrons). Les autres radiations sont souvent dissipées sous forme de chaleur.

Les analyses MEB ont été réalisées avant essais afin de caractériser la microstructure des échantillons et après essais afin d'observer les faciès de rupture. Les analyses de caractérisation avant essais ont été réalisées au laboratoire MSSMat à Centrale Supélec sur un MEB Helios-Nanolab-660 à double colonne ionique et électronique. Les échantillons ont été découpés en tranches d'environ 3mm d'épaisseur. Des images en électrons secondaires et rétro-diffusés ont été produites. Les analyses des échantillons après essais ont été réalisées majoritairement au MSSMat sur un microscope Leo Gemini 1530 qui dispose d'un canon à émission de champ (FEG) qui permet d'avoir une meilleure résolution. Ce dispositif fournit un faisceau très ponctuel au niveau de l'échantillon tout en transportant un courant important. L'intensité du courant est constante, de l'ordre de 1 nA. La tension d'accélération du faisceau a été fixée à 20 kV. Lors des observations des faciès de ruptures, seules des images en électrons secondaires ont été produites afin d'analyser au mieux la topographie des surfaces.

### 2.2.2.ii Analyse chimique par rayons X - EDS

L'analyse chimique par rayons X (EDS pour Energy X-Ray Spectrometry) est une technique de caractérisation de la composition chimique élémentaire d'un échantillon. Cette analyse se réalise dans un MEB sur un échantillon exposé à un faisceau incident d'électrons. Quand un électron primaire entre en collision avec un électron d'une couche du nuage électronique, celui-ci est éjecté et l'atome est ionisé. Un autre électron d'une couche externe de plus haute énergie va combler la lacune laissée par l'électron éjecté. Un photon X d'énergie correspondant à l'énergie libérée par cette transition électronique va être émis.

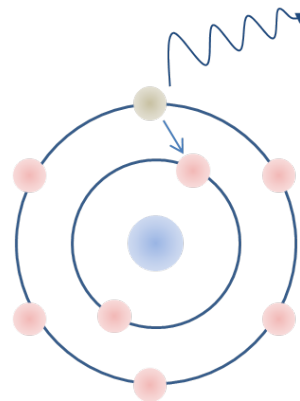


FIG. 2.19 Émission électronique d'un photon X

Sur le même principe que la DRX (section 2.2.1.ii), chacun des photons émis a une énergie et une longueur d'onde qui sont caractéristiques de l'élément chimique qui a été excité. L'analyse EDS classe les photons détectés selon leur énergie<sup>4</sup>. Les rayons X ont un libre parcours moyen qui est supérieur aux électrons secondaires ou rétro-diffusés ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ). Ils proviennent donc d'une profondeur plus importante dans la matière. Les spectres obtenus par cette analyse renseignent d'un point de vue qualitatif sur la présence d'un élément chimique et d'un point de vue quantitatif sur sa concentration dans l'échantillon (hauteur et surface des pics<sup>5</sup>.)

Les analyses EDS ont été réalisées avant essais sur les échantillons partiellement cristallisés afin de caractériser la composition des cristaux formés. D'autres analyses ont aussi été menées sur les échantillons après essais, afin de déterminer les compositions des différentes structures caractéristiques des faciès observés. Toutes les analyses EDS ont été réalisées au laboratoire MSSMat sur le MEB Helios-Nanolab-660.

## 2.3 Caractérisation des échantillons élaborés

Dans cette partie sont présentés les résultats des différentes caractérisations réalisées sur les barreaux de verres métalliques dans lesquels ont ensuite été prélevés les échantillons pour les essais mécaniques. Les résultats de mesures de densité sont d'abord présentés. Les différents diffractogrammes obtenus par diffraction des rayons X (DRX) sont ensuite introduits. Ceux-ci permettent notamment de vérifier que les barreaux élaborés sont bien amorphes et de calculer des fractions volumiques cristallines pour ceux qui sont partiellement cristallisés. Par la suite, les thermogrammes obtenus par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sont présentés. Ils permettent d'évaluer les températures de transition vitreuse  $T_g$  et de cristallisation du matériau  $T_x$ , ainsi que l'enthalpie de cristallisation de chacun des barreaux caractérisés. Finalement, des images obtenues au microscope électronique à balayage, permettant de vérifier l'absence ou la présence de phases cristallines dans les barreaux après élaboration, sont présentées en fin de chapitre.

4. Une autre analyse chimique existe et se fait en fonction de la longueur d'onde (WDS pour Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy). Cette analyse classe les photons détectés en fonction de leurs longueurs d'ondes

5. Ces deux variables dépendent du nombre de photons émis par une espèce élémentaire. Plus la concentration de cette espèce est élevée, plus elle émettra de photons X.

### 2.3.1 Dénomination des barreaux caractérisés

Les échantillons étudiés pendant les campagnes d'essais ont été prélevés dans les barreaux élaborés par injection et par aspiration. Les barreaux élaborés par injection ont un diamètre de 5,5 mm et une hauteur d'environ 70 mm. Ceux élaborés par aspiration ont un diamètre de 5 mm et une longueur d'environ 60 mm. Au total, les échantillons ont été prélevés dans six barreaux, trois issus des coulées par injection et trois issus des coulées par aspiration. Dans la suite de ce travail, les barreaux seront appelés comme indiqué dans le tableau (2.2) ci-dessous :

Barreaux coulés par injection			Barreaux coulés par aspiration		
Cr1	Cr2	Cr3	Am1	Am2	Am3

TAB. 2.2 Dénomination des barreaux caractérisés

Pour les barreaux élaborés par la société Vulkam, les paramètres d'élaboration ne sont pas connus. Seules sont connues la pureté des matériaux qui est supérieure à 99,99% et l'atmosphère dans laquelle s'est faite la coulée (Argon). Pour les verres élaborés par injection, les paramètres de coulée sont rassemblés dans le tableau 2.3 ci-dessous. Les coulées sont faites en atmosphère hélium et de l'argon a été utilisé pour l'injection. Le barreau Cr3 a été élaboré au cours de la première phase d'élaboration alors que les verres Cr2 et Cr1 ont été élaborés lors de la troisième phase, une fois les paramètres d'élaboration les plus pertinents choisis.

	Cr1	Cr2	Cr3
Pression (mbar)	105	115	109
Température (°C)	1322	1337	1470

TAB. 2.3 Paramètres d'injection pour les barreaux élaborés à l'ICMPE

Parmi les six barreaux caractérisés, les barreaux Am1, Am2, Am3, Cr1 et Cr2 vont être caractérisés par tous les procédés présentés précédemment (cf. section 2.2.2). En effet, les échantillons testés en dynamique, dans les différentes campagnes expérimentales présentées dans le chapitre 4, sont extraits de ces barreaux. Il est donc important de connaître au mieux leur état structural afin de pouvoir déterminer les effets qu'il peut avoir sur la réponse mécanique des échantillons. A contrario, le barreau Cr3 n'a pas été caractérisé par tous les procédés de caractérisation. En effet, celui-ci a dans un premier temps été élaboré afin de choisir le type de coulée lors de la première phase d'élaboration. Pour ce faire, seules la mesure de masse volumique réalisée sur le barreau complet ainsi que la caractérisation par DRX et les observations au MEB réalisées sur deux échantillons prélevés en haut et en bas du barreau ont été nécessaires. Le barreau Cr3 à également fourni, par la suite, des échantillons pour la mise en place de la campagne expérimentale : mesure cohérente des efforts, optimisation du banc d'essai...

### 2.3.2 Mesures de densité

Les mesures de densité via la méthode de la poussée d'Archimède (cf. section 2.2.1.i) permettent de mesurer la masse volumique des barreaux élaborés. Les mesures sont réalisées

sur les barreaux entiers. Les valeurs mesurées seront ensuite utilisées dans la campagne d'essais dynamiques afin de calculer la célérité des ondes dans le matériau.

Pour chacun des barreaux, quatre mesures ont été réalisées afin de réduire au maximum les erreurs de mesures. La moyenne des pesées est donnée dans le tableau 2.4 pour chacun des barreaux caractérisés. Ces valeurs sont retenues pour la suite.

Barreau	Cr1	Cr2	Cr3	Am1	Am2	Am3
Masse volumique ( $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ )	6813	6814	6811	6770	6760	6777
Écart-type	$7 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$8 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$

TAB. 2.4 Densités des barreaux mesurées par la méthode de la poussée d'Archimède

Pour chacune des séries de pesées, l'écart-type a été renseigné. Les valeurs calculées sont très petites ce qui témoigne de la faible dispersion des mesures effectuées. Les masses volumiques mesurées sont proches de celles que trouvées dans la littérature. Elles peuvent par exemple être comparées à celles données par Inoue dans [Inoue, 2000b]. Dans cette étude, l'auteur mesure les densités de plusieurs nuances de verres métalliques sur des échantillons brut de coulée, relaxés et totalement cristallisés. Pour la nuance  $\text{Zr}_{55}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_5\text{Al}_{10}$ , les masses volumiques qu'il mesure pour ces différents états sont respectivement  $6820 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ,  $6830 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ,  $6850 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ . Les masses volumiques mesurées dans [Inoue, 2000b] augmentent avec la durée du recuit. Cette augmentation de la densité va de pair avec une diminution de la quantité de volume libre. Dans les mesures présentées ici, on remarque de même deux tendances. Les barreaux élaborés par aspiration ont une densité plus faible que ceux élaborés par injection. Cette variation peut s'expliquer de différentes façon :

**La vitesse de refroidissement :** Les verres métalliques étudiés ont été élaborés par deux procédés de coulée différents, avec des tailles différentes :  $5,5 \times 70 \text{ mm}^3$  pour les barreaux élaborés par injection et  $5 \times 60 \text{ mm}^3$  pour ceux élaborés par aspiration. Les vitesses de refroidissement de ces coulées ont sûrement été différentes avec une vitesse de refroidissement supérieure dans le cas de la coulée par aspiration qui a donné des barreaux moins denses. Une vitesse de refroidissement différente pourrait aussi expliquer les différences observées entre les valeurs de masse volumique de cette étude et celle de Inoue ([Inoue, 2000b]).

**La présence de cristaux :** Les barreaux n'ont pas été traités par recuits à la suite de l'élaboration et n'ont donc subi aucune relaxation ou cristallisation par traitement thermique. En revanche, une cristallisation partielle intervenant lors de l'élaboration des barreaux coulés par injection peut expliquer les différences dans les valeurs de masses volumiques.

**La présence de bulles dans les échantillons :** Des radiographies des barreaux ont été réalisées sur le microtomographe du laboratoire Navier de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées. Il s'agit d'un microtomographe à rayons X Ultratom de la marque RX Solutions. La tension d'accélération du faisceau a été fixée à 210 kV. Les radiographies ont permis de montrer la présence de bulles dans les échantillons. Pour les barreaux Cr1, Cr2, Am1, Am2 et Am3, des radiographies de  $10,5 \times 8,5 \text{ mm}^2$  ont été faites sur toute la longueur du barreau qui a été balayé de haut en bas. Les barreaux élaborés par aspiration

présentent entre une et trois bulles sur toute la longueur du barreau (cf. figure 2.20). Leur diamètre a été mesuré sur les images des radiographies et est compris entre  $300\mu\text{m}$  et  $1,1\text{mm}$ . Les barreaux élaborés par injection présentent quant à eux des bulles sur toute leur longueur. Celles-ci sont bien plus nombreuses, de tailles plus petites et réparties de manière homogène dans le barreau (cf. figure 2.21). Ces bulles semblent être des régions où du gaz a été emprisonné lors de l'élaboration. Le barreau Cr3 n'a pas été radiographié mais la présence de bulles dans les verres Cr1 et Cr2 coulés à des pressions de 100 mbar laisse supposer que le barreau Cr3 coulé à 200 mbar présentait également des bulles.

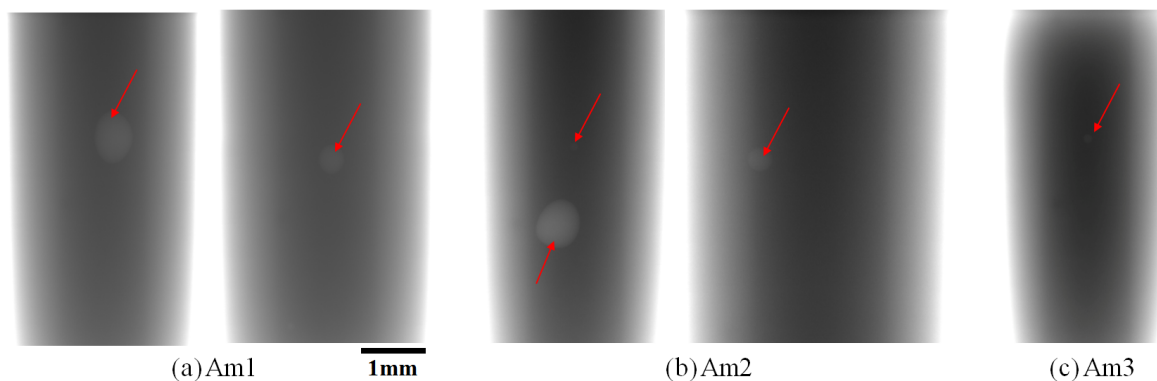


FIG. 2.20 Radiographies des barreaux élaborés par aspiration montrant la présence de bulles. Des ajustements de contraste/brillance permettent de les faire apparaître.

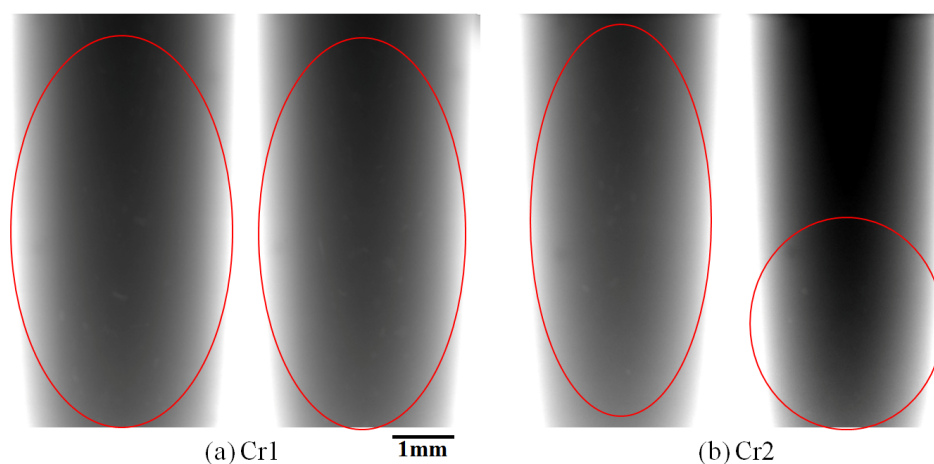


FIG. 2.21 Radiographies des barreaux Cr1 et Cr2 élaborés par injection montrant la présence de bulles. Des ajustements de contraste/brillance permettent de les faire apparaître.

### 2.3.3 Mesures DRX

Les mesures par diffraction des rayons X ont permis de vérifier que les barreaux étaient bien amorphes. Elles ont été faites sur les deux extrémités des barreaux, soit sur des échantillons d'épaisseur 3mm découpés à chaque extrémité, soit directement sur le barreau.

Les diffractogrammes des barreaux élaborés par aspiration sont présentés sur la figure 2.22. La distinction entre le haut et le bas n'a pas été faite par Vulkam, les extrémités sont donc appelées face 1 et face 2. La présence d'anneaux de diffusion sur les courbes RX des deux faces montre que les barreaux sont bien amorphes.

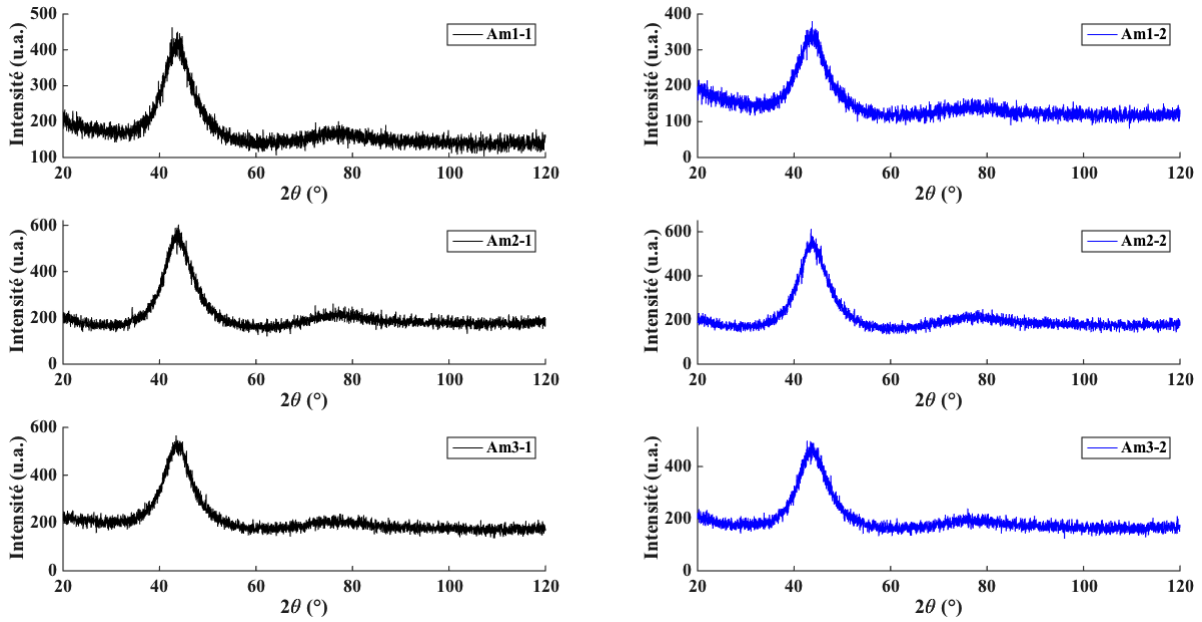


FIG. 2.22 Diffractogrammes obtenus par diffraction des Rayons X pour les barreaux élaborés par aspiration. Les courbes DRX des faces 1 sont à gauche et celles des faces 2 sont à droite.

Les diffractogrammes des barreaux élaborés par injection sont présentés sur la figure 2.23. La distinction entre le haut et le bas est faite, les extrémités sont donc appelées H pour haut et B pour bas. Le bas correspond à l'extrémité du barreau qui était en contact avec le fond de la lingotière. La présence de bosses sur les diffractogrammes montre que l'alliage est majoritairement amorphe. En revanche, la présence de pics de cristallisation sur ces bosses sont les signes d'une cristallisation partielle de l'échantillon. On remarque de même que pour chacun des barreaux, le haut est plus cristallisé que le bas. Lors de la phase de coulée par injection, au fur et à mesure que l'alliage coule et se solidifie, la température du moule augmente légèrement. Par conséquent, le bas du barreau est refroidi plus rapidement que le haut.

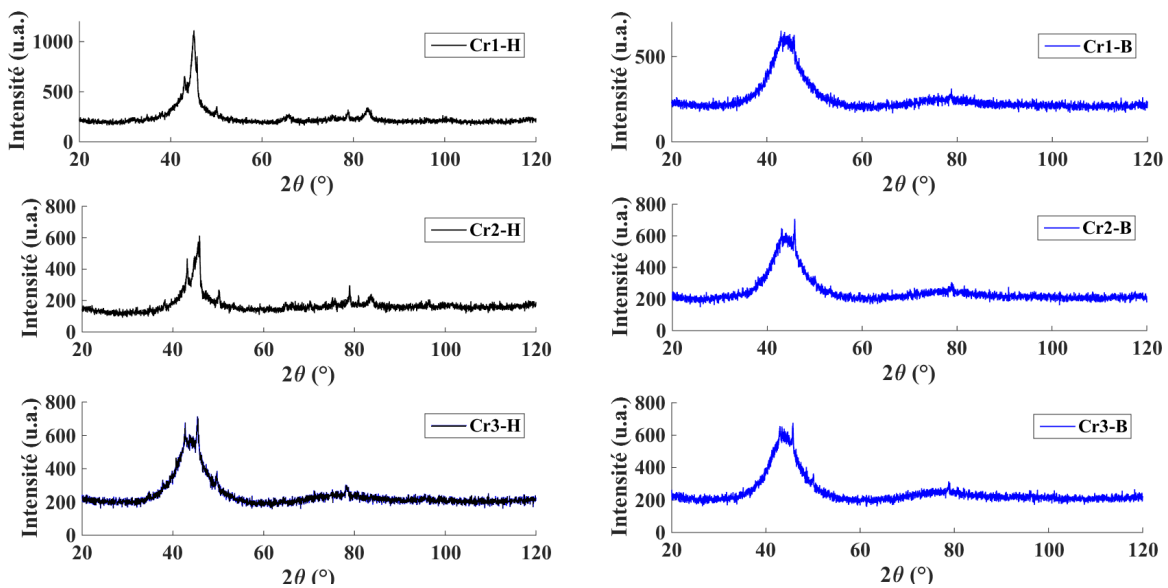


FIG. 2.23 Diffractogrammes obtenus par diffraction des Rayons X pour les barreaux élaborés par injection. Les courbes DRX des hauts de barreaux sont à gauche et celles des bas sont à droite.

Pour les verres base Zr, les phases cristallines se forment facilement lors de l'élaboration lorsque l'alliage est à l'état fondu par nucléation hétérogène et/ou par la présence d'oxygène ou d'impuretés. Les travaux réalisés par Yokoyama et al. ont permis de caractériser les phases cristallines formées. Par des mesures en DRX, ils ont montré que la phase  $\tau_3$  de composition  $Zr_{51}Cu_{28}Al_{21}$  se formait majoritairement et de manière homogène ([Yokoyama et al., 2004]). En comparant les DRX d'un verre de composition  $Zr_{51}Cu_{28}Al_{21}$  totalement cristallisé par recuit à 1100K et un verre de composition  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  après coulée, ils ont identifié des pics de cristallisation similaires (cf. figure 2.24)

La taille et la morphologie des cristaux constitués de la phase  $\tau_3$  dépendent de la quantité d'oxygène et sont d'autant plus grands que la concentration en oxygène est élevée. Quand l'alliage absorbe un excès d'oxygène, le taux de croissance des cristaux augmente fortement. Une autre phase peut se former du fait d'une mauvaise homogénéité de l'alliage durant la phase de coulée, il s'agit de la phase  $\tau_5$  de composition  $Zr_{47}Cu_{26}Ni_2Al_{20}$  ([Yokoyama, 2015]).

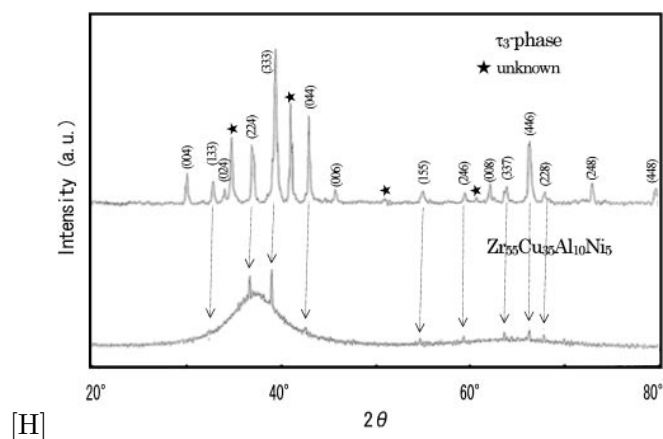


FIG. 2.24 Diffractogramme DRX d'une phase cristalline  $\tau_3$  et d'un verre  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ , tiré de [Yokoyama et al., 2004]

### 2.3.4 Calcul des fractions cristallines

A l'issue des mesures par DRX, les fractions cristallines ont été calculées par le biais des diffractogrammes obtenus, selon la méthode décrite en sous-section 2.2.1.iv. Seules les fractions cristallines des verres Cr1 et Cr2 ont été calculées. Afin d'estimer l'impact d'une cristallisation partielle sur la réponse mécanique des échantillons testés sous sollicitations dynamiques, la quantification de la fraction cristalline est essentielle.

Les diffractogrammes des barreaux totalement amorphes étant équivalents, l'un d'eux a été choisi pour calculer les fractions volumiques de cristaux des verres partiellement cristallisés : il s'agit de la courbe DRX du barreau Am2. Le calcul des fractions cristallines a été effectué pour chacune des deux faces des verres partiellement cristallisés conformément à la méthode présentée en sous-section 2.2.1.iv. Les résultats rassemblés dans le tableau 2.3.4 montrent que pour chacun des barreaux élaborés par injection le haut est plus cristallisé que le bas, ce qui était déjà visible de manière qualitative sur les courbes DRX données en figure 2.23.

En faisant la moyenne des deux mesures pour les haut et bas des barreaux, on estime la fraction cristalline moyenne à environ 6% pour le barreau Cr1 et environ 8,5% pour le barreau Cr2, soit une différence de 2,5% entre les deux barreaux. Dans son étude ([Inoue, 2000b]), Inoue a



estimé qu'un écart de 3% de la fraction cristalline entre deux échantillons entraîne une différence de la masse volumique de  $1 \text{ kg.m}^{-3}$ . C'est exactement la différence de densité qui a été mesurée entre les barreaux Cr2 et Cr1 (cf. tableau 2.4). Les résultats de mesure de fraction cristalline sont donc cohérents avec le changement de masse volumique observé entre les deux barreaux partiellement cristallisés.

Diffractogramme	Cr1-H	Cr1-B	Cr2-H	Cr2-B
Fraction volumique de cristaux	0,09	0,03	0,13	0,04

TAB. 2.5 Fractions volumiques de cristaux mesurées via les diffractogrammes DRX. Les fractions de cristaux sont calculées pour les verres élaborés par injection sur chacune de leurs extrémités.

### 2.3.5 Mesures DSC

Les mesures de calorimétrie différentielle à balayage réalisées sur les barreaux après coulée permettent de déterminer les températures caractéristiques des matériaux élaborés,  $T_g$  et  $T_x$ , ainsi que les enthalpies de réactions correspondant à la transition vitreuse et la cristallisation. Les mesures de calorimétrie différentielle à balayage ont été effectuées à une vitesse de chauffe de  $20 \text{ K/min}$  sur des rondelles de l'ordre de  $1 \text{ mm}$  d'épaisseur prélevées dans les barreaux après coulée.

Pour les barreaux partiellement cristallisés, les mesures DSC ont été menées sur les barreaux Cr1 et Cr2. Une rondelle a été prélevée en haut de chaque barreau. Les deux courbes DSC sont présentées sur la figure 2.25 sur la partie haute. Pour les barreaux totalement amorphes, une rondelle a été prélevée dans les barreaux Am2 et Am3. Les deux mesures ont donné des thermogrammes identiques. L'un d'eux est présenté en figure 2.25 en partie basse.

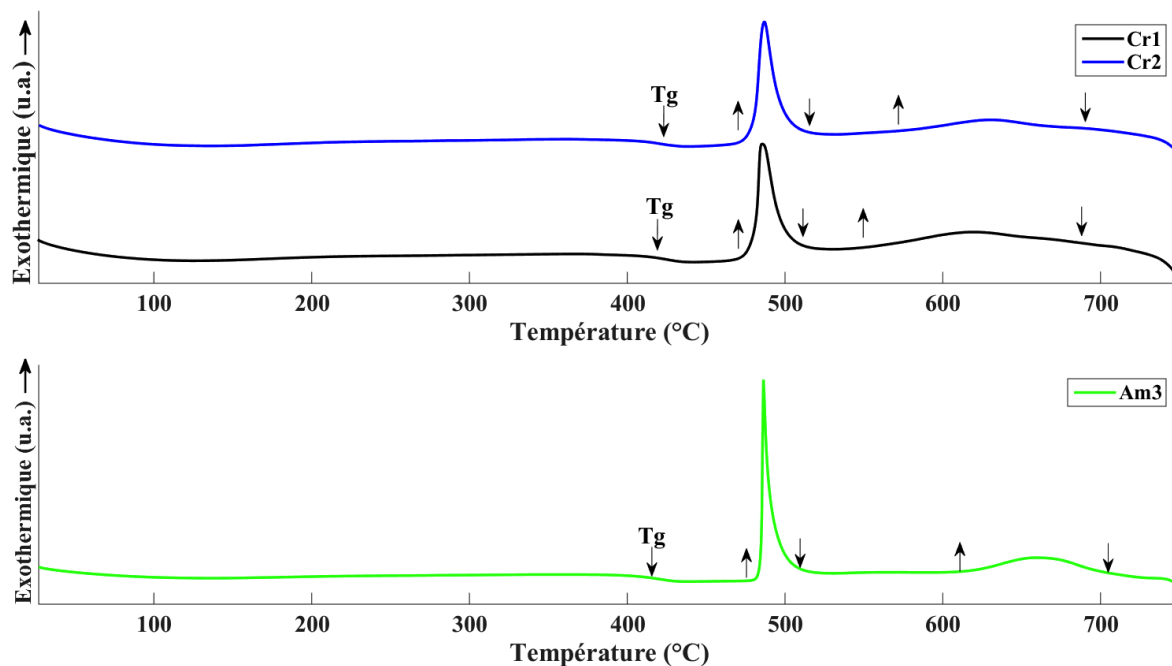


FIG. 2.25 Thermogrammes obtenus par calorimétrie différentielle à balayage. Une vitesse de chauffe constante de  $20 \text{ K/min}$  a été appliquée jusqu'à la température de  $750^\circ\text{C}$ . Les DSC des verres élaborés par injection se trouvent en haut, et celle des verres élaborés par aspiration se trouve en bas. Les flèches correspondent au début et à la fin de chaque transition de phase.

La nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  présente un premier pic exothermique de cristallisation de très haute amplitude et resserré suivi d'un second pic plus large et d'amplitude beaucoup plus faible. Les valeurs de  $T_g$ ,  $T_{x_1}$  (température du début de la première cristallisation),  $T_{p_1}$  (température du premier pic de cristallisation) et  $T_{p_2}$  (température du second pic) sont rassemblées dans le tableau 2.6. La température de transition vitreuse  $T_g$  est relevée au niveau du point d'inflexion dans la partie plane de la courbe. La température de première cristallisation  $T_{x_1}$  est relevée au début de la transformation, les températures  $T_{p_1}$  et  $T_{p_2}$  sont relevées aux pics. Pour les trois mesures, l'étendue de la zone de liquide surfondue  $\Delta T = T_{x_1} - T_g$  est calculée. L'enthalpie de première cristallisation  $\Delta H_x$  est également donnée.

Barreau	$T_g$ (°C)	$T_{x_1}$ (°C)	$T_{p_1}$ (°C)	$\Delta T$ (°C)	$\Delta H_x$ (J/g)	$T_{p_2}$ (°C)
Cr1	424	481	486	57	33	618
Cr2	416	481	487	65	33	630
Am3	421	485	486	64	51	660

TAB. 2.6 Températures caractéristiques et enthalpie de première cristallisation des matériaux élaborés par injection et aspiration pour une vitesse de chauffe de 20K/min

Les enthalpies de première cristallisation calculées sont identiques pour les verres élaborés par injection et supérieures dans le cas des verres élaborés par aspiration. Cette différence est une preuve supplémentaire en faveur d'une cristallisation partielle des verres élaborés par injection. Ceux-ci ont la même enthalpie de première cristallisation et donc possèdent probablement, après coulée, la même quantité de cristaux du type de ceux qui se forment lors de cette transformation. Les valeurs des températures  $T_g$  et  $T_{x_1}$  données dans le tableau 2.6 sont très proches. Le verre Cr2 a une température de transition vitreuse un peu plus basse, ce qui peut être la conséquence d'un refroidissement plus lent au moment de la phase de coulée. Le verre Cr1 est celui qui a la zone de liquide surfondu la moins étendue, il sera donc moins stable thermiquement. Les températures de pic de première cristallisation sont identiques pour les trois barreaux, avec des températures de début de cristallisation qui diffèrent légèrement résultant en un pic beaucoup plus étroit dans le cas du verre totalement amorphe. L'amplitude du pic pour ce dernier est aussi plus élevée.

Concernant les températures de pic de seconde cristallisation, il y a davantage d'écart. Les verres partiellement cristallisés ont une température  $T_{p_2}$  plus faible. Ceci est potentiellement dû au fait que les germes de la phase cristalline qui se forment lors de la seconde cristallisation sont déjà présents dans le matériau. Par conséquent la hausse de température ne participe pas à la nucléation des germes mais seulement à leur croissance : la cristallisation se fait à température plus basse. A contrario, dans les barreaux totalement amorphes, les germes doivent se former avant de croître : la cristallisation se fait à une température plus élevée. Entre les barreaux Cr1 et Cr2, on note aussi une différence dans la température  $T_{p_2}$ . On remarque de même que l'amplitude du pic de seconde cristallisation est plus basse dans le cas du verre Cr2 ce qui est le signe qu'il y a une quantité de cristaux du type de ceux qui se forment lors de la seconde cristallisation plus importante dans le verre Cr2 après coulée que dans le verre Cr1. Le verre Cr2 est donc plus cristallisé que le verre Cr1, ce qui confirme les résultats des mesures DRX et des mesures de fractions cristallines.

Dans leur étude, Liu et al. ([Liu et al., 2002]) et Qiao et Pelletier ([Qiao and Pelletier, 2011]) ont étudié respectivement les cinétiques de cristallisation et de relaxation structurale via des mesures DSC sur la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ . Pour une vitesse de 20 K/min, les valeurs de températures caractéristiques et d'enthalpie de première cristallisation qu'ils mesurent sont rassemblées dans le tableau 2.7

Études	T <sub>g</sub> (°C)	T <sub>x1</sub> (°C)	T <sub>p1</sub> (°C)	ΔT (°C)	ΔH <sub>x</sub> (J/g)
Liu et al. [Liu et al., 2002]	407,5	490,7	493,8	83,1	55,4
Qiao et Pelletier [Qiao and Pelletier, 2011]	403	486	490	83	69,9

TAB. 2.7 Températures caractéristiques et enthalpie de première cristallisation pour des échantillons de composition  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  pour une vitesse de chauffe de 20K/min, tiré de [Liu et al., 2002, Qiao and Pelletier, 2011].

La comparaison de ces valeurs trouvées dans la littérature avec celles mesurées dans cette étude, montre que les valeurs de température de transition vitreuse qui ont été mesurées sont plus élevées, d'environ 15°C. Les verres étudiés dans la littérature ont sûrement été coulés à des vitesses de refroidissement plus faibles. En revanche les températures de début de première cristallisation mesurées dans cette étude sont très proches de celles de la littérature. Ceci implique que, pour les barreaux élaborés, la zone de liquide surfondue est plus étroite et ils sont donc moins stables thermiquement. Qiao et Pelletier mesurent une enthalpie de première cristallisation beaucoup plus élevée que Liu et al. ou que celle mesurée ici. Des mesures de calorimétrie effectuées avec des procédés expérimentaux différents peuvent expliquer ces différences.

### 2.3.6 Observations au MEB et analyse EDS

Des observations au MEB en électrons rétrodiffusés ont été menées sur les faces haut et bas des barreaux Cr1 et Cr3 afin de caractériser la forme des cristaux présents dans les barreaux partiellement cristallisés. Ces observations ont été menées sur les mêmes faces que celles sur lesquelles ont été effectuées les mesures par DRX. Les images à faible grandissement montrent une répartition assez peu homogène des cristaux dans la section observée (cf. figure 2.26).

Les images 2.26b et 2.26c montrent des zones cristallisées (grises foncées avec des inclusions noires) et d'autres non cristallisées (grises claires). Les zones cristallisées se sont développées le long des défauts de coulées (cold shuts [Yokoyama et al., 2004]). Ces zones grises sombres contiennent probablement des phases cristallines de type  $\tau_3$ , d'après les mesures faites par DRX, et des phases cristallines de type  $\tau_5$  ([Yokoyama, 2015]).

Des images à des grandissements plus élevés montrent la présence de divers types d'inclusions. On observe, tout d'abord, des inclusions sous la forme de dendrites micrométriques. Leur taille est comprise entre 5 et 20  $\mu\text{m}$ . On observe également des inclusions cristallines sous la forme de sphères, désignées par le nom de "sphérolites", qui ont une taille supérieure à 40  $\mu\text{m}$ . Un troisième type d'inclusions est présent sur la figure 2.27 sous la forme de structures cubiques à facettes : il s'agit de la phase  $\tau_3$  ([Yokoyama et al., 2004]).

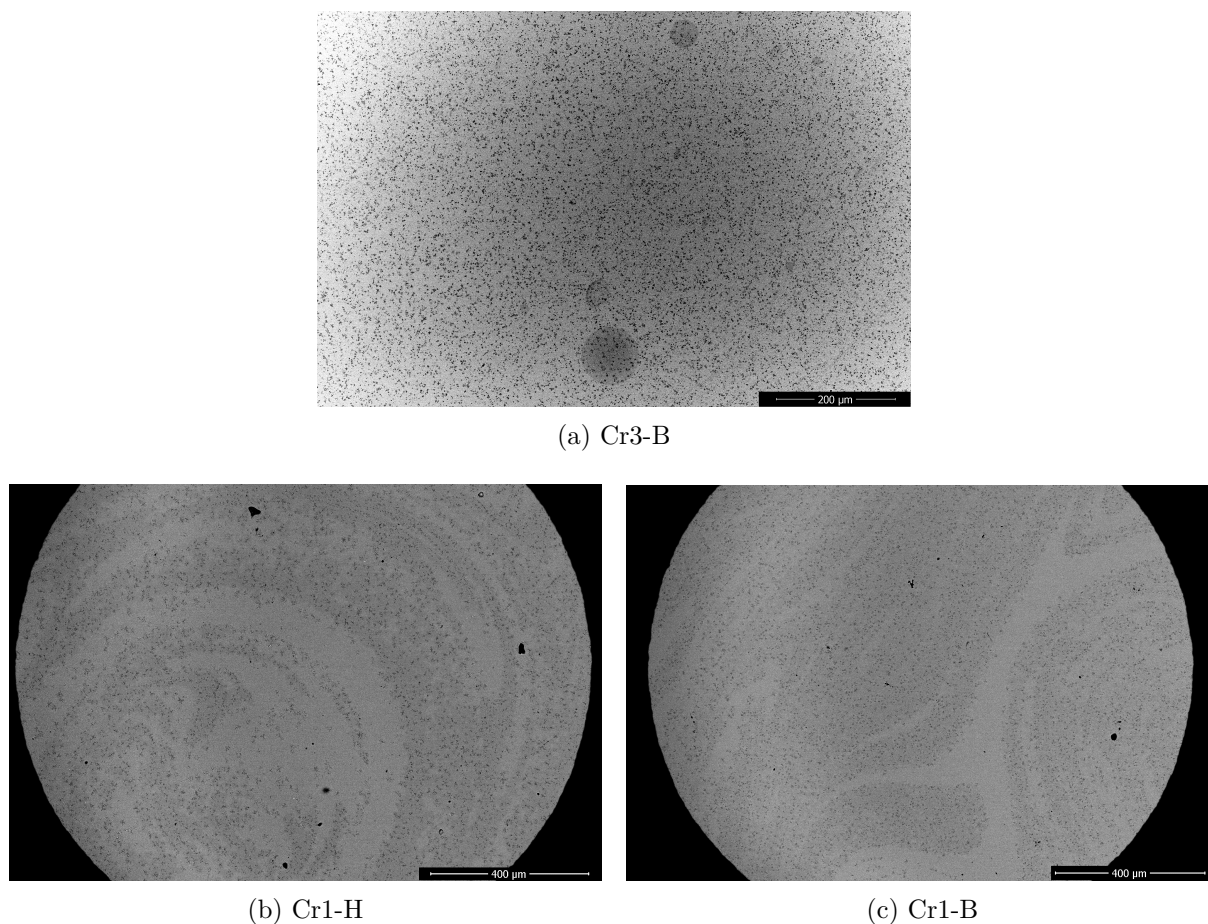


FIG. 2.26 Répartition de cristaux observée dans les barreaux Cr1 et Cr3

L'étude menée par Vaillant et al. a montré que les défauts micrométriques dendritiques étaient liés à la présence d'oxygène [Vaillant et al., 2003]. Ces défauts ont absorbé l'oxygène en excès dans la matrice amorphe lors de leur formation [Keryvin et al., 2006]. Plus le cristal contient d'oxygène plus il est sombre sur les images en électrons rétrodiffusés. Une analyse chimique EDS de ces cristaux, dont les résultats sont donnés sur la figure 2.28, a confirmé qu'ils contenaient de l'oxygène et qu'ils étaient riches en aluminium et appauvris en nickel. Une analyse quantitative de leur composition chimique a été réalisée et a permis d'identifier qu'il s'agissait d'une phase cristalline de type  $\tau_5$  dont la composition est la suivante  $Zr_{47}Cu_{26}Ni_2Al_{20}$  (cf. tableau 2.8). Ce résultat est cohérent avec celui de [Vaillant et al., 2003].

Élément	Zr	Cu	Ni	Al
% at. théorique	55	30	5	10
% at. dans la matrice amorphe	53	32	5	11
% at. dans l'inclusion dendritique	50	30	4	17

TAB. 2.8 Analyse de la composition chimique en % at. de l'inclusion de type dendritique

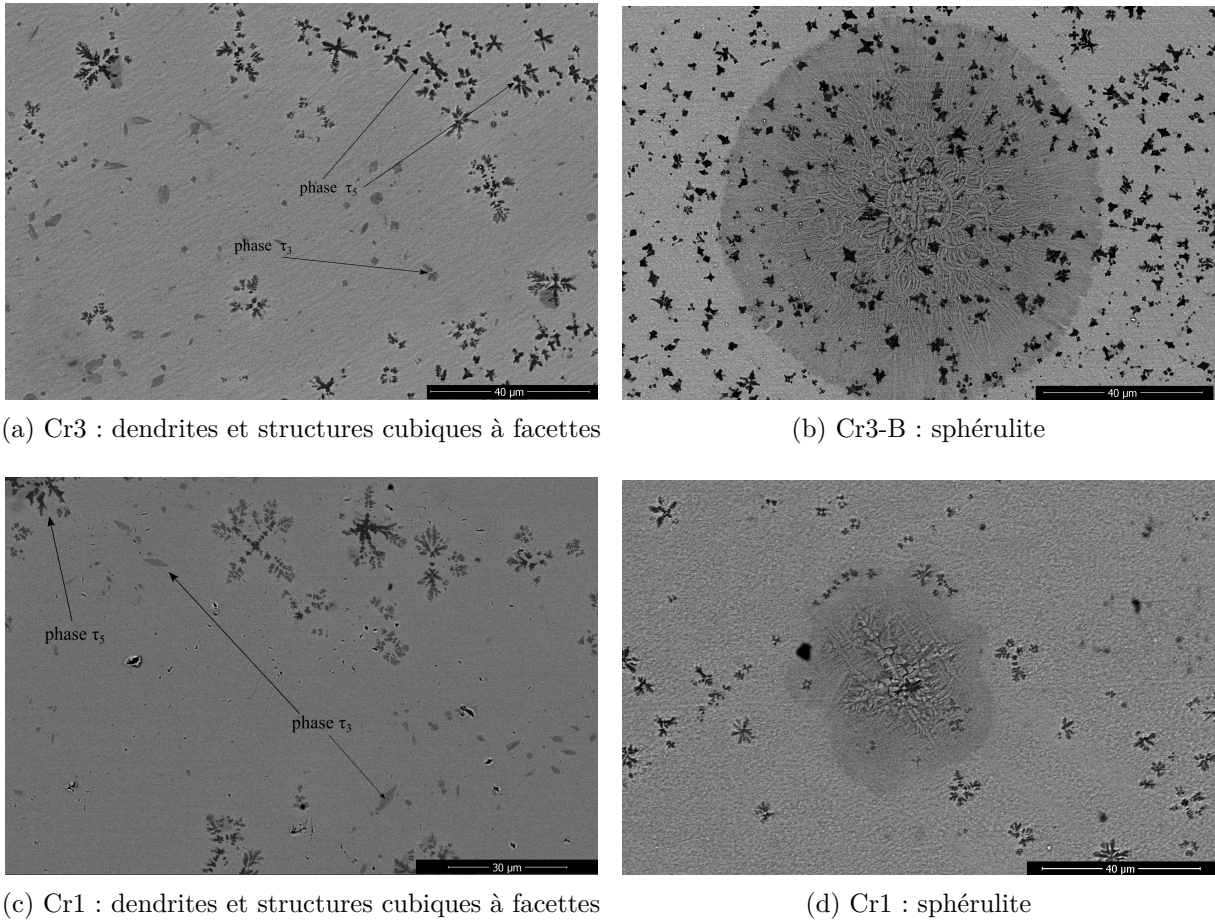


FIG. 2.27 Inclusions cubiques, dendritiques et sphériques observées dans les barreaux partiellement cristallisés élaborés par injection

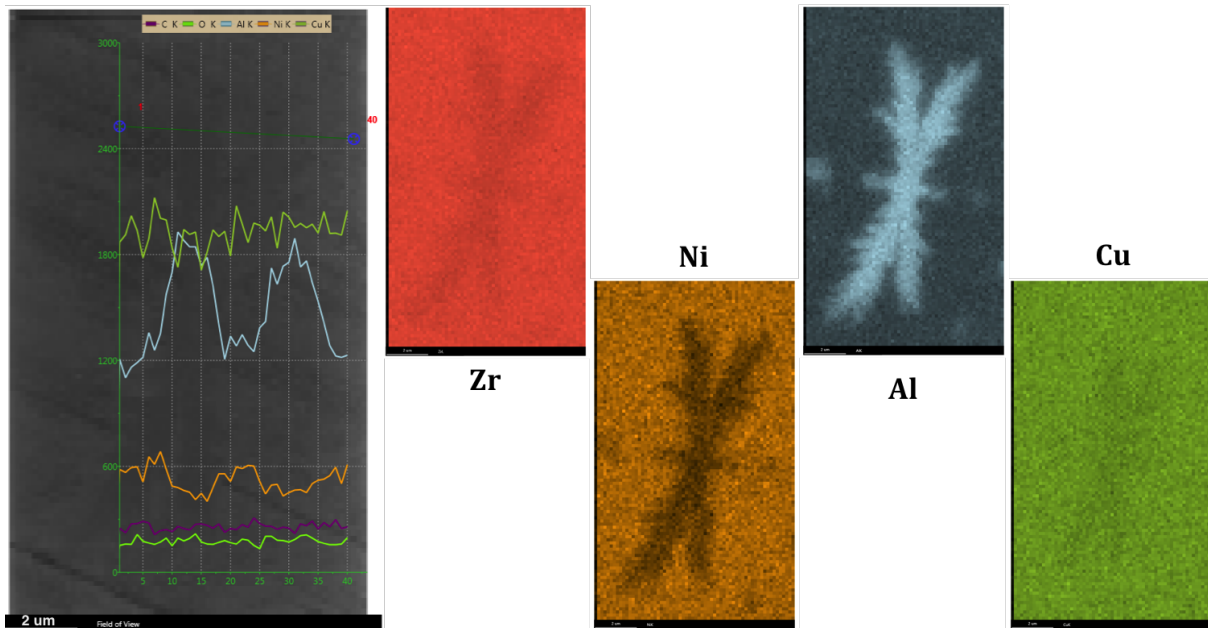


FIG. 2.28 Analyse chimique d'un cristal de type dendrite. Les images montrent que le cristal est riche en aluminium et appauvri en nickel.

L'origine des sphérulites est encore méconnue. Une analyse chimique a cependant montré qu'elles étaient de même composition que la matrice amorphe (cf. figure 2.29)

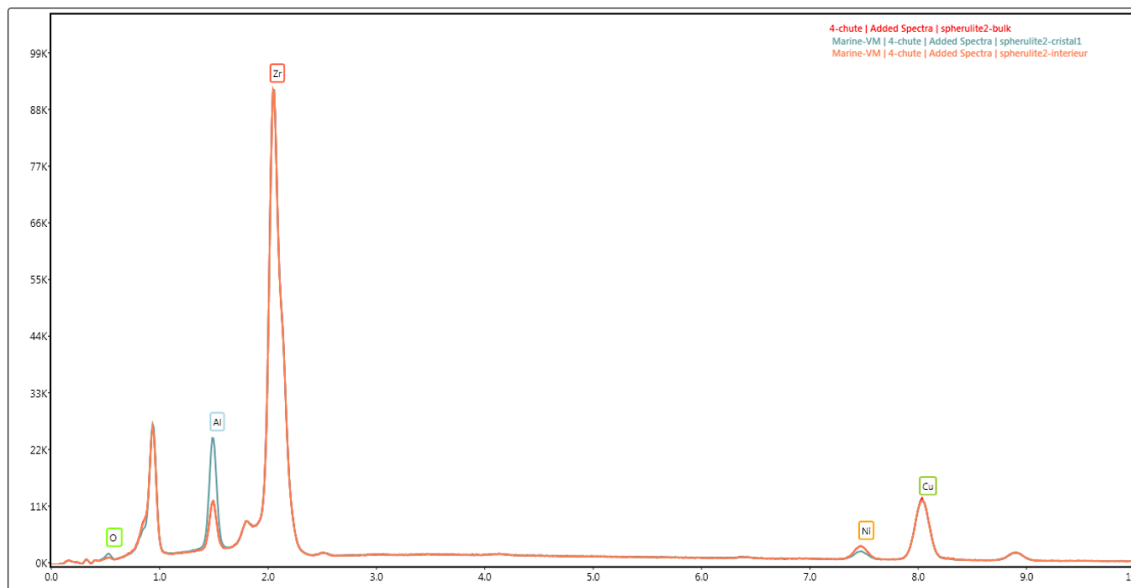


FIG. 2.29 Analyse chimique d'un cristal de type sphérulite. Le spectre de la sphérulite est en orange et celui de la matrice amorphe en rouge. Le spectre bleu est celui d'un cristal dendritique se trouvant dans la sphérulite. L'image montre que la sphérulite est de même composition que la matrice amorphe.

## 2.4 Synthèse

Dans ce chapitre ont été introduites les techniques expérimentales d'élaboration et de caractérisation utilisées dans cette étude.

On a commencé par introduire les trois procédés d'élaboration à disposition pour la fabrication des verres métalliques. Deux d'entre eux ont été utilisés dans le cadre de mes travaux de thèse : la coulée par injection (ICMPE) et la coulée par aspiration (Vulkam). Ces procédés de solidification sous forme massive nécessitent la fabrication d'un pré-alliage qui fait appel à la fusion des éléments primaires métalliques dans des creusets en cuivre refroidis par eau sous atmosphère de gaz rare (hélium ou argon). L'alliage mère est ensuite injecté sous atmosphère d'hélium ou aspiré sous atmosphère d'argon dans une lingotière cylindrique refroidie à l'eau. Les échantillons produits ont la forme de barreaux cylindriques de plusieurs centimètres de long et d'environ 5mm de diamètre. Les échantillons utilisés dans les campagnes d'essais dynamiques sont découpés dans ces barreaux.

Les procédés de caractérisation ont ensuite été introduits en commençant par les procédés de caractérisation globale : mesures de densité, mesures par diffraction des rayons X et mesure par calorimétrie différentielle à balayage. Les mesures par DRX permettent de vérifier l'état amorphe des barreaux élaborés. Dans le cas de barreaux partiellement cristallisés, elles permettent de calculer la fraction volumique de cristaux. Les mesures DSC permettent de mener une étude sur la stabilité thermique des verres, de mesurer leurs températures caractéristiques et les enthalpies de transformation lors d'une chauffe à vitesse constante. Les techniques de caractérisation locale ont ensuite été introduites. Les observations au MEB par électrons rétro-diffusés permettent de



caractériser la forme et la morphologie des défauts cristallins formés dans les verres. Une analyse chimique EDS permet de déterminer la composition chimique de ces cristaux.

Dans la seconde partie du chapitre, les résultats des caractérisations des barreaux élaborés ont été présentés.

Les mesures DRX ont montré que les barreaux élaborés par aspiration étaient totalement amorphes alors que ceux élaborés par injection étaient partiellement cristallisés. Certains pics présents sur les diffractogrammes RX sont ceux de la phase cristalline  $\tau_3$ . Des mesures de la fractions cristallines via les courbes DRX ont permis de calculer des fractions volumiques de cristaux entre 3% et 12%. Des observations au MEB ont montré une répartition assez peu homogène de défauts cristallins. Des zones cristallisées qui se sont développées le long des défauts de coulée ont été observées à de faibles grossissements. A des grossissements plus élevés, trois types d'inclusions se sont distinguées : des structures cubiques à facettes, de quelques micromètres, qui correspondent à la phase  $\tau_3$ , des dendrites et des sphérulites. Les cristaux de type dendritique ont une taille comprise entre 5 et 20  $\mu\text{m}$ . Une analyse chimique EDS de ces cristaux a permis de montrer qu'il s'agissait d'un composé intermétallique de type  $\tau_5$ . Les sphérulites sont quant à elles de taille plus importante et mesurent plus de 40  $\mu\text{m}$ . Une analyse chimique de leur composition a montré qu'elles étaient de même composition que la matrice amorphe environnante. Enfin, des mesures par DSC ont permis de caractériser thermiquement les barreaux élaborés. Les différentes températures caractéristiques de transition vitreuse et de cristallisation ont été mesurées. Celles-ci ont été comparées aux valeurs de la littérature et elles se sont avérées être proches pour  $T_x$  mais légèrement éloignées pour  $T_g$ . Il en résulte un domaine de liquide surfondu plus étroit pour tous les barreaux élaborés, qu'ils soient totalement amorphes ou partiellement cristallisés. Ils sont donc moins stables thermiquement que ce que la littérature annonçait.

Dans la suite de cette étude, des échantillons vont être découpés dans les différents barreaux caractérisés dans ce chapitre afin d'être testés sur un dispositif aux barres d'Hopkinson. Ce dispositif de même que les différents essais menés sont présentés dans le chapitre suivant. Le but de ces essais est d'étudier l'impact d'une cristallisation partielle du matériau sur la réponse mécanique des échantillons testés en dynamique.





# LES ESSAIS AUX BARRES D'HOPKINSON

# 3

## SOMMAIRE

---

<b>3.1</b>	<b>Théorie générale sur les barres d'Hopkinson</b> . . . . .	<b>94</b>
3.1.1	Principe de l'essai . . . . .	94
3.1.2	Mesures réalisées . . . . .	96
3.1.3	Techniques d'extraction des ondes . . . . .	96
3.1.4	Poinçonnement des barres . . . . .	100
3.1.5	Les ondes dans la chaîne mécanique . . . . .	101
<b>3.2</b>	<b>Comportement moyen d'un échantillon élastique</b> . . . . .	<b>108</b>
3.2.1	Les ondes au sein de l'échantillon . . . . .	108
3.2.2	Du régime transitoire au régime homogène . . . . .	111
3.2.3	Homogénéité de l'échantillon . . . . .	112
3.2.4	Déterminer le comportement moyen de l'échantillon . . . . .	113
3.2.5	Conclusion et limites de l'essai . . . . .	116
<b>3.3</b>	<b>Présentation des essais réalisés</b> . . . . .	<b>119</b>
3.3.1	Le banc d'essai . . . . .	119
3.3.2	Les configurations d'essais . . . . .	122
3.3.3	Déroulement et post-traitement des essais dynamiques . . . . .	129
<b>3.4</b>	<b>Comment éviter de recharger l'échantillon au cours d'un essai ?</b> . . . . .	<b>132</b>
3.4.1	Méthode mise en place . . . . .	133
3.4.2	Résultats obtenus . . . . .	140
3.4.3	Bilan de l'étude . . . . .	144
<b>3.5</b>	<b>Synthèse</b> . . . . .	<b>144</b>

---

Pour des gammes de vitesses de déformations élevées, allant de  $100 \text{ s}^{-1}$  à  $10000 \text{ s}^{-1}$ , les effets transitoires ne peuvent plus être négligés. Lorsque l'on réalise des mesures lors d'essais dynamiques, la qualité des mesures peut être améliorée par l'utilisation de capteurs qui sont directement liés aux grandeurs physiques que l'on veut mesurer (caméras optiques rapides...). Une autre solution peut aussi consister en la prise en compte des phénomènes de propagation d'onde. Cette démarche conduit à l'utilisation d'un système de barres. L'analyse efficace des effets transitoires lors d'essais dynamiques sur des structures tridimensionnelles s'avère complexe. Pour que ces effets soient correctement pris en compte, l'utilisation de barres unidimensionnelles est une technique efficace comme on va le voir ci-après.

Dans ce chapitre, nous présentons le dispositif expérimental utilisé ainsi que les essais menés au cours de la campagne expérimentale. Le dispositif aux barres d'Hopkinson est présenté dans une première partie, de même que les principes théoriques sur lesquels il repose. La

conclusion de cette première partie permet de lister les différents défis relatifs à ce type d'essais. Dans une seconde partie, le banc d'essai utilisé ainsi que les deux types d'essais menés et leurs déroulements sont présentés. Finalement, la méthode d'optimisation du banc d'essai que nous avons mise en place afin d'éviter que l'échantillon soit rechargé au cours de l'essai est introduite.

### 3.1 Théorie générale sur les barres d'Hopkinson

La technique expérimentale des barres d'Hopkinson, aussi appelée SHPB pour Split Hopkinson Pressure Bars est un dispositif utilisé principalement pour étudier la réponse dynamique de matériaux soumis à des vitesses de sollicitation importantes. Le matériau peut ainsi se déformer à de grandes vitesses de déformation. La sollicitation dynamique, obtenue par propagation d'une perturbation de contrainte élastique, est appliquée au matériau testé par l'intermédiaire d'un guide d'ondes qui est généralement une barre cylindrique. Le dispositif expérimental fonctionne sur ce principe (cf. figure 3.1) et la détermination de la réponse du matériau est basée sur la connaissance de la propagation des ondes élastiques dans le guide d'onde et dans l'échantillon. Le dispositif initial a été inventé pour des essais de compression. Il a depuis été adapté pour des essais de traction, de torsion et de cisaillement soit en modifiant la géométrie de l'éprouvette permettant de transformer un chargement en compression en un autre type de sollicitation ([Mouro, 2002]), soit en modifiant le banc d'essai (par rapport à celui présenté en figure 3.1).

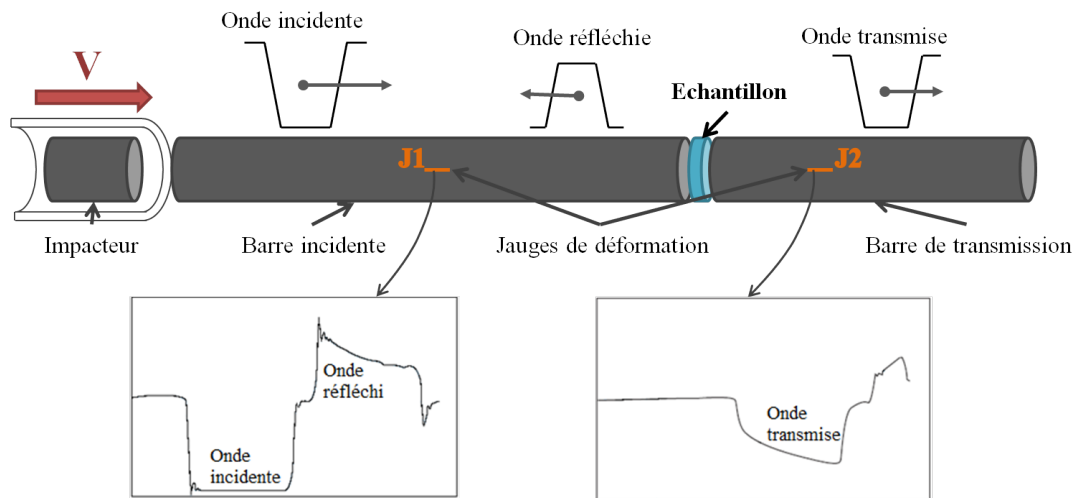


FIG. 3.1 Schéma du dispositif des barres d'Hopkinson (montage en compression). Les signaux tracés sont tirés de [Gary, 2002]. Ils sont issus d'un essai sur de l'aluminium.

#### 3.1.1 Principe de l'essai

La barre unique a été utilisée comme système de mesure par J. Hopkinson (1872) et B. Hopkinson (1905,1914) ([Hopkinson, 1914]). En 1948, R. M. Davies a fait une analyse complète de la technique d'essai et l'a améliorée ([Davies and Taylor, 1948]). Le montage constitué de deux barres qui est utilisé de nos jours a été développé par Kolsky ([Kolsky, 1949]).

Le principe du dispositif expérimental de compression qui est schématisé sur la figure 3.1 est expliqué ci-après :

- Un échantillon de petite taille, constitué du matériau à tester, est placé entre deux longues barres cylindriques appelées dans le sens de propagation, soit de gauche à droite sur la

figure 3.1 : barre entrante ou incidente (du côté du choc, en amont de l'échantillon) et barre sortante ou de transmission (en aval de l'échantillon). Les deux barres restent dans le domaine élastique pendant toute la durée de l'essai.

- Un projectile, appelé impacteur, cylindrique et souvent constitué du même matériau que les barres est projeté sur la barre entrante à la vitesse d'impact  $V_{imp}$ . Le plus souvent le projectile est lancé par l'intermédiaire d'un canon à air comprimé.
- Le choc de l'impacteur sur la barre entrante crée une onde longitudinale de compression, élastique. Cette onde, appelée onde incidente, se propage dans la barre en direction de l'échantillon. La jauge J1 collée sur la barre entrante mesure la déformation impliquée par cette onde sous la forme d'un signal en fonction du temps. L'amplitude et la durée du signal dépendent de la longueur et de la vitesse de l'impacteur (cf. section 3.1.5.ii).
- Aux extrémités de l'échantillon dont l'impédance est inférieure à celle des barres, les ondes de déformations subissent différents phénomènes de réflexion.
  - Une fois arrivée à la première interface barre/échantillon, une partie de l'onde incidente est réfléchiée. Cette onde, appelée onde réfléchiée, est détectée par la jauge J1 de nouveau sous la forme d'un signal fonction du temps.
  - La part restante de l'onde incidente est transmise au travers de l'échantillon à la barre sortante. Le passage de l'onde est détecté par la seconde jauge J2. Cette jauge délivre un signal, appelé onde transmise, sous la forme d'un signal fonction du temps.
- Les jauges de déformations enregistrent les déformations longitudinales associées aux ondes mécaniques qui se propagent dans les barres. Le système d'acquisition doit donc être rapide car la durée du chargement (durée du choc impacteur/barre) est brève, généralement de l'ordre de quelques centaines de microsecondes.

Le post-traitement des signaux temporels correspondant aux ondes incidente, réfléchiée et transmise, mesurés par les jauges J1 et J2, permet de déterminer la réponse de l'échantillon au chargement par compression induit par le choc.

La jauge J1 placée sur la barre entrante capte à la fois l'onde incidente et l'onde réfléchiée. Afin d'éviter que les signaux temporels ne se superposent, il est nécessaire de choisir une longueur d'impacteur telle que le temps d'un aller-retour de l'onde dans l'impacteur soit inférieur au temps d'un aller-retour de l'onde dans une moitié de barre. Si l'impacteur et la barre sont constitués du même matériau, la longueur de l'impacteur doit être inférieure à la moitié de la longueur de la barre. Cette condition correspond au cas où la jauge J1 est placée au milieu de la barre entrante. Il s'agit de la configuration permettant d'avoir la mesure la plus longue et c'est généralement celle qui est retenue.

La position de la jauge J2 est déterminée de telle sorte que le front descendant de l'onde transmise soit passé au niveau de la jauge avant que le front montant de sa première réflexion en bout de barre soit revenu. Un positionnement de la jauge très proche de l'échantillon permet de respecter cette condition. En réalité, la jauge est placée à une certaine distance qui est au moins égale à dix fois le rayon de la barre afin de dissiper l'effet tridimensionnel (Principe de Saint-Venant).

Les jauges de déformation sont les types de capteurs les plus utilisés. Ils existent aussi des capteurs de vitesse ou de déplacement.

### 3.1.2 Mesures réalisées

A chaque instant de l'essai, les mesures de déformation sur les barres entrante et sortante sont enregistrées par les jauges. Ces mesures permettent de calculer les forces et les déplacements correspondants. Il est donc possible sur ce type de banc expérimental d'accéder directement aux forces et déplacements qui s'appliquent aux deux extrémités de l'échantillon.

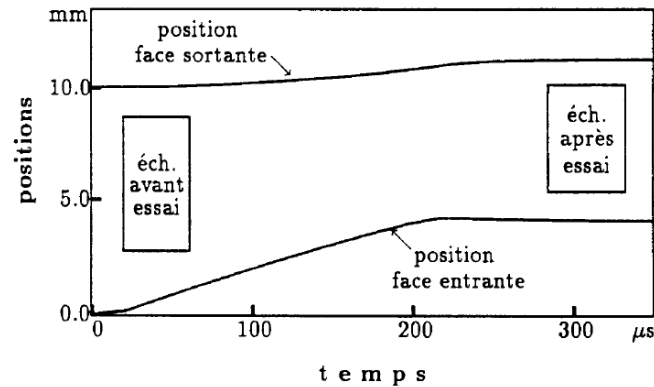


FIG. 3.2 Positions des extrémités d'un échantillon en fonction du temps (tiré de [Semblat, 1995])

La figure 3.2 montre les positions à chaque instant des faces entrante et sortante d'un échantillon. A partir de ces positions, les vitesses particulières correspondantes peuvent aussi être calculées. La section 3.2 détaille le calcul du chargement et de la réponse de l'échantillon.

Il est à noter que les mesures réalisées à l'aide des jauges se font à la surface extérieure des barres. Elles sont donc légèrement différentes par rapport aux déformations réelles qui se produisent sur une section de barre. La différence de déformation entre l'axe de la barre et sa surface ne dépasse pas 5 à 10 %. ([Capra and Davidovici, 1982].)

### 3.1.3 Techniques d'extraction des ondes

La superposition des ondes incidente et réfléchie incite l'expérimentateur à réaliser les mesures des déformations dues aux ondes à une certaine distance de l'échantillon. Afin de déterminer le comportement de l'échantillon, ces ondes subissent certaines transformations : correction de dispersion, transports aux interfaces barres/échantillon et correction de poinçonnement.

#### 3.1.3.i Les signaux mesurés aux jauges

Les jauges attachées aux barres transforment les déformations induites par le passage des ondes en des signaux électriques qui varient en fonction du temps. Les jauges sont des résistances électriques. La déformation s'obtient via la variation de résistance des jauges. La tension ainsi mesurée permet d'obtenir la déformation présente au sein des barres.

Soit  $\varepsilon$  la déformation longitudinale au sein de la barre. Celle-ci est proportionnelle à la variation de résistance  $\Delta R$  de la jauge : le coefficient de proportionnalité est  $k$ , le facteur de jauge. On a alors :

$$\frac{\Delta R}{R_0} = k\varepsilon \quad (3.1.1)$$

où  $R_0$  est la résistance nominale.

La tension n'est pas mesurée directement aux bornes de la jauge mais au sein d'un montage que l'on nomme pont de Wheatstone. Il en existe plusieurs :

- le quart de pont formé par une jauge et trois résistances fixes ;
- le pont complet formé uniquement de jauges de déformation, quatre au total. C'est le type de pont qui a été utilisé dans cette étude et qui est présenté ci-dessous.

Dans un pont complet, deux jauges sont placées dans le sens longitudinal et deux autres dans le sens transversal. Les deux jeux sont montés diamétralement opposés sur les barres. On considère que les déformations longitudinales et transversales sont les mêmes pour les deux jeux de jauges. On a par conséquent deux valeurs de résistances :  $R_l = \varepsilon$  et  $R_t = -\nu\varepsilon$ , où  $\nu$  est le coefficient de Poisson. Un schéma représentatif du pont est donné sur la figure 3.3.

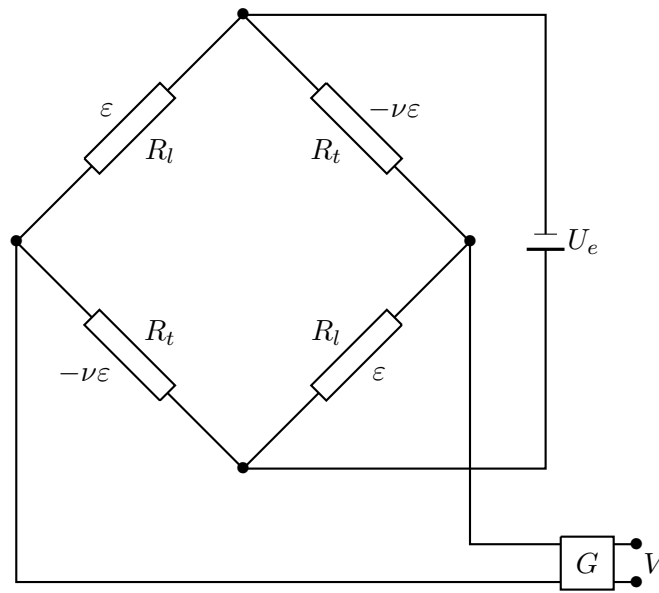


FIG. 3.3 Schéma représentatif d'un pont de Wheatstone complet

Quand le pont est alimenté, on obtient une variation de la tension de sortie  $V$  avec la déformation. Cette déformation est de faible amplitude et par conséquent un amplificateur de gain  $G$  est utilisé.

La tension de sortie du pont  $V$  s'exprime en fonction de la tension d'entrée  $U_e$  selon la relation :

$$V = \frac{1}{4} G U_e \left( \frac{\Delta R_l}{R_0} - \frac{\Delta R_t}{R_0} + \frac{\Delta R_l}{R_0} - \frac{\Delta R_t}{R_0} \right) = \frac{1}{4} G U_e \left( \frac{\Delta R}{R_0} \right)_{4jauges} \quad (3.1.2)$$

où  $R_l$  et  $R_t$  sont les résistances dues respectivement aux déformations longitudinales et transversales. Avec les relations reliant les déformations aux variations de résistances on a :

$$\left( \frac{\Delta R}{R_0} \right)_{4jauges} = 2k(1 + \nu)\varepsilon \quad (3.1.3)$$

Au final on obtient l'expression de la tension de sortie en fonction de la tension d'alimentation, de la déformation et des autres paramètres du pont :

$$V = U_e \frac{1 + \nu}{2} G k \varepsilon \quad (3.1.4)$$

Les jauges permettent de déterminer des déformations très faibles de l'ordre de  $10^{-6}$ .

Il peut exister des problèmes de calibration du système : les signaux mesurés sont les tensions qui proviennent des jauges et elles sont mesurées par des systèmes qui peuvent différer sur les deux barres (valeurs nominales, facteurs de jauge, gain...). On utilise alors des techniques de calibration de la barre entrante (bilan d'énergie et de quantité de mouvement) et de la barre sortante (essai à vide barre contre barre par exemple).

### 3.1.3.ii Transports des ondes : Dispersion et calage

La détermination de la réponse de l'échantillon à partir des signaux mesurés aux jauges ne permet pas le calcul direct des forces et déplacements aux extrémités de l'échantillon. Les jauges étant positionnées à une certaine distance de l'échantillon, il est nécessaire d'effectuer un transport des ondes mesurées. Il s'agit en fait d'un transport fictif du point de mesure aux interfaces barres/échantillon. Ce transport est la source des principales difficultés rencontrées lors de la définition des ondes. Il soulève notamment deux problèmes qui sont détaillés ci-après : la dispersion et le calage précis des ondes.

#### Dispersion

La dispersion signifie que les ondes, qui ont des longueurs d'ondes différentes, se propagent dans le milieu à des vitesses différentes déformant ainsi le motif initial du paquet d'ondes. Dans le cas des barres, la dispersion est due à leur caractère tridimensionnel qui ne permet plus de négliger les effets d'inertie radiaux.

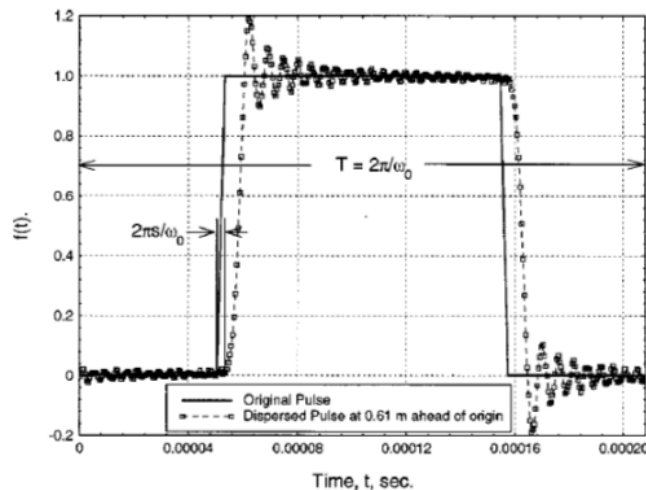


FIG. 3.4 Dispersion longitudinale d'une onde au cours du temps. Le signal carré est le signal original et le signal en pointillés est le signal dispersé mesuré à 61 cm en aval de l'origine. (tiré de [Safa, 2008]).

L'effet est observé sur deux niveaux :

- radial : au travers d'une section de la barre, la valeur moyenne d'une grandeur telle que la déformation, le déplacement ou la contrainte n'est pas égale à sa valeur mesurée sur la surface extérieure du fait que les ondes ne sont pas planes ([Davies and Taylor, 1948]).

- longitudinal : l'effet est directement observable si l'on suit le signal pendant sa propagation. On remarque que le signal se déforme et change d'amplitude (cf. figure 3.4) au fur et à mesure qu'il se propage à cause de l'effet inertiel radial.

La prise en compte de la dispersion se fait en pratique de façon numérique. La relation de dispersion exprimant une dépendance de la célérité avec la fréquence, un traitement fondé sur l'analyse de Fourier permet de prendre en compte ce phénomène. ([Bancroft, 1941, Follansbee and Frantz, 1983, Gary, 2014b]).

### Calage des ondes

Le problème de calage des ondes consiste au transport précis des trois ondes  $\varepsilon_I$ ,  $\varepsilon_R$  et  $\varepsilon_T$ , respectivement incidente, réfléchie et transmise, aux faces de l'échantillon. Il s'agit de trouver une origine commune correspondant à l'arrivée de l'onde entrante à la première interface barre/échantillon. Cette étape de calage est importante car elle a une influence directe sur la réponse mécanique du matériau et surtout sur son début.

Théoriquement, en connaissant la vitesse de propagation des ondes dans les barres, le délai de calage peut être calculé en prenant en compte les distances entre bout de barre et pont de jauges. Seulement il est difficile de mesurer de manière exacte la vitesse de propagation ([Lifshitz and Leber, 1994]). De plus, il existe un délai supplémentaire non mesurable dû au fait que le contact géométrique barre-échantillon n'est pas parfait.

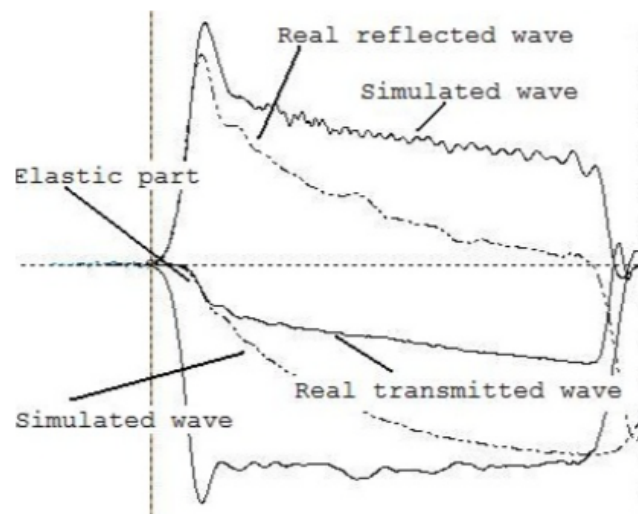


FIG. 3.5 Calage des ondes par la simulation élastique (tiré de [Safa, 2008]).

Une solution permettant de réaliser un calage précis se trouve dans le logiciel de dépouillement David, développé entre autre par Gary. Cette solution repose sur une méthode itérative qui est basée sur deux hypothèses ([Gary et al., 1991, Gary, 2014b]). Tout d'abord, la forme de l'onde est plus fiable que sa position dans le temps. La seconde hypothèse stipule qu'en début d'essai le matériau a un comportement élastique. En choisissant un module d'élasticité apparent convenable, une simulation élastique de l'essai sur une éprouvette fictive à partir de l'onde incidente permet de créer des ondes transmises et réfléchies qui ont la même forme initiale que les ondes enregistrées. On peut ensuite comparer les ondes enregistrées aux ondes simulées et

déplacer les premières jusqu'à ce que les parties élastiques se superposent (cf. figure 3.5). La précision du calage dépend du module d'élasticité apparent choisi. Si la valeur supposée est différente de la valeur réelle, la superposition ne peut avoir lieu.

La non prise en compte de la dispersion ne permet pas de réaliser le calage. Quel que soit le module supposé, les ondes simulées ne pourront se superposer aux ondes mesurées. Un calage précis des ondes permet une mesure précise dans la zone des petites déformations.

### 3.1.4 Poinçonnement des barres

Un autre problème pouvant affecter les mesures effectuées sur le dispositif expérimental est le phénomène de poinçonnement local de la barre. Ce phénomène apparaît quand la section de l'échantillon est plus petite que celle de la barre. Dans ce cas, l'extrémité de la barre ne reste plus plane au contact avec l'échantillon (cf. figure 3.6). Cet effet local ne peut être détecté par les jauges de déformation car celles-ci sont placées trop loin des interfaces barres/échantillon. Il en résulte que la déformation calculée à partir des signaux mesurés aux jauges n'est pas la vraie déformation au bout des barres. Une solution permettant de corriger cet effet a été calculée par Safa et Gary ([Safa and Gary, 2010]).

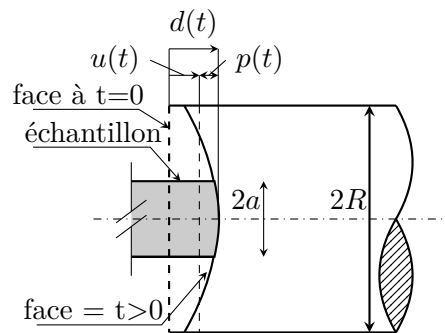


FIG. 3.6 Schéma représentatif du phénomène de poinçonnement à l'interface barre/échantillon.  $u(t)$ ,  $d(t)$  et  $p(t)$  sont des déplacements.  $u(t)$  correspond au déplacement de l'extrémité de la barre qui ne prend pas en compte la correction de poinçonnement.  $p(t)$  est le déplacement correctif dû au poinçonnement. Finalement  $d(t) = u(t) + p(t)$ .

La déformation due au poinçonnement peut s'exprimer d'après la relation :

$$\varepsilon_{\text{poinç}}(t) = 2K_p \frac{S_e}{l_e} \sigma \quad (3.1.5)$$

où  $S_e$  et  $l_e$  sont respectivement la section et la longueur de l'échantillon.  $1/K_p$  correspond à la raideur associée au poinçonnement. L'effet du poinçonnement est équivalent à celui d'un ressort de raideur  $1/K_p$  agissant aux interfaces barres/échantillon.  $K_p$  a pour expression :

$$K_p = \frac{16}{3\pi^2} \frac{1-\nu^2}{dE} H_p \left( \frac{d}{D} \right) \quad (3.1.6)$$

où  $E$  et  $\nu$  sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson des barres,  $d$  est le diamètre de l'échantillon et  $D$  est celui de la barre.  $H_p$  est une fonction du rapport entre ces deux diamètres. Des valeurs de cette fonction pour un rapport  $\frac{d}{D}$  compris entre 0,5 et 1 sont données dans [Safa and Gary, 2010] (cf. figure 3.7).



x	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.35	0.40	0.45	0.50	0.60	0.70	0.80	0.90	1.00
$H_p(x)$	1.765	1.648	1.531	1.416	1.301	1.188	1.076	0.967	0.860	0.688	0.516	0.344	0.172	0

FIG. 3.7 Tableau de résultats pour la fonction  $H_p$  apparaissant dans l'expression de  $K_p$  pour des valeurs de  $\frac{d}{D}$  compris entre 0,5 et 1.

Avec la prise en compte du phénomène de poinçonnement, la déformation  $\varepsilon_{éch}$  de l'échantillon est égale à :

$$\varepsilon_{éch}(t) = \varepsilon_{SHPB}(t) - \varepsilon_{poinç}(t) \quad (3.1.7)$$

où  $\varepsilon_{SHPB}$  est la déformation calculée via les mesures faites sur les barres d'Hopkinson (celle que l'on calculerait sans la prise en compte du poinçonnement).

Le dépouillement d'essais aux barres d'Hopkinson sans la prise en compte du poinçonnement mène à des sous-estimations du module d'Young de l'échantillon que l'on estime lors de l'étape du calage des ondes (cf. figure 3.8). Avec des barres identiques, on a en effet pour l'échantillon :  $\frac{1}{E_{réel}} = \frac{1}{E_{apparent}} - \frac{1}{E_{poinç}}$  avec  $\frac{1}{E_{poinç}} = \frac{l_e}{2K_p\pi^2a}$ ,  $E_{réel}$  le module d'Young calculé avec la correction de poinçonnement et  $E_{apparent}$  le module d'Young sans la correction de poinçonnement.

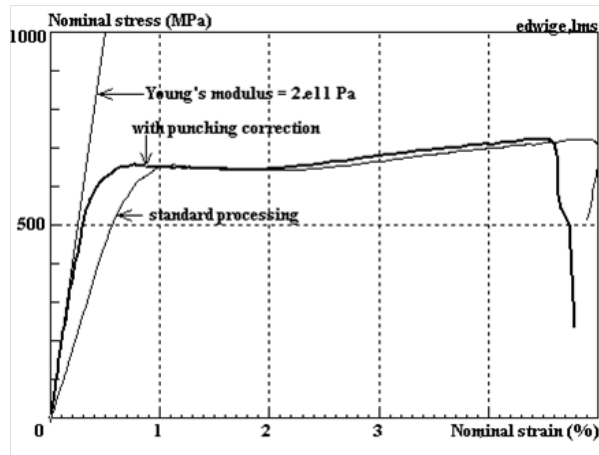


FIG. 3.8 Estimation du module d'Young lors d'un essai aux barres d'Hopkinson avec (trait gras) et sans (trait fin) la prise en compte du poinçonnement (tiré de [Gary, 2014b]).

### 3.1.5 Les ondes dans la chaîne mécanique

#### 3.1.5.i Des ondes unidimensionnelles

Le calcul élémentaire pour les barres d'Hopkinson se base sur deux simplifications : les ondes qui se propagent dans la chaîne mécanique sont considérées comme unidimensionnelles ; les forces et les déformations dans l'échantillon sont homogènes. Ces simplifications sont basées sur des hypothèses qui sont rappelées ci-après. La théorie de la propagation unidimensionnelle peut donc s'appliquer afin de déterminer les équations auxquelles les ondes répondent et déterminer les relations entre contrainte, vitesse et déformation.

## Hypothèses de base

Les essais aux barres d'Hopkinson sont conçus de façon à respecter certains principes essentiels :

- La section de la barre est constante sur toute sa longueur.
- Les barres sont très longues par rapport à leur rayon.
- Les barres ont un comportement élastique : l'amortissement du matériau est négligée
- Le rayon de la barre est faible devant la plus petite longueur d'onde des ondes créées par la perturbation : on néglige les effets d'inertie radiaux ce qui implique un état de contrainte uniaxial et uniforme dans toute section droite de la barre.
- La longueur de l'échantillon est petite devant la plus petite longueur d'onde de la perturbation : l'échantillon est ainsi supposé à chaque instant comme étant dans un état de contrainte et de déformation homogène.
- La célérité des ondes est constante et donc indépendante de la fréquence : la dispersion est négligée. Cette hypothèse est d'autant plus respectée que la correction de dispersion est faite au cours du dépouillement d'un essai.

En se basant sur ces hypothèses, les ondes qui se propagent dans la chaîne mécanique sont supposées unidimensionnelles et planes. De même que les quantités mécaniques, elles sont des fonctions du temps  $t$  et d'une seule variable d'espace (on choisira  $x$ ).

Avec la théorie de la propagation unidimensionnelle, la contrainte axiale, la déformation axiale, la vitesse particulaire et la célérité des ondes peuvent être mises en relation. Il est alors possible de déterminer les forces et les vitesses dans les barres : ce sera l'objet de cette section. Une fois ces grandeurs transportées aux interfaces barre/échantillon et étant donné qu'on a postulé un état homogène en contrainte et déformation au sein de l'échantillon, on pourra calculer son comportement moyen.

## Équations des ondes

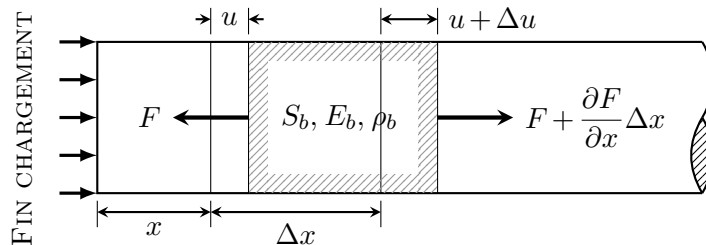


FIG. 3.9 Bilan de quantité de mouvement sur un élément de barre de longueur  $\Delta x$ .

L'équation d'équilibre d'un élément de barre  $\Delta x$  soumis à un effort  $F$  uniformément réparti sur sa section  $S_b$  (cf. figure 3.9) peut s'écrire :

$$\frac{\partial F}{\partial x} = \rho_b S_b \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (3.1.8)$$

où  $u$  est le déplacement de la section d'abscisse  $x$  et  $\rho_b$  est la densité du matériau constituant la barre. La barre ayant un comportement élastique et étant considérée comme un milieu unidimensionnel, le comportement s'écrit :

$$\sigma = \frac{F}{S_b} = E_b \varepsilon \quad (3.1.9)$$

où  $\sigma$  et  $\varepsilon$  représentent respectivement la contrainte et la déformation dans la direction  $x$  et  $E_b$  le module d'Young du matériau constituant la barre.

Si on tient compte de la relation cinématique dans l'hypothèse des petites perturbations :

$$\varepsilon = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (3.1.10)$$

En reportant les relations (3.1.9) et (3.1.10), on trouve l'équation d'onde de d'Alembert :

$$\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c_b^2 \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (3.1.11)$$

où  $c_b = \sqrt{\frac{E_b}{\rho_b}}$  est la célérité des ondes se propageant dans la barre.

La solution générale de l'équation (3.1.11) pour le déplacement a la forme suivante :

$$u(x, t) = f(x - c_b t) + g(x + c_b t) \quad (3.1.12)$$

Les fonctions  $f$  et  $g$  sont des fonctions continues d'une seule variable scalaire respectivement  $x - c_b t$  et  $x + c_b t$ .  $f$  décrit les ondes qui se propagent à la célérité  $c_b$  dans le sens des  $x$  positifs et  $g$  décrit les ondes se propageant à la même célérité dans le sens opposé, i.e. vers les  $x$  négatifs. S'il y a une perturbation impulsionnelle au point d'abscisse  $x$ , deux fronts d'onde vont se propager avec la même célérité à partir du point d'abscisse  $x$  dans les deux sens de l'axe  $O_x$ .

### Contrainte, vitesse et déformation

Les relations entre contrainte, déformation et vitesse particulière sont un cas particulier des équations de saut établies pour les ondes se propageant dans un matériau.

Prenons le cas de l'onde se propageant dans le cas des  $x$  positifs,  $u(x, t) = f(x - c_b t)$ . A partir du déplacement  $u(x, t)$ , on peut calculer la déformation  $\varepsilon(x, t)$ , la vitesse particulière  $v(x, t)$  et la contrainte  $\sigma(x, t)$  de chacun des points de la barre qui étaient au repos avant le choc. Ses dérivées par rapport au temps et à l'espace sont :

$$\begin{aligned} \varepsilon &= \frac{\partial u}{\partial x} = f'(x - c_b t) \\ v &= \frac{\partial u}{\partial t} = -c_b f'(x - c_b t) \end{aligned} \quad (3.1.13)$$

Pour une onde se propageant dans le sens des  $x$  positifs on a :

$$v = -c_b \varepsilon \quad \text{et} \quad \sigma = -\rho_b c_b v \quad (\text{car } E_b = \rho_b c_b^2) \quad (3.1.14)$$

Les fonctions  $f$  et  $g$  sont des fonctions continues mais on ne sait rien en ce qui concerne leur dérivabilité. S'il y a d'éventuelles discontinuités de contraintes ou de vitesses à prendre en compte, des relations de saut doivent être utilisées.

$$\Delta v = \pm c_b \Delta \varepsilon \quad (3.1.15)$$

$$\Delta \sigma = \pm \rho_b c_b \Delta v = \pm \rho_b c_b^2 \Delta \varepsilon \quad (3.1.16)$$

### 3.1.5.ii Création et propagation des ondes

La création et la propagation des ondes de contrainte dans le dispositif expérimental conditionnent le chargement appliquée à l'échantillon. Il est donc utile de donner des éléments précis sur ces deux phénomènes.

#### Création des ondes - l'ébranlement

L'ébranlement est l'onde initiale se propageant dans la barre entrante. Elle est créée par la projection à vitesse donnée de l'impacteur sur la barre. Les phénomènes de propagation qui se produisent alors sont schématisés sur la figure 3.10.

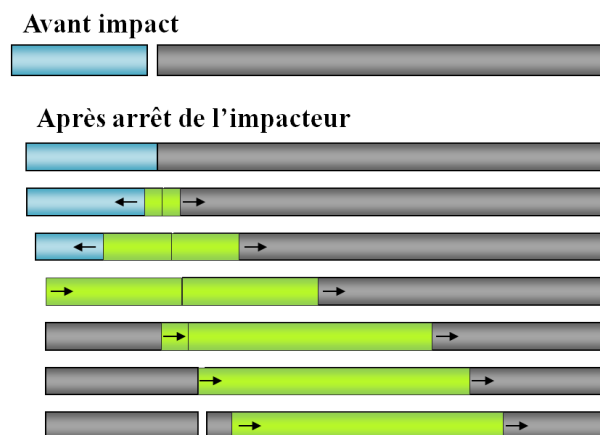


FIG. 3.10 Schéma représentatif de la création de l'ébranlement. La partie verte correspond à l'onde créée par l'impact. Les zones grises sont les zones sans vitesse. A l'état initial, l'impacteur est animé d'une certaine vitesse  $V$ .

Au moment de l'impact, deux ondes de compression sont créées : l'une se propage dans la barre entrante vers l'échantillon et l'autre se propage dans le sens opposé et remonte dans l'impacteur. L'impacteur ayant une longueur inférieure à celle de la barre, le front d'onde atteint son extrémité amont libre en premier. A cet instant, l'impacteur tout entier est dans un état de compression. Au niveau de cette face libre, l'onde est totalement réfléchie en une onde de détente. Elle parcourt l'impacteur dans le sens opposé en direction de la barre entrante, annulant au fur et à mesure la contrainte dans l'impacteur. Arrivée en bout d'impacteur, l'onde est totalement transmise à la barre entrante. L'impacteur se retrouve dans un état de contrainte nulle et sans vitesse. Il est détaché du reste de la chaîne mécanique. L'onde de détente continue à se propager dans la barre entrante.

L'ébranlement créé par le choc est donc un créneau constitué d'un front montant (correspondant au choc) qui monte jusqu'à atteindre l'amplitude correspondant à l'impact. Cette amplitude est maintenue pendant que l'onde effectue un aller-retour dans l'impacteur. Enfin, le front descendant correspond au passage de l'onde de détente à l'interface impacteur/barre. La durée de ce créneau  $t_I$  correspond au laps de temps nécessaire à l'onde pour effectuer un aller-retour dans l'impacteur :

$$t_I = \frac{2L_{imp}}{c_{imp}} \quad (3.1.17)$$

où  $L_{imp}$  est la longueur de l'impacteur et  $c_{imp}$  la célérité des ondes dans l'impacteur.

### La propagation de l'ébranlement

On introduit les notions d'impédance acoustique  $Z_{ac}$  d'un milieu et d'impédance mécanique  $Z_m$ . L'impédance acoustique d'un milieu pour une onde caractérise la résistance du milieu au passage de ladite onde. Elle est définie par le rapport entre la pression acoustique  $p(x,t)$  et la vitesse particulaire  $v(x,t)$  au sein du milieu (c'est une grandeur intensive). Dans le cas d'une onde plane, l'impédance acoustique a pour expression :

$$Z_{ac} = \frac{p(x,t)}{v(x,t)} = \rho c = \sqrt{E\rho} \quad (3.1.18)$$

où  $\rho$ ,  $c$  et  $E$  sont respectivement la densité, la célérité de l'onde acoustique et le module d'élasticité du matériau. Pour l'étude des barres d'Hopkinson, on s'intéresse plutôt à l'impédance mécanique des éléments du banc. Cette grandeur est définie à partir de l'impédance acoustique en introduisant l'aire de la section de l'élément, qui est une grandeur extensive. Ainsi, l'impédance mécanique a pour expression (pour une onde plane se propageant dans l'élément) :

$$Z_m = SZ_{ac} = \frac{Sp(x,t)}{v(x,t)} = S\rho c = S\sqrt{E\rho} \quad (3.1.19)$$

où  $S$  est l'aire de la section. Par la suite on utilise seulement le terme d'impédance pour parler de la notion d'impédance mécanique. On notera  $Z$  l'impédance des éléments considérés.

Le diagramme de Lagrange donné sur la figure 3.11, qui représente la propagation des ondes dans un plan (espace, temps), permet de schématiser le parcours des ondes dans la chaîne mécanique. Après l'impact, le premier front se propage dans la barre entrante imposant à la barre un état de contrainte et une vitesse non nuls. Le second front d'onde (qui était parti dans l'impacteur), après avoir passé l'interface impacteur/barre se propage dans la barre. Il transforme alors l'état de compression créé lors du passage du premier front d'onde dans un état de contrainte et de vitesse nuls. Le laps de temps entre les deux fronts d'onde est donné par la relation (3.1.17).

L'amplitude de l'ébranlement  $\varepsilon_I$  dépend de la vitesse de l'impacteur et a pour valeur<sup>1</sup> (pour un impacteur et une barre constitués du même matériau<sup>2</sup> mais ayant des sections différentes) :

$$\varepsilon_I = \frac{R_{imp}^2}{R_{imp}^2 + R_b^2} \frac{V_{imp}}{c_b} \quad (3.1.20)$$

où  $R_{imp}$  est le rayon de l'impacteur. Dans le cas où la barre entrante et l'impacteur ont même diamètre, la relation se simplifie :

$$\varepsilon_I = \frac{V_{imp}}{2c_{imp}} \quad (3.1.21)$$

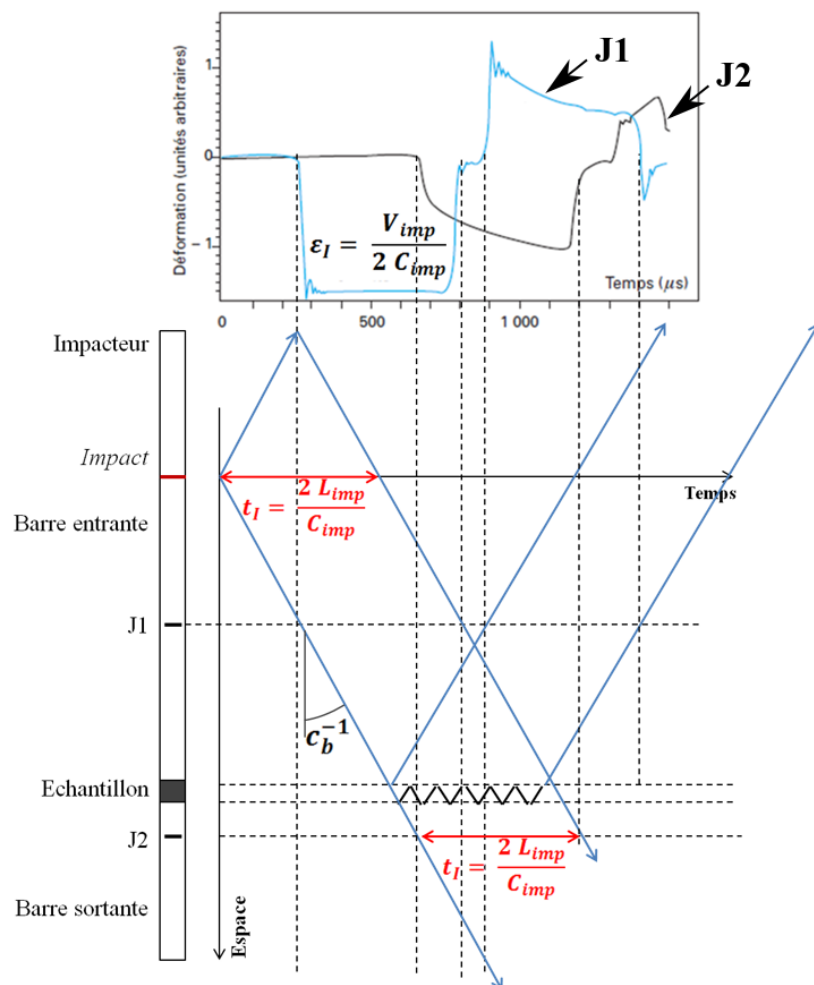


FIG. 3.11 Parcours des ondes dans les barres représenté dans un diagramme Espace-Temps (diagramme de Lagrange). Les signaux représentés en haut de la figure sont des signaux obtenus sur les deux jauges pour un essai sur de l'aluminium (tiré de [Gary, 2002]). L'impacteur et la barre ont même diamètre et sont constitués du même matériau.

1. Après l'impact, la force incidente  $F_e$  dans la barre entrante vérifie  $F_e = Z_b V_e = Z_{imp} (V_{imp} - V_e)$ , soit  $F_e = \frac{Z_b Z_{imp}}{Z_b + Z_{imp}} V_{imp}$ . En divisant successivement par l'aire de la section de la barre puis par son module d'Young, on aboutit à la relation 3.1.20

2. c'est très souvent le cas

Sur le diagramme de Lagrange de la figure 3.11, sont représentées la création de l'ébranlement (aller-retour du front d'onde dans l'impacteur) et la propagation des deux fronts d'onde dans les barres. La propagation des fronts d'onde est représentée dans le diagramme espace-temps par des droites linéaires caractéristiques de pente  $\pm c_b^{-1}$ . Au passage des fronts d'onde au travers des jauges de déformation, des signaux comme ceux présentés en haut de la figure 3.11 sont mesurés.

Le premier front d'onde passe tout d'abord par la première jauge J1 (l'onde incidente  $\varepsilon_I$  est mesurée) puis continue de se propager jusqu'à atteindre l'interface barre/échantillon. À cette interface, du fait de la différence d'impédance entre les deux matériaux, un phénomène de réflexion/transmission se produit : une partie de l'onde est transmise à travers l'échantillon dans la barre sortante et une autre partie est réfléchi dans la barre. Le premier front d'onde dans la barre sortante est ensuite détecté par la seconde jauge J2 déclenchant l'enregistrement de l'onde transmise  $\varepsilon_T$ . Le front d'onde réfléchi est détecté par la jauge J1 qui mesure alors l'onde réfléchi  $\varepsilon_R$ . Le second front d'onde se propage dans la barre avec un retard de  $t_{inc}$ . Il est détecté par la jauge J1 et ramène l'amplitude du signal  $\varepsilon_I$  à 0. Il atteint ensuite l'interface barre échantillon et subit un phénomène de réflexion/transmission comme le premier front. Il y a alors un front transmis dans la barre sortante à travers l'échantillon et un autre réfléchi dans la barre. Le second front d'onde transmis est détecté par la jauge et ramène l'amplitude du signal  $\varepsilon_T$  à 0. De même le second front réfléchi dans la barre sortante est détecté par la jauge J1 et l'amplitude du signal  $\varepsilon_R$  est ramenée à 0. Pendant la durée de l'ébranlement  $t_{inc}$ , il y a plusieurs allers-retours des ondes étant donné sa longueur réduite.

Sur la figure 3.11, on remarque que les ondes incidente et réfléchi ne se superposent pas puisque le second front d'onde a dépassé la jauge J1 quand le premier front d'onde réfléchi est détecté. On remarque de même que les trois ondes ont la même durée qui est celle de l'ébranlement  $t_{inc}$ . L'amplitude de l'onde incidente  $\varepsilon_I$  est la même (car la dispersion est négligée) que celle de l'ébranlement. Les amplitudes des ondes transmise et réfléchi vérifient la relation (3.1.22) à l'équilibre (et pour des barres de même diamètre et constituées du même matériau) :

$$\varepsilon_T = \varepsilon_I + \varepsilon_R. \quad (3.1.22)$$

Grâce à la forme du déplacement donné par l'équation (3.1.12), on peut déterminer les relations de propagations. Considérons l'onde qui se déplace dans le sens des  $x$  positifs (variable  $x - c_b t$ ) à la vitesse  $c_b$  et la figure 3.12.

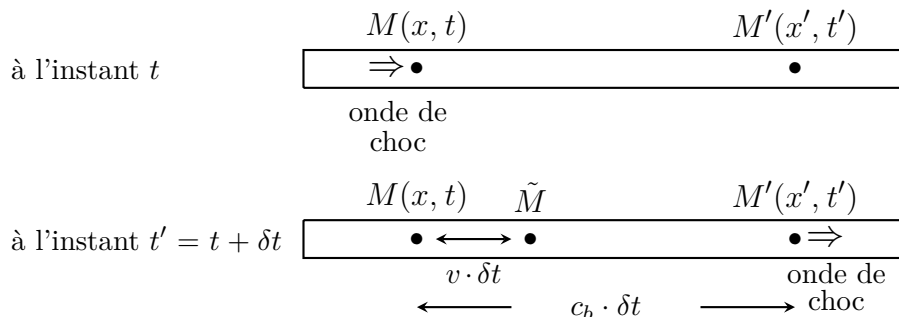


FIG. 3.12 Propagation d'une onde entre deux points d'une barre

À l'instant  $t$ , l'onde de variable  $x - c_b t$  se trouve au point  $M$  d'abscisse  $x$  puis à l'instant  $t' = t + \delta t$  elle se trouve au point  $M'$  d'abscisse  $x'$  qui se situe à la distance  $c_b \delta t$  du point  $M$ . La variable  $x - c_b t$  signifie que la valeur du déplacement  $u$  au point  $x$  et au temps  $t$  est la même que celle à la position  $x'$  et au temps  $t'$  tel que  $x - c_b t = x' - c_b t'$  ou  $x - x' = c_b(t - t')$ . La valeur de  $u$  et de toutes les autres grandeurs mécaniques vérifient alors :

$$\begin{aligned} u(x', t') &= u(x, t' - \delta t) \quad \text{avec } \delta t = (x' - x)/c_b \\ \Leftrightarrow u(x, t) &= u(x', t + \delta t) \end{aligned} \quad (3.1.23)$$

Ainsi, la valeur de  $u$  est observée à une distance  $(x - x')$  après un délai  $(x - x')/c_b$ . La valeur de  $u$  en  $M$  fournit des informations sur la valeur de  $u$  au point  $M'$  (futur). De même, la valeur de  $u$  en  $M'$  fournit des informations sur la valeur de  $u$  au point  $M$  (passé). Les relations (3.1.23) définissent la propagation d'un signal dans une direction à la vitesse  $c_b$ .

Entre les deux instants  $t$  et  $t + \delta t$ , le point  $M$  se déplace au point  $\tilde{M}$  à la vitesse  $v$ . Le point  $\tilde{M}$  se situe à une distance  $v \delta t$  du point  $M$ . Entre les deux fronts d'onde, la matière a une vitesse particulière de  $v$ .

Les relations de discontinuités de contrainte et de vitesse (3.1.16) et (3.1.15) de même que les relations de propagation (3.1.23) sont à la base des mesures réalisées aux barres d'Hopkinson.

Dans cette section et la précédente, nous avons présenté le principe de l'essai aux barres d'Hopkinson, la théorie à la base des mesures réalisées et nous avons vu comment les ondes se créent et se propagent dans la chaîne mécanique. Dans la section suivante nous nous concentrons sur l'échantillon et notamment sur les phénomènes de propagation qui ont lieu en son sein. Nous expliquons ensuite comment déterminer son comportement moyen à partir des forces et vitesses mesurées dans les barres.

## 3.2 Comportement moyen d'un échantillon élastique

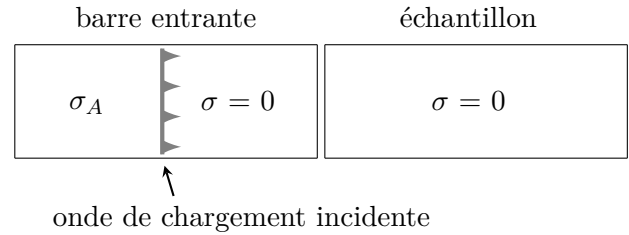
Quand le front d'onde qui parcourt la barre entrante atteint l'échantillon, des phénomènes de réflexion/transmission se produisent. Ces phénomènes régissent la réponse mécanique initiale de l'échantillon au chargement appliqué. Plusieurs réflexions vont s'opérer au sein de l'échantillon avant que celui-ci se retrouve dans un état de contrainte et de déformation homogène ([Bertholf and Karnes, 1975]). Cet état homogène doit être atteint afin d'appliquer les formules établies pour les essais aux barres d'Hopkinson. La qualité ainsi que la durée de cette étape d'homogénéisation dépendra des caractéristiques mécaniques des barres et de l'échantillon.

### 3.2.1 Les ondes au sein de l'échantillon

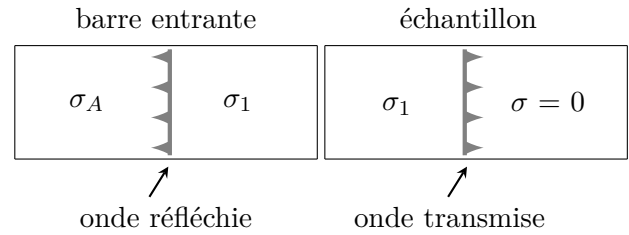
Supposons que l'échantillon ait un comportement élastique. L'évolution de la contrainte axiale se fait en plusieurs étapes qui sont décrites ci-dessous. On suppose que l'amplitude de l'onde de chargement incidente est  $\sigma_A$ . Les valeurs des contraintes que l'on indique sur les figures par la suite ne sont pas les amplitudes des ondes mais les valeurs des contraintes dans les zones considérées.



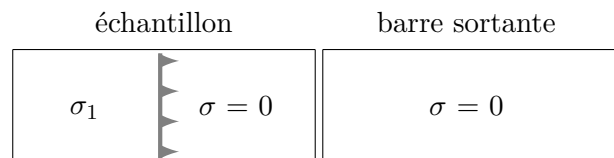
**Première étape :** L'onde initiée dans la barre incidente par le choc de l'impacteur n'a pas encore atteint l'interface barre entrante/échantillon. La contrainte en aval de l'onde et dans l'échantillon est nulle.



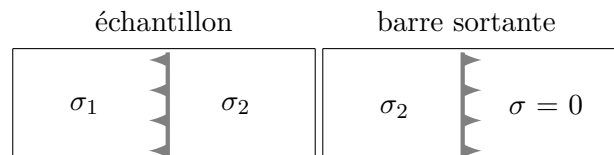
**Seconde étape :** L'onde de chargement qui s'est propagée dans la barre entrante atteint l'interface barre/échantillon. Du fait de la différence d'impédance entre les deux éléments, un phénomène de réflexion-transmission se produit et modifie les amplitudes des ondes. Une partie de l'onde de chargement est réfléchiée dans la barre entrante et une partie est transmise dans l'échantillon. L'onde transmise a une amplitude  $\sigma_1$  et l'onde réfléchiée a une amplitude  $(\sigma_1 - \sigma_A)$ . La contrainte au sein de l'échantillon en aval de l'onde est toujours nulle. Dans la barre entrante, la contrainte en aval de l'onde réfléchiée (dans les sens de propagation) est toujours  $\sigma_A$ .



**Troisième étape :** L'onde de chargement traverse l'échantillon et atteint l'interface échantillon/barre sortante. Apparaissent alors une onde réfléchiée dans l'échantillon d'amplitude  $(\sigma_2 - \sigma_1)$  et une onde transmise dans la barre sortante d'amplitude  $\sigma_2$ .



puis



Aux interfaces barres/échantillon, plusieurs phénomènes de réflexion/transmission se produisent au cours de l'essai. Après un certain temps, l'état de contrainte au sein de l'échantillon atteint un état de contrainte axial homogène  $\sigma_h$ . Si l'échantillon a un comportement élastique, alors  $\sigma_h = \sigma_A$ . L'état de contrainte homogène pourra être atteint dans tout l'échantillon à la condition que le temps d'homogénéisation soit faible devant la durée de l'ébranlement. L'état de contrainte homogène sera alors atteint d'autant plus vite que la différence d'impédances entre

les barres et l'échantillon est faible car moins de processus de réflexion/transmission seront nécessaires.

Le raisonnement ci-dessus peut s'appliquer au passage de l'onde de détente. Les mêmes phénomènes se produiront. La décharge de l'échantillon, tout comme sa charge ne se font pas instantanément.

Dans l'échantillon supposé élastique et les barres, plusieurs ondes se propagent impliquant ainsi une discontinuité de contraintes axiales. La propagation de ces ondes peut être observée dans un diagramme de Lagrange. On peut alors représenter les phénomènes de réflexions/transmissions comme sur le graphe tracé en figure 3.13.

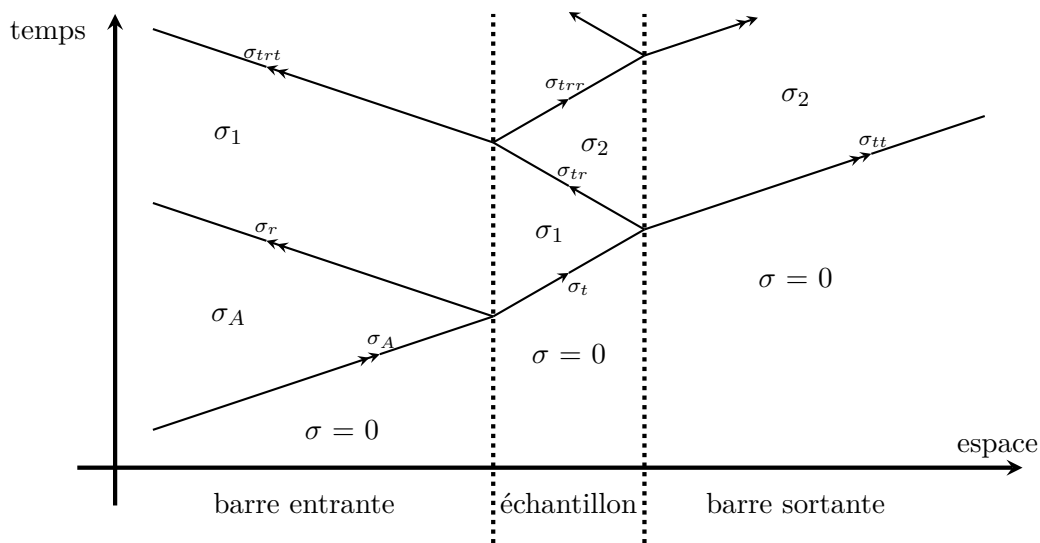


FIG. 3.13 Succession des phénomènes de réflexions/transmissions se produisant aux interfaces barres/échantillon. Les contraintes écrites aux niveaux des flèches correspondent aux sauts de contraintes aux passages des ondes. Les indices indiquent le nombre de processus de réflexions/transmission qui ont eu lieu. Les contraintes écrites entre les différents trajets des ondes sont les valeurs de contraintes axiales qui règnent dans les éléments de la chaîne mécanique avant (sous l'onde) et après (au-dessus de l'onde) le passage des ondes (inspiré de [Semblat, 1995]).

Au sein de l'échantillon, la contrainte uniaxiale augmente par paliers à chaque phénomène de réflexion/transmission passant de  $\sigma = 0$  à  $\sigma_1$ , puis  $\sigma_2$  et ainsi de suite jusqu'à atteindre la valeur uniforme  $\sigma_h = \sigma_A$ . L'amplitude de chacun des paliers est proportionnelle au rapport d'impédances échantillon/barres. Aussi, l'amplitude de contrainte uniaxiale au sein de l'échantillon augmentera plus rapidement si les impédances sont proches et le temps d'homogénéisation en sera d'autant plus court. La longueur des paliers dépend quant à elle de la célérité des ondes dans l'échantillon.

Les mesures des déformations réalisées sur les barres permettent de distinguer les ondes incidentes et réfléchi. Dans le cas où l'échantillon est élastique, l'allure des ondes incidente, réfléchi et transmise peuvent être représentées comme sur la figure 3.14.

Il est possible de diminuer le temps d'homogénéisation en augmentant le temps de montée du chargement. C'est l'une des raisons poussant à l'utilisation de "pulse shaper" permettant d'adoucir la pente du chargement.

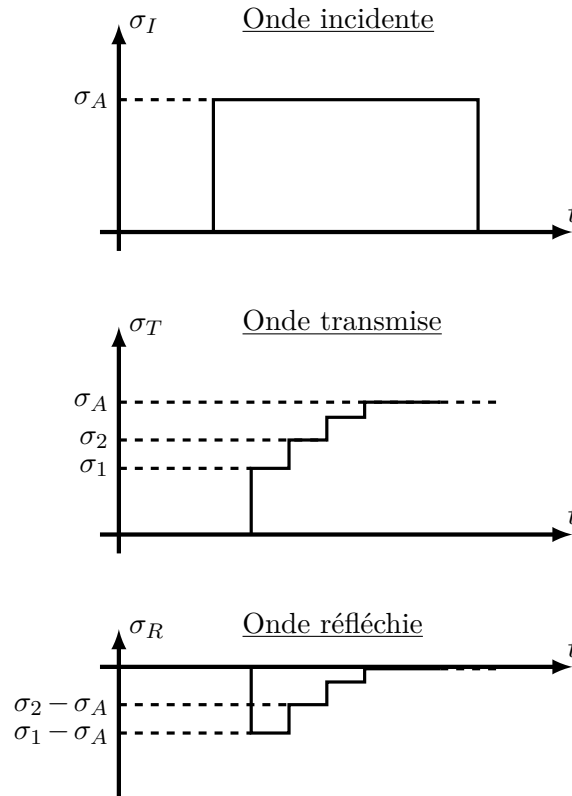


FIG. 3.14 Schéma représentatif de l'évolution des contraintes dues aux ondes incidente, réfléchie et transmise

### 3.2.2 Du régime transitoire au régime homogène

De manière générale, l'homogénéité de contrainte et de la déformation de l'échantillon n'est pas atteinte en début d'essai. Celles-ci s'homogénéisent au cours du chargement sur toute la longueur de l'échantillon. Il existe donc deux phases d'essai : une phase transitoire et une phase homogène.

#### Phase transitoire

Il s'agit de la phase où les phénomènes de propagation d'onde sont très largement prépondérants. Cette phase a une durée plus ou moins longue. Dans cette phase, les contraintes et déformations en tout point de l'échantillon ne sont pas égales. Des ondes de contraintes se propagent à travers l'échantillon et celui-ci n'a pas un comportement homogène. Par conséquent, durant cette phase, il est impossible de raisonner sur l'ensemble de l'échantillon pour déterminer son comportement. La force entrante est plus élevée que la force sortante (voir figure 3.15).

#### Phase homogène

Cette phase suit la phase transitoire. Dans cette seconde étape, l'échantillon est dans un état de contrainte et de déformation homogène et il est possible de déterminer son comportement directement sans prendre en compte les phénomènes de propagation d'onde. Cette seconde phase peut être vue comme un essai de compression classique qui se ferait à

grande vitesse de déformation. Il est équivalent à un essai quasi-statique rapide. Sur la figure 3.15, les forces entrante et sortante sont à l'équilibre.

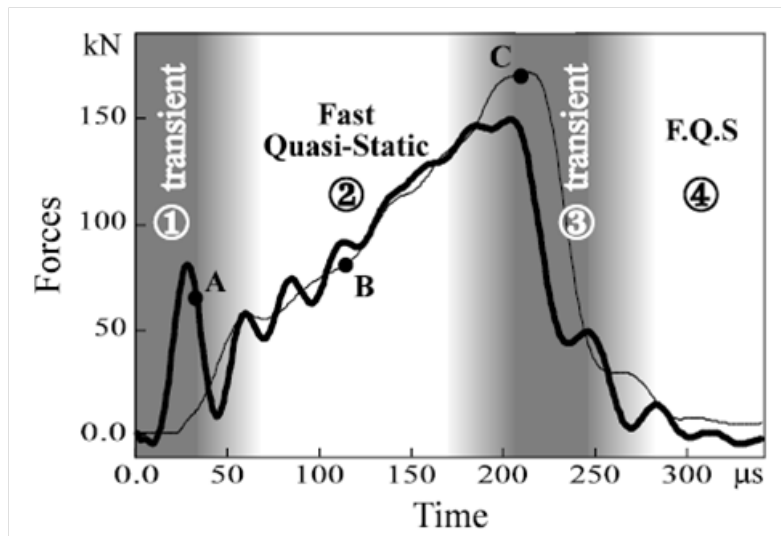


FIG. 3.15 Courbes d'évolution des forces aux extrémités de l'échantillon en fonction du temps : en trait gras au niveau de la face entrante et en trait fin au niveau de la face sortante. Les courbes montrent deux phases de chargement (respectivement de décharge) (tiré de [Semblat et al., 1999]).

On peut décrire les courbes de la figure 3.15 en considérant des points particuliers :

- Au niveau du point A, la force entrante est positive et la force sortante est nulle. L'échantillon est chargé en amont alors que l'onde de chargement n'a pas encore atteint sa face aval. Les forces dans l'échantillon ne sont pas à l'équilibre.
- Au point B, les forces aux deux extrémités de l'échantillon sont égales. L'échantillon est à l'équilibre. La contrainte axiale que l'on calcule avec ces forces est très proche de la contrainte axiale réelle qui règne dans tout l'échantillon.
- Au niveau du point C, la force sortante est plus élevée que la force entrante. Cette dernière commence à décroître alors que l'onde de décharge n'a pas encore atteint la face en aval de l'échantillon. Il n'y a pas équilibre des forces de décharge dans l'échantillon.

Après la phase transitoire, les forces aux extrémités de l'échantillon sont égales. Durant cette phase d'homogénéité de l'état de contrainte, la détermination du comportement de l'échantillon est possible. Pour ce faire, il est nécessaire de contrôler l'homogénéité de l'échantillon.

### 3.2.3 Homogénéité de l'échantillon

La détermination du comportement de l'échantillon à partir des déformations mesurées sur un banc de compression aux barres d'Hopkinson nécessite de contrôler l'homogénéité de l'état de contrainte et de déformation de l'échantillon.

#### Point de vue théorique

Pour contrôler l'homogénéité de la contrainte et de la déformation au sein d'un échantillon testé aux barres d'Hopkinson, Davies et Hunter ont proposé une relation

[Davies and Hunter, 1963]. Celle-ci impose une condition sur la valeur de la pente  $\frac{d\sigma}{d\varepsilon}$  de la courbe d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation :

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} > \frac{\pi^2 \rho_e L_e^2}{t_I^2} \quad (3.2.1)$$

où  $L_e$  est la longueur de l'échantillon et  $\rho_e$  sa masse volumique. On rappelle que  $t_I$  est la durée de l'ébranlement.

Pour que l'homogénéité de l'état de contrainte au sein de l'échantillon soit jugée satisfaisante, la pente de la courbe contrainte-déformation doit vérifier a posteriori l'inégalité (3.2.1). On remarque que cette inégalité est d'autant plus respectée que la durée de l'ébranlement est grande et la longueur de l'échantillon petite.

### Point de vue expérimental

Les mesures réalisées au niveau des ponts de jauges permettent de déterminer entre autres, les forces et les déplacements (ou vitesses particulières) aux interfaces barres/échantillon à tout instant. Il est possible de contrôler expérimentalement l'homogénéité de la contrainte et de la déformation axiales au sein de l'échantillon grâce aux forces calculées à partir des mesures des jauges. L'équilibre des forces entrante et sortante (aux deux extrémités de l'échantillon) assure l'homogénéité de la contrainte axiale dans l'ensemble de l'échantillon. Par la suite, ce critère sera utilisé dans le cadre des essais réalisés afin d'apprécier l'homogénéité de la contrainte axiale dans l'échantillon.

Il peut arriver que l'équilibre des forces ne s'accompagne pas d'une égalité des vitesses particulières correspondantes. Dans ce cas, la contrainte au sein de l'échantillon est homogène mais la vitesse de déformation quant à elle n'est pas constante. L'essai est alors quasi-statique rapide à vitesse de déformation variable.

#### 3.2.4 Déterminer le comportement moyen de l'échantillon

La détermination du comportement moyen de l'échantillon (quand celui-ci est dans un état de contrainte homogène), nécessite d'exprimer les grandeurs mécaniques qui lui sont liées en fonction des grandeurs mesurées dans les barres. Dans la suite, les indices  $e$  et  $s$  utilisés pour les forces, déplacements et vitesses particulières font référence aux interfaces entrante ( $e$ ) et sortante ( $s$ ). Les indices  $I$ ,  $R$  et  $T$  font références aux ondes incidente ( $I$ ), réfléchi ( $R$ ) et transmises ( $T$ ). La figure 3.16 introduit les notations utilisées et les paramètres associés aux ondes.

#### Grandeurs mesurées dans les barres

La théorie de la propagation présentée en section 3.1.5.i exprimée en fonction des déformations dans les barres (transportées aux interfaces barres/échantillon et corrigées) permet d'obtenir les forces, déplacements et vitesses particulières aux extrémités des barres.

Soit  $U_e$  et  $U_s$  les déplacements au niveau des interfaces entrante et sortante,  $F_e$  et  $F_s$  les forces et  $V_e$  et  $V_s$  les vitesses particulières correspondantes (cf. figure 3.16). Si on tient compte

de la relation (3.1.15), les vitesses particulières des deux côtés de l'échantillon sont :

$$V_e(t) = -c_b [\varepsilon_I(t) - \varepsilon_R(t)] \quad (3.2.2)$$

$$V_s(t) = -c_b \varepsilon_T(t) \quad (3.2.3)$$

En intégrant les équations (3.2.2) et (3.2.3), on calcule les déplacements de part et d'autre de l'échantillon :

$$U_e(t) = -c_b \int_0^t [\varepsilon_I(\tau) - \varepsilon_R(\tau)] d\tau \quad (3.2.4)$$

$$U_s(t) = -c_b \int_0^t \varepsilon_T(\tau) d\tau \quad (3.2.5)$$

Les forces entrante et sortante (contrainte appliquée sur une surface) peuvent également être calculées à partir de la relation (3.1.16)

$$F_e(t) = E_b S_b [\varepsilon_I(t) + \varepsilon_R(t)] \quad (3.2.6)$$

$$F_s(t) = E_b S_b \varepsilon_T(t) \quad (3.2.7)$$

où  $E_b$  est le module d'Young des barres.

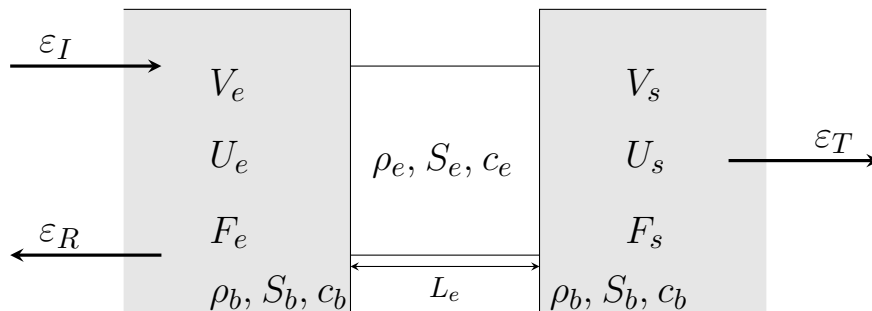


FIG. 3.16 Paramètres associés aux ondes et notations utilisées pour le calcul élastique. L'indice  $b$  est lié aux barres et l'indice  $e$  à l'échantillon.  $\rho$ ,  $S$  et  $c$  sont respectivement la masse volumique, la section et la célérité des ondes du milieu considéré.  $\varepsilon_I$ ,  $\varepsilon_R$  et  $\varepsilon_T$  correspondent respectivement aux amplitudes des ondes incidente, réfléchi et transmise.  $L_e$  est la longueur de l'échantillon.

On a considéré ici des barres de même diamètre et constituées du même matériau. Si les barres sont différentes en terme de diamètre et de matériau, des formules analogues peuvent être déterminées en considérant les paramètres géométriques et les propriétés élastiques propres à chaque barre.

### Contrainte et déformation axiale au sein de l'échantillon

À partir des relations ci-dessus déterminées pour les forces, vitesses et déplacements aux interfaces barres/échantillon, il est possible de déterminer le comportement de l'échantillon.

La déformation axiale nominale  $\varepsilon_{nom}^{ax}$  dans l'échantillon s'obtient de la façon suivante :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{nom}^{ax}(t) &= \frac{\Delta u}{L_e} = \frac{U_s(t) - U_e(t)}{L_e} = \frac{1}{L_e} \int_0^t \Delta v(\tau) d\tau \\ \varepsilon_{nom}^{ax}(t) &= \frac{1}{L_e} \int_0^t (V_s(\tau) - V_e(\tau)) d\tau = -\frac{c_b}{L_e} \int_0^t (\varepsilon_s(t) - \varepsilon_e(t)) d\tau\end{aligned}\quad (3.2.8)$$

avec  $\varepsilon_s(\tau) = \varepsilon_T(\tau)$  et  $\varepsilon_e(\tau) = \varepsilon_I(\tau) - \varepsilon_R(\tau)$ . Finalement, la déformation axiale nominale a pour expression :

$$\varepsilon_{nom}^{ax}(t) = -\frac{c_b}{L_e} \int_0^t (\varepsilon_T(\tau) + \varepsilon_R(\tau) - \varepsilon_I(\tau)) d\tau \quad (3.2.9)$$

La vitesse de déformation nominale  $\dot{\varepsilon}_{nom}^{ax}$  s'obtient directement à partir des vitesses mesurées aux extrémités des barres :

$$\dot{\varepsilon}_{nom}^{ax} = \frac{\Delta v}{L_e} = \frac{V_s(t) - V_e(t)}{L_e} \quad (3.2.10)$$

ce qui donne en fonction des ondes,

$$\dot{\varepsilon}_{nom}^{ax}(t) = -\frac{c_b}{L_e} (\varepsilon_T(t) + \varepsilon_R(t) - \varepsilon_I(t)) \quad (3.2.11)$$

À partir des forces mesurées et transportées aux interfaces barres/échantillon, il est possible de définir directement la contrainte axiale nominale  $\sigma_{nom}^{ax}$  au sein de l'échantillon en faisant la moyenne des forces aux extrémités :

$$\sigma_{nom}^{ax}(t) = \frac{F_e(t) + F_s(t)}{2S_e} \quad (3.2.12)$$

ce qui donne pour des barres de même diamètre et même impédance :

$$\sigma_{nom}^{ax}(t) = \frac{S_b E_b}{2S_e} (\varepsilon_I(t) + \varepsilon_R(t) + \varepsilon_T(t)) \quad (3.2.13)$$

Les expressions précédentes ont été établies par un calcul complet à partir des trois ondes  $\varepsilon_I$ ,  $\varepsilon_R$  et  $\varepsilon_T$ . S'il y a équilibre dans l'échantillon, i.e.  $F_e = F_s$ , les relations permettant de calculer la contrainte et la déformation dans l'échantillon en fonction des déformations mesurées sur les barres se simplifient. À l'équilibre, pour des barres de même diamètre et même impédance, les déformations entrante et sortante sont égales i.e.  $\varepsilon_I(t) + \varepsilon_R(t) = \varepsilon_T(t)$ .

Cette approche simplifiée permet alors d'écrire :

$$\dot{\varepsilon}_{nom}^{ax}(t) = -\frac{2c_b}{L_e} \varepsilon_R(t) \quad (3.2.14)$$

$$\varepsilon_{nom}^{ax}(t) = -\frac{2c_b}{L_e} \int_0^t \varepsilon_R(\tau) d\tau \quad (3.2.15)$$

$$\sigma_{nom}^{ax}(t) = \frac{S_b E_b}{S_e} \varepsilon_T(t) \quad (3.2.16)$$

On remarque alors qu'à l'équilibre :

- la contrainte axiale nominale au sein de l'échantillon est proportionnelle à la déformation transmise  $\varepsilon_T$  dans la barre sortante. L'onde transmise est moins oscillante du fait

de l'amortissement de l'échantillon ce qui permet une détermination plus précise de la contrainte.

- la vitesse de déformation nominale est proportionnelle à la déformation réfléchie  $\varepsilon_R$  dans la barre entrante.

Les relations (3.2.9), (3.2.11) et (3.2.13) montrent que le rapport d'impédances conditionne la qualité des mesures réalisées sur les barres. C'est le problème d'adaptation d'impédance. Si l'impédance des barres est très grande devant celle de l'échantillon, les grandeurs mécaniques sont calculées en comparant des quantités très faibles :  $\varepsilon_I + \varepsilon_R$  d'une part et  $\varepsilon_T$  d'autre part. Dans ce cas,  $|\varepsilon_I|$  et  $|\varepsilon_R|$  sont très proches. La fiabilité des mesures est compromise si le rapport d'impédance barres/échantillon est très grand.

### 3.2.5 Conclusion et limites de l'essai

Dans cette section, nous avons présenté les essais de compression aux barres d'Hopkinson et nous avons développé les aspects théoriques de ces essais sur des matériaux élastiques. Nous avons alors montré que :

- La durée de chargement de l'échantillon dépend de la longueur de l'impacteur et l'amplitude du chargement dépend de sa vitesse.
- La contrainte axiale au sein de l'échantillon peut être considérée comme homogène, cependant elle met un certain temps à s'homogénéiser. Ce laps de temps est d'autant plus court que les impédances des barres et de l'échantillon sont proches.

Les essais aux barres d'Hopkinson sont particulièrement intéressants pour l'étude des matériaux sollicités à de grandes vitesses de déformation puisque une fois l'état d'homogénéité de contrainte atteint, les essais peuvent être traités comme des essais quasi-statiques rapides. Dans ce cas, le comportement moyen de l'échantillon peut être calculé à partir de seulement quatre mesures réalisées aux barres : force entrante  $F_e$ , force sortante  $F_s$ , vitesse entrante  $V_e$  et vitesse sortante  $V_s$ . Il n'y a aucune autre mesure faite sur les barres. Les autres résultats sont issus des divers post-traitements.

Les essais aux barres d'Hopkinson soulèvent de nombreux défis qui sont bien connus et qui sont résumés ci-dessous [Gary, 2002, Gary, 2014b] :

#### Concernant les mesures réalisées sur les barres :

- Analyse du transport des ondes : les formules introduites dans la section 3.2 sont seulement valables pour des grandeurs mécaniques associées aux ondes aux interfaces barres/échantillon où aucune mesure n'est faite. Il faut donc réaliser le transport des ondes de manière précise.
- Durée de validité du test limitée : les formules établies ci-avant ne sont valides que durant un temps maximum d'observation qui dépend de la longueur de la barre entrante. Le temps de mesure sur un dispositif aux barres d'Hopkinson classique est en effet limité à [Kolsky, 1964] :

$$\Delta T \leq \frac{L_b^{\text{entrante}}}{c_b} \quad (3.2.17)$$



où  $L_b^{entrante}$  est la longueur de la barre entrante et  $c_b$  la célérité des ondes dans la barre. La déformation maximale que l'on peut mesurer est donc égale à  $\varepsilon_{max} = \Delta T \dot{\varepsilon}_m$ , où  $\dot{\varepsilon}_m$  est la vitesse de déformation moyenne.

- Effets tridimensionnels : pour les barres, une analyse purement unidimensionnelle est réalisée. Il est nécessaire de traiter avec précaution les effets 3D tels que le poinçonnement des barres et la dispersion.
- Caractère élastique des ondes : afin de respecter cette hypothèse, la vitesse ne peut excéder la valeur  $V_{imp}^{max}$  donnée par la relation suivante [Zhao, 1992] :

$$V_{imp}^{max} \leq \frac{2\sigma_y}{\rho_b c_b} \quad (3.2.18)$$

où  $\sigma_y$  est la contrainte seuil des barres.

- Adaptation des forces - mesure de la force entrante : Pour des essais menés sur des métaux, les forces sortante et entrante sont souvent égales. Mais ce n'est pas le cas pour tous les matériaux. Du côté de la barre sortante, l'onde est amortie par l'échantillon. Il y a donc moins d'oscillations au niveau de l'onde transmise. La formule (3.2.7) montre que si la déformation est suffisante, la mesure de la force sortante est précise. Du côté de la barre entrante, la mesure de la force est plus délicate car elle prend en compte deux ondes : l'onde réfléchiée et l'onde incidente (cf. formule (3.2.6)). Si l'opposé de l'amplitude de l'onde réfléchiée est proche de l'amplitude de l'onde incidente, alors la mesure est imprécise et la force est oscillante. Afin d'illustrer ce phénomène, les courbes de mesures d'un échantillon de sequoia testé avec des barres en aluminium sont données en figure 3.17. On remarque que l'onde transmise est de très faible amplitude. Par conséquent les amplitudes des ondes incidente et réfléchiée sont très proches en valeur absolue. La mesure de la force incidente est donc peu précise car celle-ci oscille autour de la force sortante. Il s'agit du problème d'adaptation des forces (ou d'adaptation de la rigidité des barres) qui diffère du problème d'adaptation d'impédance puisqu'il ne fait intervenir que le produit du module d'Young des barres par leur surface (formule des forces). Les barres utilisées doivent être adaptées au matériau à tester et à sa résistance mécanique. Pour un banc d'essai donné, il est possible de calculer les dimensions de l'échantillon permettant des mesures précises des forces. D'après les formules des forces, (3.2.6) et (3.2.7), et des vitesses, (3.2.2) et (3.2.3), il semble que la meilleure configuration est celle donnant des amplitudes similaires en valeur absolue pour l'onde réfléchiée et l'onde transmise.

### Concernant l'analyse du comportement de l'échantillon :

- Vérification de l'équilibre : la détermination du comportement de l'échantillon via les mesures faites aux jauges peut se faire à partir des trois ondes (formules (3.2.9), (3.2.11) et (3.2.13)) ou à partir de seulement deux ondes  $\varepsilon_R$  et  $\varepsilon_T$  dans le cas où les forces entrantes et sortantes sont égales. On utilise alors les formules simplifiées (3.2.14), (3.2.15) et (3.2.16). L'utilisation de ces formules suppose une vérification précise de l'équilibre. Pour vérifier quelle formulation est la plus pertinente il est possible de comparer la force sortante à la moyenne des forces entrante et sortante. Certains problèmes se posent pour des matériaux

ayant une limite à rupture ou une impédance plus faible (problème d'adéquation des forces ou des impédances). Dans ce cas là, des résultats acceptables peuvent être obtenus avec les formules à trois ondes [Zhao and Gary, 1995]. Une autre façon de traiter le problème de non équilibre des forces est d'identifier les forces par calcul inverse.

- Homogénéité du champ de contrainte et de déformation : Les formules établies concernant le comportement moyen de l'échantillon supposent que la déformation et la contrainte en son sein sont homogènes.

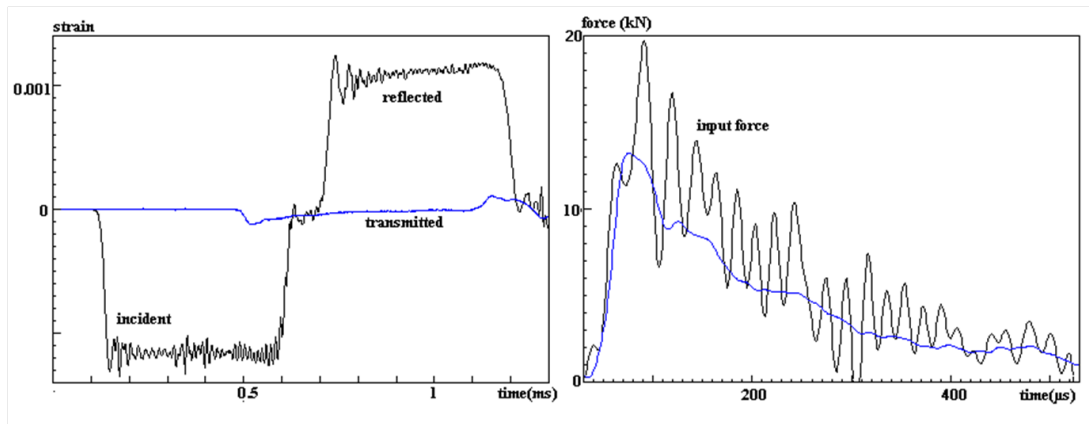


FIG. 3.17 Ondes aux jauges (à gauche) et forces aux extrémités des barres (à droite) pour un échantillon de sequoia testé avec des barres en aluminium, tiré de [Gary, 2014a].

D'autres effets tels que les effets d'inertie, les frottements aux interfaces barres/échantillon et l'échauffement adiabatique sont à prendre en compte. Au cours de l'essai, l'homogénéité axiale de la contrainte et de la déformation n'est pas la seule à prendre en compte. L'homogénéité radiale est aussi à considérer. En effet, le chargement dynamique induit une accélération radiale. Dans les essais aux barres d'Hopkinson deux effets couplés, frottement aux interfaces barres/échantillon et inertie, empêchent l'expansion radiale attendue et quantifiée par le coefficient de Poisson. Ces deux effets impliquent respectivement un état de triaxialité des contraintes non homogène et un confinement latéral [Gary, 2014a, Semblat, 1995]. Malinowski et Klepaczko ont proposé une expression corrigée de la contrainte prenant en compte ces deux effets [Malinowski and Klepaczko, 1986].

Les essais aux barres d'Hopkinson sont de courte durée, généralement inférieure à 1ms. En fonction de la vitesse de déformation, ils induisent de larges déformations qui produisent du travail transformé en chaleur. Tant que la durée de l'essai ne permet pas d'échange de chaleur entre l'échantillon et les barres, l'essai est considéré comme adiabatique. Pour des matériaux métalliques, on suppose généralement que le travail plastique est transformé en quasi-totalité en chaleur. On estime alors l'augmentation de température de l'échantillon à des valeurs supérieures à 100°C. Cette augmentation de température implique un adoucissement du matériau qui peut éventuellement être pris en compte dans la détermination du comportement de l'échantillon. Des auteurs comme Rittel ou Negreanu et al. ont proposé des techniques de mesures de la température ([Rittel, 1999, Negreanu et al., 2009]).

### 3.3 Présentation des essais réalisés

Les campagnes d'essais dynamiques aux barres d'Hopkinson menées dans le cadre de cette étude ont été réalisées au Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS) de Polytechnique. Le banc expérimental utilisé, les configurations d'essais ainsi que les post-traitements effectués sont présentés dans cette section.

#### 3.3.1 Le banc d'essai

##### 3.3.1.i Présentation générale du banc d'essai

Des essais de compression dynamiques ont été réalisés sur les échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés. Le dispositif utilisé est le dispositif standard des barres d'Hopkinson. Une photo du banc d'essai est donnée en figure 3.18. Sur cette même figure sont présentées la chambre à air comprimé connectée au compresseur, tous deux en amont du banc, ainsi que la photo d'une des jauges de déformation collées sur les barres. Un dispositif laser est placé à la sortie du tube guidant l'impacteur. Il permet de déclencher les enregistrements des signaux au niveau des jauges de déformation, et également de mesurer la vitesse de l'impacteur (cf. section 3.3.3).

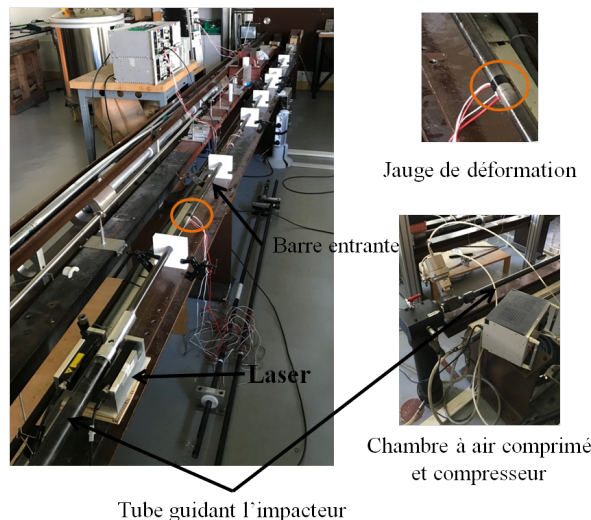


FIG. 3.18 Photo du dispositif des barres d'Hopkinson utilisé (à gauche). Photos d'une des jauges et de la chambre à air comprimé couplée au compresseur (à gauche)

Un dessin CAO<sup>3</sup> représentatif du banc d'essai est donné sur la figure 3.19.

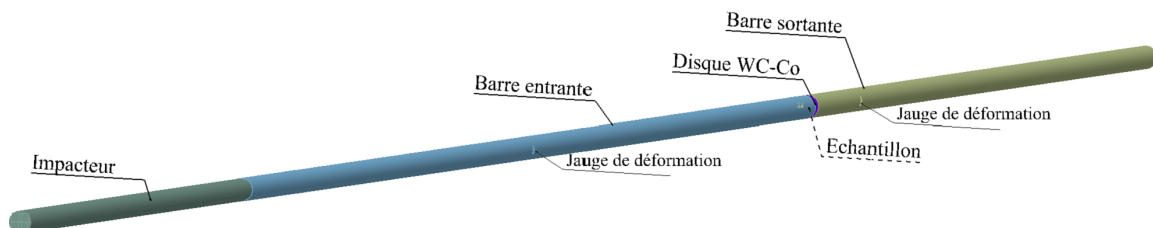


FIG. 3.19 Dessin CAO du banc d'essai du LMS.

Les barres utilisées sont en acier marv-inox. Des disques en carbure de tungstène-cobalt sont placés entre les extrémités des barres et l'échantillon. Du fait de leur haute limite élastique ils permettent d'éviter l'indentation des barres. La composition choisie<sup>4</sup>, WC<sub>91,5</sub>Co<sub>8,5</sub>, allie une bonne résistance à l'usure couplée à une bonne résistance aux chocs. De la graisse est appliquée sur les extrémités des disques afin de limiter les frottements avec les barres d'une part et avec l'échantillon d'autre part.

### 3.3.1.ii Caractéristiques géométriques et mécaniques du banc

La figure 3.20 présente le plan du banc d'essai de la figure 3.19 avec les cotes. Les jauges collées sur les barres sont aussi représentées et leur distance à l'échantillon est indiquée. La jauge sur la barre entrante est placée au milieu de la barre. Sur la barre sortante, la jauge est placée à une distance de l'ordre de dix fois le rayon de la barre permettant ainsi une dissipation des effets de bords.

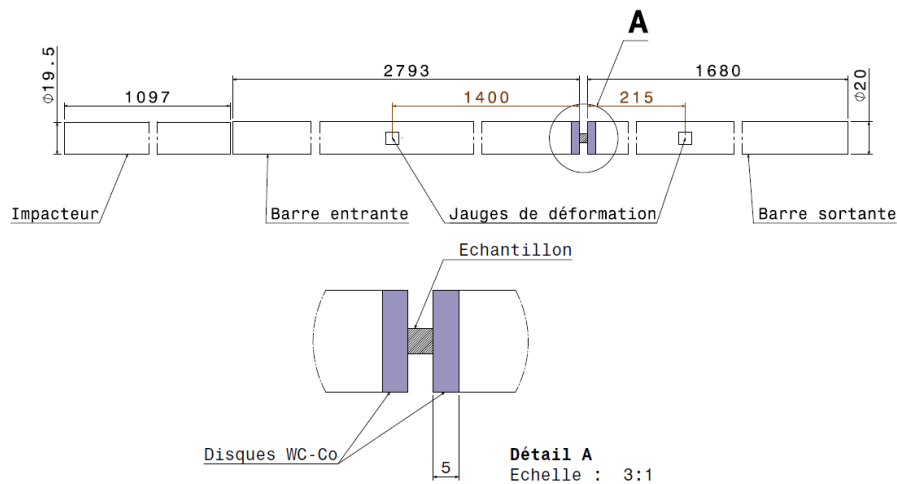


FIG. 3.20 Plan du banc d'essai initial des barres d'Hopkinson utilisé lors des essais dynamiques de compression. Les cotes au niveau des barres entrante et sortante sont prises à partir des extrémités de l'échantillon. Les dimensions sont en millimètres.

Les dimensions et caractéristiques mécaniques des éléments de la chaîne mécanique - barres, impacteur, disques WC-Co - sont rassemblées dans le tableau 3.1.

Élément du banc	Diamètre (mm)	Longueur (mm)	Module d'Young (GPa)	Densité (kg.m <sup>-3</sup> )	Célérité des ondes (m.s <sup>-1</sup> )
Impacteur	19,5	1097	207,7	7826	5152
Barre entrante	20	2788	197,1	7739	5047
Barre sortante	20	1675	197,1	7739	5047
Disque WC-Co	20	5	600	14640	6402

TAB. 3.1 Caractéristiques géométriques et mécaniques du banc d'essai

4. Il s'agit d'une nuance non ISO, appelée nuance G15 et élaborée par la société Pedersen Carbure et Diamant située à Chassieu (69)

### 3.3.1.iii Caractéristiques du système d'acquisition

Les déformations axiales dans les barres sont mesurées par des jauges de déformation de la marque Kyoma, modèle : KFGS-2-120-D1-11L1M2S. Elles ont une dimension de 2mm. Elles sont montées en pont complet et placées au milieu de la barre entrante et à 210mm de l'extrémité amont (côté échantillon) de la barre sortante. Le pont est alimenté avec une tension de 10V et les signaux sont amplifiés par un gain de 100. La variation de la résistance de la jauge est proportionnelle à la déformation avec un facteur de jauge à température ambiante de 2,05 pour les jauges sur la barre entrante et 2,07 pour celles sur la barre sortante. Les signaux délivrés par les ponts de jauges sont enregistrés par une carte d'acquisition rapide 14 bits à 8 voies d'entrée de marque National Instrument, modèle NI PXI-6133. La fréquence d'acquisition est fixée à 1MHz.

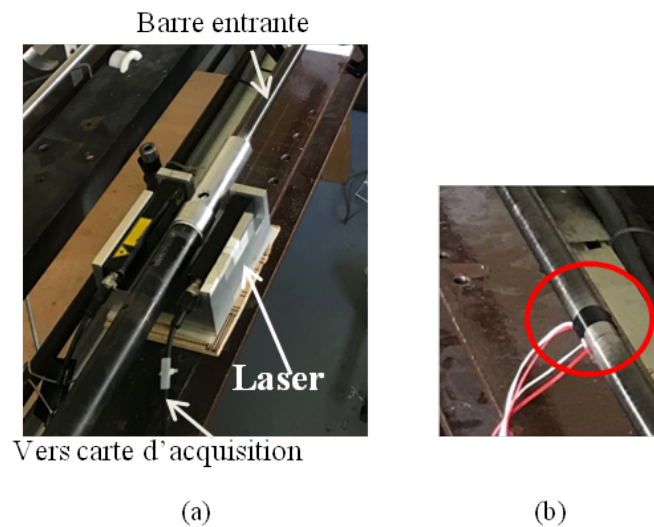


FIG. 3.21 Photos du laser en sortie du tube guidant l'impacteur (à gauche) et des jauges montées en pont complet (à droite).

Le système laser placé à la sortie du tube guidant l'impacteur (cf. figure 3.18) est une nappe laser émetteur-récepteur de la marque Micro-Epsilon. Il délivre par défaut une tension de 7,3V. Il est lui aussi connecté à la carte d'acquisition. Le laser est un capteur de position. Lorsque l'impacteur arrive en bout de guide, il coupe peu à peu le faisceau laser abaissant la tension mesurée de façon continue et proportionnellement à la vitesse de l'impacteur. La pente du signal temporel du laser permet donc de déterminer la vitesse de l'impacteur avant l'impact. Le signal du laser permet également de déclencher l'enregistrement des signaux de mesures grâce à des paramètres définis dans le logiciel d'acquisition. Le déclenchement se fait en front descendant. Quand la tension de la nappe laser atteint environ 2V, l'enregistrement des signaux est déclenché. Nous enregistrons alors le nombre de points paramétrés. Dans notre cas, 20% des points enregistrés sont avant le trigger. Ils ont été stockés dans une mémoire tampon.

Le logiciel d'acquisition utilisé est développé au LMS. Il permet d'enregistrer et de sauvegarder les signaux des jauges et du laser dans un même fichier texte. Un schéma représentatif du banc connecté au système d'acquisition est donné sur la figure 3.22.

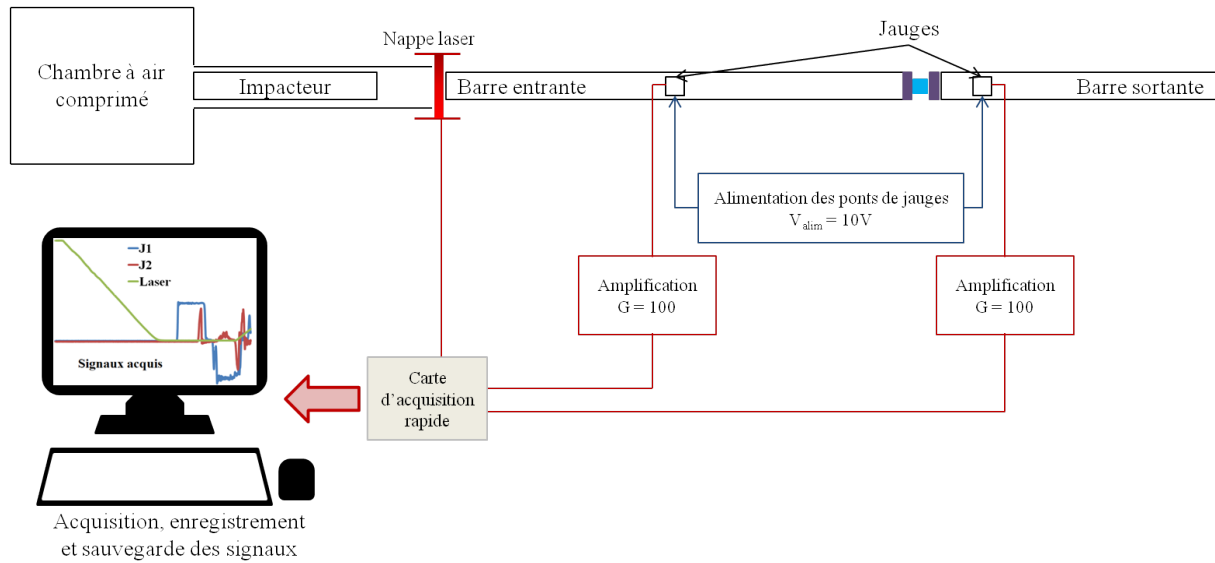


FIG. 3.22 Schéma représentatif du banc d'essai connecté à la chaîne d'acquisition. Le logiciel d'acquisition permet de piloter l'acquisition et l'enregistrement des signaux. A la fin de l'essai, la partie des signaux qui va être ensuite post-traitée est sauvegardée via ce même logiciel.

### 3.3.2 Les configurations d'essais

Deux configurations d'essais différentes ont été choisies. La première est la configuration standard où l'échantillon est comprimé axialement. La seconde est la configuration brésilienne ou de compression diamétrale, où le chargement est appliqué sur la surface périphérique de l'échantillon cylindrique.

#### 3.3.2.i Configuration de compression standard

Dans la configuration de compression standard, l'échantillon est placé entre les barres de telle sorte que les axes des barres et de l'échantillon soient alignés. Un schéma représentatif du chargement de l'échantillon est donné sur la figure 3.23.

Dans cette configuration, la théorie développée dans la section précédente 3.1 peut s'appliquer. L'équilibre des forces entrante et sortante est contrôlé afin de vérifier si la contrainte et la déformation au sein de l'échantillon sont homogènes. Les formules développées précédemment permettent alors de calculer le comportement moyen de l'échantillon et notamment l'évolution de la contrainte et de la vitesse de déformation en fonction de la déformation axiale. Dans le cas d'un équilibre des forces entrante et sortante, les formules simplifiées peuvent être utilisées pour déterminer la réponse mécanique moyenne de l'échantillon. On a alors :

$$\sigma_{nom}^{ax} \propto \varepsilon_T; \quad \dot{\varepsilon}_{nom}^{ax} \propto \varepsilon_R; \quad \varepsilon_{nom}^{ax} = \int_0^t \dot{\varepsilon}_{nom}^{ax}(\tau) d\tau \quad (3.3.1)$$

Les résultats qui seront détaillés dans le chapitre suivant seront comparés à ceux issus de la littérature et dont certains ont été présentés en section 1.2.5 du chapitre 1. Nous comparerons notamment les réponses macroscopiques et microscopiques (via des observations au MEB) des échantillons totalement amorphes et ceux partiellement cristallisés. Nous chercherons également à observer la chute de contrainte à rupture pour des vitesses de déformations supérieures à  $800 \text{ s}^{-1}$ .

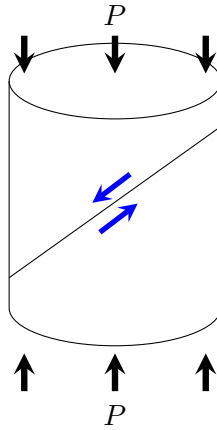


FIG. 3.23 Schéma représentatif du chargement de l'échantillon lors de l'essai axial. Les flèches bleues modélisent le comportement résultant du chargement : ici il s'agit d'un cisaillement selon une direction d'environ  $45^\circ$  par rapport à l'axe du chargement.

### 3.3.2.ii Configuration de compression diamétrale ou essai brésilien

#### Généralités

L'essai de compression diamétrale aussi appelé essai brésilien ou essai de traction par fendage a été développé à l'origine pour permettre de mesurer la limite à rupture en traction du béton ([Carneiro, 1943]. De par sa simplicité et son efficacité, il est très utilisé dans les laboratoires où son application a été étendue à l'étude d'autres matériaux fragiles comme les céramiques ou les roches. Comme son nom l'indique, l'essai de compression diamétrale consiste à comprimer un échantillon cylindrique sur son diamètre, jusqu'à rupture, en appliquant deux chargements normaux égaux et diamétralement opposés (cf figure 3.24). L'amplitude du chargement augmente de façon continue à vitesse constante jusqu'à rupture. Cet essai peut être réalisé en quasi-statique sur une machine de compression standard ou en dynamique sur un dispositif aux barres d'Hopkinson standard ([Yang et al., 2015]). Dans ce dernier cas, l'échantillon est placé entre les barres de telle sorte que son axe soit perpendiculaire à l'axe des barres.

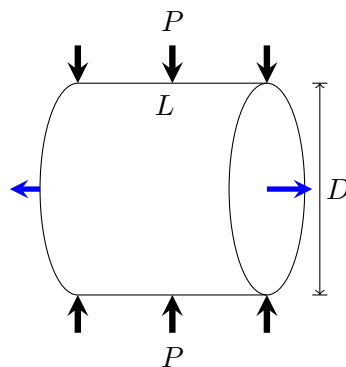


FIG. 3.24 Schéma représentatif du chargement de l'échantillon lors de l'essai brésilien. Les flèches bleues modélisent le comportement résultant du chargement : ici il s'agit d'une sollicitation de type traction le long de l'axe de l'échantillon.

En se basant sur la théorie des matériaux élastiques isotropes, la contrainte à rupture en traction  $\sigma_t$  peut être déterminée ([ISRM, 1978]) par l'équation

$$\sigma_t = \frac{2P_{max}}{\pi DL} \quad (3.3.2)$$

où  $P_{max}$  est la force maximale appliquée au moment de la rupture et  $D$  et  $L$  sont respectivement le diamètre et la longueur de l'éprouvette. Cette formule donne la contrainte en traction développée perpendiculairement à l'axe diamétral de sollicitation, au centre de l'échantillon, au moment de la rupture. Lors d'un essai brésilien, l'application du chargement sur le diamètre de l'échantillon résulte en un effort de traction agissant parallèlement à l'axe de l'échantillon.

Dans le cas de l'essai brésilien dynamique, si l'état d'équilibre des contraintes est atteint, alors on suppose que la contrainte à rupture dynamique en traction  $\sigma_{td}$ , exercée au centre de l'échantillon, est proportionnelle à la valeur maximum de l'onde transmise ([Yang et al., 2015]). On a alors une relation du type de celle (3.3.2).

$$\sigma_{td} = \frac{2P(t)}{\pi DL} \quad \text{avec} \quad P(t) = \pi R_b^2 \sigma_T(t) \quad (3.3.3)$$

où  $P(t)$  est la force transmise au travers de l'échantillon,  $R_b$  est le rayon de la barre sortante et  $\sigma_T(t)$  est la contrainte pic de l'onde transmise. La vitesse de déformation correspondante peut ensuite être déterminée par la relation suivante :

$$\dot{\epsilon}_{td} = \frac{\sigma_{td}}{E \Delta T} \quad (3.3.4)$$

où  $E$  est le module d'Young de l'échantillon en quasi-statique et  $\Delta T$  est le laps de temps entre le début et le maximum de la contrainte de l'onde transmise.

Ce type d'essai, bien qu'il soit très répandu, nécessite de prendre certaines précautions en ce qui concerne l'échantillon. En effet, l'état de contrainte qui est généré au sein de l'échantillon au cours de cet essai est complexe et fortement hétérogène : certaines zones sont soumises à du cisaillement, d'autres à de la compression et d'autres encore à de la traction. En terme de précautions, une attention particulière doit être portée au choix du rapport d'aspect ( $L/D$ , longueur/diamètre) qui varie en fonction du type de matériau testé. Un autre point important réside dans le contact entre les plateaux de compression (ou les barres) car la déformation plastique va se localiser dans cette zone. Il est parfois nécessaire d'utiliser des inserts épousant la forme de l'échantillon pour empêcher cette localisation ou de réaliser des méplats au niveau des contacts entre l'éprouvette et le dispositif de compression.

### Le verre métallique $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ et les essais brésiliens

Dans leurs travaux de thèse Brest ([Brest, 2013]) et Hin ([Hin, 2016]) ont étudié la réponse d'échantillon de nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  testé en compression diamétrale. Ils ont mené des études à la fois expérimentales et numériques. La majorité des essais qu'ils ont effectués étaient dans le domaine quasi-statique. Ils ont montré par l'étude de l'évolution de la force en fonction du déplacement que les échantillons se déformaient plastiquement avec un écrouissage



non nul que l'essai soit simple (cf. figure 3.25) ou cyclique (cf. figure 3.26).

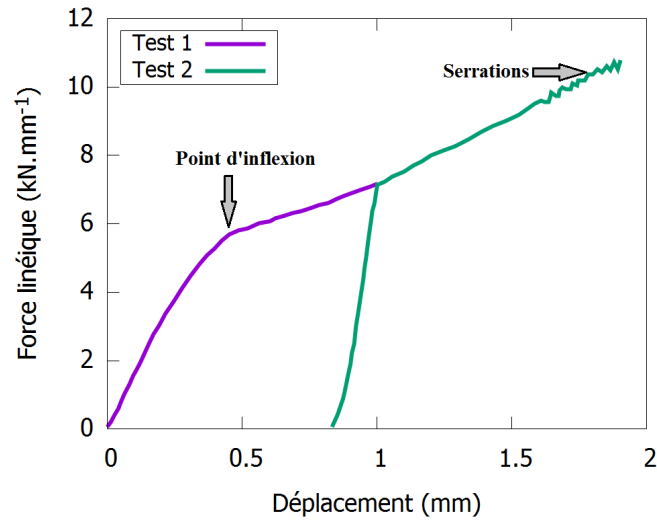


FIG. 3.25 Évolution de la force linéique en fonction du déplacement pour un essai sur un échantillon de composition  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  (tiré de [Brest, 2013]). Ces courbes raccordées sont issues de deux essais dans le régime quasi-statique réalisés à une vitesse de déplacement de la traverse constante de  $0,05 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . La courbe en violet est issue d'un test mené sur un échantillon cylindrique de diamètre 8mm et de longueur 15mm. Les limites de la machine n'ont pas permis d'atteindre la rupture. Le second essai a été réalisé sur une éprouvette de même diamètre mais de longueur 6mm prélevée dans la première. Cette fois la rupture a été atteinte. Les courbes se raccordent continûment.

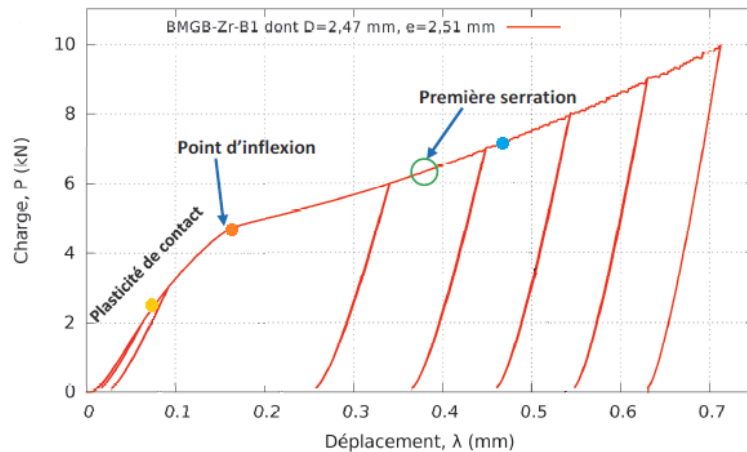


FIG. 3.26 Évolution de la charge en fonction du déplacement pour un essai cyclique sur un échantillon de composition  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  (tiré de [Hin, 2016]). L'essai est piloté en déplacement avec une vitesse de traverse en charge et décharge de  $0,24 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . On remarque que l'amplitude de la charge augmente à chaque nouvelle phase de charge. Les points placés sur les courbes permettent de faire correspondre les portions de courbes avec les motifs de bandes de cisaillement présentés en figure

Les courbes tracées sur les figures 3.25 et 3.26 laissent toutes deux apparaître un point d'inflexion qui sépare deux modes de déformation : une première partie non linéaire caractérisée par une raideur élevée et une seconde partie quasi-linéaire avec une raideur plus faible. Brest a réalisé un test de charge-décharge dans la première partie de courbe (avant le point d'inflexion) et a mis en évidence l'existence d'une déformation inélastique dans cette partie de courbe. Le

matériau y a un comportement élastoplastique. Le second tronçon se caractérise par l'apparition de serrations à des niveaux de charge élevés, signe de l'activité des bandes de cisaillement. L'observation des éprouvettes en microscopie a permis de montrer la déformation plastique avant rupture des échantillons caractérisée par leur changement de géométrie au cours de l'essai. Ce changement se caractérise par l'apparition de méplats au niveau des contacts. Ces méplats apparaissent au moment du changement de pente dans la courbe de comportement macroscopique, i.e. au point d'inflexion. Des simulations numériques d'une éprouvette testée en compression diamétrale et modélisée par un modèle de von Mises élastoplastique parfait a permis de montrer que le point d'inflexion correspond à l'union de deux champs de contraintes intenses se propageant verticalement à partir des contacts (cf. figure 3.27) [Brest, 2013, Brest et al., 2014].

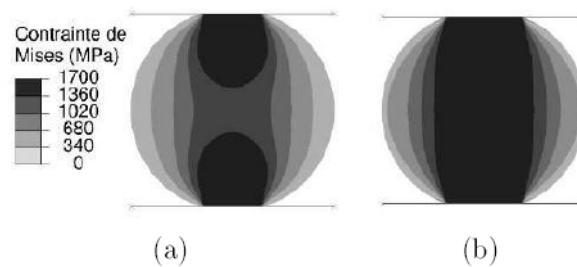


FIG. 3.27 Isovaleurs de la contrainte de von Mises obtenues numériquement pour un essai brésilien avec un modèle de von Mises élastoplastique parfait : (a) avant le point d'inflexion et (b) après.

Brest et Hin ont aussi corrélé les évolutions de la réponse du matériau aux phénomènes d'apparition et de propagation des bandes. Celle-ci se fait en trois étapes. Elles sont listées ci-après et illustrées avec la figure 3.28

1. point jaune : Une déformation plastique locale se développe au niveau des contacts plateau/échantillon du fait de la forte concentration en contrainte. Le contact est élastoplastique. Les premières bandes apparaissent à ce stade au niveau des zones de contact.
2. point orange : Les bandes apparues au niveau de la zone de contact se propagent et d'autres continuent à apparaître. Elles ont des formes d'arc.
3. point bleu : Après que les bandes se sont suffisamment propagées, elles se rejoignent au cœur de l'échantillon. A cet endroit se crée une sorte de "rotule plastique". La courbe de comportement macroscopique montre que la force continue d'augmenter ce qui s'explique par le fait qu'il reste suffisamment de matière non plastifiée au sein de l'échantillon.

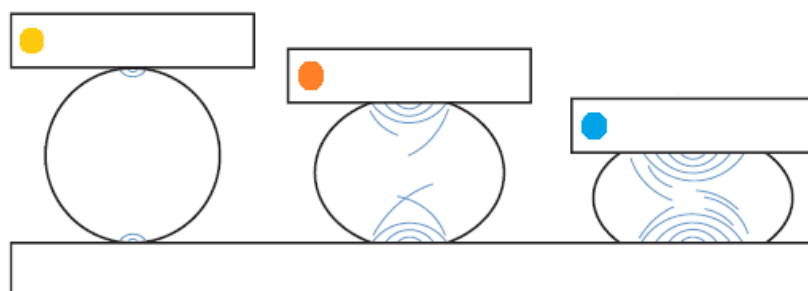


FIG. 3.28 Schémas représentant les bandes de cisaillement se créant et se développant au cours de l'essai brésilien quasi-statique. Les points placés correspondent au point sur la courbe de la figure 3.26 et permettent de suivre l'évolution des motifs avec la réponse de l'échantillon.

La rupture se fait selon un plan faisant environ un angle de  $45^\circ$  avec la direction de l'effort de compression. Le chemin suivi par la fissure à l'origine de la rupture rejoint les extrémités des deux zones de contact éprouvette/plateau (cf. figure 3.29).

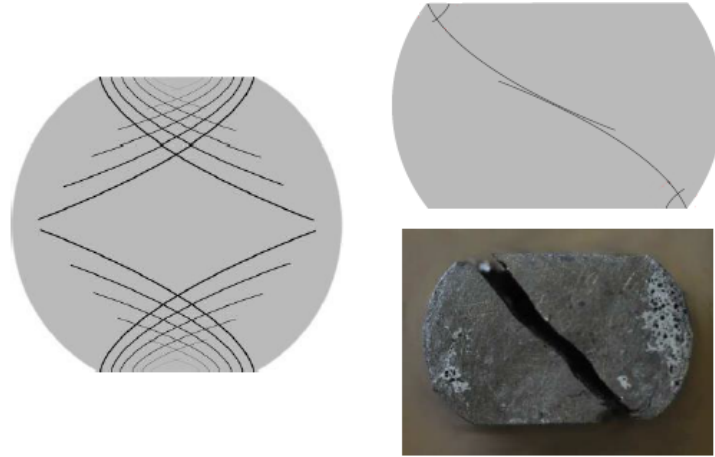


FIG. 3.29 Schéma de la propagation et du chemin de rupture suivi par la fissure lors d'un essai brésilien. La photo montre une éprouvette après rupture (tiré de [Brest, 2013])

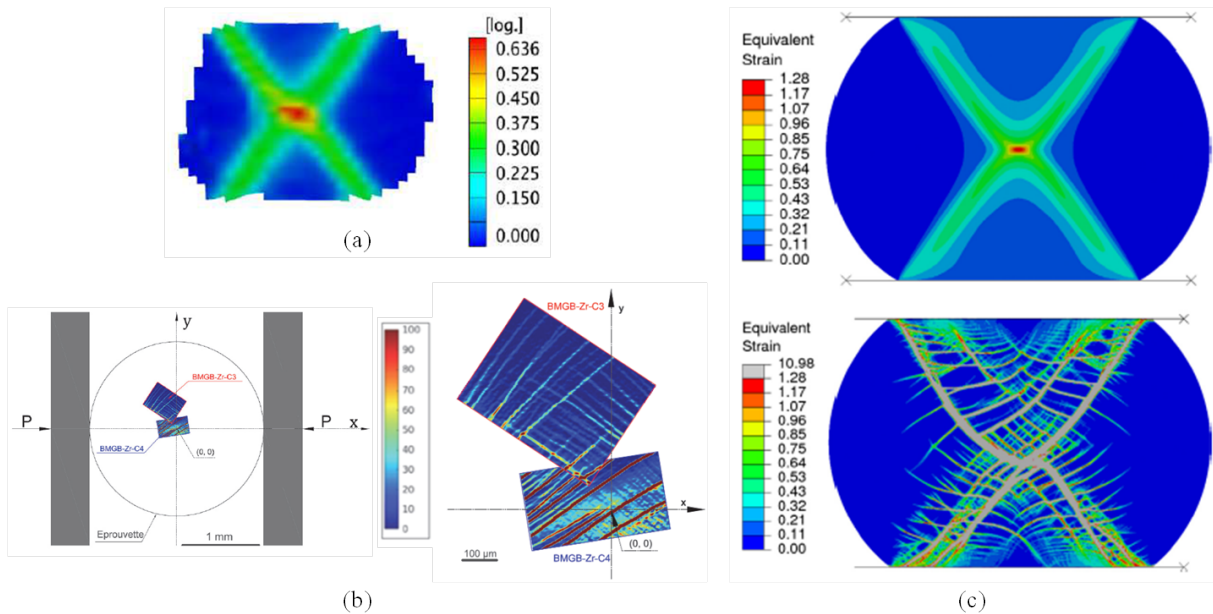


FIG. 3.30 Cartes des déformations au cours d'un essai brésilien obtenues expérimentalement (a) et (b) et numériquement (c). (a) carte des déformations équivalentes obtenue à l'issue du test 2 (tiré de [Brest, 2013]), (b) carte des déformations équivalentes obtenue pour un déplacement de 1mm lors d'un essai simple à vitesse de déplacement de  $0,12 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$  (tiré de [Hin, 2016]); (c) cartes des déformations équivalentes obtenues numériquement pour un déplacement de 2mm avec un modèle de Drucker Prager (en haut) et le modèle des volumes libres de Gao (en bas) (tiré de [Brest et al., 2014]).

La corrélation d'images utilisée par Brest d'une part et Hin d'autre part a permis de tracer les cartes de déformation équivalente obtenues lors des essais brésiliens (cf. figure 3.30.a et 3.30.b). Cette évolution a été confirmée par des simulations numériques (cf) réalisées par Brest et al. ([Brest et al., 2014]) à l'aide de deux modèles, celui de Drucker-Prager et celui du volume libre selon la formulation de Gao [Gao, 2006] (cf. figure 3.30.c). La déformation est

plus importante dans les bandes. Les cartes font apparaître une zone de concentration de la déformation sous la forme d'un X qui suit les motifs dessinés par les bandes de cisaillement. La corrélation de plus haute résolution faite par Hin permet de voir expérimentalement les déformations plus intenses dans les bandes. Le modèle des volumes libres de Gao rend compte des phénomènes de localisation et permet de faire apparaître les bandes de cisaillement.

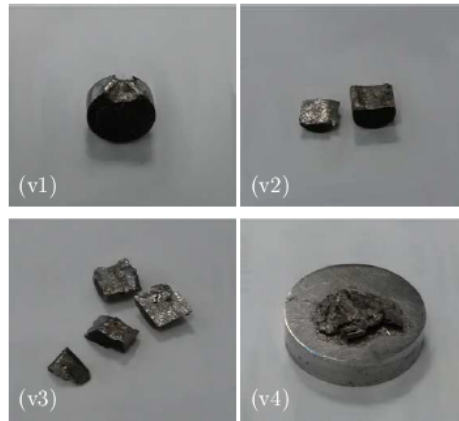


FIG. 3.31 Éprouvettes rompues après des essais brésiliens dynamiques pour des vitesses croissantes :  $v_1 = 6 \text{ m.s}^{-1}$ ,  $v_2 = 10,5 \text{ m.s}^{-1}$ ,  $v_3 = 16 \text{ m.s}^{-1}$  et  $v_4 = 25 \text{ m.s}^{-1}$  (tiré de [Brest, 2013]).

Dans son travail de thèse, Brest a également réalisé des essais brésiliens en dynamique sur un dispositif aux barres d'Hopkinson. Suivant les vitesses en bout de barres, il a observé des comportements macroscopiques différents (cf. figure 3.31) :

- pour une vitesse inférieure à  $10 \text{ m.s}^{-1}$ , l'échantillon est endommagé au niveau des contacts avec les barres ;
- pour une vitesse comprise entre 10 et  $20 \text{ m.s}^{-1}$ , l'échantillon rompt selon un plan unique, ou suivant de multiples plans ;
- pour une vitesse supérieure, l'échantillon subit une ruine complète.

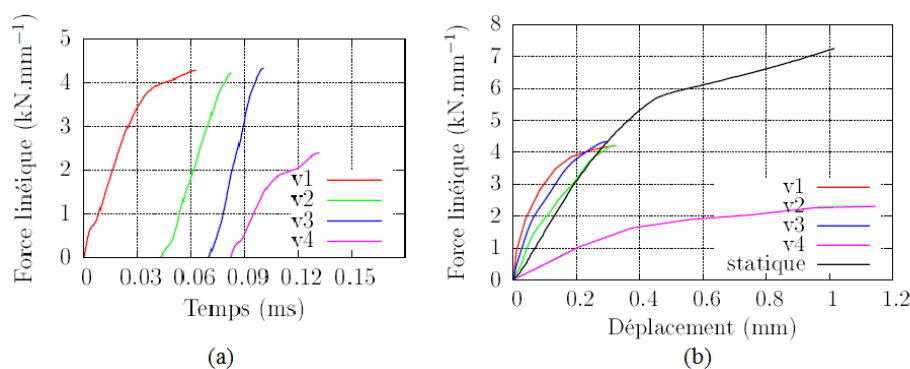


FIG. 3.32 Évolution de la force linéique en fonction du temps (a) et du déplacement (b) pour des essais brésiliens dynamiques réalisés à vitesses croissantes. Les vitesses repérées sont les mêmes que celles de la figure 3.31. Les courbes de gauche ont été décalées en temps pour plus de visibilité. La courbe  $v_4$  présente un module d'Young plus faible qui est sûrement dû à la rupture prématurée de l'échantillon. Sur la figure (b), la réponse quasi-statique a été reportée.

Les courbes d'évolution de la force linéique en fonction du temps tracées en figure 3.32.a et tirées de [Brest, 2013] montrent un changement de réponse avec les vitesses croissantes. Pour

la plus petite vitesse  $v_1$ , la réponse du matériau est du type de celle en quasi-statique avec un point d'inflexion dû à l'endommagement au niveau des contacts. Pour les vitesses supérieures, le comportement des échantillons est de type élastique fragile.

La figure 3.32.b, permet de comparer les réponses dynamique et quasi-statique. Quelle que soit la vitesse, l'échantillon rompt prématurément en dynamique. Les déplacements à rupture en dynamique sont équivalents pour les trois premières vitesses ce qui démontre que le matériau ne peut accommoder la déformation plastique en dynamique. Pour des vitesses supérieures à  $20\text{ms}^{-1}$  les résultats sont peu fiables car le matériau subit une ruine prématurée.

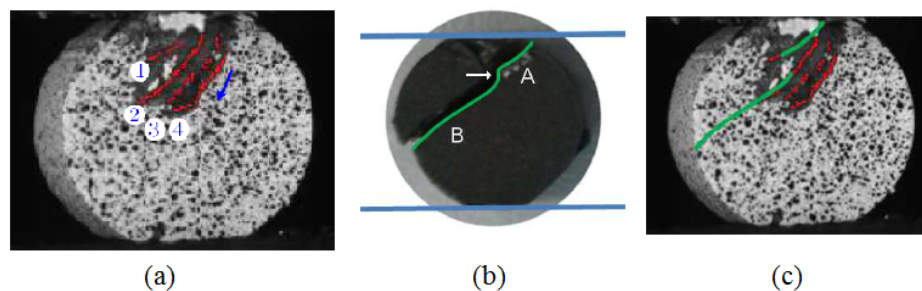


FIG. 3.33 Chemins de fissuration d'échantillon testé en compression diamétrale en quasi-statique et dynamique : (a) Fissures apparues en quasi-statique sur un échantillon endommagé mais non rompu, (b) chemin de fissuration observé en dynamique à la vitesse  $v_2$ , (c) superposition des deux images (tiré de [Brest, 2013])

Enfin, Brest a montré que les chemins de fissuration en dynamique suivent ceux apparus en statique ([Brest, 2013]). Sur la figure 3.33.a, est présentée une éprouvette testée en quasi-statique, endommagée mais non rompue. Les chemins de propagation de quatre fissures sont visibles. Sur la figure 3.33.b est tracé le chemin de fissuration en dynamique qui est constitué de deux parties : A avant bifurcation et B après. La superposition des deux images sur la figure 3.33.c permet de voir que la partie A du chemin de fissuration en dynamique suit la fissure 1 puis la partie B suit la fissure 2 ou 3. La fissure a donc suivi une première bande avant de bifurquer sur une suivante, ces deux bandes étant présentes sur l'éprouvette endommagée en quasi-statique. Il semble donc que la création des bandes de cisaillement et leur propagation suivent des mécanismes indépendants de la vitesse de sollicitation.

On peut donc supposer que des phénomènes de propagation de bandes similaires à ceux en quasi-statique ont lieu en dynamique.

### 3.3.3 Déroulement et post-traitement des essais dynamiques

Dans les sections et sous-sections précédentes, nous avons introduit les principes théoriques des barres d'Hopkinson et nous avons présenté le dispositif expérimental utilisé ainsi que les deux configurations d'essai choisies. Dans la suite, nous décrivons les étapes de la mise en place, du déroulement d'un essai et du post-traitement des essais dynamiques réalisés. Les étapes de mise en place et leur théorie sous-jacente, de même que les logiciels de post-traitement sont introduits de façon plus détaillée en annexe A.

### 3.3.3.i Mise en place et déroulement de l'essai

#### Mise en place

Avant d'effectuer les essais sur les échantillons, des essais à vide, barre contre barre, sont réalisés. Ces essais permettent de :

- Déterminer la vitesse de l'impacteur : lors des différents essais menés dans le cadre de cette étude, le paramètre permettant de piloter le chargement, et notamment la vitesse de l'impacteur avant impact, est la quantité d'air que l'on emmagasine dans la chambre à air comprimé et que l'on applique ensuite à l'impacteur. Il est nécessaire de connaître la quantité d'air à stocker dans la chambre qui correspond à la vitesse d'impact que l'on souhaite atteindre. Pour un impacteur donné, cette mesure est relativement reproductible. Ce travail de calibration de la vitesse d'impact en fonction de la pression peut donc être réalisé sur le banc sans échantillon. L'ajout de l'échantillon entre les barres lors des essais ne modifiera pas les mesures de vitesses faites à vide. La méthode de mesure de la vitesse est expliquée en annexe A section A.1.1
- Vérifier du bon fonctionnement et de la bonne calibration des jauges : cette vérification doit être réalisée avant d'effectuer des essais sur un certain nombre d'échantillons mais également au cours de chaque essai afin de vérifier que les mesures des jauges sont toujours fiables et parce que la correction dépend de chaque essai et de ses propres conditions. Lors d'essais aux barres d'Hopkinson, il est possible de tenir compte et de corriger les erreurs sur les mesures faites par les jauges. Ces erreurs peuvent être propres aux jauges (facteur de jauge par exemple) ou provenir d'un mauvais gain d'amplification. Les calibrations se font sur les deux jauges du banc. La démarche théorique sous-jacente est décrite en annexe A sous-section A.1.2

#### Déroulement de l'essai

Une fois les essais à vide réalisés, les essais sur échantillons peuvent démarrer. L'impacteur est enfoncé au fond de son guide. L'échantillon est placé entre deux disques WC-Co. L'ensemble est ensuite positionné entre les deux barres entrante et sortante. De la graisse est appliquée aux interfaces disques/échantillons et barres/disques afin de limiter les effets de frottements et garantir un bon transfert des ondes. Un tube en téflon permet de maintenir l'ensemble constitué des disques WC-Co et de l'échantillon lors de chaque essai (cf. figure 3.34).

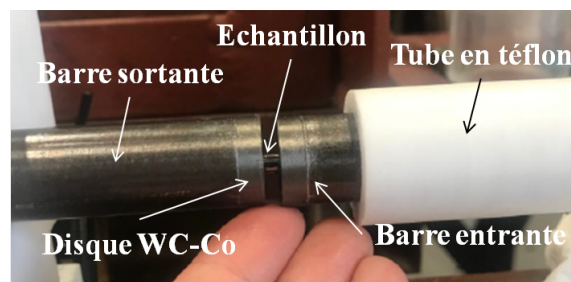


FIG. 3.34 Mise en place de l'échantillon juste avant l'essai. Le tube en téflon permet de maintenir l'ensemble constitué des deux disques et de l'échantillon.



Une fois l'échantillon en place, on stocke dans la chambre à air comprimé la quantité d'air correspondant à la vitesse d'impacteur que l'on souhaite atteindre. On lance ensuite l'acquisition avant de tirer l'impacteur pour lancer l'essai. Les signaux s'enregistrent alors grâce au logiciel d'acquisition. L'étape suivante consiste à post-traiter ces signaux afin de déterminer la réponse macroscopique de l'échantillon.

### 3.3.3.ii Post-traitement de l'essai

L'analyse et le traitement des essais ont été réalisés grâce à la suite de logiciels développés par Gary et De Greef au LMS.

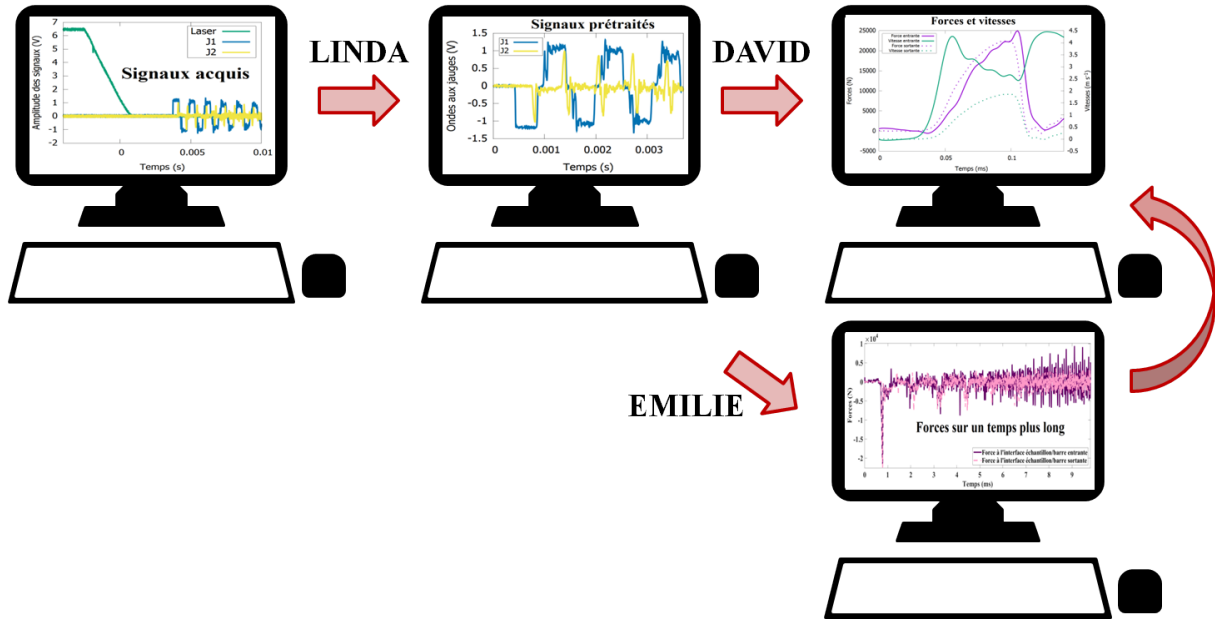


FIG. 3.35 Schéma représentatif des différentes étapes de post-traitement

Trois programmes indépendants, LINDA [Gary and De Greef, 2018c], DAVID [Gary and De Greef, 2018a] et EMILIE [Gary and De Greef, 2018b] (cf. figure 3.35) ont été utilisés :

- LINDA [Gary, 2018c] est un logiciel qui effectue un prétraitement des données après essai. Il permet notamment de sauvegarder les paramètres du banc et de mettre en forme les différents signaux de mesures pour qu'ils puissent être lus par les autres logiciels. Le logiciel LINDA est présenté en annexe A sous-section A.2.1.
- DAVID [Gary, 2018a] est le programme au cœur du dépouillement. Ce logiciel permet la prise en compte des avancées les plus récentes concernant le dépouillement des essais et il permet notamment de relever les différents défis relatifs aux essais aux barres d'Hopkinson : dispersion, transports des ondes, correction de poinçonnement. Ce logiciel permet, à partir des signaux mesurés aux jauges et pré-traités avec LINDA, de déterminer le comportement moyen des échantillons testés. Ses fonctionnalités sont présentées en annexe A sous-section A.2.2
- EMILIE [Gary, 2018b] est un programme qui étend les fonctionnalités de DAVID et qui permet le traitement d'essais sans limitation de durée. Le logiciel EMILIE est introduit plus en détails dans la section suivante (cf. section 3.4).

Nous avons vu dans le paragraphe 3.2.5, que la détermination de la contrainte au sein de l'échantillon nécessitait la vérification de son homogénéité axiale mais également radiale. En effet, le chargement dynamique induit une accélération radiale. Des effets couplés de frottement aux interfaces barres/échantillon et d'inertie peuvent ainsi modifier la contrainte au sein de l'échantillon. Le post-traitement réalisé avec DAVID permet de prendre en compte ces effets radiaux et de corriger en conséquence la contrainte, en se basant sur les formules empiriques établies dans la littérature et limitées aux matériaux élastoplastiques. La contrainte issue du dépouillement sera dans notre cas très proche de la contrainte réelle au sein de l'échantillon. Les effets inertiels seront négligés car les échantillons étudiés dans cette étude sont de faible longueur. Concernant les effets de frottements aux interfaces barres/disques WC-Co, ceux-ci peuvent artificiellement augmenter la résistance apparente de l'échantillon. Il est donc pertinent de se demander si ceux-ci sont négligeables. Considérons alors la condition de Davies et Hunter selon laquelle les frottements sont négligeables si :

$$\frac{\mu D}{3L_e} \ll 1 \quad (3.3.5)$$

avec  $\mu$  le coefficient de frottement de Coulomb et  $D$  et  $L_e$  les dimensions de l'échantillon, respectivement diamètre et longueur. Cette fraction est maximale pour le rapport d'aspect  $L_e/D$  le plus petit, soit dans notre cas 0,7. Le coefficient de frottement est pris égal à 0,17 ([Schuh et al., 2007, Brest, 2013]). On a alors  $\frac{\mu D}{3L_e} = 0,08$  qui est donc très inférieur à 1. Dans le dépouillement des essais les frottements pourront donc être négligés dans le calcul de la contrainte axiale. Il n'y aura donc aucune correction de contrainte de faite dans le dépouillement des essais dynamiques de cette étude car les effets radiaux peuvent tous être négligés.

### 3.4 Comment éviter de recharger l'échantillon au cours d'un essai ?

Dans la section 1.2.5 traitant du comportement dynamique des verres métalliques, nous avons vu que lors d'essais de compression aux barres d'Hopkinson ([Subhash et al., 2002, Xue et al., 2008]) ou lors d'essais d'impact direct ([Couque et al., 2009]), l'échantillon peut être rechargé à plusieurs reprises. Ces chargements multiples sont visibles sur les faciès de rupture où les structures propres à la rupture des verres se retrouvent aplanies ([Couque et al., 2009]). Une façon d'éviter ce phénomène est d'utiliser des inserts sous forme de bague que l'on place autour de l'échantillon et qui en limite la déformation axiale sans pour autant limiter sa déformation radiale. De tels inserts ont été utilisés par Couque et al. ([Couque et al., 2009]) ou encore Xue et al. ([Xue et al., 2008])). Une autre méthode consiste à utiliser un dispositif appelé "momentum trap" permettant d'inverser la contrainte et qui est placé en début de barre incidente ([Subhash et al., 2002, Nemat-Nasser et al., 1991])). Ce système ne permet pas d'éviter le rechargement de l'échantillon mais il transforme tous les rechargements en chargements de traction ce qui permet de ne comprimer l'échantillon qu'une seule et unique fois avec le premier passage de l'onde.

A la suite des premiers essais menés sur des échantillons de verres métalliques partiellement cristallisés, les observations des surfaces de rupture ont montré que les échantillons avaient été rechargés au cours de l'essai. En effet, des marques de recharge sont visibles sur les faciès de



rupture comme on peut le voir sur l'une des images MEB donnée sur la figure 3.36. On y aperçoit des surfaces planes, pointées par des flèches rouges, qui témoignent du fait que l'échantillon a été rechargé ce qui a détérioré les faciès de rupture et les structures que l'on y observe.

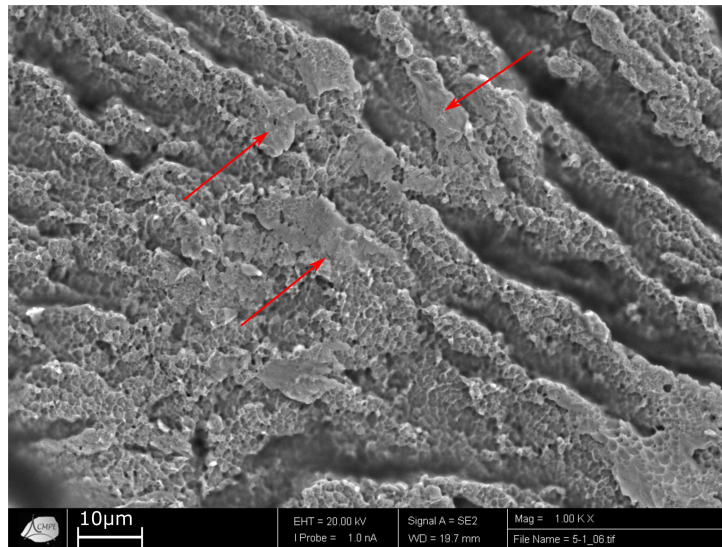


FIG. 3.36 Image MEB de la surface de rupture d'un échantillon partiellement cristallisé obtenu en mode électrons secondaires

Le rechargement de l'échantillon n'a pas d'incidence sur la détermination du comportement de l'échantillon puisqu'on ne s'intéresse qu'au premier passage de chacune des ondes au niveau des jauges. Or les échantillons testés sont rompus dès ce premier passage. Les rechargements suivants se font sur le matériau déjà rompu et n'influencent donc pas les dépouillements. En revanche, les raisonnements faits a posteriori sur les mécanismes de rupture peuvent être faussés car les fragments sont susceptibles de se rompre à nouveau et les surfaces de rupture peuvent se détériorer.

Suite à ces constatations, nous avons décidé de mettre en place une méthode permettant de vérifier et d'assurer un chargement unique de l'échantillon ou du moins de limiter l'effet des rechargements s'il y en a.

### 3.4.1 Méthode mise en place

Afin de vérifier si l'échantillon est réimpacté, il est nécessaire de traiter les données d'essais sur des longues durées, i.e. supérieures à celle du dépouillement standard (repérée sur la figure 3.38). La méthode mise en place est essentiellement expérimentale et repose sur le dimensionnement de l'impacteur. La théorie et la méthode d'analyse de cette nouvelle démarche sont décrites ci-après en prenant l'exemple de l'essai réalisé sur l'échantillon Cr3-1, prélevé en haut du barreau Cr3 (cf. figure 3.37), et sur d'autres échantillons découpés dans ce même barreau.

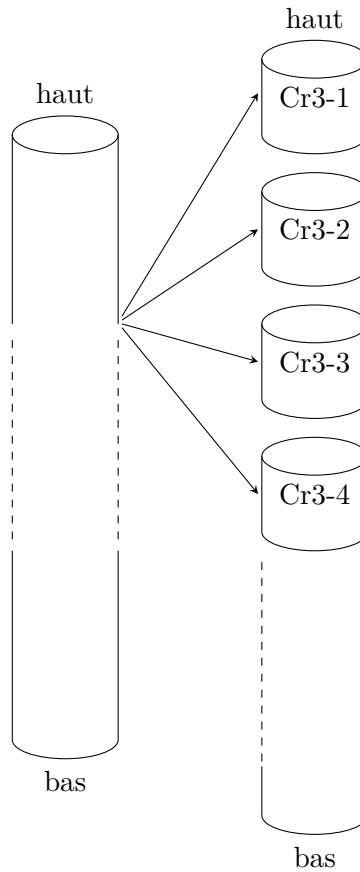


FIG. 3.37 Schéma de découpe du barreau Cr3 après passage au tour.

### Théorie

Si on observe les signaux de déformations obtenus sur les jauges pour l'essai réalisé sur l'échantillon Cr3-1 et tracés sur la figure 3.38, on remarque que  $\varepsilon_I$  est grande devant  $\varepsilon_T$ . L'onde incidente est plus importante en temps et en amplitude que l'onde transmise. Au premier passage de l'onde, l'échantillon est rompu et on note que le temps de rupture de l'échantillon, noté  $\Delta t_{rupture}$ , est très inférieur à la durée de l'ébranlement  $t_I$ .

En complément de la figure 3.38, l'évolution de la vitesse particulière moyenne dans les barres en fonction du temps est tracée sur la figure 3.39. Les courbes d'évolution de vitesse montrent que la vitesse moyenne dans la barre entrante est supérieure à la vitesse moyenne dans la barre sortante. Par conséquent, la barre entrante se déplace plus rapidement que la barre sortante. Afin d'éviter ce phénomène l'onde réfléchie  $\varepsilon_R$  doit être aussi petite que possible en termes de durée et d'amplitude.

A l'équilibre, quand les forces entrante et sortante sont égales, les ondes incidente, réfléchie et transmise vérifient, pour des barres de même diamètre et même impédance, la relation (3.1.22) qui traduit l'égalité des déformations dans les barres entrante et sortante. Cette relation est vérifiée pendant le chargement. Par conséquent, pour limiter l'amplitude de l'onde réfléchie  $\varepsilon_R$  et la rendre aussi petite que possible, l'amplitude de l'onde incidente,  $\varepsilon_I$  doit être juste assez grande en temps et en amplitude pour permettre la rupture. Ainsi, l'onde restante dans la barre entrante après réflexion à l'interface sera petite et la vitesse moyenne sera plus faible que celle

dans la barre sortante qui se déplacera donc plus vite.

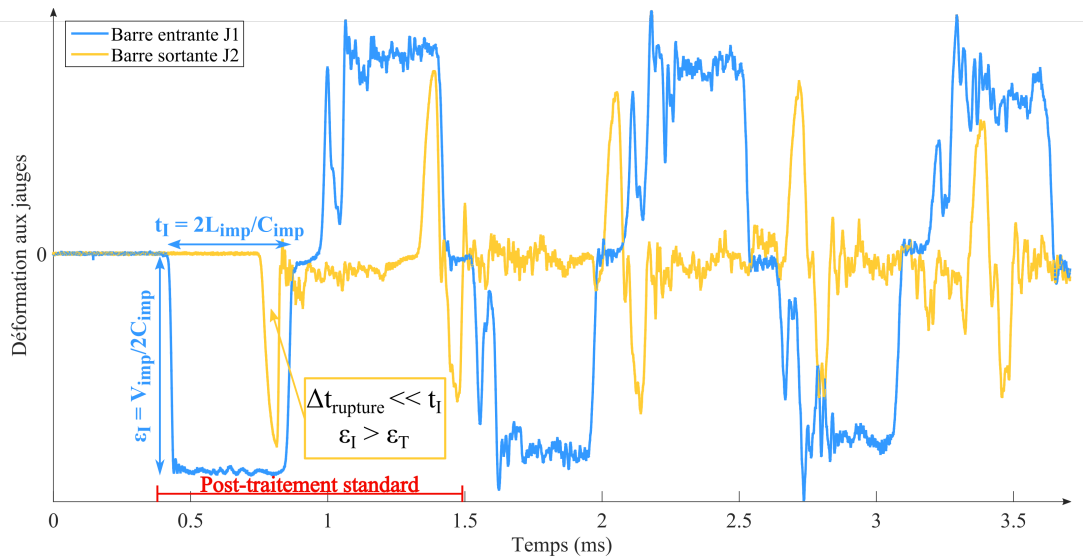


FIG. 3.38 Déformations aux jauges pour l'essai sur l'échantillon Cr3-1 observées sur un temps plus long

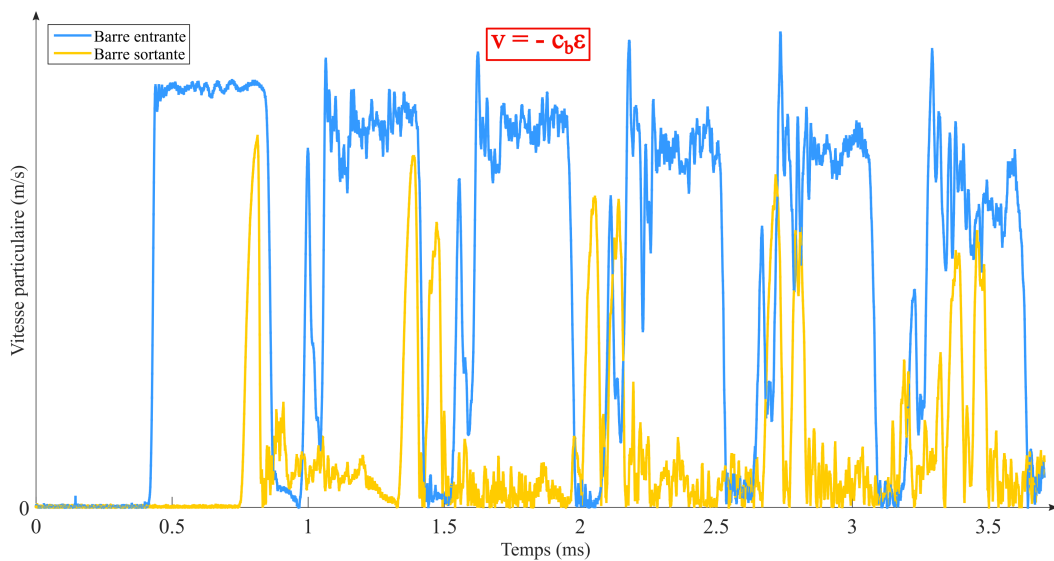


FIG. 3.39 Vitesses moyennes dans les barres pour l'essai sur l'échantillon Cr3-1 observées sur un temps plus long

D'après les remarques faites ci-dessus, l'idée est donc de piloter le chargement pour avoir une onde incidente suffisamment importante en terme de durée et d'amplitude permettant de rompre l'échantillon et de réduire au maximum l'onde réfléchie. La taille et la vitesse de l'impacteur définissent l'ébranlement :

- La durée de chargement  $t_I$  dépend de sa longueur :  $t_I = \frac{2L_{imp}}{c_{imp}}$ .
- L'amplitude du chargement  $\varepsilon_I$  dépend de sa vitesse :  $\varepsilon_I = \frac{V_{imp}}{2c_{imp}}$ .

Au vu de ces observations, nous avons donc choisi d'ajuster la durée de l'ébranlement en modifiant la taille de l'impacteur. Avant d'expliquer comment les résultats obtenus ont été analysés, il est essentiel de déterminer le laps de temps minimum nécessaire afin que l'échantillon atteigne un état de contrainte et de déformation axiales homogènes. Ce laps de temps détermine la durée minimum de l'ébranlement et donc la longueur minimum de l'impacteur permettant à l'échantillon d'atteindre l'état homogène.

Afin de déterminer la durée minimum d'homogénéisation, nous devons calculer le nombre de fois que le front d'onde doit parcourir l'échantillon, afin d'homogénéiser la contrainte et la déformation en son sein. Pour ce faire, une analyse de la propagation des ondes dans une éprouvette élastique a été effectuée à l'aide de la méthode des caractéristiques par Yang et Shim ([Yang and Shim, 2005]). Ces auteurs ont réalisé le calcul du temps d'homogénéisation pour une onde rectangulaire, qui est le cas de chargement le plus contraignant et donnant le temps d'homogénéisation le plus lent (cf. figure 3.40.a), et pour une onde trapézoïdale, qui est caractérisée par un front montant sous forme de rampe linéaire avec un temps de montée fini (cf. figure 3.40.b).

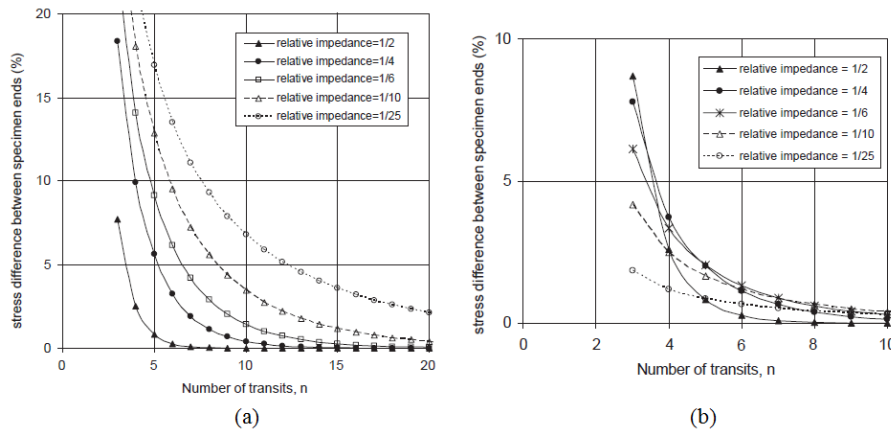


FIG. 3.40 Variation de l'uniformité des contraintes axiales en fonction du nombre de parcours de la longueur d'échantillon que fait l'onde (a) dans le cas d'un signal rectangulaire et (b) dans le cas d'un signal trapézoïdal (tiré de [Yang and Shim, 2005])

Le nombre de parcours  $n$  que le front montant doit effectuer au sein de l'échantillon est déterminé en fonction du rapport d'impédance  $\beta$  entre l'échantillon et la barre défini par :

$$\beta = \frac{Z_e}{Z_b} = \frac{S_e \rho_e c_e}{S_b \rho_b c_b} \quad (3.4.1)$$

où le numérateur et le dénominateur sont respectivement l'impédance de l'échantillon et de la barre. Dans notre cas il s'agit en réalité de l'impédance du disque et non de celle de la barre. En supposant que les grandeurs élastiques de l'éprouvette restent constantes au début de l'essai, on a :

$$\beta = \frac{S_e \rho_e c_e}{S_b \rho_b c_b} = \frac{D_e^2 \times \rho_e \times c_e}{D_b^2 \times \rho_{disque} \times c_{disque}} = \frac{(5 \cdot 10^{-3})^2 \times \rho_e \times c_e}{(20 \cdot 10^{-3})^2 \times 14640 \times 6402}$$

Pour les densités des barreaux mesurées en section 2.3.2, et les valeurs de célérité des ondes correspondantes, la valeur du rapport d'impédances,  $\beta$  est de 0,016. On a alors  $\frac{1}{25} < \beta < \frac{1}{100}$ .

D'après les travaux de Yang et Shim, on a  $13 < n < 17$  pour un signal parfaitement rectangulaire et  $n = 3$  pour un front montant sous forme de rampe [Yang and Shim, 2005]. Si  $\Delta t = \frac{L_e}{c_e}$  est le temps requis pour que l'onde traverse une fois l'échantillon, on obtient un temps d'homogénéisation  $t_h$  qui vaut :

$$t_h = n\Delta t = n\frac{L_e}{c_e} \quad (3.4.2)$$

Le temps d'homogénéisation est proportionnel à  $n$  et  $L_e$ , la longueur d'échantillon, et est inversement proportionnel à la célérité des ondes dans le matériau  $c_e$ . On cherche à déterminer le temps d'homogénéisation maximal  $t_h^{max}$  qui est le cas le plus contraignant où l'échantillon tarde le plus à atteindre un état de contrainte homogène. Dans le cadre de cette étude, nous étudions des échantillons qui ont un rapport d'aspect ( $L_e/D_e$ ) compris entre 0,7 et 1,5. La longueur maximale d'un échantillon est donc  $L_e^{max} = 1,5 \times 5 = 7,5mm$ . Pour les densités mesurées, la célérité minimum calculée est  $c_e^{min} = 3519m.s^{-1}$ . Le temps d'homogénéisation maximal  $t_h^{max}$  est donc obtenu pour  $n=17$  traversées de l'onde d'une extrémité de l'échantillon à l'autre et il vaut alors :

$$t_h^{max} = n\frac{L_e^{max}}{c_e^{min}} = 36,23\mu s \quad (3.4.3)$$

Cette étude a permis de déterminer que, dans le cas le plus défavorable, le front d'onde doit traverser l'échantillon 17 fois afin de garantir un état de contrainte et de déformation homogène. La durée de l'ébranlement doit donc être au moins égale ou supérieure à  $36,23\mu s$ , ce qui correspond à une longueur minimum d'impacteur de 93,3 mm. Le temps de rupture que l'on mesure sur la courbe de gauche de la figure 3.38 est de  $86\mu s$ . Le temps de rupture de l'échantillon est donc plus de deux fois plus grand que le temps d'homogénéisation maximal. A rupture, l'échantillon est donc à priori à l'équilibre et les courbes de comportement que l'on en tire sont fiables (il faut tout de même vérifier l'équilibre des forces).

Une procédure d'essai et une analyse des signaux mesurés permettant de dépouiller l'essai sur une durée supérieure à la durée standard est mise en place. Elle est expliquée ci-après en se basant sur les résultats obtenus pour l'échantillon Cr3-1.

### Procédure d'essai et Analyse

Les essais sont testés sur le même banc que précédemment avec les deux nouveaux impacteurs. Nous plaçons sur la barre entrante une seconde jauge à 2,284 m de l'interface disque/barre d'entrée. Cette jauge est appelée J12. La jauge en milieu de barre est rebaptisée J11 (dans cette section seulement). La barre d'entrée est donc instrumentée de deux jauges. Nous réalisons ensuite l'essai selon la même procédure que précédemment (cf. paragraphe 3.3.3.i). Les trois signaux mesurés aux jauges sont enregistrés. Après prétraitement sur LINDA, les signaux tracés sur la figure 3.41 sont obtenus.

Afin de vérifier si l'échantillon est rechargé en cours d'essai, le dépouillement des mesures réalisées doit être fait sur une durée plus longue que celle du post-traitement standard réalisé avec DAVID. Nous utilisons alors le troisième logiciel de la suite introduite en section 3.3.3.ii, le

programme EMILIE<sup>5</sup> ([Gary and De Greef, 2018b]). Ce programme fournit en effet un traitement complet d'essais aux barres d'Hopkinson de longue durée fondé sur l'utilisation des ondes dans les barres. Les résultats fournis par EMILIE sont disponibles sous la forme de déplacements, vitesses, forces et déformations en tout point de la barre et en particulier à l'interface barre-échantillon qui nous intéresse ici. Une description du fonctionnement du programme est donnée en annexe A.2.3.

Une fois les forces et vitesses aux interfaces barres-échantillons obtenues avec EMILIE, nous enregistrons les fichiers pour les retraiter avec DAVID. Ce programme autorise en effet le post-traitement d'essais quand seules les forces et vitesses sont disponibles (ces dernières pouvant provenir d'une autre technique de mesure). En gardant tous les paramètres enregistrés et les diverses étapes de post-traitement réalisées lors du dépouillement standard de l'essai, notamment la définition de l'ensemble constitué des disques et de l'échantillon, DAVID peut calculer les déplacements des extrémités des barres.

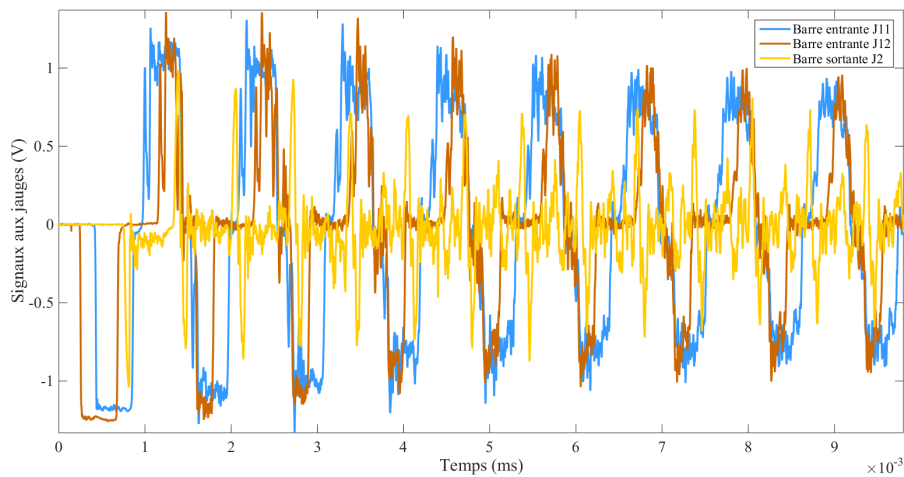


FIG. 3.41 Signaux mesurés aux 3 jauges physiques pour l'échantillon Cr31. Ces signaux sont issus de prétraitement réalisé avec LINDA. On a conservé environ 1ms de l'essai pour le post-traitement avec EMILIE.

Après avoir effectué les post-traitements sur EMILIE et sur DAVID on réalise différentes comparaisons afin de vérifier si l'échantillon a été réimpacté ou non. Dans un premier temps, on trace l'évolution des trois ondes sur le temps de premier passage des ondes aux jauges (premier aller-retour dans les barres). Les signaux des jauges en fonction du temps sont donnés sur la figure 3.42 à gauche. L'étude de l'évolution des signaux temporels aux jauges sur ce temps standard d'essai permet de comparer les ondes dans la phase de rupture de l'échantillon. On remarque que l'essentiel de l'onde incidente demeure dans la barre entrante après rupture :  $\varepsilon_I$  est beaucoup trop importante par rapport à  $\varepsilon_T$  et après la rupture de l'échantillon,  $\varepsilon_R$  demeure prépondérante. La vitesse et le déplacement des barres dépendant des ondes dans les barres, la barre entrante va se déplacer plus vite que la barre sortante pouvant occasionner un nouveau chargement.

5. À partir des signaux mesurés aux jauges, le logiciel DAVID permet seulement de réaliser un dépouillement standard sur le premier passage des ondes au niveau de chaque pont de jauges. Pour des temps plus long, le logiciel EMILIE est nécessaire.

Dans un second temps, on étudie l'évolution des forces en bout de barre sur une durée d'essai plus longue (cf. figure 3.42 à droite). L'observation des forces aux interfaces barres/échantillon permet de visualiser d'éventuels rechargements de l'échantillon. On y remarque notamment des pics de forces sortantes non négligeables d'amplitude comprise entre 5 et 10 kN. A certains instants, les pics de forces entrantes et sortantes se superposent, signe que des forces s'exercent de part et d'autre de l'échantillon au même instant. L'observation des forces laisse elle aussi supposer un rechargement de l'échantillon.

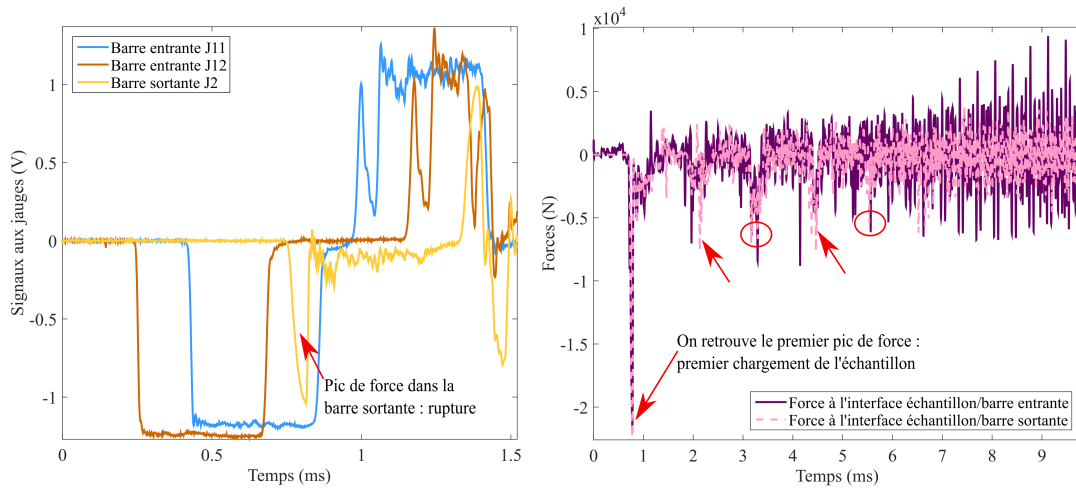


FIG. 3.42 Premier passage des ondes dans la chaîne mécanique pour l'échantillon Cr3-1 (à gauche) et forces aux faces de l'échantillon (à droite) telles que calculées par EMILIE. On retrouve à environ 0,8ms le premier pic de l'onde transmise sur le graphe des forces (qui est superposé au pic de la force entrante). C'est à cet instant que se produit la rupture de l'échantillon. Les flèches rouges pointent d'autres pics de la force sortante. Les cercles pointent des instants où forces entrante et sortante se superposent à nouveau.

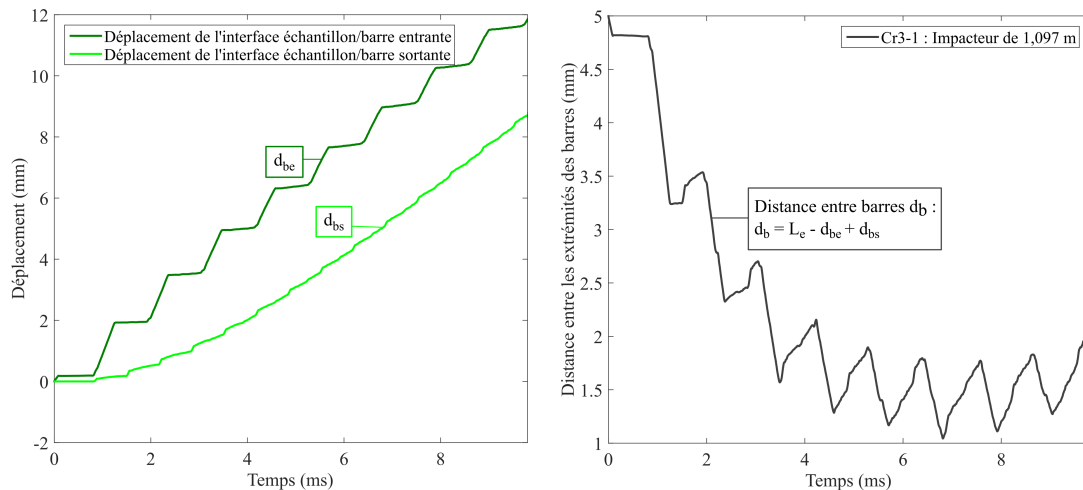


FIG. 3.43 Déplacements des interfaces barres/échantillon (à gauche) et distances entre les extrémités des barres (à droite).  $L_e$  est la longueur initiale de l'échantillon

Enfin, dans un troisième et dernier temps, on observe les déplacements des interfaces barres/échantillon ainsi que l'évolution avec le temps de la distance entre ces interfaces (cf. figure 3.43). On voit que le déplacement de la barre entrante est beaucoup plus important que

celui de la barre sortante. La conséquence directe est que la distance entre les barres diminue au cours du temps. L'échantillon est donc sans cesse comprimé.

Toutes les courbes tracées précédemment permettent de conclure quant au rechargement de l'échantillon en cours d'essai. Dans le cas de l'essai ci-dessus, il est clair que l'échantillon Cr3-1 a été réimpacté. L'idée est donc de tester d'autres échantillons avec des impacteurs de longueur inférieure et d'effectuer les mêmes post-traitements afin de voir si l'on arrive à éviter le rechargement de l'échantillon ou du moins à limiter son effet afin de ne pas rompre les fragments d'échantillon issus de la première rupture et ainsi de ne pas détériorer les faciès de rupture.

### 3.4.2 Résultats obtenus

Dans le laboratoire, nous avons à disposition un impacteur de 390 mm de long et de 20,2 mm de diamètre que l'on a coupé en deux afin d'obtenir deux nouveaux impacteur, l'un de 130 mm de long appelé Imp-13 et l'autre de 197 mm de long appelé Imp-19. Les propriétés élastiques des impacteurs sont rassemblées dans le tableau 3.2 :

Module d'Young (GPa)	Masse volumique ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ )	Célérité des ondes ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
180,1	8047	4731

TAB. 3.2 Propriétés élastiques des deux nouveaux impacteurs testés

La durée minimum d'ébranlement est obtenue pour l'impacteur le plus court soit Imp-013. Elle vaut  $t_I = \frac{2L_{imp}}{c_{imp}} = 55\mu\text{s}$ . On rappelle que le temps d'homogénéisation maximal est de  $36,23\mu\text{s}$ . Les longueurs des deux nouveaux impacteurs sont donc suffisantes pour avoir une durée d'ébranlement suffisamment longue permettant d'atteindre un état de contrainte et de déformation axiales homogènes.

Avec ces deux impacteurs, nous avons réalisé des essais sur deux échantillons prélevés dans le barreau Cr3 (cf. figure 3.37). Les dimensions des échantillons et les paramètres d'essais sont rassemblés dans le tableau 3.3.

Impacteur	Échantillon	Diamètre (mm)	Longueur (mm)	Vitesse impacteur ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
Imp-19	Cr3-3	5,03	4,98	4,95
Imp-13	Cr3-4	5,00	4,94	5,80

TAB. 3.3 Dimensions et paramètres d'essais pour les échantillons testés dans le cadre de l'étude de la taille de l'impacteur

L'essai réalisé sur l'échantillon Cr3-3 avec l'impacteur Imp-019 a mené à la rupture de l'échantillon. Une photo de l'échantillon rompu est donnée sur la figure 3.44 (à droite). Pour comparaison, la photo de l'échantillon Cr3-1 est donnée sur la même figure 3.44 (à gauche). On remarque une première conséquence du raccourcissement de l'impacteur : les fragments issus de la rupture sont beaucoup plus gros et moins nombreux dans le cas de l'échantillon Cr3-3 testé avec un impacteur plus court. De plus, les faciès de rupture observés au MEB ne montrent pas



a priori de zones aplanies. Aussi, s'il y a eu rechargement de l'échantillon Cr3-3, il est évident que l'effet a été moindre par rapport au chargement ayant provoqué la rupture initiale.

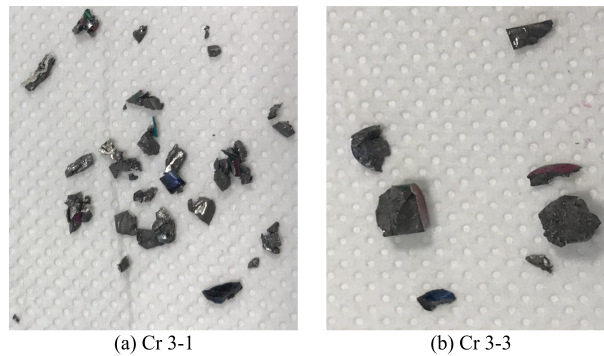


FIG. 3.44 Photos des échantillon Cr3-1 et Cr3-3 rompus

Les différentes courbes d'évolution - signaux aux jauges, forces aux interfaces barres/échantillons et déplacements des extrémités des barres - en fonction du temps pour cet essai sont tracées sur figure 3.45. Au vu des courbes de forces et de déplacements, il semble que l'échantillon ait été réimpacté au cours de l'essai mais avec un effet moindre par rapport à l'impact initial dont la force était de l'ordre de 20kN. Les pics de forces suivants sont inférieurs à 5kN, soit plus de quatre fois moins que l'impact initial et 1,5 fois moins que les pics secondaires observés pour l'échantillon Cr3-1 (cf. figure 3.42). La barre entrante continue à se déplacer plus vite que la barre sortante mais les déplacements maximums sont inférieurs par rapport à ceux de l'essai sur l'échantillon Cr3-1 : ils ont été divisés par un facteur supérieur à trois. La distance entre les barres diminue comme lors de l'essai sur Cr3-1, cependant on voit qu'elle diminue beaucoup moins rapidement que dans le cas de l'essai sur l'échantillon Cr3-1.

L'essai réalisé avec l'impacteur Imp-13 sur l'échantillon Cr3-4 à une vitesse d'impacteur de  $5,8 \text{ ms}^{-1}$  n'a pas mené à la rupture de l'échantillon. Les différentes courbes d'évolution des grandeurs mécaniques étudiées sont tracées sur figure 3.46. Si l'on regarde avec attention les courbes de forces et de de déplacement, il semble que pour cet impacteur à la vitesse de  $5,8 \text{ ms}^{-1}$ , l'échantillon Cr3-4 n'ait pas été réimpacté. L'onde incidente  $\varepsilon_I$  n'est pas suffisamment importante pour rompre l'échantillon. La majorité de cette onde est transmise à la barre sortante au travers de l'échantillon. La barre sortante se déplace plus rapidement que la barre entrante et la distance entre les barres augmente (cf. figure 3.46 en bas à droite). L'onde réfléchi au sein de la barre entrante a été fortement réduite et n'est plus assez importante pour provoquer le rechargement de l'échantillon.

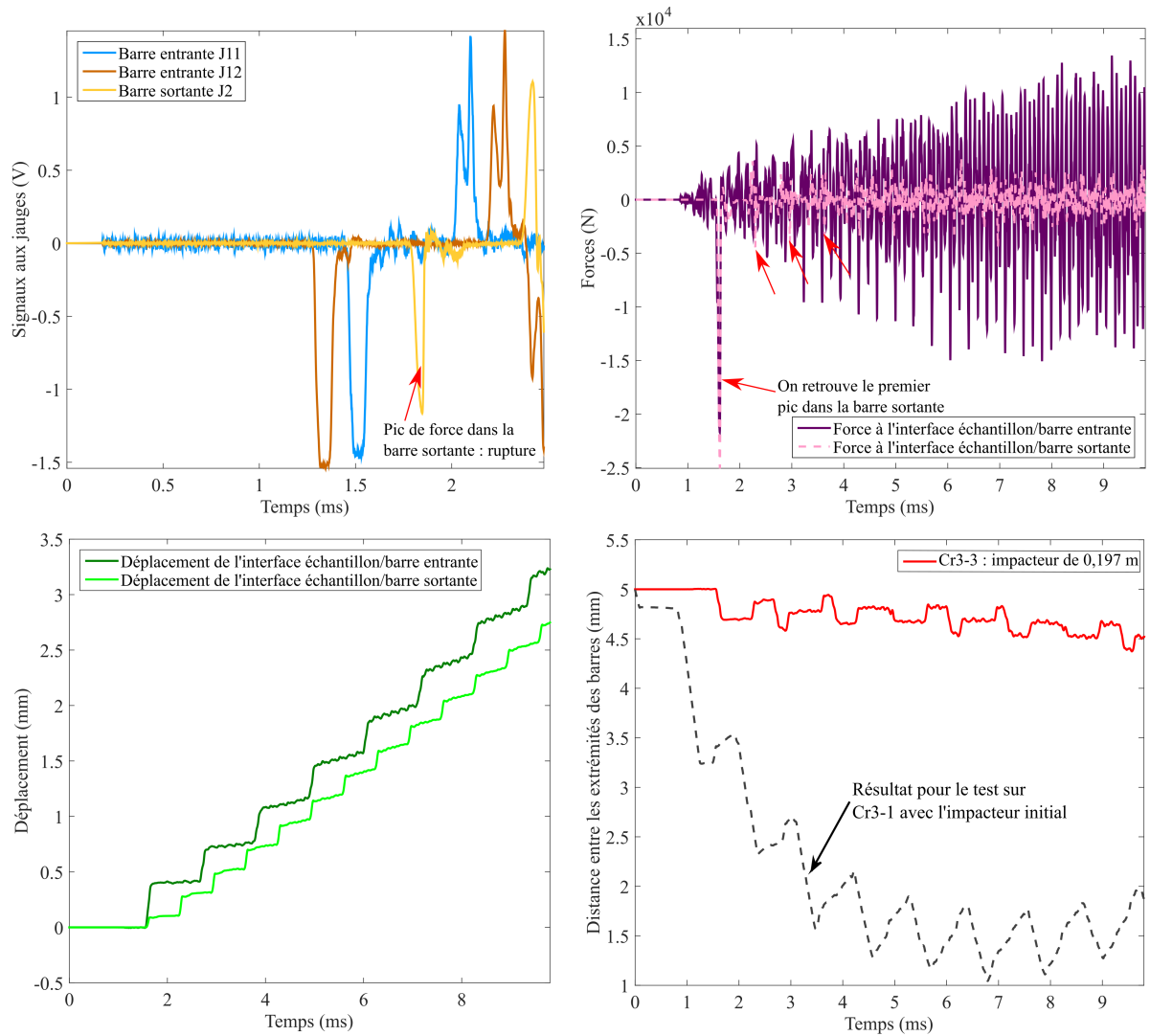


FIG. 3.45 Courbes d'évolution des grandeurs mécaniques d'intérêts pour l'essai sur Cr3-3 avec l'impacteur de 197mm : en haut à gauche sont tracés les signaux mesurés aux jauges, en haut à droite les forces aux interfaces barres/échantillon, en bas à gauche les déplacements des interfaces barres/échantillon et en bas à droite la distance entre les extrémités des barres entrante et sortante. Sur la courbe de la force sortante, divers pics sont repérés en rouge. Certains sont superposés avec des pics de la force entrante. Sur la courbe traçant l'évolution de la distance entre les extrémités des barres est reportée la courbe traçant cette même grandeur dans le cas de l'essai sur Cr3-1.

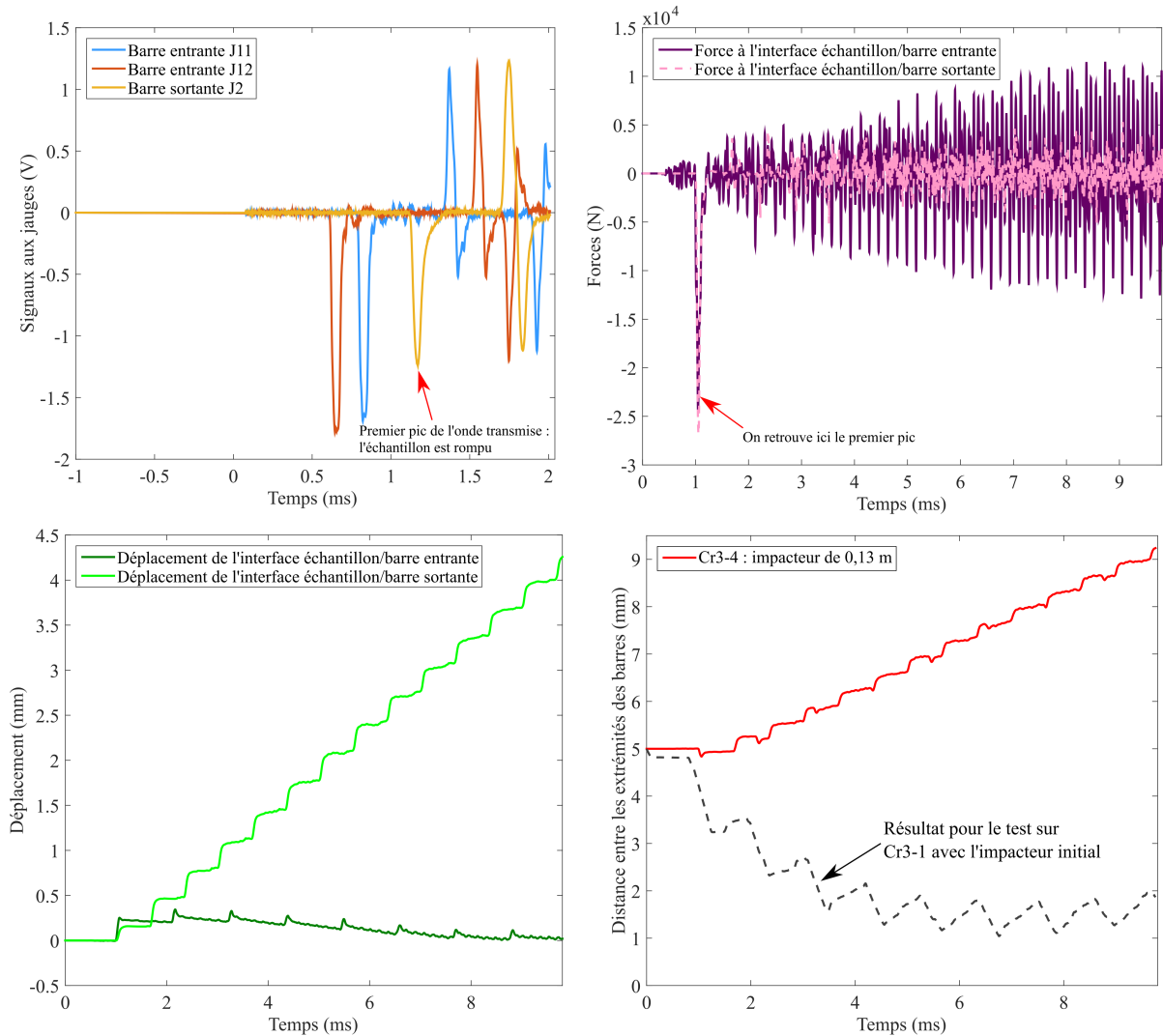


FIG. 3.46 Courbes d'évolution des grandeurs mécaniques d'intérêt pour l'essai sur Cr3-4 avec l'impacteur de 130mm : en haut à gauche sont tracés les signaux mesurés aux jauges, en haut à droite les forces aux interfaces barres/échantillon, en bas à gauche les déplacements des interfaces barres/échantillon et en bas à droite la distance entre les extrémités des barres entrante et sortante. Certains sont superposés avec des pics de la force entrante. Sur la courbe traçant l'évolution de la distance entre les extrémités des barres est reportée la courbe traçant cette même grandeur dans le cas de l'essai sur Cr3-1.

### 3.4.3 Bilan de l'étude

Cette étude a permis d'améliorer les essais aux barres d'Hopkinson sur un verre métallique base Zr de composition  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ . En ajustant la taille de l'impacteur et sa vitesse nous pouvons nous attendre à éviter le rechargement de l'échantillon.

Pour la suite, nous avons choisi de mener les différents essais avec l'impacteur Imp-13 de longueur 13cm. Le schéma du banc final avec ce nouvel impacteur est donné sur la figure 3.47.

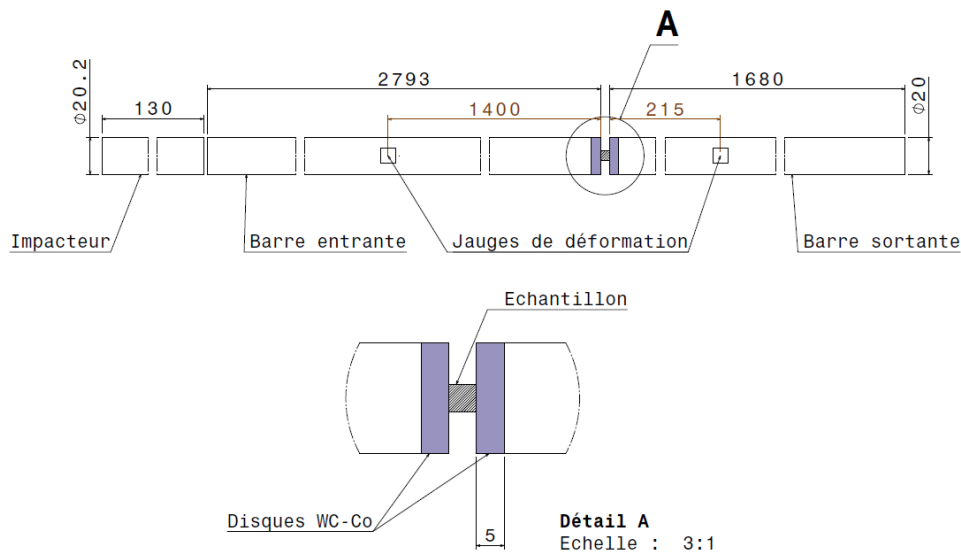


FIG. 3.47 Schéma du banc d'essai des barres d'Hopkinson avec l'impacteur choisi pour limiter le rechargement de l'échantillon. Les dimensions sont en millimètres.

## 3.5 Synthèse

Dans ce chapitre nous avons présenté le dispositif expérimental utilisé dans le cadre de notre étude, les essais réalisés ainsi que l'amélioration apportée au dispositif.

Tout d'abord, nous avons introduit le dispositif aux barres d'Hopkinson ainsi que les principes théoriques sur lesquels il repose. Ce dispositif dans sa configuration standard permet de tester des matériaux en compression à des vitesses de déformation élevées. L'échantillon est placé entre deux barres à haute limite élastique et un projectile vient heurter la barre d'entrée. Le choc génère un train d'onde qui se propage dans toute la chaîne mécanique et provoque le chargement en compression de l'échantillon. Les déformations générées dans les barres du fait de la propagation du choc sont mesurées sur les corps des barres. L'utilisation de grandes barres permet l'application de l'approximation élastique unidimensionnelle. Aussi la théorie de la propagation des ondes 1D peut s'appliquer et permet de décomposer l'onde en une somme de deux ondes progressives se propageant dans des directions opposées. Les relations de discontinuités de contraintes et vitesses ainsi que les relations de propagation sont à la base des mesures réalisées aux barres d'Hopkinson. Les signaux mesurés aux jauges permettent d'obtenir quatre grandeurs qui sont les forces et vitesses entrante et sortante. Ce sont les seules grandeurs directement calculées sur le banc sans hypothèse particulière sur l'échantillon.

Afin de réaliser des mesures pertinentes et fiables, l'essai aux barres d'Hopkinson requiert la prise en compte d'un grand nombre de paramètres : la dispersion des ondes, leur

transport spatial et temporel aux faces de l'échantillon, la calibration des jauges par des bilans énergétiques, la correction de poinçonnement... La détermination du comportement moyen de l'échantillon nécessite d'exprimer les grandeurs mécaniques qui lui sont liées en fonction des grandeurs mesurées en cours d'essai. Pour cela il est indispensable que la contrainte et la déformation axiales en son sein soient homogènes. Dans le cas de barres de même diamètre et de même impédance, la contrainte et la vitesse de déformation sont respectivement proportionnelles à l'onde transmise et l'onde réfléchie. La contrainte déterminée à partir des ondes peut ensuite être corrigée par la prise en compte des effets radiaux (frottements et inertie) et des effets de température (réchauffement adiabatique).

Dans un second temps, le banc d'essais et les essais réalisés ont été présentés. Les barres utilisées sont en acier marv-inox, adaptées aux essais sur matériaux métalliques. En raison de la petite taille des échantillons testés, des disques en carbure de tungstène/cobalt sont insérés entre les barres et l'échantillon afin d'éviter d'indenter les barres. Les jauges sont placées en milieu de barre entrante et près de l'interface barre/échantillon sur la barre sortante. Un système laser, qui est un capteur de position, est utilisé pour mesurer la vitesse avant impact et déterminer l'amplitude du chargement.

Les configurations d'essais qui sont étudiées dans le chapitre suivant sont la configuration standard axiale et la configuration de compression diamétrale où l'échantillon est comprimé dans son diamètre. Ce dernier type d'essai implique un état de contrainte hétérogène au sein de l'échantillon qui combine de la compression, du cisaillement et de la traction. Parce que de nombreuses bandes de cisaillement se créent et se propagent, cet essai confiné permet d'observer macroscopiquement une déformation plastique au sein de l'échantillon. L'observation des chemins de fissuration en statique et en dynamique montre que ceux-ci se superposent ce qui témoigne du fait que les mécanismes de propagation des bandes sont indépendants de la vitesse de sollicitation.

Le déroulement et le post-traitement des essais suivent un certain nombre d'étapes qui ont été développées. Des essais barre-barre permettent, dans un premier temps, de calculer la vitesse d'impact en fonction de la pression emmagasinée dans la chambre et également de calibrer les jauges. Les essais sur échantillons sont réalisés ensuite. Les signaux mesurés sont pré-traités afin d'être mis en forme et les caractéristiques de l'essai et du banc sont enregistrées. Une analyse des signaux pré-traités avec la prise en compte des avancées les plus récentes concernant le dépouillement des essais aux barres d'Hopkinson est ensuite réalisée. Elle permet de calculer les forces et vitesses aux faces de l'échantillon puis de déterminer le comportement moyen de celui-ci.

Dans un troisième et dernier temps, nous avons présenté la méthode mise en place afin d'éviter le rechargement de l'échantillon en cours d'essai. En effet, si le rechargement n'a pas d'influence sur le comportement moyen de l'échantillon, il peut cependant fausser les raisonnements sur les mécanismes de rupture en provoquant des ruptures secondaires et en détériorant les surfaces de rupture. Cette étude a nécessité l'observation des signaux sur des temps plus longs que le temps de dépouillement standard. La méthode mise en place repose sur le dimensionnement de l'impacteur qui pilote les conditions de chargement. L'idée est de créer un ébranlement qui soit juste suffisamment important pour rompre l'échantillon et qui réduise au maximum

l'onde réfléchi dans la barre entrante. Ainsi, la majorité de l'onde est transmise dans la barre sortante et le rechargement est évité.

Deux impacteurs ont été testés dans le cadre de cette étude. L'observation des forces aux extrémités des barres et de leurs déplacements a permis de conclure quant au choix de l'impacteur pour la suite des essais permettant d'éviter le rechargement ou du moins d'en diminuer les effets. Cet impacteur de 13 cm permet en effet de garantir a priori un état de contrainte homogène et de limiter la taille de l'ébranlement.

# CARACTÉRISATION EXPÉRIMENTALE DU COMPORTEMENT ÉLASTOPLASTIQUE EN DYNAMIQUE

## SOMMAIRE

<b>4.1</b>	<b>Mise en place de la campagne de caractérisation</b>	<b>148</b>
4.1.1	Obtention des éprouvettes testées	148
4.1.2	Méthode expérimentale suivie	150
<b>4.2</b>	<b>Comportement macroscopique des échantillons rompus en configuration axiale</b>	<b>151</b>
4.2.1	Réponse mécanique des échantillons rompus en une fois	152
4.2.2	Réponse mécanique des échantillons rompus en deux fois	162
4.2.3	Comparaison des réponses macroscopiques des échantillons testés en configuration axiale	168
<b>4.3</b>	<b>Analyse de la rupture des échantillons testés en configuration axiale</b>	<b>174</b>
4.3.1	Rupture macroscopique des échantillons	174
4.3.2	Réponse microscopique des échantillons rompus	177
<b>4.4</b>	<b>Réponse des échantillons testés en compression diamétrale</b>	<b>184</b>
4.4.1	Caractéristiques des essais hétérogènes menés	184
4.4.2	Résultats obtenus suite aux essais brésiliens	184
4.4.3	Analyse des résultats	187
<b>4.5</b>	<b>Comportement macroscopique à vitesse de déformation plus élevée</b>	<b>195</b>
4.5.1	Comportement macroscopique et homogénéité de l'échantillon	196
4.5.2	Sensibilité de la contrainte maximale à la vitesse de déformation	199
<b>4.6</b>	<b>Synthèse</b>	<b>201</b>

À température ambiante, les verres métalliques ont une faible ductilité en raison de la localisation de la déformation plastique dans des bandes de cisaillement qui se forment, se propagent et interagissent jusqu'à la rupture. Cette plasticité localisée diffère suivant qu'un chargement quasi-statique ou dynamique est appliqué. En effet, nous avons vu en section 1.2.5 et dans le paragraphe 3.3.2.ii que si la vitesse de déformation ne semble pas avoir d'influence sur

les mécanismes de formation des bandes, elle en a cependant sur leur comportement. Celles-ci se développent en plus grand nombre et causent des ruptures multifragmentaires pour des vitesses de déformation élevées.

Les études sur le comportement des verres métalliques à vitesses de déformation élevées (supérieures à  $100 \text{ s}^{-1}$ ) sont peu nombreuses en comparaison avec les études sur la réponse en quasi-statique de ces matériaux. Aussi, si le comportement des verres métalliques est aujourd'hui bien connu pour des chargements quasi-statiques, en dynamique les phénomènes de déformation des verres ne sont pas encore complètement compris. Pour des applications futures mettant en jeu de grandes vitesses de sollicitations, les mécanismes de déformation et de rupture à grandes vitesses doivent être parfaitement identifiés.

Les caractérisations expérimentales menées dans le cadre de cette étude ont pour objectif de compléter les études que l'on trouve dans la littérature. Elles vont permettre d'une part de comparer la réponse des verres métalliques soumis à différentes conditions de chargement : un chargement homogène (essais standard) et un chargement hétérogène (essai Brésilien). Elles vont aussi permettre de comparer les effets de la cristallisation sur le comportement des verres métalliques en dynamique dans ces deux configurations d'essais.

Dans ce chapitre, nous commençons par présenter la démarche d'obtention des éprouvettes à partir des barreaux élaborés et la méthode expérimentale suivie. Les différents résultats expérimentaux obtenus en terme de comportement macroscopique sont ensuite détaillés. Dans un premier temps nous détaillons la réponse mécanique des échantillons suite à un chargement axial homogène. Ces premières campagnes d'essais permettent d'étudier plusieurs phénomènes sous sollicitations dynamiques : l'impact de la cristallisation sur la réponse mécanique, la possibilité de déformer l'échantillon sans le rompre, l'impact d'une déformation préalable (suite à un premier essai) sur la réponse de l'échantillon. Dans un deuxième temps, nous étudions la réponse des verres métalliques à partir du comportement macroscopique des échantillons testés en compression diamétrale. Cet essai hétérogène nous permet de développer au sein de l'échantillon une plasticité localisée que l'on mesure sur les courbes de comportement macroscopique. Enfin, dans un troisième temps, des résultats issus d'essais menés sur des échantillons moins longs sont présentés. Ces essais sont réalisés dans le but d'atteindre des vitesses de déformation au sein du matériau qui soient plus élevées, permettant ainsi, autant que faire se peut, de montrer la dépendance de la limite à rupture avec la vitesse de déformation.

Les études quantitatives macroscopiques sont complétées par des études phénoménologiques des mécanismes microscopiques de déformation et de rupture via des observations des surfaces de rupture effectuées au MEB. Des analyses EDS permettent de plus de caractériser chimiquement les surfaces de rupture et les différentes structures que l'on y observe.

## 4.1 Mise en place de la campagne de caractérisation

### 4.1.1 Obtention des éprouvettes testées

Les barreaux de matière que nous avons à notre disposition à l'issue de la phase d'élaboration ont un diamètre de 5,5 mm et une longueur de 70 mm pour les barreaux élaborés par injection et un diamètre de 5 mm et une longueur de 60 mm pour les barreaux élaborés par aspiration. Ces barreaux ont été passés au tour afin d'obtenir un bel état de surface. A l'issue de



cette étape de tournage, leur diamètre ont été réduit de 0,5 mm donnant ainsi des barreaux de 5 mm de diamètre pour les barreaux partiellement cristallisés et un diamètre de 4,5 mm pour les barreaux totalement amorphes. Les propriétés élastiques des barreaux étudiés à température ambiante sont rassemblées dans le tableau 4.1.

Barreau	Masse volumique (g.cm <sup>-3</sup> )	Célérité des ondes (m.s <sup>-1</sup> )	Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson
Am1	6,77 ± 0,008	3531	84,4 ± 0,8	0,364 ± 0,007
Am2	6,76 ± 0,016	3533		
Am3	6,78 ± 0,004	3528		
Cr1	6,81 ± 0,014	3520		
Cr2	6,81 ± 0,012	3520		

TAB. 4.1 Propriétés élastique des barreaux étudiés à température ambiante. Le module d'Young et le coefficient de Poisson sont tirés de [Keryvin et al., 2008a, Keryvin et al., 2008b] et mesurés à l'aide d'une technique d'échographie ultrasonore. La masse volumique est celle que l'on a mesurée (cf. section 2.3.2)

Les limites d'élasticité en traction et en compression sont respectivement 1,6 et 1,8 GPa ([Keryvin et al., 2008a]). La nuance Zr<sub>55</sub>Cu<sub>30</sub>Ni<sub>5</sub>Al<sub>10</sub> possède une ténacité supérieure à 60 MPa√m (en mode I) [Guenec et al., 2018] et une dureté d'environ 5,6 GPa [Keryvin et al., 2006].

Les éprouvettes utilisées pour les différentes caractérisations expérimentales ont été découpées directement dans les barreaux réduits en diamètre à l'aide d'une micro-tronçonneuse équipée d'un disque diamant d'épaisseur 400 μm. Trois rapports d'aspect ( $L_e/D_e$ ) différents ont été choisis : 0,7, 1 et 1,5 ce qui permet de définir les différentes longueurs des échantillons. Après découpe, les deux extrémités des échantillons sont polies avec une polisseuse manuelle équipée de papiers de polissage en carbure de silicium (SiC) (successivement P#500, P#800, P#1200, P#2400). Le contrôle de l'état de surface après polissage se fait à l'œil nu et au microscope binoculaire. Nous cherchons à avoir des surfaces propres et bien planes sans trop de défauts de surface afin de garantir le meilleur contact possible entre les échantillons et les disques WC-Co.

La figure 4.1.a présente le schéma de découpe type des barreaux totalement amorphes. Les échantillons sont numérotés par ordre croissant à partir de la face 1 (1, 2, ...) jusqu'à la face 2. Les échantillons sont prélevés indifféremment dans le barreau pour les différents essais. Contrairement aux barreaux partiellement cristallisés, la distinction ne semble pas forcément nécessaire car le barreau est supposé être dans le même état structural sur tout son long.

La figure 4.1.b présente le schéma de découpe type des barreaux partiellement cristallisés. Les échantillons sont numérotés par ordre croissant à partir de la face haut (1, 2, ...) jusqu'à la face bas. L'ordre de numérotation est dans ce cas important puisqu'il quantifie de manière approximative la quantité de cristaux contenus dans l'échantillon : les échantillons découpés dans le haut du barreau sont plus cristallisés que les échantillons prélevés en son milieu qui sont eux mêmes plus cristallisés que ceux découpés dans le bas du barreau. Les échantillons

pour les essais brésiliens sont prélevés dans les barreaux entre les échantillons 1 et 3, en haut de barreau. En effet, si les deux essais axiaux menés à même vitesse d'impacteur donnent des résultats similaires, alors le comportement mesuré pour l'essai de compression diamétrale devrait être représentatif. Dans le cas contraire, il est difficile de dire si le comportement déterminé est le bon puisque les différences pourront être dus à des erreurs de mesures, des erreurs de mise en place de l'essai ou encore à des taux de cristallisation très différents. Un autre échantillon Cr1-5 est prélevé dans le barreau Cr1.

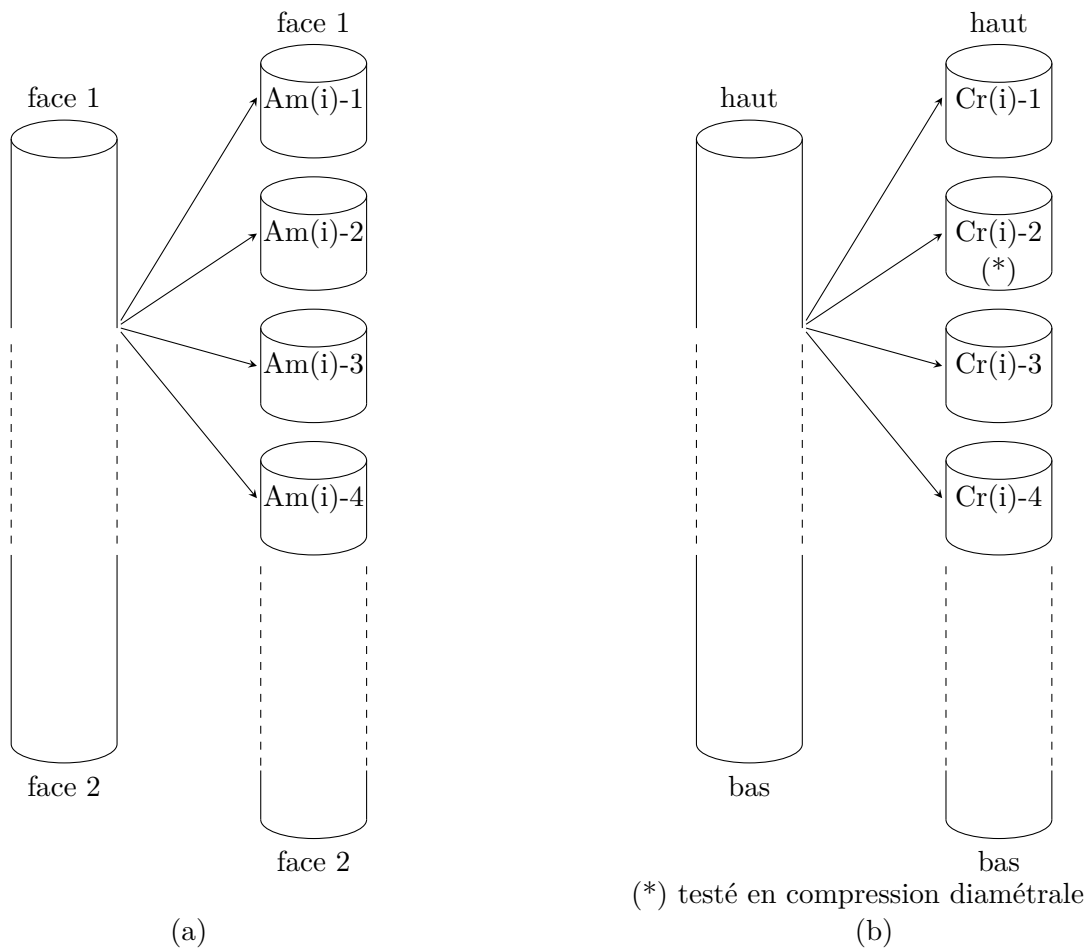


FIG. 4.1 Schéma de découpe type des barreaux (a) totalement amorphes et (b) partiellement cristallisés. L'indice (i) prend la valeur 1, 2 ou 3 selon le barreau considéré.

#### 4.1.2 Méthode expérimentale suivie

Les essais sont réalisés à température ambiante et pression atmosphérique, sur le dispositif aux barres d'Hopkinson amélioré dont le schéma représentatif est donné en figure 3.47. La présence du tube en téflon maintenant l'ensemble {disques-échantillon} et les émissions lumineuses observées lors de sollicitations à vitesses rapides ([Brest, 2013, Gilbert et al., 1999]) ne permettent pas d'utiliser la technique de corrélation d'images.

En début de campagne d'essais et à chaque changement de vitesse d'impact, des essais barre-barre ont été réalisés afin de vérifier la reproductibilité des mesures de vitesses et de calibrer les jauges. Lors de ces essais, l'impacteur était positionné au fond de son guide. Les premiers résultats ont démontré que la mesure de vitesse n'était pas reproductible et que d'un essai à vide

à l'autre, pour une même pression, les vitesses pouvaient varier de façon relativement importante. Par exemple, lors d'un premier essai barre-barre à une pression de 0,71 bar, une vitesse de 7,5 m/s a été mesurée. Lors du second essai à une pression de 0,75 bar, une vitesse de 10,8 m/s a été mesurée. La cause de ces variations est liée aux phénomènes de frottement entre l'impacteur et son guide. En effet, du fait de la petite taille de l'impacteur, les frottements avec le guide peuvent être très importants ce qui peut freiner l'impacteur dans sa course le long du guide. Par conséquent, nous avons fait le choix de ne pas positionner l'impacteur au fond de son guide mais plutôt à 1m de son orifice de sortie. Les essais à vide menés par la suite ont montré une bien meilleure reproductibilité des mesures de vitesses en fonction de la quantité d'air emmagasinée dans la chambre à air comprimé. Cette fois-ci un premier essai barre-barre à une pression de 0,41 bar suivi d'un second à 0,45 bar ont permis de mesurer respectivement des vitesses de 8,32 m/s et 8,40 m/s. Cette configuration initiale avec l'impacteur à 1m de l'orifice de sortie du guide est conservée pour tous les essais dynamiques.

Le dépouillement des essais se fait en deux étapes pour les essais axiaux et en une seule pour les essais brésiliens. La première, commune au deux et sans hypothèse particulière sur l'échantillon, nous permet de déterminer l'évolution en fonction du temps des forces et des vitesses aux extrémités de l'échantillon. Pour les essais axiaux où l'équilibre des forces est constaté, le dépouillement se poursuit par une seconde étape où les courbes d'évolution de la contrainte vraie et de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie sont tracées. Nous présentons seulement ces essais dans la suite. Pour les essais n'ayant pas mené à l'équilibre des forces, les courbes de comportement issues de la seconde phase du développement sont discutables puisque l'homogénéité en contrainte et déformation de l'échantillon n'est pas vérifiée. Un dépouillement visant à identifier les forces par méthode inverse peut être appliqué. Dans le cas des barres d'Hopkinson, un tel calcul peut être réalisé car les mesures de vitesses et de forces sont redondantes. Aussi, si l'on considère les vitesses uniquement et que l'on connaît le comportement du matériau en fonction des paramètres adéquats, il est alors possible de caler lesdits paramètres en minimisant l'écart entre les forces calculées et les forces mesurées [Rota, 1997].

L'étude quantitative de la réponse macroscopique des différents échantillons testés en dynamique est suivie d'une étude qualitative de leur réponse microscopique et notamment des mécanismes de rupture en jeu via l'observation des faciès de rupture au MEB. L'étude est complétée par une analyse chimique de type EDS des structures que l'on retrouve de façon redondante sur les différentes surfaces de rupture.

## 4.2 Comportement macroscopique des échantillons rompus en configuration axiale

Cette première partie a pour objectif d'étudier la réponse dynamique en compression axiale d'échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés et de les comparer. Une étude quantitative macroscopique est réalisée suite à deux campagnes d'essais, l'une où les échantillons sont testés et rompus en un seul essai et une seconde où ils sont rompus en deux essais. En fin de section, une comparaison des comportements macroscopiques observés en dynamique est faite visant à analyser l'impact de la cristallisation et l'impact d'un premier essai sur la réponse mesurée au cours d'une second. Les comportements macroscopiques observés sont expliqués à

partir de l'interprétation des phénomènes matériaux. La rupture des échantillons est abordée dans la section suivante.

### 4.2.1 Réponse mécanique des échantillons rompus en une fois

Les échantillons étudiés dans cette première campagne d'essai ont été testés dans la configuration axiale et ont rompus dès le premier essai. Les vitesses d'impacteur mesurées avant impact sont comprises entre 6,50 et 13,90 m·s<sup>-1</sup> tous essais confondus. Pour les échantillons amorphes, trois rapports d'aspect différents ont été choisis : 0,7, 1, et 1,5. Pour les échantillons cristallisés, les échantillons ont tous un rapport d'aspect de 1. Les caractéristiques détaillées des essais réalisés sur chacun des échantillons sont données en annexe B sous-section B.1.1.

Dans la suite, nous commençons par présenter séparément, à l'échelle macroscopique, les courbes d'évolution de la force transmise et de la distance entre les barres (ou raccourcissement de l'échantillon) en fonction du temps. Ces courbes sont obtenues directement après essais, sans aucune hypothèse sur l'état de contrainte de l'échantillon, une fois les diverses étapes de post-traitement présentées dans le chapitre 3 effectuées. Nous nous intéressons ensuite à l'évolution de la contrainte et de la vitesse de déformation en fonction de la déformation. Les résultats pour les deux types d'échantillons sont analysés et comparés entre eux.

#### 4.2.1.i Résultats obtenus suite aux essais

Les courbes d'évolution caractéristiques de la force et du raccourcissement des échantillons totalement amorphes sont tracées en figures 4.2, 4.3 et 4.4 respectivement pour les rapports d'aspect 0,7, 1 et 1,5. Celles des échantillons partiellement cristallisés sont tracées en figure 4.5. Dans chaque cas, elles représentent l'évolution de la force transmise (à gauche) et du raccourcissement de l'échantillon (à droite) en fonction du temps. La force transmise est proportionnelle à l'onde transmise. Sous condition d'équilibre des forces, c'est elle qui est utilisée afin de calculer la contrainte axiale moyenne au sein de l'échantillon. Le raccourcissement de l'échantillon  $\Delta L_e$  est calculé à l'aide du déplacement de l'extrémité des barres entrante  $d_e$  et sortante  $d_s$  par la formule :  $\Delta L_e = d_e - d_s$ . A partir du raccourcissement, on peut calculer la distance entre barres  $d_b$  avec la relation  $d_b = L_e - \Delta L_e = L_e - d_e + d_s$  où  $L_e$  est la longueur initiale de l'échantillon. Quels que soient les échantillons testés et la vitesse d'impact, les courbes ne révèlent pas une ductilité significative du matériau. La force transmise (courbes de gauche), augmente de façon non linéaire jusqu'à atteindre un maximum compris entre 20 et 25 kN avant de chuter brutalement. On remarque pour trois échantillons totalement amorphes, Am1-1, Am3-3 et Am1-5, et un échantillon partiellement cristallisé, Cr2-3, que la pente de la courbe d'évolution de la force s'adoucit légèrement juste avant d'atteindre le maximum.

Le raccourcissement de l'échantillon augmente dès le début de l'essai puisque la distance entre les barres diminue. Des traits placés sur les courbes permettent de repérer le raccourcissement au maximum de la force (premier trait) et le raccourcissement à l'annulation de la force (second trait). Après la rupture, l'échantillon continue d'être comprimé jusqu'à une valeur maximale. On remarque que les courbes traçant l'évolution du raccourcissement de l'échantillon en fonction du temps se découpent en trois tronçons. Le premier, jusqu'au premier trait vertical, correspond à la phase d'augmentation de la force à l'extrémité sortante de l'échantillon avant

rupture. Durant la phase de chute de la force, un adoucissement de la pente de la courbe d'évolution du raccourcissement est observée jusqu'à ce qu'à l'instant où la force s'annule (au niveau du second trait verticale). La pente change à nouveau après la première annulation de la force et devient légèrement plus élevée que dans le premier tronçon. Ce changement assez subtil de pente est attribué au fait qu'après rupture le matériau étudié n'est plus le même. On a affaire à une structure morcelée de surface utile inférieure à un matériau massif. Cette structure morcelée est de rigidité inférieure et donc de module apparent inférieur.

La proximité des déplacements à rupture (repérés par le premier trait vertical sur les courbes de droite des figures 4.2, 4.3, 4.4 et 4.5) démontre l'incapacité du matériau, qu'il soit amorphe ou partiellement cristallisé, à développer une déformation plastique lors de sollicitations rapides. Les déplacements et donc déformations avant rupture sont trop faibles pour que l'on puisse tirer des conclusions sur l'évolution des propriétés du matériau durant un essai dynamique homogène avec rupture.

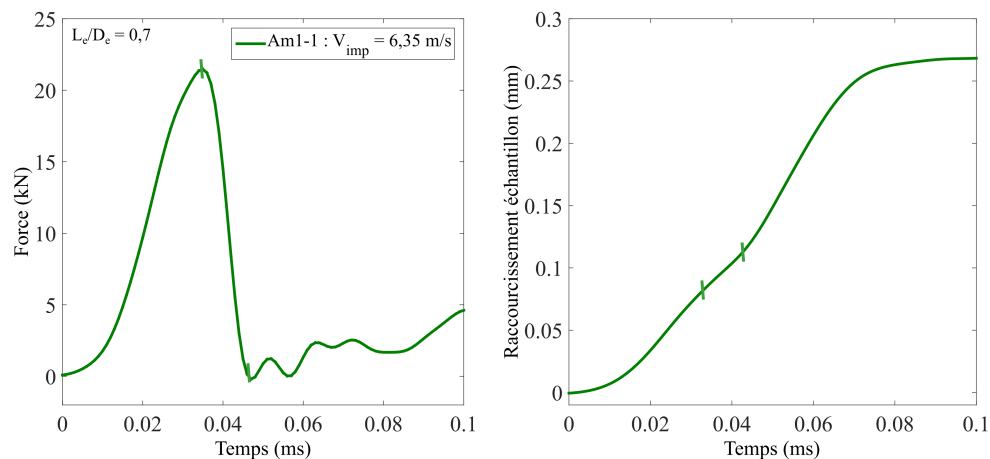


FIG. 4.2 Courbes d'évolution en fonction du temps de la force sortante (à gauche) et du raccourcissement de l'échantillon (à droite) pour l'échantillon totalement amorphe Am1-1 de rapport d'aspect 0,7.

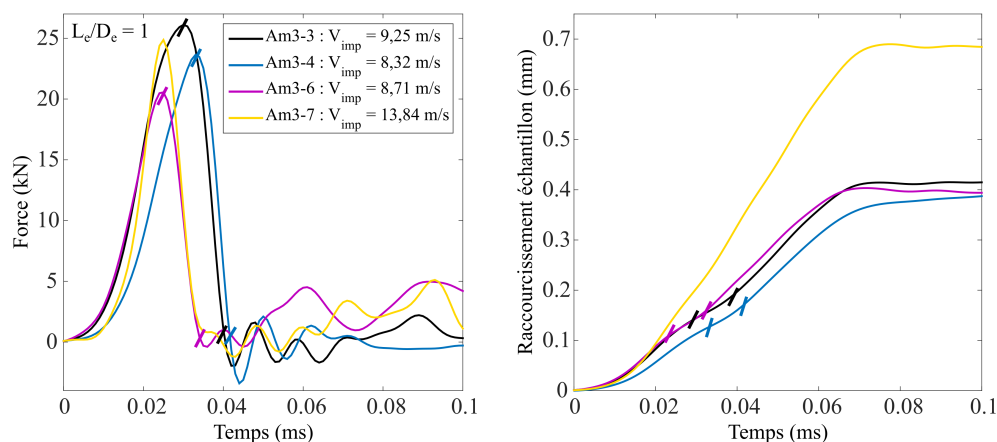


FIG. 4.3 Courbes d'évolution en fonction du temps de la force sortante (à gauche) et du raccourcissement de l'échantillon (à droite) pour les échantillons totalement amorphes de rapport d'aspect 1.

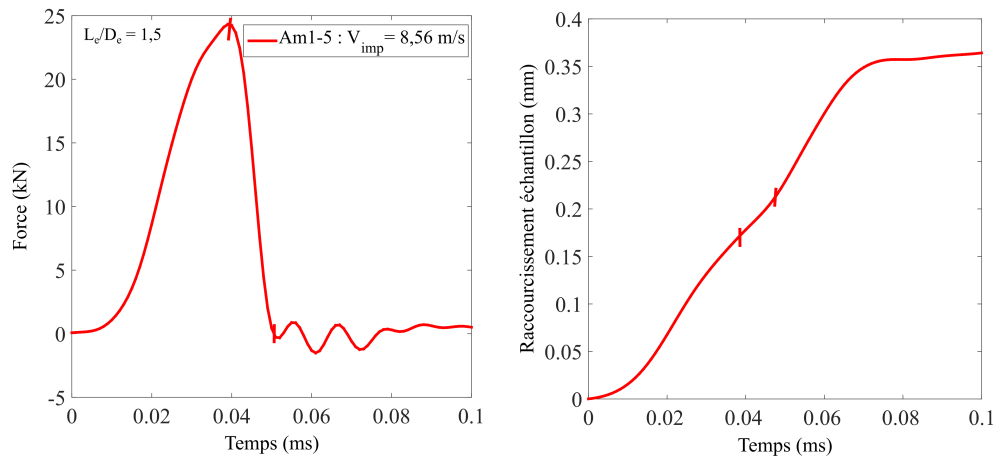


FIG. 4.4 Courbes d'évolution en fonction du temps de la force sortante (à gauche) et du raccourcissement de l'échantillon (à droite) pour l'échantillon totalement amorphe Am1-5 de rapport d'aspect 1,5.

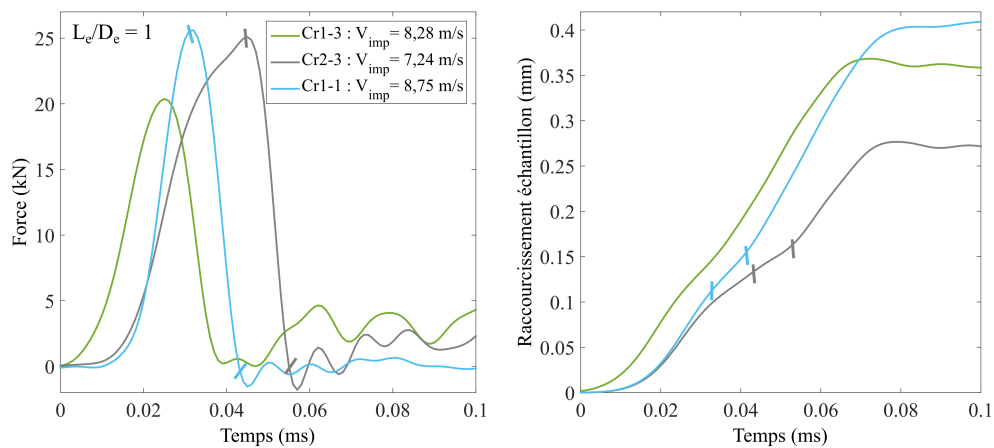


FIG. 4.5 Courbes d'évolution en fonction du temps de la force sortante (à gauche) et du raccourcissement de l'échantillon (à droite) pour les échantillons partiellement cristallisés.

Bien qu'ils soient proches, les déplacements diffèrent quelque peu. Que ce soit au moment de la rupture ou en fin d'essai, les déplacements dépendent bien entendu de la longueur de l'échantillon et donc du rapport d'aspect. Mais on remarque qu'ils dépendent également de la vitesse d'impact. En effet, considérons les échantillons totalement amorphes de rapport d'aspect 1, tous extraits du barreau Am3 (cf. figure 4.3). Tous ces échantillons ont été testés à des vitesses différentes. On se rend compte que plus la vitesse d'impact augmente et plus le raccourcissement est important. Le raccourcissement de l'échantillon dépend des vitesses particulières entrante et sortante aux extrémités barres/échantillon. Ces grandeurs ainsi que les forces entrante et sortante sont les seules grandeurs mesurées lors d'un essai de compression aux barres d'Hopkinson. Les vitesses entrante et sortante dépendent respectivement de la différence entre ondes incidente et réfléchie et de l'onde transmise. L'onde transmise est celle mesurée après passage du train d'onde au travers de l'échantillon. Sous l'hypothèse d'homogénéité en contrainte de l'échantillon, la contrainte au sein de celui-ci est proportionnelle à cette onde qui se propage dans la barre sortante. Force et vitesse sortantes sont donc dépendantes du comportement de l'échantillon qui est a priori, dans cette gamme de sollicitations, insensible à la vitesse. On peut donc supposer

que  $V_s$ , vitesse particulière à l'extrémité sortante, varie peu car l'onde transmise varie peu. En revanche,  $V_e$ , qui est proportionnelle à la différence des ondes dans la barre entrante mais aussi à la vitesse d'impact, augmente avec cette dernière. Aussi, la différence de vitesses entre extrémités entrante et sortante de l'échantillon augmente ce qui fait que le raccourcissement (qui est l'intégrale de la différence de vitesses sur le temps d'essai) augmente.

#### 4.2.1.ii Analyse de la réponse macroscopique des échantillons

La réponse mécanique du matériau totalement amorphe et du matériau partiellement cristallisé qui dérive des forces et des vitesses mesurées est donnée dans cette section. Pour chacun des tests, une évaluation conservative est faite et la rupture est supposée atteinte lorsque la force s'annule pour la première fois. Les variations mesurées après cette rupture correspondent au comportement des fragments qui peuvent être potentiellement chargés lors d'un nouveau passage de l'onde. Afin de faciliter les analyses faites dans cette sous-section, la réponse mécanique de l'échantillon Am3-4 est prise comme référence. En effet, cet échantillon totalement amorphe de rapport d'aspect 1 testé à la vitesse de référence de  $8 \text{ m/s}^1$  va permettre de comparer l'impact sur la réponse des échantillons des différents phénomènes qui sont : le changement de rapport d'aspect, le changement de vitesse, la présence de phases cristallines.

A partir des courbes données en figures 4.2, 4.3 et 4.4 pour les échantillons totalement amorphes et en figure 4.5 pour les échantillons partiellement cristallisés, on trace l'évolution de la contrainte et de la vitesse de déformation en fonction de la déformation totale. Ces courbes sont données en figure 4.9 pour les échantillons totalement amorphes et en figure 4.10 pour les échantillons partiellement cristallisés. Pour faciliter les comparaisons, la courbes de référence est tracée en pointillés sur les graphes des échantillons cristallisés.

L'adoucissement observé sur les courbes d'évolution temporelle des échantillons Am1-1, Am1-5, Am3-3 et Cr2-3 est ici plus marqué comme on peut le voir sur les courbes avec marqueurs données en figures 4.9.a et 4.10.a. On remarque en effet que la phase d'augmentation de la contrainte se découpe en deux portions : une première non linéaire avec une raideur initiale importante et une seconde quasi linéaire avec une raideur finale plus faible. La limite entre ces deux portions est matérialisée par un point d'inflexion situé à une déformation d'environ 2% où une contrainte égale à environ 85% de la contrainte maximale est appliquée. Ce changement de comportement est attribué à l'endommagement qui se produit dans l'échantillon et à ses extrémités et qui est lié à la formation de bandes de cisaillement dans lesquelles la déformation se localise. Cette inflexion qui apparaît pour certains échantillons et pas pour d'autres pourrait être liée à l'état structural de l'échantillon. On peut ajouter que les quatre échantillons Am1-1, Am1-5, Am3-3 et Cr2-3 ont rompu macroscopiquement de façon analogue (cf. figures 4.17 p. 174 et figure 4.19 p. 176 : après sollicitation, on retrouve un échantillon rompu majoritairement en deux fragments selon un plan faisant un angle approximatif de  $45^\circ$  avec l'axe de sollicitation. Cette rupture est similaire à celle observée en quasi-statique (cf. section 1.2.4).

Afin de valider ces observations, nous avons mené des essais sur des éprouvettes totalement amorphes de rapport d'aspect inférieur à 1 que nous avons polies sur la surface latérale afin

---

1. La majorité des essais, qu'ils soient axiaux ou brésiliens, ont été réalisés à cette vitesse comme nous le verrons tout au long du chapitre.

d'obtenir un méplat (cf figure 4.6). Celui-ci a ensuite été poli à l'aide d'une polisseuse manuelle équipée de papiers de polissage en carbure de silicium (SiC) (successivement P#500, P#800, P#1200, P#2400, P#4000). La préparation des éprouvettes s'achève avec le polissage du méplat sur une polisseuse automatique à l'aide d'une solution diamantée et de draps de polissage avec une taille de grains allant jusqu'à 250 nm. L'état du polissage a été vérifié à l'œil nu et au microscope binoculaire. Les échantillons ainsi obtenus ont ensuite été testés en compression standard avec une vitesse d'impact de l'ordre de 5,5 m/s afin d'éviter que l'échantillon ne soit rompu et de permettre la visualisation des bandes de cisaillement sur le méplat.

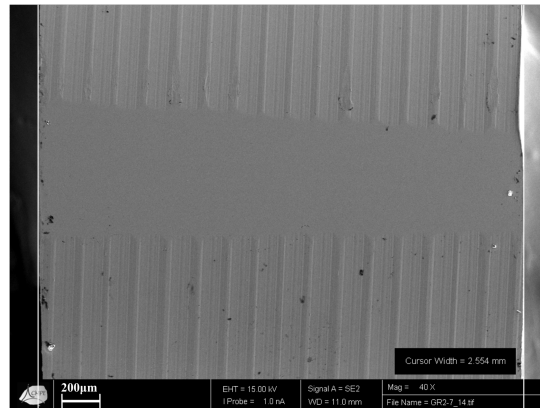


FIG. 4.6 Image MEB du méplat obtenue en électrons secondaires

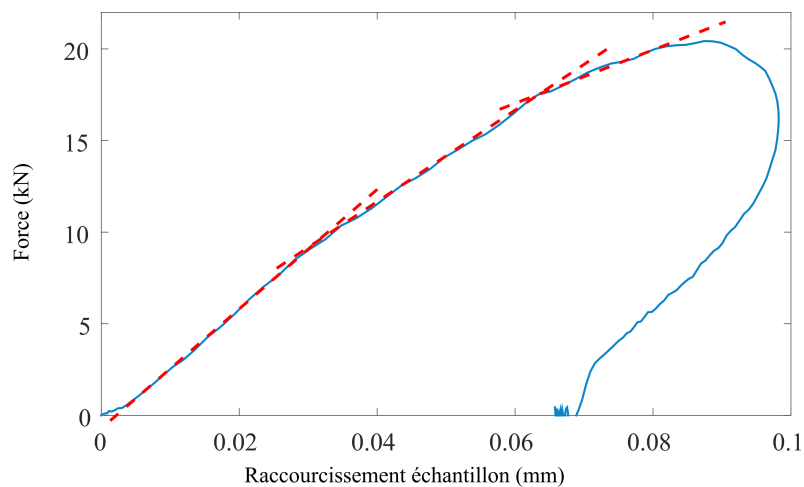


FIG. 4.7 Courbes d'évolution de la force sortante en fonction du raccourcissement de l'échantillon pour un échantillon totalement amorphe avec méplat testé en compression standard à une vitesse d'impact de 5,5 m/s.

La courbe d'évolution de la force en fonction du raccourcissement est donnée en figure 4.7. Les changements de pente observés y sont matérialisés par des traits représentant les différentes tangentes à la courbe. On remarque que la pente de la courbe devient de plus en plus faible ce qui est le signe d'un adoucissement du matériau. Il est attribué à l'endommagement local de l'échantillon caractérisé par l'apparition de zones de concentration de bandes de cisaillement au niveau des contacts comme on peut le voir sur la figure 4.8. Ces bandes se développent davantage au niveau du contact disque-échantillon côté barre entrante (haut de la figure 4.8) où s'effectue



le chargement de l'échantillon. Les bandes qui se développent de ce côté de l'échantillon sont semblables à celle que l'on observe en nanoindentation quasi-statique ([Keryvin et al., 2008a]) ou dynamique ([Zhang et al., 2008]). Certaines affleurent la face de l'échantillon tandis que d'autres se créent plus en profondeur. Du côté de la face sortante (bas de la figure 4.8) les bandes sont disposées différemment et sont quasi parallèles à la surface de l'échantillon. En fin d'essai, il semble que l'échantillon se soit déformé plastiquement puisque qu'un raccourcissement rémanent de l'ordre de  $65\mu\text{m}$  est visible sur la courbe de la figure 4.7 après décharge. En revanche, on remarque qu'avant d'atteindre son maximum, la courbe de comportement macroscopique montre que la force continue d'augmenter ce qui s'explique par le fait qu'il reste suffisamment de matière non plastifiée au sein de l'échantillon. Une étude sur des échantillons rompus en deux fois en configuration standard est faite dans la section suivante.

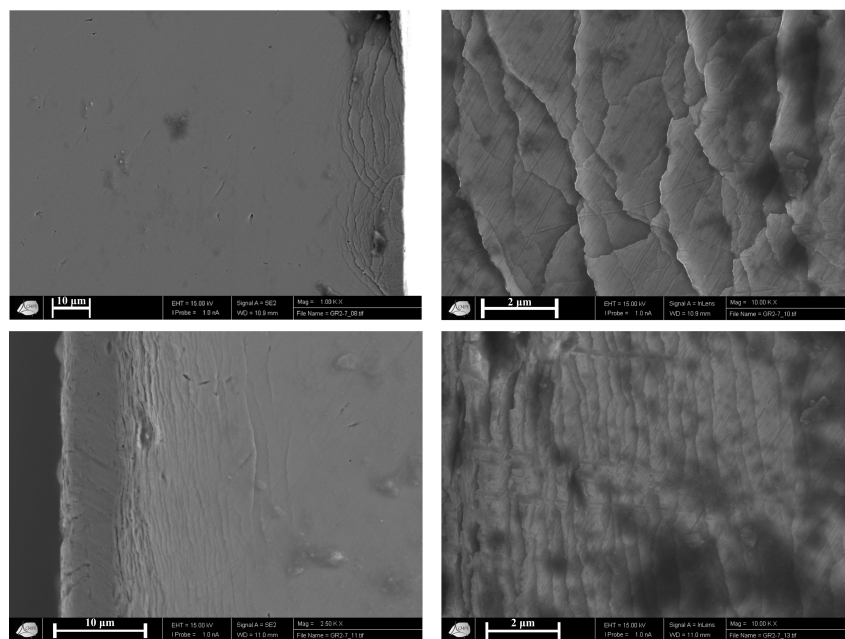


FIG. 4.8 Images MEB des deux extrémités du méplat obtenues en électrons secondaires. Les deux images du haut sont prises au niveau de l'extrémité côté barre entrante et celles du bas côté barre sortante.

S'il semble qu'une plasticité localisée se développe au sein de certains échantillons (et implique une inflexion sur la pente ascendante de la contrainte), les courbes de contraintes (cf figures 4.9.a et 4.10.a) confirment que les deux types d'échantillons ont un comportement macroscopique élastique fragile. Si l'on regarde la courbe de l'échantillon Am3-4 par exemple, on remarque qu'après une réponse initialement élastique la contrainte atteint un maximum puis chute brutalement sans que l'échantillon ne témoigne d'une déformation plastique importante. Cette chute soudaine de la contrainte sans ductilité significative témoigne de la rupture fragile. Cette tendance de comportement est observée pour tous les échantillons, qu'ils soient totalement amorphes ou partiellement cristallisés. Sur la figure 4.9.a, on remarque que les courbes se superposent bien, ce qui est le signe que l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation ne dépend pas du rapport d'aspect ou de la vitesse d'essai. Pour les échantillons cristallisés, la superposition des courbes est moins satisfaisante (cf. figure 4.10.a). Ces différences sont attribuées au fait que pour chaque échantillon la fraction cristalline est différente et par

conséquent les propriétés mécaniques le sont aussi.

En revanche, si l'on compare les réponses des échantillons totalement amorphes à celles des échantillons partiellement cristallisés, on observe que les grandeurs caractéristiques du comportement de ces deux types de matériaux diffèrent. Dans les tableaux 4.2 et 4.3 sont respectivement retranscrites les propriétés mécaniques des échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés. On s'intéresse en particulier au module d'Young, à la contrainte maximale et à la déformation correspondante. Le module d'Young est celui qui est mesuré lors de l'étape du calage des ondes effectuée à travers la simulation élastique de l'essai (cf. paragraphe 3.1.3.ii). On remarque qu'il est plus élevé dans le cas des échantillons partiellement cristallisés. En faisant le parallèle avec le comportement sous sollicitation quasi-statique, nous avons vu en section 1.2.6.ii qu'une cristallisation partielle du matériau peut augmenter ses propriétés comme le module d'Young [Wang et al., 2001]. La même observation faite pour les échantillons testés en dynamique semble donc pertinente.

Si on considère la contrainte maximale atteinte, on se rend compte qu'elle est plus élevée dans le cas des échantillons totalement amorphes comme on peut l'observer sur la figure 4.10.a. Pour les échantillons amorphes, la contrainte maximale est comprise entre 1280 et 1630 MPa alors qu'elle est comprise entre 1020 et 1310 MPa pour les échantillons cristallisés (cf. tableaux 4.2 et 4.3). Cette différence peut s'expliquer de différentes façons. La plupart des cristaux présents dans les échantillons ont une taille micrométrique (cf. figure 2.27 page 89). Leur présence dans le matériau fait chuter la contrainte maximale ([Bian et al., 2000]). Les échantillons totalement amorphes et ceux partiellement cristallisés n'ont pas été élaborés par le même procédé. Or, la cinétique de refroidissement de l'alliage peut aussi influencer sur la valeur de la contrainte maximale [Inoue, 2000a]. Enfin, les cristaux présents dans la matrice soumise à un chargement dynamique instable constituent des sites d'amorçage de rupture ce qui peut impliquer une rupture prématurée de l'échantillon à une contrainte plus faible.

Un module d'Young plus élevé et une contrainte maximale plus faible sont deux facteurs à l'origine d'une baisse de la déformation mesurée au point de contrainte maximale (cf. figure 4.10.a). Il est donc logique de mesurer des déformations plus faibles, de l'ordre de 2,4 %, dans le cas des échantillons cristallisés par rapport à celles mesurées pour les échantillons totalement amorphes qui sont de l'ordre de 3% (cf. tableaux 4.2 et 4.3). Les échantillons totalement amorphes atteignent des déformations en dynamique d'environ 2,5-3% qui sont de l'ordre de celles mesurées en quasi-statique pour la même nuance ([Liu et al., 2018, Leonhard et al., 1998]). La contrainte à rupture pour les échantillons amorphes est inférieure à celle mesurée en statique ce qui devrait être à l'origine d'une diminution de la déformation. Mais, dans le même temps, le module d'Young apparent a diminué lui-aussi entraînant une augmentation de la déformation qui semble compenser la diminution provoquée par la chute de contrainte.

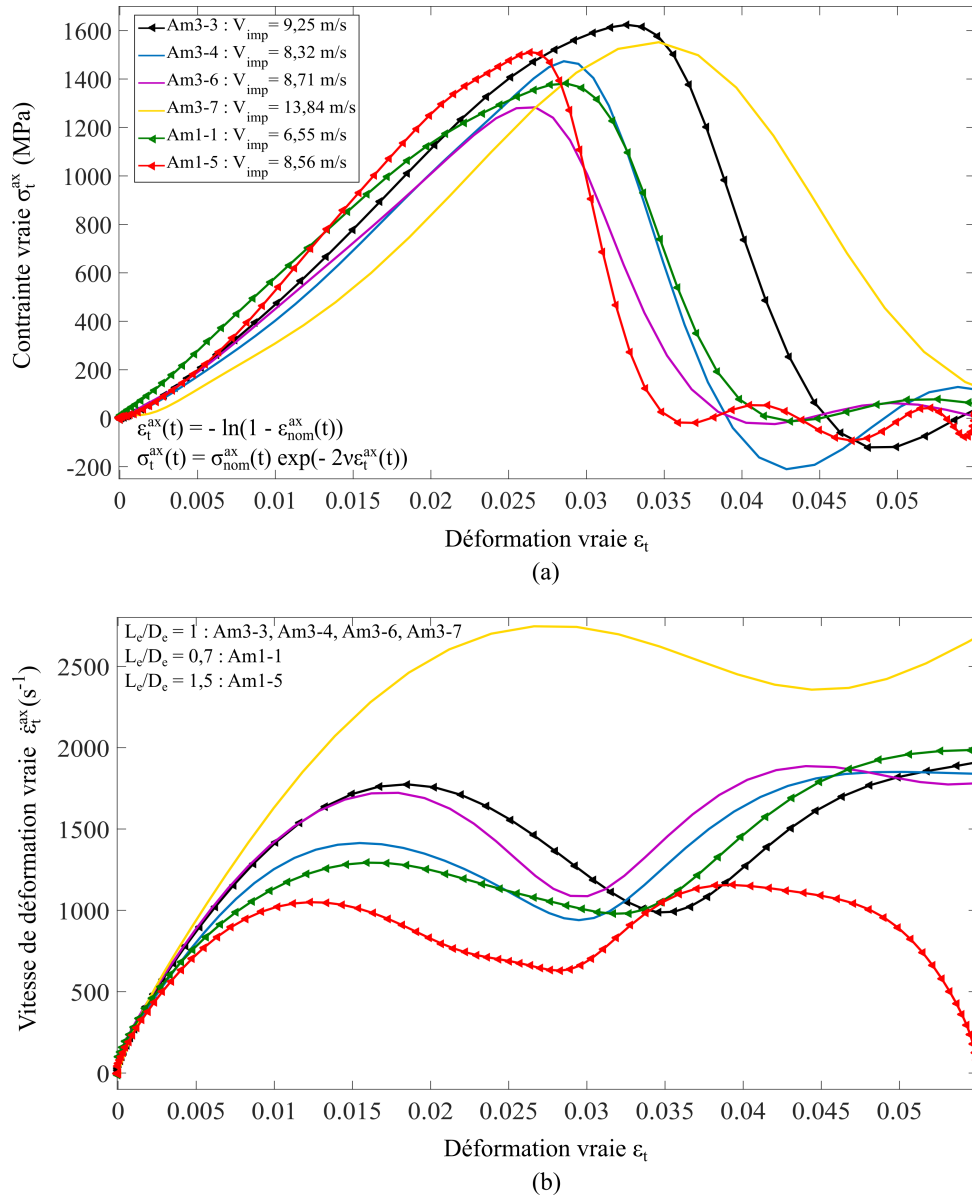


FIG. 4.9 Courbes d'évolution (a) de la contrainte vraie et (b) de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie pour les essais en compression axiale réalisés sur les verres totalement amorphes.

Si l'on observe maintenant les vitesses de déformation vraies sur les deux figures 4.9 et 4.10, on remarque que celles-ci ne sont pas constantes. Ceci est dû au fait que les vitesses particulières  $V_e$  et  $V_s$  respectivement dans les barres entrante et sortante ne sont pas égales (cf. paragraphe 3.2.3 p. 113). L'évolution des vitesses de déformation vraie peut s'analyser en fonction des ondes et de la relation d'équilibre vue en section 3.2.4 établie pour un échantillon à l'équilibre :

$$\epsilon_I + \epsilon_R = \epsilon_T \quad (4.2.1)$$

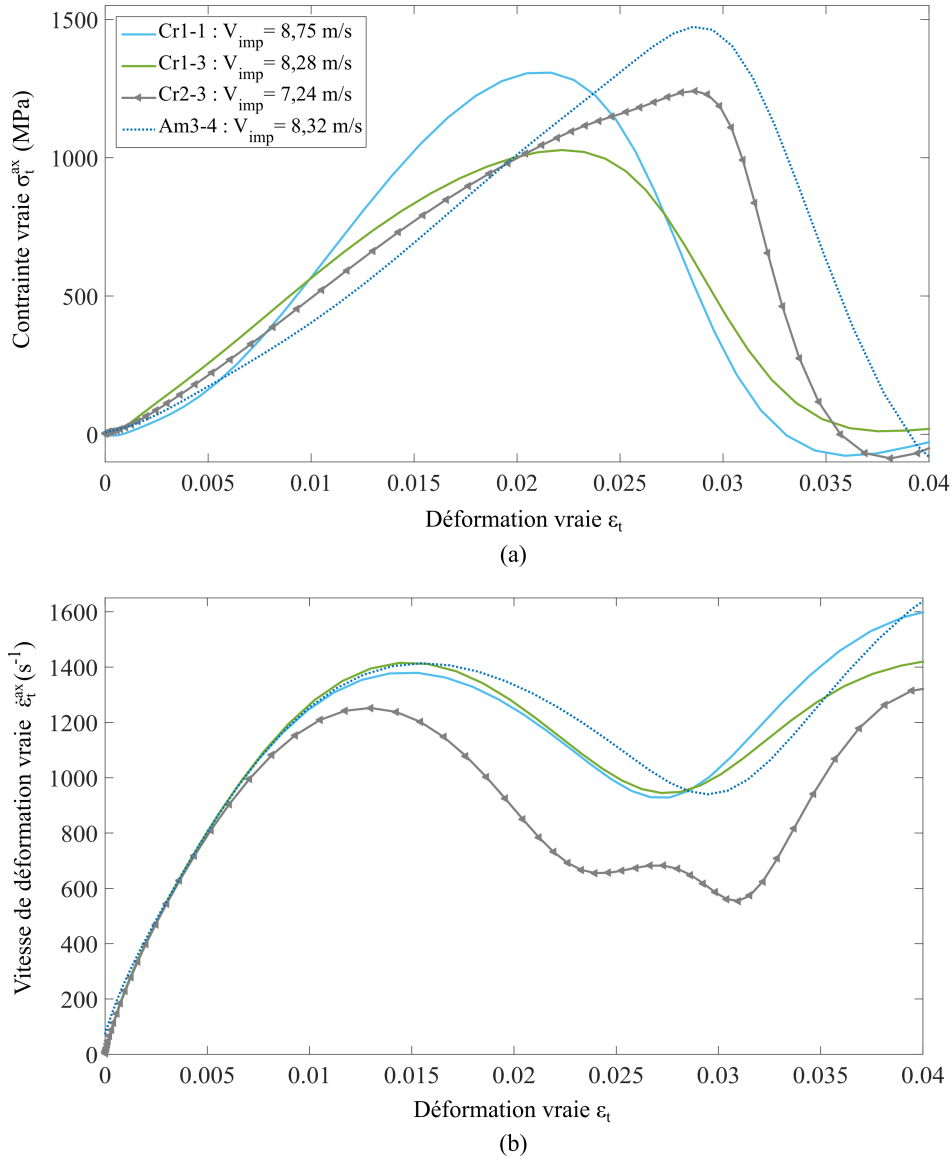


FIG. 4.10 Courbes d'évolution (a) de la contrainte vraie et (b) de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie pour les essais en compression axiale réalisés sur les verres partiellement cristallisés.

Cette relation est aussi vérifiée pendant le chargement. On rappelle de même que la contrainte  $\sigma$  est proportionnelle à l'onde transmise  $\epsilon_T$  et la vitesse de déformation nominale  $\dot{\epsilon}_{nom}^{ax}$  (et par conséquent la vitesse de déformation vraie<sup>2</sup>  $\dot{\epsilon}_t^{ax}$ ) est proportionnelle à l'onde réfléchie  $\epsilon_R$ . Aussi, pendant le chargement,  $\epsilon_I$  augmentent et donc  $\epsilon_R$  et  $\epsilon_T$  augmentent aussi car l'équilibre n'est pas atteint. Par conséquent,  $\dot{\epsilon}_{nom}^{ax}$  (donc  $\dot{\epsilon}_t^{ax}$ ) et  $\sigma$  augmentent jusqu'à l'équilibre. Une fois cet équilibre atteint, l'onde transmise (et donc la contrainte) continue d'augmenter et par conséquent l'onde réfléchie (et donc la vitesse de déformation) diminue afin que l'égalité des déformations dans les barres (4.2.1) soit vérifiée. La contrainte dans la barre transmise augmente jusqu'à rupture de l'échantillon, moment où la contrainte chute brutalement et la vitesse de déformation augmente subitement.

2. On rappelle que  $\dot{\epsilon}_t^{ax} = \frac{\dot{\epsilon}_{nom}^{ax}}{1 - \epsilon_{nom}^{ax}}$

La comparaison des courbes d'évolution de la vitesse de déformation des échantillons totalement amorphes (cf. figure 4.9.b) montre une dépendance de cette grandeur avec la vitesse d'impact et le rapport d'aspect. On considère dans un premier temps la dépendance à la vitesse d'impact. La comparaison de la vitesse de déformation de l'échantillon Am3-4 avec les vitesses des échantillons Am3-6, Am3-3 et Am3-7 (de même rapport d'aspect), testés à des vitesses d'impact croissante (resp. 8,71, 9,25 et 13,84 m/s), montre une sensibilité positive de la vitesse de déformation à la vitesse d'impact. La vitesse de déformation dépend de la différence entre les vitesses entrante et sortante et plus celle-ci est importante, plus la vitesse de déformation de l'échantillon sera élevée. Cette sensibilité est observée durant le début de l'essai (cf. figure 4.9.b) mais aussi lorsque la contrainte maximale est atteinte (cf. tableau 4.2).

On considère, dans un second temps, la dépendance aux rapports d'aspect. L'échantillon Am1-1, le plus court, testé à une vitesse inférieure par rapport aux autres échantillons, atteint une vitesse de déformation de l'ordre de celle de l'échantillon Am3-4 de rapport d'aspect égal à 1 (cf. figure 4.9.b). En effet, la vitesse de déformation est inversement proportionnelle à la longueur de l'échantillon. Ainsi, en diminuant sa hauteur, l'échantillon peut être soumis à des vitesses de déformations plus élevées. Dans le cas de l'échantillon Am1-1, il semble que la diminution de hauteur de l'échantillon compense parfaitement la baisse de vitesse d'impact. Cet échantillon a ainsi une vitesse de déformation du même ordre que l'échantillon Am3-4 et les autres échantillons de rapport d'aspect 1 testés à une vitesse équivalente (cf. tableau 4.2). L'échantillon Am1-5, qui est le plus long et qui a été testé à une vitesse d'impact de l'ordre de celle de l'échantillon Am3-4, a une vitesse de déformation inférieure à celui-ci quel que soit l'instant de l'essai (cf. figure 4.9.b et tableau 4.2).

Les courbes d'évolution de la vitesse de déformation des échantillons cristallisés sont comparées à celle de l'échantillon totalement amorphe Am3-4 (cf. figure 4.10.b). Tous ces échantillons sont de rapport d'aspect 1 et ont été testés à une vitesse d'impact du même ordre. Les courbes d'évolution des trois échantillons cristallisés (en traits pleins sur la figure 4.10.b) et les valeurs données dans le tableau 4.3 témoignent, comme précédemment, d'une sensibilité positive de la vitesse de déformation à la vitesse d'impact. La comparaison de l'échantillon Cr1-3 à l'échantillon Am3-4 (tous deux testés à même vitesse d'impact) montre un léger effet de la cristallisation sur l'évolution de la vitesse d'impact puisqu'on observe qu'après le premier maximum, la vitesse de l'échantillon Am3-4 est supérieure à celle de l'échantillon Cr1-3. La vitesse de déformation de l'échantillon Am3-4 est aussi supérieure à celle de l'échantillon Cr1-1 pourtant testé à une vitesse d'impact plus élevée. Les échantillons Cr1-1 et Cr1-3 sont tous deux tirés du même barreau mais le premier, prélevé plus haut dans la barreau, est plus cristallisé que le second. Il semble donc que la cristallisation des échantillons soit à l'origine d'une baisse de la vitesse de déformation qu'ils sont susceptibles d'atteindre. Cet effet est augmenté si la fraction cristalline augmente. Il semble donc que la présence de cristaux ralentisse la propagation de la déformation.

Échantillon	$V_{\text{imp}}$ (m·s <sup>-1</sup> )	E (GPa)	$\sigma_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$ (MPa)	$\varepsilon_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$	$\dot{\varepsilon}_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$ (s <sup>-1</sup> )
Am1-1	6,55	70	1382	0,029	1031
Am3-3	9,25	65	1624	0,033	1052
Am3-4	8,32	60	1473	0,029	951,4
Am3-6	8,71	62	1283	0,027	1211
Am3-7	13,84	65	1552	0,035	2622
Am1-5	8,56	67	1511	0,026	660,5

TAB. 4.2 Propriétés mécaniques des échantillons totalement amorphes testés et rompus en une fois en compression axiale. E désigne le module d'Young et  $\sigma_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$  la contrainte vraie maximale.  $\varepsilon_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$  et  $\dot{\varepsilon}_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$  représentent respectivement la déformation vraie et la vitesse de déformation vraie qui correspondent à la contrainte maximale.

Échantillon	$V_{\text{imp}}$ (m·s <sup>-1</sup> )	E (GPa)	$\sigma_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$ (MPa)	$\varepsilon_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$	$\dot{\varepsilon}_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$ (s <sup>-1</sup> )
Cr1-1	8,75	80	1308	0,022	1167
Cr1-3	8,28	76	1028	0,022	1152
Cr2-3	7,24	74	1241	0,029	649

TAB. 4.3 Propriétés mécaniques des échantillons partiellement cristallisés testés et rompus en une fois en compression axiale. E désigne le module d'Young et  $\sigma_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$  la contrainte vraie maximale.  $\varepsilon_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$  et  $\dot{\varepsilon}_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$  représentent respectivement la déformation vraie et la vitesse de déformation vraie qui correspondent à la contrainte maximale.

#### 4.2.2 Réponse mécanique des échantillons rompus en deux fois

Dans cette partie, nous avons cherché à rompre les échantillons en deux fois. Le but de cette démarche est double. Dans un premier temps, il s'agit de voir s'il est possible de déformer des échantillons en dynamique sans les rompre. Dans un second temps, il s'agit de déterminer si le premier essai peut avoir un impact sur le second.

Les échantillons étudiés dans cette seconde partie ont été testés dans la configuration axiale et ont rompus après deux essais. Les seconds essais sont réalisés à des vitesses comparables aux essais uniques de la section précédente. Les premiers essais (qui n'ont pas occasionné de rupture) sont réalisés à une vitesse d'impact inférieure. Les vitesses d'impacteur mesurées avant impact sont comprises entre 4,55 et 7,90 m·s<sup>-1</sup> pour le premier test et entre 6,35 et 10,8 m·s<sup>-1</sup> pour le second. Pour les échantillons amorphes, trois rapports d'aspect différents ont été choisis : 0,7, 1, et 1,5. L'échantillon partiellement cristallisé testé a, quant à lui, un rapport d'aspect de 1. Les caractéristiques détaillées des essais réalisés sur chacun des échantillons sont données en annexe B sous-section B.1.2.

Dans la suite, nous commençons par présenter, les résultats obtenus suite aux premiers essais sans rupture. Dans un second temps, nous nous intéressons à la réponse des échantillons suite aux deuxièmes essais. Leur comportement est comparé à celui de l'échantillon de référence Am3-4, rompu en une fois, afin de voir si le premier essai sans rupture a eu une influence

sur le comportement du matériau. Une comparaison des réponses entre échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés est également faite.

#### 4.2.2.i Résultats obtenus suite au premier essai sans rupture

Les courbes d'évolution de la contrainte vraie et de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie sont données en figure 4.11, respectivement en haut et en bas, pour tous les échantillons testés. Les résultats sont complétés par le tableau 4.4 où sont rassemblées les valeurs du module d'Young, de la contrainte maximale et de la déformation après décharge pour chacun des échantillons non rompus. Seuls les résultats de l'échantillon Am1-4 ne sont pas retranscrits car l'état d'équilibre des forces n'a pas été atteint pour cet échantillon lors du premier essai.

Sur la figure 4.11, toutes les courbes montrent que les échantillons se sont déformés suite à ce premier essai. Cependant leurs réponses diffèrent. Les échantillons Am3-1 et Am1-6 voient leur contrainte augmenter de façon non-linéaire jusqu'à un maximum avant de rediminuer lors de la phase de décharge. A contrario, la phase de charge des deux autres échantillons se découpe en deux portions de raideur différentes dont la limite est matérialisées par un point d'inflexion. Une fois la contrainte maximale atteinte, les échantillons connaissent aussi une phase de décharge. Pour les quatre échantillons totalement amorphes, la phase de décharge présente une pente quasi-égale à la phase de charge élastique. L'échantillon cristallisé présente lui aussi une déformation rémanente en fin d'essai mais l'évolution de sa contrainte est très oscillatoire. Les contraintes maximales obtenues sont comprises entre 1385 et 1759 MPa. Les déformations rémanentes sont comprises entre 0,2 et 2,6 % (cf. tableau 4.4). Ces déformations mesurées en fin d'essai, sont le signe d'une activité plastique et de la présence d'une composante inélastique de la déformation. Elles impliquent la possible existence au niveau des extrémités de l'échantillon (comme nous l'avons observé pour l'échantillon avec méplat en figure 4.8) ou au sein de l'échantillon de bandes de cisaillement dans lesquelles la déformation plastique s'est localisée.

Les différences de comportement décrites ci-avant sont dues à différents facteurs qui sont la vitesse d'essai, le rapport d'aspect et l'état structural. Choisissons l'échantillon Am3-2 comme échantillon de référence. De rapport d'aspect 1 et testé à une vitesse de 5,51 m/s, sa contrainte présente un point d'inflexion qui survient pour une déformation de l'ordre de 2 % (comme nous l'avons observé précédemment sur certains des échantillons testés en une fois). En fin d'essai, il s'est déformé d'environ 1 %. La réponse des échantillons Am3-1 et Am3-5 de même rapport d'aspect mais testés à des vitesses différentes peuvent être comparés à la réponse de l'échantillon Am3-2. Aussi, on remarque que pour l'échantillon Am3-1, testé à une vitesse d'impact inférieure, il n'y a pas de point d'inflexion de la contrainte car l'échantillon n'a pas atteint la valeur de déformation pour lequel la pente de la contrainte change. En revanche, l'échantillon Am3-5, testé à la vitesse d'impact supérieure, s'est déformé davantage. La déformation étant liée au raccourcissement de l'échantillon lui même lié à la vitesse d'impact<sup>3</sup>, il est pertinent d'observer une dépendance de la déformation et du comportement à la vitesse de déformation. Concernant l'échantillon Am1-6 de rapport d'aspect 1,5 et testé à une vitesse d'impact de 6,14 m/s, celui-ci n'a pas non plus atteint la déformation de 2 % où l'inflexion apparaît. De longueur plus

---

3. On rappelle que le raccourcissement est calculé à partir de la différence de déplacement des barres elle-même calculée à partir de la différence de vitesses entre les barres.

importante, cet échantillon aurait dû être testé à une vitesse plus élevée pour être déformé davantage.

Concernant l'échantillon cristallisé, la courbe d'évolution de la charge est non linéaire et même légèrement oscillante. La présence de cristaux rigides au sein de la matrice amorphe moins rigide ont tendance à augmenter la raideur moyenne. Les oscillations sont donc le résultat de deux phénomènes : d'une part une baisse de la pente de la contrainte du fait de la plasticité localisée qui se développe et d'autre part, une augmentation de la pente du fait de la présence des cristaux.

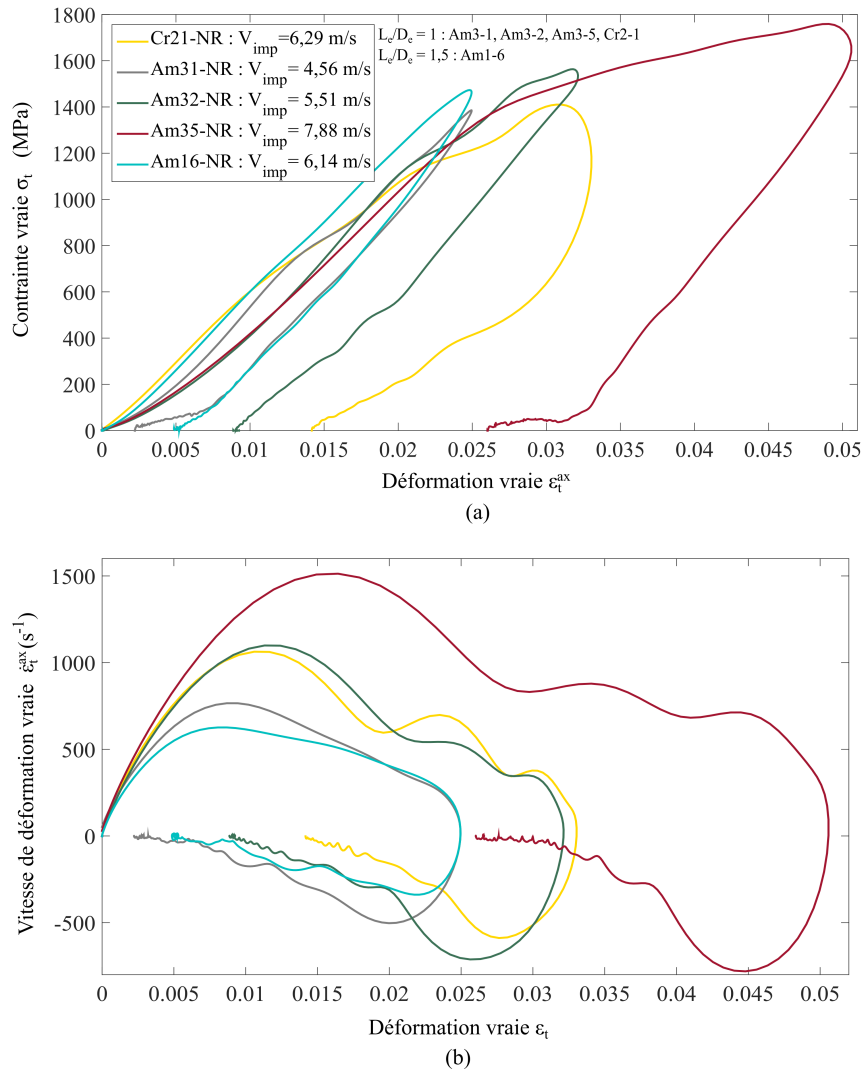


FIG. 4.11 Courbes d'évolution (a) de la contrainte vraie et (b) de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie pour les échantillons testés en configuration standard sans rupture.

Concernant l'évolution des vitesses de déformation pour les échantillons non rompus, celles-ci sont non constantes. Comme précédemment, la vitesse de déformation vraie commence par augmenter jusqu'à atteindre un maximum puis diminue afin de respecter la relation 4.2.1. La vitesse de déformation ne cesse de diminuer car la contrainte ne cesse d'augmenter. Le passage de la vitesse de déformation à des valeurs négatives correspond à la phase de décharge. La comparaison des vitesses de déformation de l'échantillon Am3-2 avec celles des échantillons Am3-



1 et Am3-5 (testé respectivement à des vitesses inférieure et supérieure) montre la sensibilité positive de la vitesse de déformation avec la vitesse d'impact. La comparaison des vitesses de déformation des échantillons Am3-2 et Am1-6 (de rapport d'aspect plus élevé) montre en revanche une sensibilité négative de la vitesse de déformation au rapport d'aspect. La diminution de la vitesse de déformation du fait de la cristallisation est aussi observée.

Échantillon	$V_{\text{imp}}$ (m·s <sup>-1</sup> )	E (GPa)	$\sigma_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$ (MPa)	$\Delta\varepsilon_t^{\text{ax}}$
Am3-1	4,56	67	1385	0,002
Am3-2	5,51	65	1563	0,009
Am3-5	7,88	62	1759	0,026
Am1-6	6,14	69	1473	0,005
Cr2-1	6,29	76	1410	0,014

TAB. 4.4 Propriétés mécaniques des échantillons testés en une fois en compression axiale sans rupture. E désigne le module d'Young et  $\sigma_{t_{\text{max}}}^{\text{ax}}$  la contrainte vraie maximale.  $\Delta\varepsilon_t^{\text{ax}}$  représente la déformation vraie rémanente après décharge.

Le phénomène d'inflexion observé ici est plus marqué que celui observé dans les essais axiaux de la section précédent. Un phénomène de vitesse peut expliquer cette différence. Tant que la vitesse impliquant la rupture n'a pas été atteinte, des bandes se forment au sein de l'échantillon et ont le temps de se développer. De plus, comme la plasticité est localisée et que par conséquent, le matériau présente suffisamment de matière encore élastique, la force transmise continue d'augmenter et l'échantillon atteint une contrainte en fin de charge relativement importante. A vitesse plus élevée, ces phénomènes d'apparition de bandes se font ressentir (d'où les inflexions observées sur certains échantillons) mais l'instabilité des bandes induite par le chargement plus rapide implique qu'elles ont moins de temps pour se développer et que l'échantillon rompt sans trop se déformer.

#### 4.2.2.ii Résultats obtenus suite au second essai avec rupture

Les courbes d'évolution de la contrainte et de la vitesse de déformation en fonction de la déformation sont données en figure 4.12, respectivement en haut et en bas, pour tous les échantillons rompus après le deuxième essai. Pour chacun des essais de cette sous-section, une évolution conservative a été faite et la rupture est supposée atteinte lorsque la contrainte s'annule pour la première fois. Pour faciliter les comparaisons, les courbes d'évolution de la contrainte et de la vitesse de déformation de l'échantillon Am3-4 sont aussi tracées en figure 4.12. Les résultats sont complétés par le tableau 4.5 où sont rassemblés pour le second essai avec rupture les valeurs du module d'Young, de la contrainte maximale et des déformations et vitesses de déformation correspondantes.

Quels que soient le rapport d'aspect, l'état structural ou le nombre d'essai (par comparaison avec l'échantillon Am3-4), la tendance d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation est la même. La réponse macroscopique se décompose d'une phase de charge, où l'échantillon est comprimé jusqu'à ce que la contrainte atteigne un maximum, puis d'une phase de décharge, où la contrainte diminue très rapidement. Cette évolution de la contrainte montre

que les échantillons préalablement déformé ont aussi un comportement élastique fragile sans ductilité significative. Les faibles déformations à rupture mesurées et leur proximité (cf. tableau 4.5) sont le signe que le matériau, même localement plastifié suite à un premier essai, ne peut accommoder la déformation lorsqu'il est soumis à des sollicitations dynamiques. Les valeurs de déformations mesurées au cours du second essai (cf. tableau 4.5) sont très proches de celles mesurées au cours d'un essai unique (cf. tableaux 4.2 et 4.3). Il en est de même pour les valeurs du module d'Young.

D'après la figure 4.12.a, les contraintes maximales atteintes au cours du second essai, pour les échantillons totalement amorphes, sont supérieures à celle atteinte au cours d'un essai unique. Les maxima de contraintes sont tous supérieurs à celui de l'échantillon Am3-4. Il en est de même pour l'échantillon Cr2-1 qui atteint une contrainte maximale légèrement supérieure à celle de l'échantillon Am3-4 (cf. tableaux 4.2 et 4.5). On remarque de plus, pour les échantillons rompus après deux essais, que l'écart entre les valeurs maximales de contraintes atteintes par les échantillons totalement amorphes et les échantillons partiellement cristallisés est moins important que dans le cas des essais uniques. Si cela peut être l'effet d'un premier essai, il se peut que l'état structural l'explique aussi. Du fait d'un module d'Young plus élevé et d'une déformation à contrainte maximale quasi-identique, l'échantillon a atteint une contrainte plus élevée.

Les courbes d'évolution de la vitesse de déformation par rapport à la déformation vraie donnée en figure 4.12.b montrent que pour les échantillons préalablement déformés et rompus lors d'un second test, la tendance est la même que pour les échantillons rompus en un seul essai. Les valeurs des vitesses de déformations dépendent, comme précédemment, des vitesses d'impact, des rapports d'aspect et de l'état structural. On remarque en revanche, si l'on compare les courbes de vitesses de déformation des échantillons Am3-1, Am3-5 (rompus au second essai) à celle de l'échantillon Am3-4 (rompu en une fois), tout trois de même rapport d'aspect, que la vitesse est supérieure pour les échantillons testé en deux fois mais qu'elle est inférieure au moment de la rupture qui survient à même déformation (cf. tableaux 4.2 et 4.5). La relation d'équilibre des ondes 4.2.1 impose en effet que si une contrainte plus grande est atteinte (on a alors  $\varepsilon_T$  plus grand) la vitesse de déformation au même instant est plus faible ( $\varepsilon_R$  est moins élevé pour respecter l'équilibre).

L'intérêt du premier essai réside dans le fait qu'il a permis aux échantillons d'atteindre des contraintes maximales plus élevées, mais il a aussi permis d'homogénéiser les réponses mécaniques lors du second essai. Nous avons vu sur les courbes de la figure 4.11 que tous les échantillons s'étaient déformés légèrement et que cette déformation rémanente est due au développement d'une plasticité localisée au sein du matériau. Cette déformation localisée permet lors du second essai d'observer des comportements plus homogènes (cf. figure 4.12). Quels que soient les vitesses d'essais ou les rapports d'aspect, une bien meilleure reproductibilité du comportement est observée. Il en résulte un moins grand écart sur les valeurs des propriétés mesurées (cf. tableau 4.5).

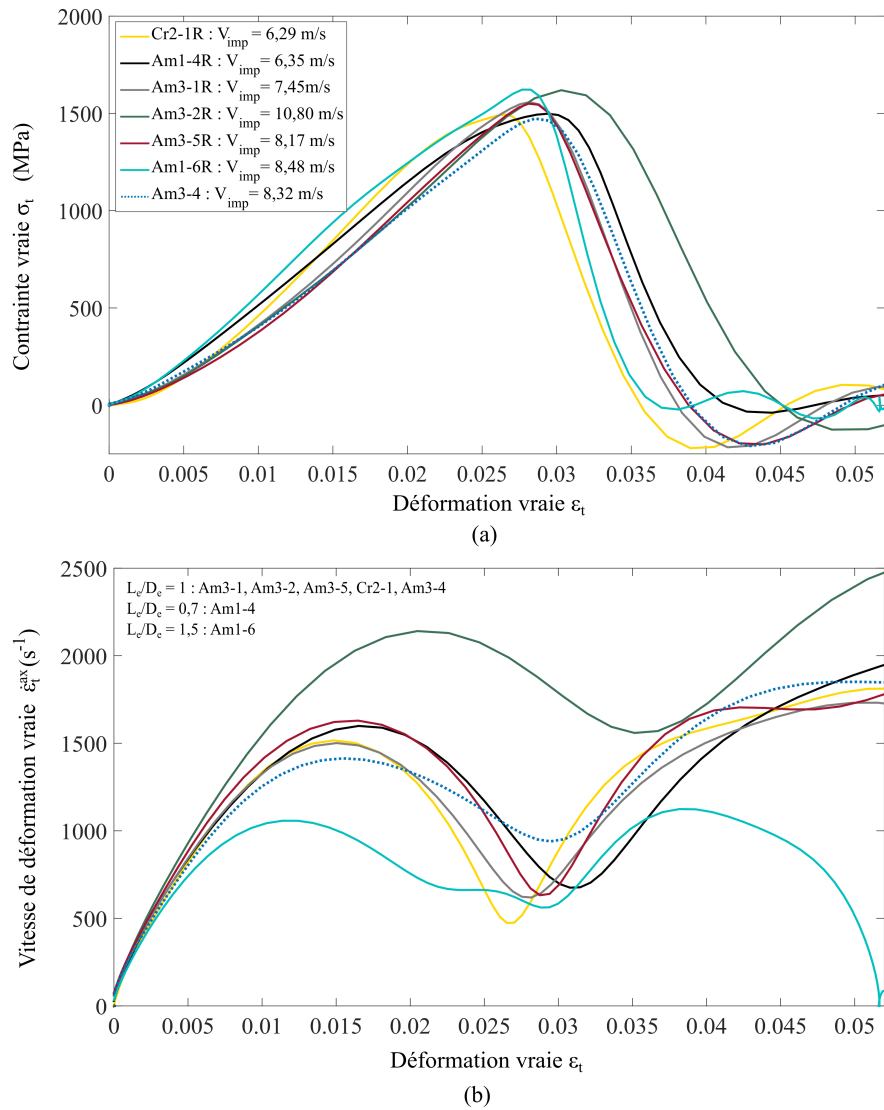


FIG. 4.12 Courbes d'évolution (a) de la contrainte vraie et (b) de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie pour les échantillons totalement amorphes testés une seconde fois en configuration standard avec rupture.

Échantillon	$V_{imp}$ ( $m \cdot s^{-1}$ )	E (GPa)	$\sigma_{t_{max}}^{ax}$ (MPa)	$\epsilon_{t_{max}}^{ax}$	$\dot{\epsilon}_{t_{max}}^{ax}$ ( $s^{-1}$ )
Am1-4	6,35	65	1499	0,029	736,6
Am3-1	7,45	63	1557	0,028	619,2
Am3-2	10,80	63	1619	0,030	1769
Am3-5	8,17	62	1550	0,028	671,7
Am1-6	8,48	68	1622	0,028	596,6
Cr2-1	8,53	76	1494	0,027	472,9

TAB. 4.5 Propriétés mécaniques lors du second test des échantillons rompus en deux fois en compression axiale. E désigne le module d'Young et  $\sigma_{t_{max}}^{ax}$  la contrainte vraie maximale.  $\epsilon_{t_{max}}^{ax}$  et  $\dot{\epsilon}_{t_{max}}^{ax}$  représentent respectivement la déformation vraie et la vitesse de déformation vraie qui correspondent à la contrainte maximale.

### 4.2.3 Comparaison des réponses macroscopiques des échantillons testés en configuration axiale

L'objectif de cette sous-section est de dresser un bilan sur les campagnes expérimentales présentés ci-avant et de mettre en avant les différences observées dans les réponses mécaniques en fonction des états structuraux et du nombre d'essai avant rupture. Pour cela, les courbes d'évolution de la contrainte et de la vitesse de déformation en fonction de la déformation sont tracées pour les échantillons totalement amorphes, testés en une fois et en deux fois (le second essai est tracé), pour des rapports d'aspect égaux à 0,7 (cf. figure 4.13), à 1,5 (cf. figure 4.14) et à 1 (cf. figure 4.15). Sur la figure 4.16, les mêmes courbes sont tracées pour les échantillons partiellement cristallisés. Le tableau 4.6 dresse un bilan des propriétés mécaniques moyennes de tous les échantillons rompus en une fois ou en deux fois en configuration standard. Les valeurs moyennes du module d'Young, de la contrainte maximale atteinte et de la déformation correspondante sont calculées. Les mêmes propriétés en quasi-statique y sont rajoutées pour comparaison. Les vitesses de déformation n'y sont pas répertoriées car elles sont sensibles à la longueur des échantillons et à la vitesse de l'impacteur avant impact. Elles varient donc beaucoup d'un essai à l'autre. Celles-ci seront tout de même comparées en prenant en compte les valeurs retranscrites dans les tableaux 4.2, 4.3 et 4.5. On rappelle que les valeurs moyennes rassemblées dans le tableau 4.6 ont été calculées pour des échantillons testés à des vitesses d'impact différentes et ayant des longueurs et des états structuraux différents, surtout pour les matériaux partiellement cristallisés. Les estimations faites ici sont qualitatives mais semblent relativement correctes au vu des valeurs des incertitudes et de la bonne superposition des courbes de comportements observées. Seules les valeurs des contraintes maximales présentent des écarts-types assez élevées. Il ne faut cependant pas oublier que ces valeurs peuvent être influencées par la vitesse de déformation<sup>4</sup> (cf. section 1.2.5) et par l'état d'équilibre en cours d'essai. En effet, les contraintes sont calculées en fonction de la force sortante et donc de l'onde transmise contrairement à la vitesse de déformation et à la déformation qui sont calculées en fonction des trois ondes. L'équilibre des forces a été jugé qualitativement mais il se peut qu'il ait été meilleur dans certains cas plutôt que dans d'autres, ce qui a pu avoir une influence sur le calcul des contraintes.

L'estimation des paramètres moyens, donnés dans le tableau 4.6, permet dans la suite d'esquisser une comparaison des propriétés en dynamique entre des échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés testés en une fois ou en deux fois. Le tableau 4.6 permet également de comparer les propriétés mécaniques des échantillons en quasi-statique et en dynamique. Une interprétation des phénomènes matériaux expliquant les différences observées est faite.

#### Impact d'un premier test sur la réponse des échantillons en configuration axiale

Nous commençons par comparer les résultats entre échantillons testés une fois et échantillons testés deux fois. La comparaison pour les échantillons cristallisés est plus délicate car seul un échantillon a été testé deux fois alors que trois échantillons ont été testés une fois.

---

4. Cela semble être le cas ici puisque les valeurs de contrainte données dans le tableau 4.6 sont moins élevées en dynamique qu'en quasi-statique. Une étude sur la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est faite plus loin dans le chapitre

Les courbes tracées en figures 4.13.a, 4.14.a, 4.15.a et 4.16.a et les valeurs moyennes rassemblées dans le tableau 4.6 tendent à prouver que concernant le module d'Young et la déformation au point de contrainte maximale, l'influence d'un premier essai est moindre sur les valeurs moyennes calculées pour les échantillons rompus. En revanche, il y a eu une influence plus grande sur la contrainte maximale moyenne qui est plus élevée dans le cas du second test. Ceci se vérifie quelque soit l'état structural de l'échantillon. En faisant le parallèle avec les phénomènes matériaux qui se produisent en quasi-statique ([Greer et al., 2013]), il est possible que la présence de bandes de cisaillement dans l'échantillon, suite au premier essai, lui permettent d'atteindre des contraintes un peu plus élevées lors du second essai. Les premières bandes de cisaillement formées au cours du premier essai croisent de nouvelles bandes formées au cours du second ralentissant ainsi leur progression et permettant à la contrainte d'augmenter. La déformation préalable des échantillons lors d'un premier essai permet également d'homogénéiser leur réponse à l'issue du second. Les valeurs d'incertitudes moins grandes calculées dans le tableau 4.6 pour les trois propriétés en témoignent.

Concernant les vitesses de déformation vraies moyennes, il semble que celles-ci soient moins importantes dans le cas des échantillons testés deux fois (pour des échantillons testés à des vitesses similaires). En effet, le croisement des bandes qui permet d'augmenter la contrainte a aussi pour conséquence de ralentir la propagation de la déformation dans le matériau. Par conséquent, les valeurs de vitesses de déformation au niveau du point de contrainte maximale données dans le tableau 4.5 sont inférieures pour des vitesses d'essais identiques aux valeurs données dans les tableaux 4.2 et 4.3. Ceci se voit également sur les courbes tracées en figures 4.13.b ou 4.14.b où la vitesse à rupture (pour une déformation de l'ordre de 0.3) est inférieure dans le cas des échantillons testés deux fois.

### **Impact d'une cristallisation partielle sur la réponse des échantillons en configuration axiale**

Les figures 4.15 et 4.16 et les valeurs moyennes rassemblées dans le tableau 4.6 permettent de comparer les résultats dynamiques en termes d'états structuraux (tous essais confondus). De façon générale, la présence de cristaux dans les échantillons élaborés par injection a augmenté la valeur du module d'Young mais a dégradé les autres propriétés : contraintes maximales et déformations correspondantes sont plus faibles de même que la vitesse de déformation. Ceci est valable que les échantillons aient été testés une fois ou deux fois (cf. tableau 4.6). La chute des propriétés peut s'expliquer par le fait que les cristaux au sein de la matrice gênent la formation et la propagation des bandes de cisaillement, ce qui rend l'accommodation de la déformation difficile. Le matériaux s'en retrouve fragilisé.

Concernant plus particulièrement les échantillons partiellement cristallisés (cf. figure 4.16.a), on observe que les courbes d'évolution de la contrainte d'un échantillon partiellement cristallisé à l'autre sur un même barreau suivent la même tendance. En revanche, les propriétés moyennes se dégradent quand la fraction volumique de cristaux diminue. En effet, on voit que les échantillons Cr1-1 testé une fois et Cr2-1 testé deux fois, tous deux prélevés en haut des barreaux partiellement cristallisés, ont un module d'Young et une contrainte maximale plus élevés que des échantillons prélevés plus bas dans le barreau (cf. figure 4.16 et tableaux 4.3 et 4.5).

Si d'après [Bian et al., 2000] la présence de cristaux micrométriques entraîne une diminution de la contrainte à rupture, il semble que, comme c'est le cas pour des cristaux nanométriques, il existe une concentration de phase cristalline pour laquelle les propriétés sont améliorées. Sur chacun des barreaux cristallisés, les échantillons en haut de barreaux présentaient de meilleures propriétés mécaniques. Il est à noter que l'échantillon Cr2-1, testé en deux fois, a une valeur de contrainte maximale supérieure à la plus grande contrainte mesurée pour les trois autres échantillons cristallisés testés en une fois, du fait qu'il s'est davantage déformé avec un module d'Young similaire. Il a d'ailleurs une valeur de contrainte maximale supérieure à celle de certains échantillons totalement amorphes testés une seule fois. Il semble que la fraction cristalline de cette échantillon ainsi que les modifications structurales apportées par le premier test lui aient permis d'atteindre des propriétés mécaniques proches des échantillons totalement amorphes testés une fois.

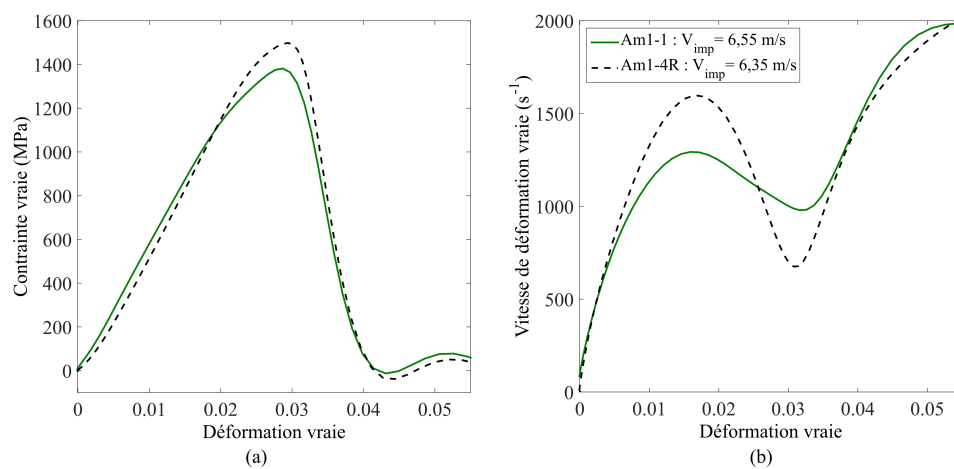


FIG. 4.13 Courbes bilan d'évolution (a) de la contrainte et (b) de la vitesse de déformation en fonction de la déformation pour les échantillons de rapport d'aspect 0,7 testés en configuration axiale. Les courbes en pointillés sont celles obtenues au cours du second essai pour les échantillons rompus en deux fois.

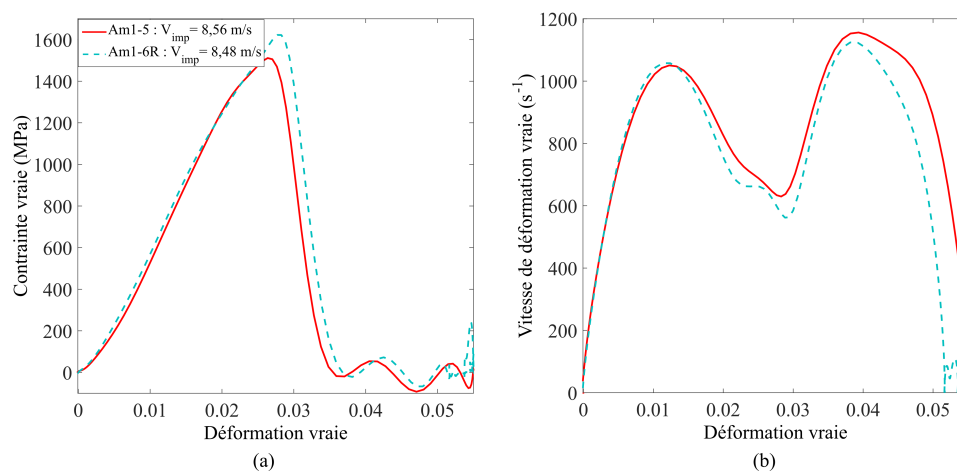


FIG. 4.14 Courbes bilan d'évolution (a) de la contrainte et (b) de la vitesse de déformation en fonction de la déformation pour les échantillons de rapport d'aspect 1,5 testés en configuration axiale. Les courbes en pointillés sont celles obtenues au cours du second essai pour les échantillons rompus en deux fois.

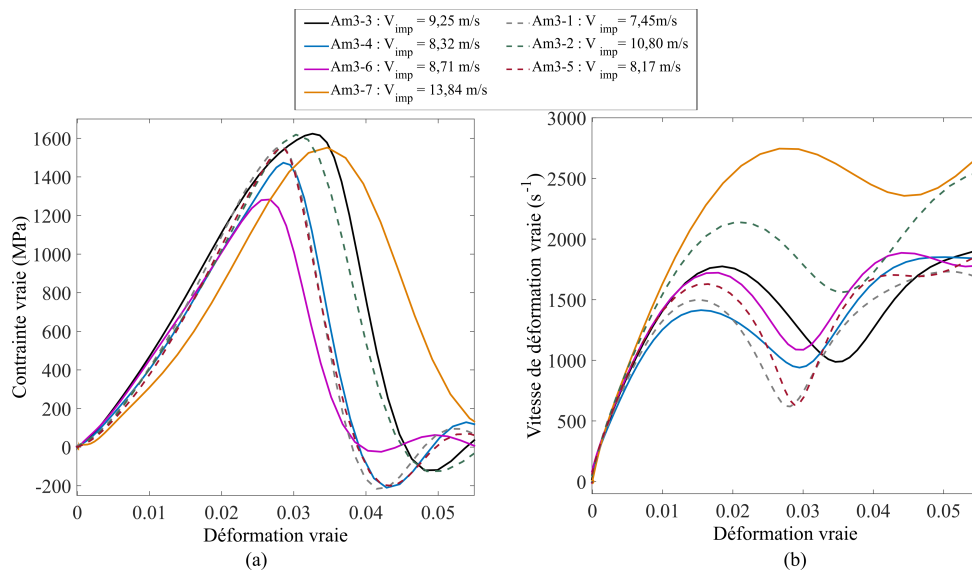


FIG. 4.15 Courbes bilan d'évolution (a) de la contrainte et (b) de la vitesse de déformation en fonction de la déformation pour les échantillons totalement amorphes de rapport d'aspect 1 testés en configuration axiale. Les courbes en pointillés sont elles obtenues au cours du second essai pour les échantillons rompus en deux fois.

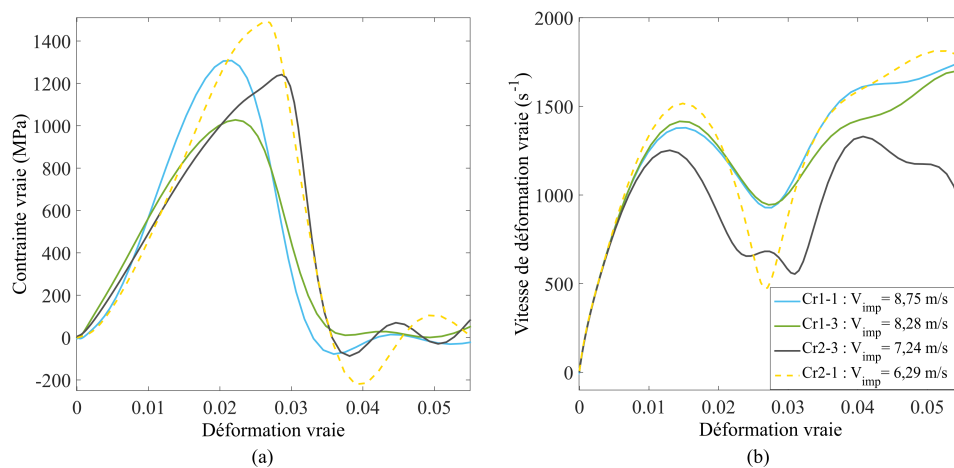


FIG. 4.16 Courbes bilan d'évolution (a) de la contrainte et (b) de la vitesse de déformation en fonction de la déformation pour les échantillons partiellement cristallisés testés en configuration axiale. La courbe en pointillés est celle obtenue au cours du second essai pour l'échantillon rompu en deux fois.

### Influence du type de sollicitation sur les propriétés mécaniques

Les valeurs des propriétés mécaniques moyennes pour des sollicitations quasi-statiques, données sur la dernière ligne du tableau 4.6, permettent de comparer essais dynamiques et quasi-statiques, notamment pour les matériaux totalement amorphes. Si les déformations sont similaires, les valeurs de module d'Young et de contraintes sont différentes. Le module d'Young mesuré lors de la simulation élastique dans l'étape de calage des ondes est un module apparent. Son calcul est entaché d'une erreur estimée à environ 10%<sup>5</sup>. De plus, il s'agit d'un module

5. Conversation avec MM. Gérard Gary et Vincent de Greef.

apparent qui n'est égal au module élastique que si le comportement en dynamique est élastique. Cela ne semble donc pas être le cas ici puisque le module apparent est inférieur au module élastique du matériau.

Grandeur mécanique	E (GPa)	$\sigma_{t_{\max}}^{\text{ax}}$ (MPa)	$\varepsilon_{t_{\max}}^{\text{ax}}$
Matériau amorphe testé 1 fois	$64,8 \pm 2,9$	$1471 \pm 100$	$0,030 \pm 0,003$
Matériau partiellement cristallisé testé 1 fois	$76,7 \pm 3,5$	$1192 \pm 169$	$0,024 \pm 0,005$
Matériau amorphe testé 2 fois	$64,2 \pm 2,1$	$1569 \pm 46$	$0,029 \pm 0,001$
Matériau partiellement cristallisé testé 2 fois	$76 \pm 7,6$	$1494 \pm 149$	$0,027 \pm 0,004$
En quasi-statique	$84,4 \pm 0,8$	1800	0,02 - 0,03

TAB. 4.6 Propriétés mécaniques moyennes pour les échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés testés en une fois en compression axiale. Les valeurs données pour le comportement sous sollicitations quasi-statique sont tirés de [Keryvin et al., 2008a] pour le module d'Young et pour la contrainte maximale en compression et [Liu et al., 2018] pour la déformation

La baisse de contrainte maximale peut s'expliquer par les phénomènes de plasticité qui se développent dans les verres métalliques. Dans ces matériaux la plasticité est localisée et liée à l'initiation, l'évolution et la propagation de bandes de cisaillement. Dans les matériaux fragiles en général, de multiples fissures peuvent se développer et croître dans différents sites de l'échantillon à partir de défauts préexistants au sein de la matière. Dans les verres métalliques un tel argument est plausible, les zones de défauts étant les zones de forte concentration en volume libre. Les bandes qui se développent sont issues de l'adoucissement local du matériau qui se produit dans ces zones de défauts. Les bandes se forment quel que soit le type de sollicitation. En revanche, ce qui diffère entre comportement quasi-statique et dynamique est la densité de bandes qui se développent. Les bandes sont beaucoup plus nombreuses dans le cas de sollicitations dynamiques du fait des effets de vitesse de déformation et de température.

En quasi-statique, le phénomène de propagation des bandes de cisaillement est de nos jours relativement bien connu. Leur activité au sein du matériau se traduit sur les courbes de comportement contrainte-déformation par l'apparition de serrations ([Wright et al., 001, Mukai et al., 2002]). Mukai et al. ont d'ailleurs montré que pour des sollicitations quasi-statique, les bandes de cisaillement apparaissent dans le domaine élastique pour des valeurs de la contrainte environ égales à 80% de la limite d'élasticité. Une fois les premières bandes initiée, et à mesure que le niveau de contrainte augmente, d'autres bandes de cisaillement se forment dans l'échantillon dans les zones où le matériau s'est adouci. Le matériau commence alors à s'endommager. Pendant un essai quasi-statique, l'augmentation de la contrainte se fait lentement ce qui permet à la plupart des bandes de se développer complètement et éventuellement de se croiser et se ramifier ralentissant leur propagation et permettant à la contrainte d'augmenter encore. La majorité des bandes a le temps d'évoluer jusqu'à maturité avant qu'une fissure ne se forme et se propage causant la rupture de l'échantillon. Elles accumulent une très large partie de la déformation plastique.



Les courbes de comportement que l'on a obtenues pour des sollicitations dynamiques ou celles que l'on peut trouver dans la littérature chez [Li et al., 2003, Liu et al., 2010, Li et al., 2017] par exemple ne présentent pas de serrations et ne laissent donc pas supposer que de multiples bandes se développent au sein du matériau. L'absence de dentelures sur les courbes de comportement peut s'expliquer par la nature du chargement en dynamique et les oscillations qui lui sont associées dans les signaux mesurés sur le dispositif aux barres d'Hopkinson [Li et al., 2003]. Cependant, on peut s'attendre à ce que les premières bandes de cisaillement se forment aussi à des niveaux de contraintes inférieurs à la limite à rupture et ce parce que les phénomènes à l'origine de leur formation sont les mêmes. Nous avons pu observer, pour certains échantillons, une inflexion sur la courbe d'évolution de la contrainte, que l'on a attribué à une activité plastique localisée, pour une valeur de la contrainte environ égale à 85% de la contrainte maximale. Les effets de vitesses vont, en revanche, à la fois multiplier leur nombre et inhiber leur développement. La densification des bandes de cisaillement est le résultat de deux mécanismes. Le premier est la génération d'une plus grande quantité de volume libre du fait d'une plus grande vitesse de déformation. En dynamique, la diffusion ne peut compenser la création de volume libre [Xue et al., 2008], ce qui implique que la quantité de volume libre augmente dans l'échantillon. Les sites potentiels d'adoucissement du matériau deviennent alors plus nombreux. Le second mécanisme à l'origine de la densification des bandes est l'activation d'un plus grand nombre de sites de défauts en dynamique par rapport au quasi-statique. Sous chargement dynamique, le matériau doit accommoder rapidement une plus grande quantité d'énergie. Aussi nous nous attendons à ce que des microfissures multiples apparaissent à différents sites au sein de la matière. Le chargement dynamique est donc susceptible d'activer simultanément plusieurs sites potentiels de formation de bandes ce qui accélère leur formation.

En revanche, les effets de vitesse inhibent leur développement. Les bandes ne se développent qu'à des échelles microscopiques. À la différence du cas quasi-statique, l'augmentation des niveaux de contrainte est plus rapide et les bandes n'ont pas le temps de se développer complètement. Ce confinement de leur développement favorise la formation de microfissures ([Li et al., 2003]). Un comportement similaire a été observé pour des céramiques à haute résistance ([Lankford et al., 1998]) où l'initiation de microplasticité a immédiatement engendré l'apparition et la propagation de microfissures. De façon analogue, dans les verres métalliques, qui sont des matériaux fragiles à haute résistance, nous pouvons supposer que la formation de bandes de cisaillement à l'échelle microscopique va s'accompagner de l'apparition de microfissures qui se développent à partir des bandes et finissent par causer la rupture macroscopique de l'échantillon. Ce processus de rupture ne permet pas l'accumulation de déformation plastique. Le matériau ne démontre pas de ductilité significative. L'instabilité des bandes et leur formation successive accompagnée du développement de microfissures qui peuvent interagir les unes avec les autres sont autant de causes de la chute de la contrainte à rupture en dynamique.

La température joue aussi un rôle sur le comportement du matériau. Dans le cas de sollicitations dynamiques, on suppose généralement que l'augmentation des vitesses de déformation favorise une localisation adiabatique du cisaillement. La succession rapide de la formation de bandes de cisaillement et de la nucléation de microfissures sont à l'origine d'une rapide hausse de la température et d'une fusion locale de l'échantillon du fait de l'adiabaticité du cisaillement.

Ces effets de température sont visibles sur les surfaces de rupture (cf. section 4.3.2). La hausse de température résultant du réchauffement adiabatique va favoriser l'adoucissement du matériau et l'accumulation de déformation plastique dans les bandes de cisaillement les rendant encore plus instables et précipitant la rupture à des niveaux de contrainte plus faibles. Une estimation de la hausse de température dans l'un des échantillons testés a été faite et est présentée en annexe C.

### 4.3 Analyse de la rupture des échantillons testés en configuration axiale

Dans cette seconde partie, nous étudions de façon qualitative la rupture macroscopique des échantillons puis nous nous intéressons à leur réponse microscopique et notamment aux mécanismes de rupture mis en jeu via l'observation des surface de rupture au MEB. Cette étude est complétée par une analyse chimique EDS des structures identifiées sur les faciès de rupture des deux types d'échantillons.

#### 4.3.1 Rupture macroscopique des échantillons

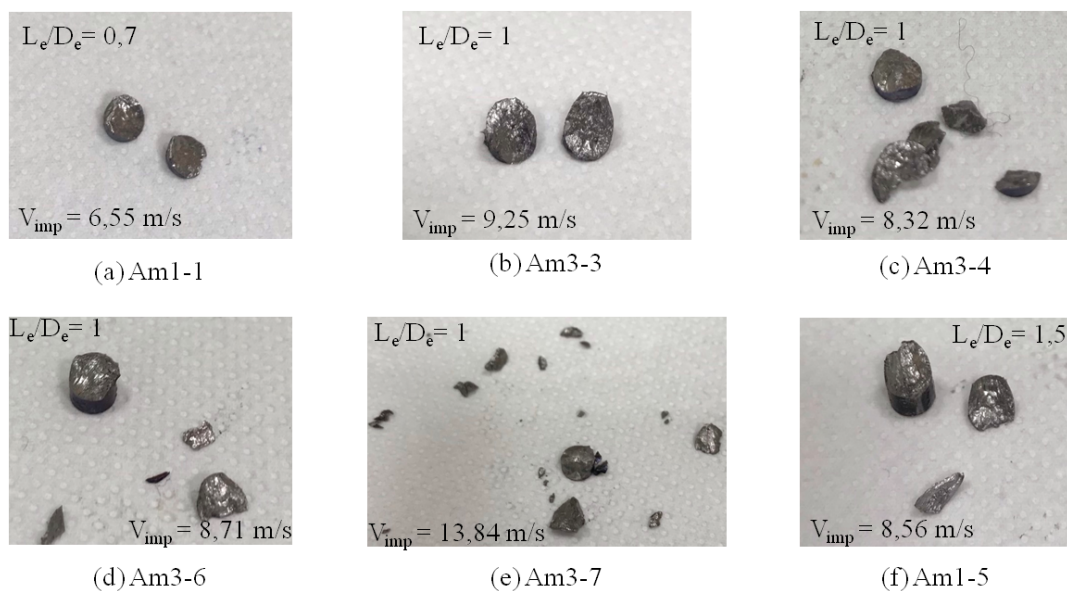


FIG. 4.17 Photos des échantillons totalement amorphes testés en configuration standard

Les échantillons totalement amorphes après essais uniques sont présentés en figure 4.17. Selon les rapports d'aspect des échantillons et les vitesses d'impact, on constate des ruptures macroscopiques quelque peu différentes. Les échantillons Am1-1, Am3-3 (resp. de rapport d'aspect 0,7, 1) pour lesquels une inflexion de la courbe de contrainte a été identifiée ont rompus de façon analogue en deux fragments (cf. figures 4.17.a et 4.17.b). Cette rupture est d'ailleurs similaire à celle observée en quasi-statique où les échantillons sont rompus en deux fragments après une légère déformation plastique ([Li et al., 2003]). Les échantillons Am3-6 et Am1-5, de rapports d'aspect différents (1 pour le premier et 1,5 pour le second), testés à des vitesses similaires, ont tous deux rompu d'une façon analogue : la rupture est multifragmentaire avec deux fragments principaux de grandes tailles et quelques fragments de tailles plus petites (cf. figures 4.17.d et 4.17.f). L'échantillon Am3-4 a rompu en cinq fragments de formes différentes mais de

taille relativement proche (cf. figure 4.17.c). Enfin, du fait d'une vitesse d'impact plus importante, l'échantillon Am3-7 a rompu en une multitude de fragments : on distingue sur la figure 4.17.e trois fragments de taille relativement importante et de nombreux autres fragments de taille inférieure. Pour les échantillons présentant deux fragments principaux, ceux-ci ont rompu selon un angle faisant approximativement  $45^\circ$  avec l'axe de sollicitations.

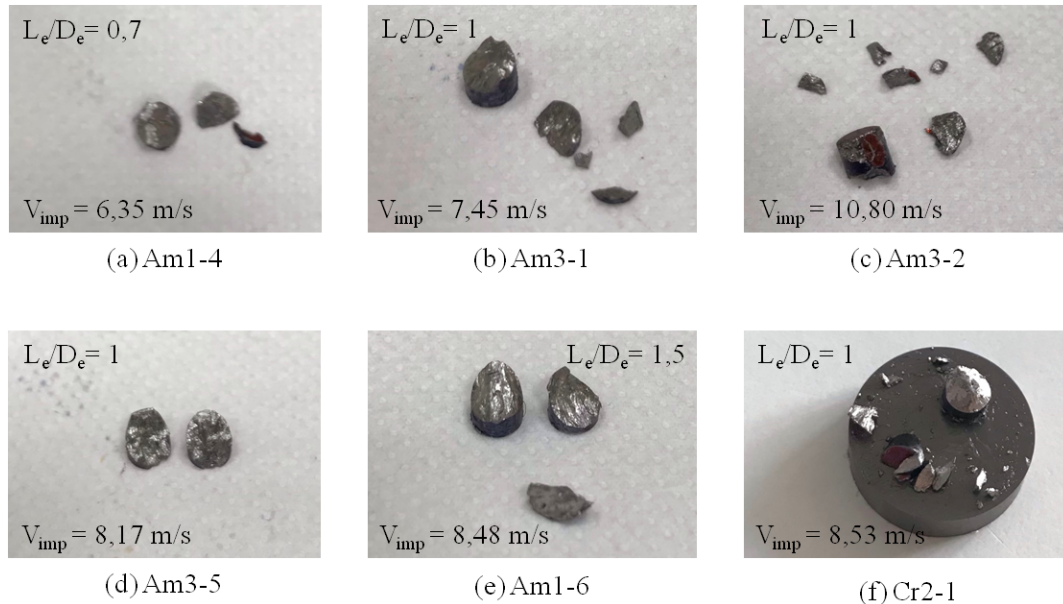


FIG. 4.18 Photos des échantillons testés en configuration standard et rompus après deux essais aux barres d'Hopkinson.

Les échantillons totalement amorphes testés en deux fois et rompus après la seconde sollicitation sont présentés en figure 4.18. De même que pour les échantillons rompus en une fois, des ruptures macroscopiques différentes sont observées en fonction des rapports d'aspect et des vitesses d'impact. L'échantillon Am3-5 (cf. figure 4.18.d), qui s'est déformé le plus lors du premier essai, présente une rupture similaire aux échantillons Am1-1 et Am3-3 rompus en deux fragments. Les échantillons Am1-4, Am1-6 et Am3-1 (cf. figures 4.18.a, 4.18.e et 4.18.b) ont rompus en plusieurs fragments de façon analogues aux échantillons testés en une fois où deux fragments principaux ont été observés, avec un ou plusieurs fragments de petite taille. L'échantillon Am3-2 (cf. figure 4.18.c), testé à la vitesse d'impact la plus élevée, présente une rupture multifragmentaire comme celle de l'échantillon Am3-7 testé en une fois. Cependant, dans le cas de l'échantillon Am3-5 les fragments sont moins nombreux et on observe un fragment de taille plus importante que les autres. Une vitesse moins importante ou un effet stabilisant du premier essai peuvent expliquer ces différences.

Les échantillons partiellement cristallisés après sollicitation sont présentés sur les figures 4.19 et 4.18.f. Les échantillons ont tous un rapport d'aspect égal à 1 et ont été testés à des vitesses similaires. Que les échantillons aient été rompus en une ou deux fois, ils présentent tous le même type de rupture macroscopique. Celle-ci est multifragmentaire avec des fragments de tailles et de formes différentes. On remarque qu'il y a des fragments de tailles plus importantes, au nombre de deux ou trois, comme dans le cas des échantillons totalement amorphes. En revanche, ils sont de forme quelconque. La présence de cristaux peut expliquer les ruptures macroscopiques

multifragmentaires observées. Les sites de concentration de phases cristallines sont autant de sites permettant des amorçages de rupture. Les surfaces de rupture sont plus opaques ce qui est le signe d'une cristallisation de l'échantillon. L'échantillon Cr2-3, testé à une vitesse plus basse que les autres, a une rupture similaire à l'échantillon Am3-6. Il y a deux fragments qui ont rompu selon un plan faisant un angle d'environ  $45^\circ$  avec l'axe de sollicitations et quelques petits fragments (cf. figure 4.19.c). La vitesse d'impact plus basse ou un taux de cristallisation différent peuvent être à l'origine de cette différence observée sur la rupture macroscopique.

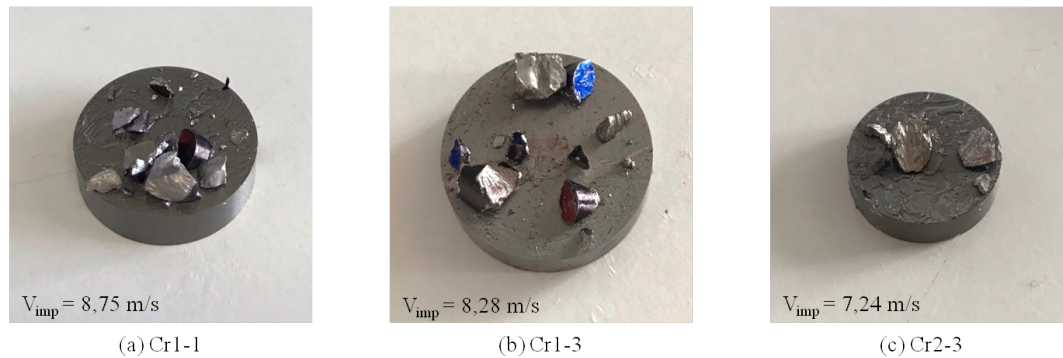


FIG. 4.19 Photos des échantillons partiellement cristallisés testés en configuration standard

L'irrégularité des fragments d'échantillons en termes de taille et forme de même que la rugosité et la non planéité des surfaces supposent une rupture par fissuration multiple. L'observation des fragments au microscope optique et au MEB avec un grandissement faible (cf. figure 4.20) permet déjà de tirer certaines conclusions quant à la rupture des échantillons en configuration axiale.

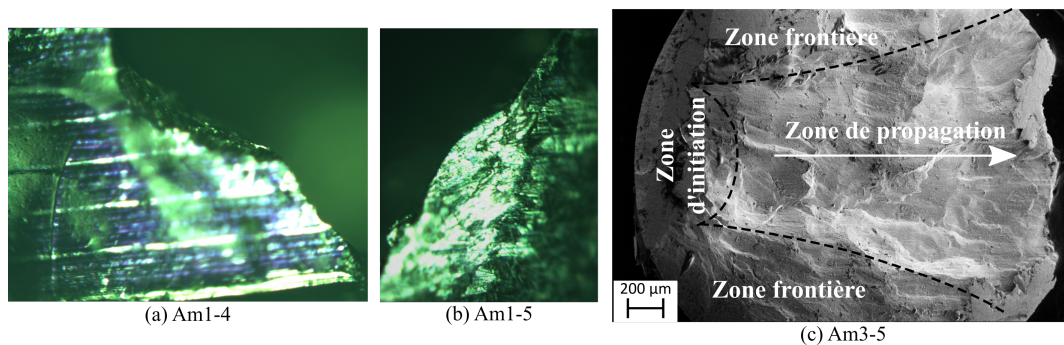


FIG. 4.20 Images obtenues (a-b) au microscope optique et (c) au MEB en électrons secondaires à faible grandissement d'échantillons rompus en configuration axiale.

Sur les fragments les plus gros, un découpage de la surface de rupture en trois zones du type de celui réalisé par Liu et al. ([Liu et al., 2010]) peut être fait. On décèle en effet sur la figure 4.20.c une zone d'initiation de la rupture, deux zones frontière et une zone de propagation. Les surfaces sont particulièrement rugueuses : elles comportent de nombreuses zones bombées et creuses. Cette irrégularité dans les surfaces de rupture peut être due à l'activation potentielle des divers sites de volume libre au sein de la matière. En effet, les verres métalliques testés en dynamique à température ambiante sont des verres bruts de coulée comportant une forte concentration de volume libre. Ces diverses zones distribuées aléatoirement dans la matière

n'ont pas le temps de diffuser et de se réarranger convenablement pour former une seule et unique bande régulière. Ces réarrangements sont encore plus difficiles avec l'augmentation de la vitesse de déformation ce qui implique que l'irrégularité des surfaces augmente avec la vitesse de déformation ([Li et al., 2017]). Les frontières sont davantage rugueuses et irrégulières du fait des effets de bord résultant en des frontières en zigzag comme on peut le voir sur les figures 4.20.a et 4.20.b.

Les irrégularités des surfaces observées macroscopiquement sur les surfaces de rupture vont être confirmées dans la partie suivante où les faciès de rupture seront observés au MEB à des grossissements plus élevés.

### 4.3.2 Réponse microscopique des échantillons rompus

#### 4.3.2.i Observation des surfaces de rupture au MEB

Les figures 4.21, 4.22 et 4.23 rassemblent des images obtenues au MEB en électrons secondaires à fort grossissement des surfaces de rupture des différents échantillons rompus en configuration standard : les échantillons totalement amorphes rompus en une fois en figure 4.21, les échantillons totalement amorphes rompus en deux fois en figure 4.22 et les échantillons partiellement cristallisés en figure 4.23. Quels que soient la vitesse de sollicitation, le rapport d'aspect ou le nombre de tests, les faciès de rupture observés sur les deux types d'échantillons ne sont pas plans et présentent de nombreuses structures assez semblables. On retrouve tout d'abord des motifs en veines et des motifs en veines cisailées qui sont typiques du cisaillement qui se produit dans les bandes. Ce sont les motifs prédominants sur les faciès de rupture. On retrouve d'ailleurs ces structures sur les surfaces de rupture des échantillons testés en quasi-statique ([Xue et al., 2008, Li et al., 2017]) mais avec des caractéristiques différentes : en dynamique, les veines sont plus allongées et moins régulières qu'en quasi-statique. L'origine des motifs en veines, caractéristiques des verres métalliques, est attribuée à des instabilités de types Saffman-Taylor [Spaepen and Turnbull, 1974]. Les diverses bandes de cisaillement qui se développent du fait de l'adoucissement local du matériau constituent les zones de déformation plastique au sein du matériau. Ces zones consistent en une zone de couche fluide d'alliage, de faible viscosité et très déformable, comprise entre deux plans solides moins déformables. La couche de faible viscosité demeure fluide pendant toute la phase de déformation jusqu'à la rupture car c'est dans cette zone de faible densité que se localise la déformation plastique. La rupture est alors assimilée à l'écartement rapide de ces deux surfaces après qu'elles ont glissé l'une contre l'autre. Il en résulte des faciès en veines dont la direction donne la direction du cisaillement.

D'autres structures absentes des faciès en quasi-statique sont observables sur tous les types d'échantillons testés en dynamiques. Les figures 4.21.b, 4.22.d et 4.23.a-h montrent une structure typique des échantillons rompus en compression dynamique qui est une marche de cisaillement. Des bandes de cisaillement, de même que des fissures de tailles plus ou moins importantes, sont observables sur les surfaces de rupture comme le montrent les figures 4.21.b pour les échantillons totalement amorphes testés en une fois, 4.22.d pour les échantillons totalement amorphes testés en deux fois et 4.23.a-b-c-f pour les échantillons partiellement cristallisés. Toutes ces structures se sont formées dans le but d'accommoder la quantité importante d'énergie apportée à l'échantillon lors du chargement. Lors d'essais dynamiques, il n'y a pas assez de temps pour qu'une

bande dominante se forme et on observe plutôt la formation simultanées de nombreuses bandes [Mukai et al., 2002] et micro-fissures, ce qui peut expliquer les ruptures multifragmentaires de certains échantillons et les faciès rugueux. Les fissures et les bandes de cisaillement observées en compression dynamique ne sont pas observables en quasi-statique [Xue et al., 2008].

Finalement, pour tous les types d'échantillons, on observe des traces de fusion de l'alliage sur les surfaces de rupture. Les zones d'alliage fondu strié ou non, de même que les nappes observées témoignent de l'activité thermique importante au cours de la déformation et de la rupture : du fait des conditions adiabatiques, la température a augmenté très fortement à des températures proches ou supérieures à la température de fusion. Les nappes d'alliage fondu (cf. figures 4.21.e, 4.22.b et 4.23.b-e) sont plutôt lisses et peuvent recouvrir les autres structures sur les faciès de rupture. Les surfaces en veines et veines cisailées sont aussi le signe d'une activité thermique et d'une fusion locale dans de moindres proportions.

Si des structures semblables ont été observées sur les faciès de rupture des échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés, des différences ont été notées. Les structures témoignant d'une activité thermique (veines, goutelettes ou nappe d'alliage fondu) sont plus lisses dans le cas des échantillons totalement amorphes. Dans le cas des échantillons partiellement cristallisés, ces structures sont rugueuses et on devine de petites boules ou sphères présentent sous les couches d'alliage fondu que l'on appellera grumeaux. Ces grumeaux sont visibles sur le zoom réalisé sur la figure 4.23.g. Davantage de fissures ont été observées dans le cas des échantillons partiellement cristallisés. Leur plus grand nombre est attribué à la présence de sites de concentration de cristaux qui, comme les sites de concentration de volume libre, sont des zones potentielles d'initiation de bandes ou de fissures. On a également observé, sur les faciès de rupture des échantillons partiellement cristallisés, des structures de rupture fragile par clivage qui s'observent dans les alliages totalement ou partiellement cristallisés. Ces structures sont absentes sur les surfaces de rupture des échantillons totalement amorphes. Leur apparition est due à l'activité des zones de concentration de phases cristallines.

Dans les échantillons partiellement cristallisés, on observe deux modes de rupture : l'un lié à la propagation des bandes de cisaillement et l'autre lié à une rupture fragile de type clivage. Bian et al. ont fait le même constat sur des échantillons partiellement cristallisés avec une fraction cristalline supérieure à 7% ([Bian et al., 2000]). Les quantités de veines visibles sur les faciès de rupture diminuent et des faciès à clivage apparaissent. Ces derniers sont le signe que le matériau est fragilisé, ce qui explique qu'il rompt à contrainte et déformation moins élevées. Afin de donner une explication possible de ce phénomène, il faut remonter à l'élaboration des échantillons. La différence de coefficient de dilatation thermique qui existe entre la matrice amorphe et les phases cristallines entraîne, lors du refroidissement du matériau, des contraintes internes dans les deux phases. Du fait que les cristaux gênent la formation et la propagation des bandes, l'accommodation de la déformation est difficile. Pour des fractions de cristaux importantes, les contraintes internes se généralisent et les cristaux gênent davantage l'accommodation de la déformation. Cela peut générer des zones de micro-endommagement où des fissures se développent, croissent et provoquent la rupture ([Gravier, 2007]). A cela, on peut ajouter que des fissures peuvent se créer du fait de la rupture des phases cristallines ou de la séparation de l'interface cristal/matrice. Macroscopiquement, cela explique qu'on observe, après



essais à même vitesse d'impact, davantage de fragments pour des échantillons partiellement cristallisés (cf. figure 4.19) que pour des échantillons totalement amorphes (cf. figure 4.17).

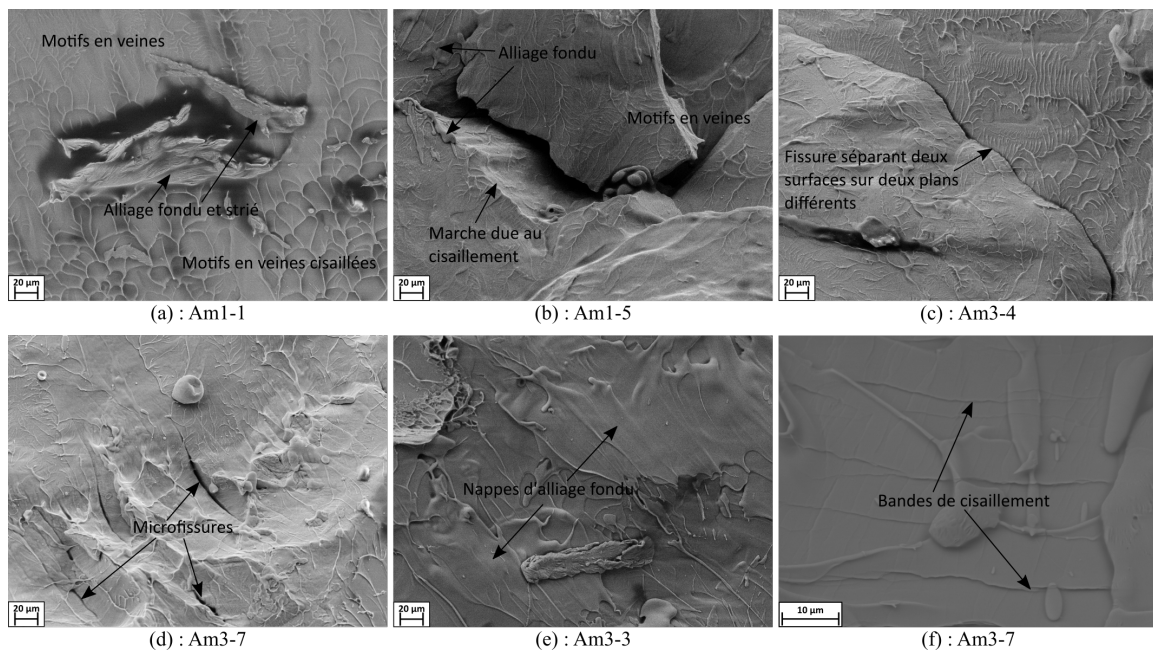


FIG. 4.21 Images obtenues au MEB en électrons secondaires des faciès de rupture des échantillons totalement amorphes rompus en une fois. On retrouve des structures types : (a) motif en veines ou en veines cisailées (ou rivière) et alliage fondu et strié ; (b) alliage fondu lisse et marche due au cisaillement ; (c-d) fissures et microfissures ; (e) nappes d'alliage fondu ; (f) bandes de cisaillement.

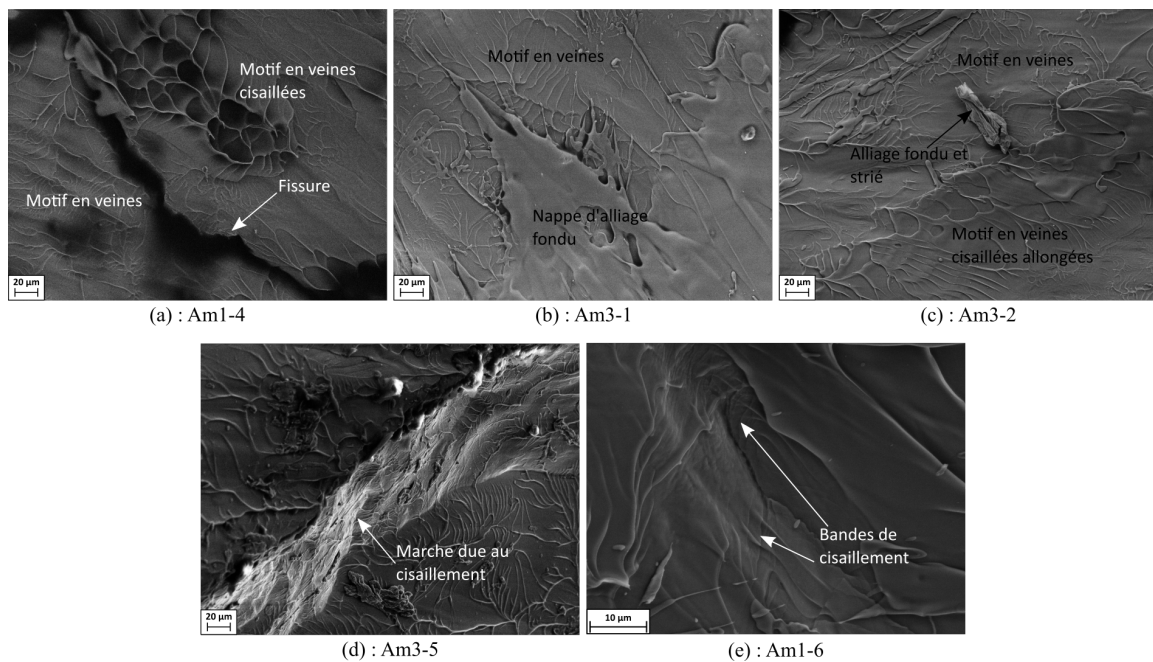


FIG. 4.22 Images obtenues au MEB en électrons secondaires des faciès de rupture des échantillons totalement amorphes rompus en deux fois. On retrouve des structures types : (a) motif en veines ou en veines cisailées et fissure ; (b) nappes d'alliage fondu ; (c) alliage fondu et strié ; (d) marche due au cisaillement ; (e) bandes de cisaillement.

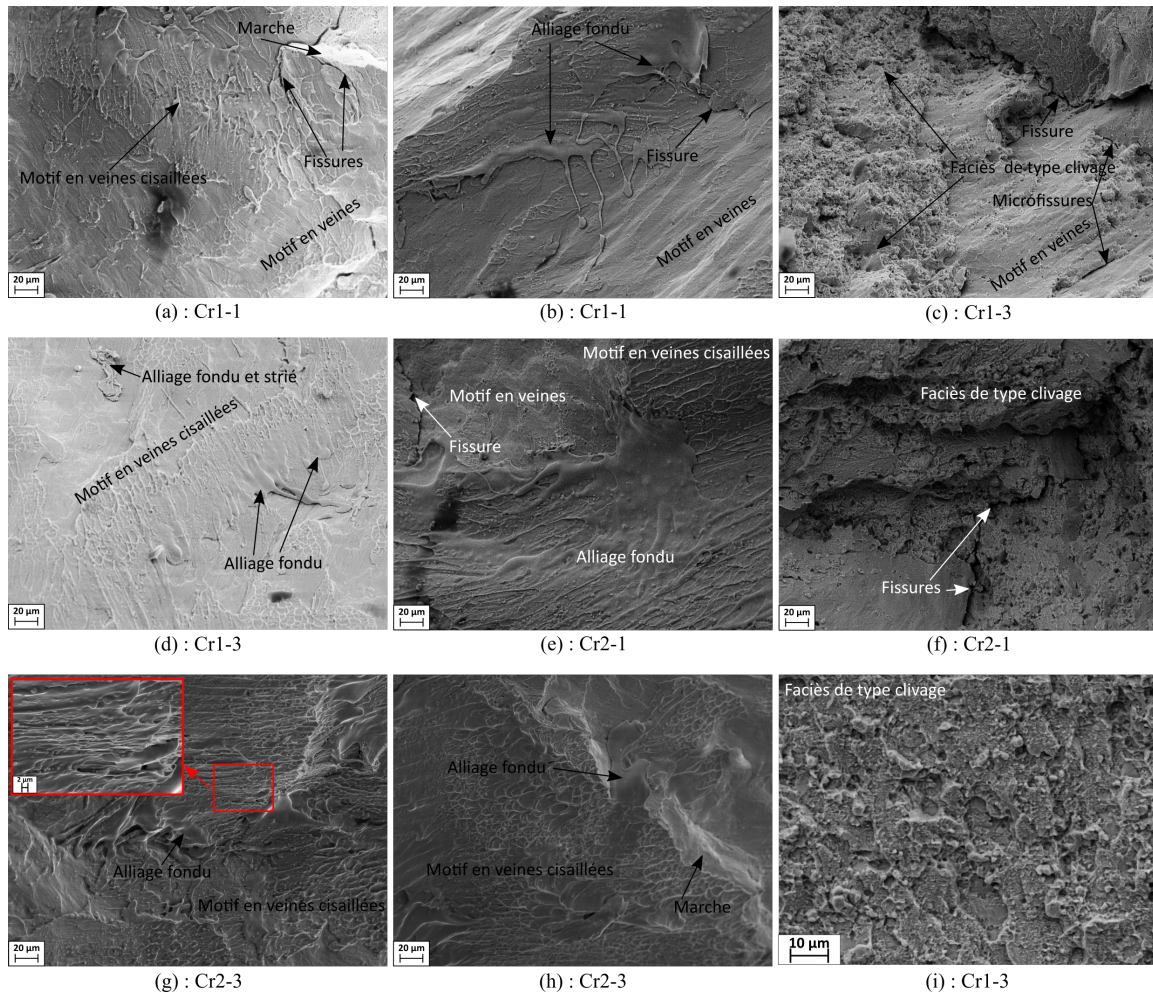


FIG. 4.23 Images obtenues au MEB en électrons secondaires des faciès de rupture des échantillons partiellement cristallisés rompus en configuration standard. L'échantillon Cr2-1 a été rompu en deux fois. On retrouve des structures types identiques à celles des échantillons totalement amorphes : (a-e) motif en veines ou en veines cisillées (ou rivière) et alliage fondu et strié ; (b-c-e-f) fissures ; (c-f-i) structure à clivage ; (a-h) marche due au cisaillement ; (d-g) alliage fondu.

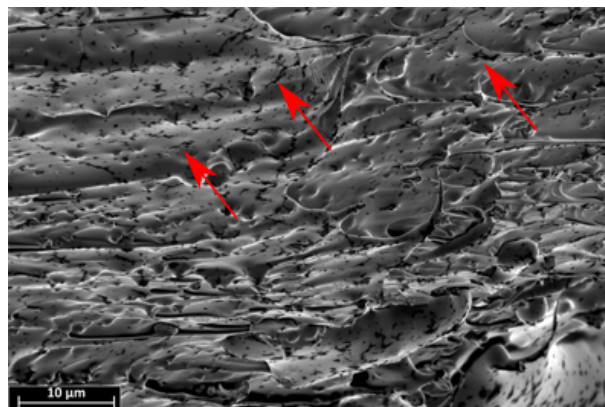


FIG. 4.24 Image obtenue au MEB en électrons secondaires et à basse tension d'une zone de l'échantillon Cr2-3.

L'observation à basse tension des faciès en veines données en figure 4.23.g (zone encadrée en rouge) pour l'échantillon Cr2-3 a permis de diminuer le volume d'interaction entre le faisceau



d'électrons et la surface analysée. Observée à une tension de 2kV, la surface a semblé révéler la présence des cristaux dendritiques déjà observés avant essai (cf. figure 4.24). Ces cristaux sont difficiles à refondre, ce qui explique que même si la température augmente au cours de l'essai elle n'est pas assez élevée pour les refondre.

Dans la section 2.3.2 du chapitre 2 nous avons observé des bulles dans les échantillons partiellement cristallisés. Or les faciès de rupture de ces échantillons ne présentent pas de cavités qui auraient pu être développées à parti de ces zones de vides. Il semblerait donc que les bulles n'ait pas d'incidence sur le comportement des échantillons.

#### 4.3.2.ii Analyse chimique des faciès de rupture

Une analyse chimique par EDS de structures types observées sur les faciès de rupture a été menée sur les échantillons partiellement cristallisés et totalement amorphes. Ont notamment étaient analysés pour le premier type d'échantillons les grumeaux, les zones fondues et l'intérieur d'une veine cisailées (entre les veines) et pour le second type les zones fondues. Les analyses ont été réalisées avec un faisceau d'électrons accélérés par une tension de 20 kV, permettant d'observer les couches électroniques d'énergie inférieure à cette tension de faisceau.

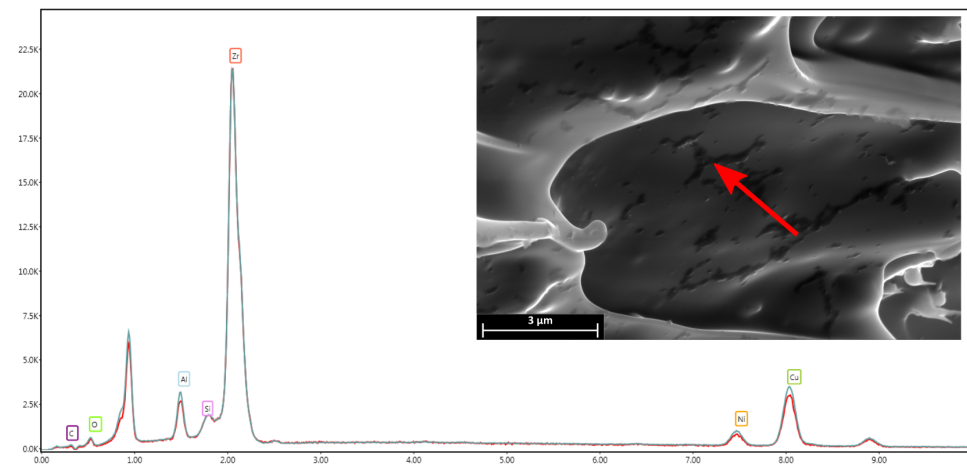
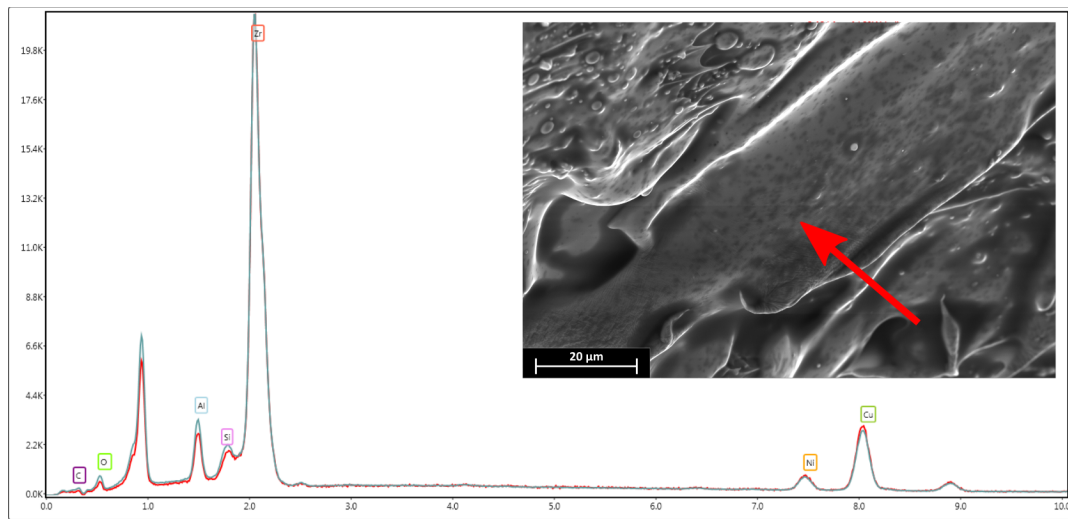


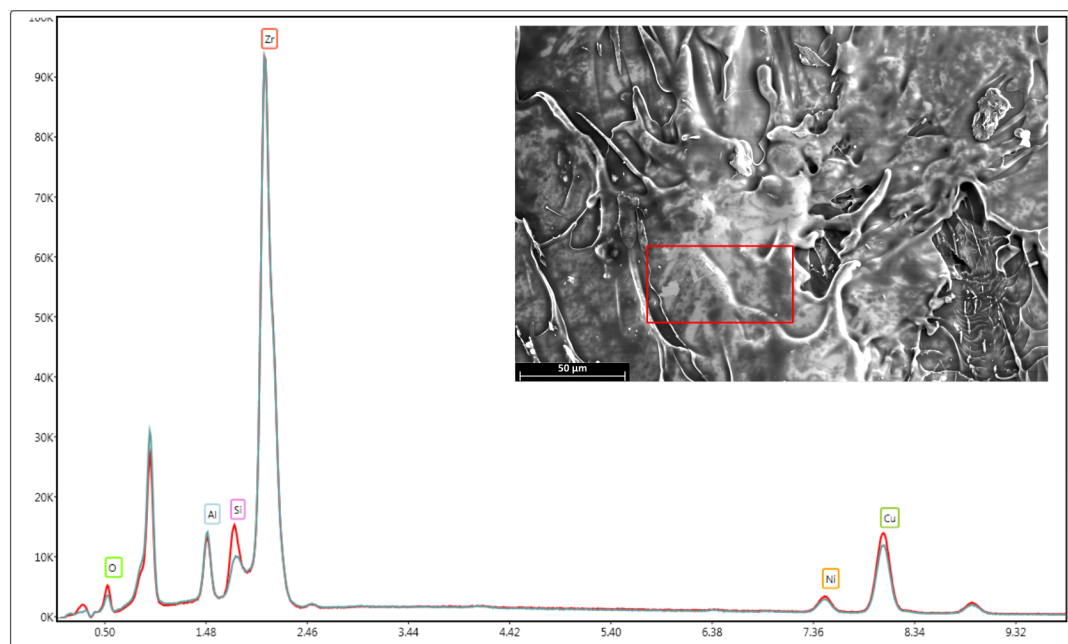
FIG. 4.25 Spectre énergétique de l'intérieur d'une veine en rouge et de la matrice amorphe en noir : (a) intérieur d'une veine cisailée de l'échantillon partiellement cristallisé et (b) intérieur d'une veine pour l'échantillon totalement amorphe

La figure 4.27 rassemble les différents résultats de l'étude sur les grumeaux présents dans les structures en veines et les zones fondues des échantillons partiellement cristallisés. La cartographie (cf. 4.27.b) de la zone donnée en figure 4.27.a, montrent que les grumeaux présentent davantage d'aluminium que les autres structures comprises dans la zone cartographiée. Il présente également davantage d'aluminium que la matrice amorphe, comme observé sur les deux spectres énergétiques donnés en figures 4.27.c-d. D'après les autres spectres énergétiques types d'une zone fondue (cf. 4.26) et de l'intérieur d'une veine cisailée (cf. figure 4.25)), la quantité d'aluminium dans ces structures est supérieure à celle de la matrice amorphe. Ce résultat rejoint les études menées avant essais sur les échantillons partiellement cristallisés où les phases cristallines identifiées (en dehors des sphérulites) comprenaient davantage d'aluminium que la matrice amorphe environnante. Cette quantité plus importante d'aluminium dans les structures des faciès de rupture des échantillons partiellement cristallisés peut être due à la présence de cris-

taux dans le matériau en fin d'essai. Cette différence de composition n'est pas observée dans le spectre énergétique d'une zone fondue de l'un échantillon totalement amorphe où la composition en aluminium est la même que celle de la matrice amorphe.



(a) Cr2-3 : zone fondue



(b) Am3-1 : zone fondue

FIG. 4.26 Spectre énergétique d'une zone fondue en rouge et de la matrice amorphe en noir pour les deux types d'échantillons : (a) partiellement cristallisé et (b) totalement amorphe

L'ensemble de nos analyses semblent confirmer qu'il y a davantage d'aluminium dans les structures des surfaces de rupture des échantillon partiellement cristallisé que dans la matrice amorphe. Les conclusions pour les autres éléments comme le cuivre (Cu) et nickel (Ni), raie K, sont plus difficiles à tirer. Par exemple, sur le spectre de la figure 4.27.c, il semble que le grumeau contienne davantage de Cu et de Ni que la matrice amorphe, alors que sur le deuxième spectre (cf. figure 4.27.d), le grumeau contient autant de Cu et de Ni que la matrice amorphe. Ces différences ont aussi été observées dans l'analyse de diverses zones fondues. Elles viennent du fait que l'on travaille sur des surfaces non planes, où les rayons X émis peuvent être déviés

par certaines des structures observées, ce qui fait varier leur énergie. Si on souhaite compléter les résultats et réaliser des analyses quantitatives, il serait nécessaire d'utiliser un microscope en transmission pour y observer des lames planes.

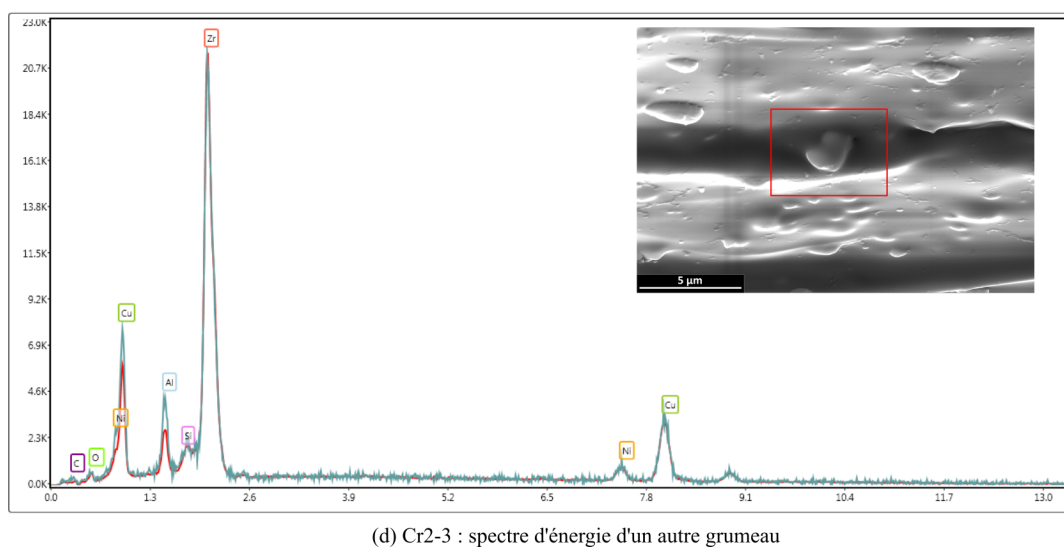
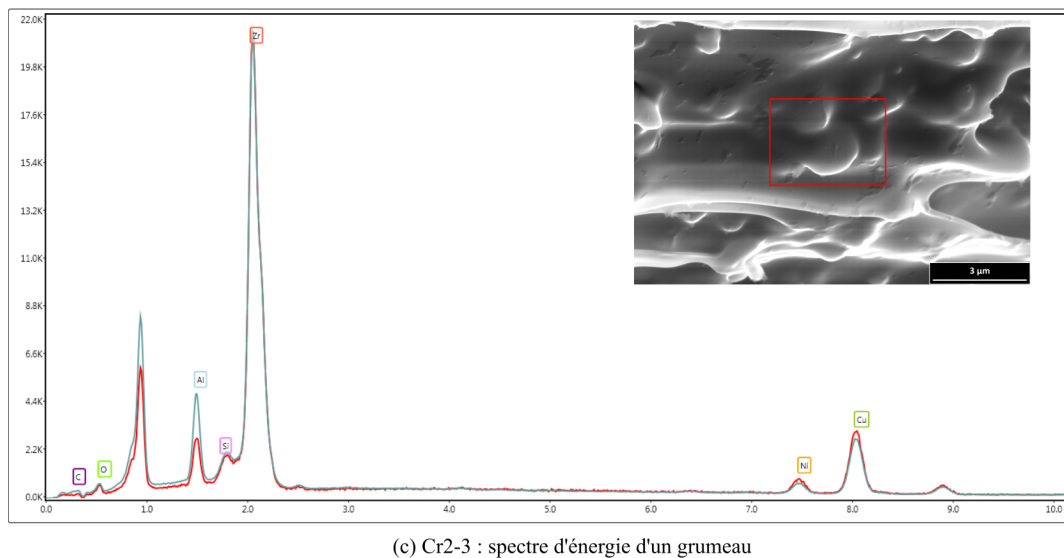
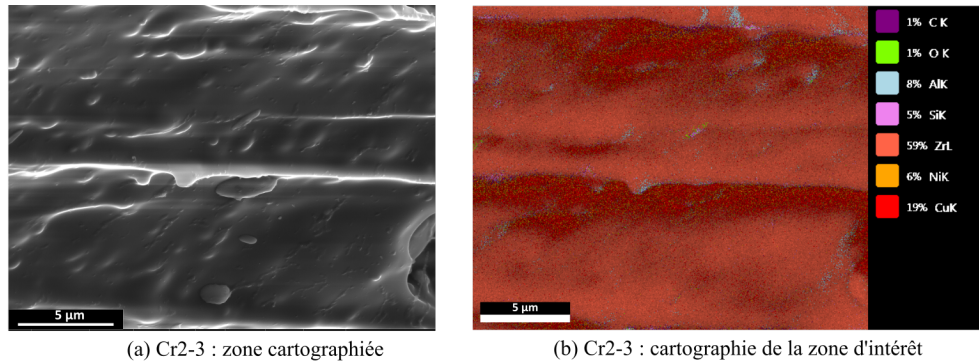


FIG. 4.27 Cartographie EDS d'une zone d'intérêt d'une surface de rupture de l'échantillon Cr2-3 : (a) zone analysée, (b) cartographie EDS de la zone analysée (les pourcentages atomiques sont les valeurs moyennes sur la zone); (c) Spectre énergétique d'un grumeau en bleu et de la matrice amorphe en rouge.

## 4.4 Réponse des échantillons testés en compression diamétrale

Dans les sections précédentes, les échantillons ont été soumis à des sollicitations homogènes et ont exhibé un comportement quasi-fragile. L'idée de cette troisième série d'essais est de générer une plasticité confinée au sein de l'échantillon à l'aide d'un essai mécanique hétérogène. Cette troisième section a donc pour objectif d'étudier la réponse dynamique en compression diamétrale d'échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés, rompus en un seul essai, et de les comparer entre eux mais aussi avec des résultats tirés de la littérature sur les mêmes types d'essais. Une étude quantitative macroscopique suivie d'une étude qualitative des mécanismes de rupture via des observations au MEB sont réalisées.

### 4.4.1 Caractéristiques des essais hétérogènes menés

Les échantillons étudiés dans cette troisième partie ont été testés en compression diamétrale, appelé également essai brésilien ([ISRM, 1978]), et ont rompus dès le premier essai. Les vitesses d'impacteur mesurées avant impact sont comprises entre  $7,93$  et  $8,71$   $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Seuls des échantillons de rapport d'aspect égal à 1 ont été testés. Les caractéristiques détaillées des essais réalisés sur chacun des échantillons sont données en annexe B section B.2.

Dans la suite, nous commençons par présenter séparément, à l'échelle macroscopique, les courbes d'évolution de la force transmise et du raccourcissement de l'échantillon en fonction du temps. Ces courbes sont comparées à des courbes issues de la littérature traçant les mêmes grandeurs. Nous nous intéressons ensuite à l'évolution de la force en fonction du déplacement afin d'observer si les échantillons se sont déformés plastiquement. Les résultats pour les deux types d'échantillons sont comparés entre eux. L'étude se termine par une analyse qualitative de la rupture macroscopique des échantillons suivie d'une observation des surfaces de rupture.

### 4.4.2 Résultats obtenus suite aux essais brésiliens

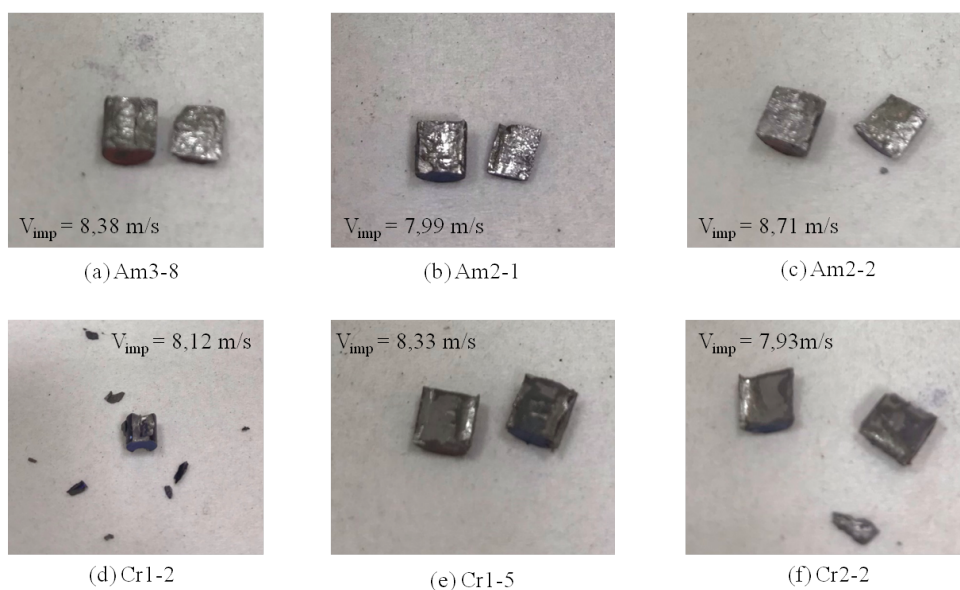


FIG. 4.28 Photos des échantillons testés en compression diamétrale

Les échantillons après essais brésiliens sont présentés sur la figure 4.28 pour les échantillons totalement amorphes (en haut) et les échantillons partiellement cristallisés (en bas). Cinq échantillons sur six ont rompus en deux fragments suivant un plan unique. Il ne s'agit pas d'un plan diamétral, c'est-à-dire que l'échantillon n'a pas été rompu en deux en son milieu. Ceci est d'autant plus visible sur la figure 4.29 où une photo de quatre des six échantillons testés reconstruits en fin d'essai est donnée. On peut ainsi voir qu'en dynamique le plan de rupture ne passe par l'axe principal de l'éprouvette cylindrique comme en quasi-statique ([Brest, 2013]). Par conséquent les deux fragments sont de tailles relativement différentes. En revanche, ils ont été rompus de part en part, d'une extrémité à l'autre, le long d'un plan parallèle à l'axe de l'échantillon. La teinte des faciès de rupture renseigne sur l'état structural de l'échantillon : on retrouve bien des faciès de rupture brillants pour les échantillons totalement amorphes et des faciès opaques pour les échantillons partiellement cristallisés. Enfin, on remarque qu'un échantillon n'a pas été rompu en deux fragments comme les autres mais a plutôt subi un endommagement avec quelques petits fragments qui se sont détachés. On observe un écrasement de la face supérieure qui s'est produit au contact de l'une des barres.

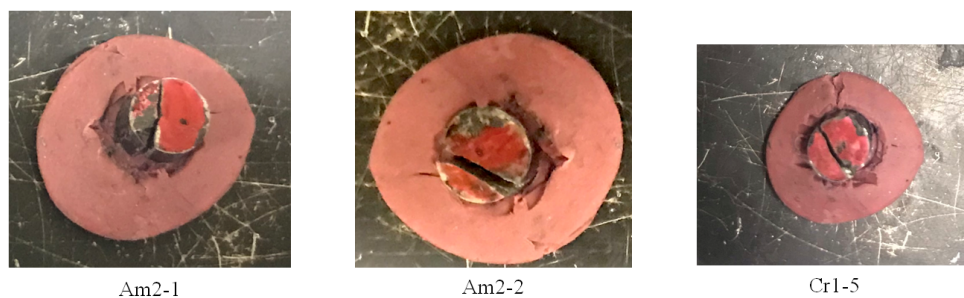


FIG. 4.29 Photos des échantillons testés en compression diamétrale et reconstruits

Les échantillons ayant des épaisseurs différentes, nous étudions l'évolution de la force linéique, c'est-à-dire la charge par unité de longueur. Les courbes d'évolution caractéristiques de cette grandeur et du raccourcissement pour les essais brésiliens sont tracées sur la figure 4.30 pour les échantillons totalement amorphes et sur la figure 4.31 pour les échantillons partiellement cristallisés. Dans chacun des cas, elles représentent l'évolution du raccourcissement (à droite) et de la force transmise rapportée à la hauteur de l'échantillon (à gauche) en fonction du temps.

L'évolution de la force pour les échantillons totalement amorphes, à gauche sur la figure 4.30, montre un comportement non linéaire au cours de la phase de charge pendant laquelle la force linéique augmente jusqu'à un premier maximum. Après cela, les trois échantillons ont une évolution légèrement différente. L'échantillon Am3-8 voit sa force diminuer puis stagner légèrement avant de diminuer à nouveau brutalement. Avant de s'annuler, la force réaugmente légèrement puis rediminue pour s'annuler finalement. L'échantillon Am2-1, après avoir atteint le premier maximum, voit sa force diminuer légèrement pour réaugmenter et atteindre un second maximum un peu plus élevé que le premier. Enfin la force chute brutalement jusqu'à s'annuler. Le dernier échantillon, Am2-2, après avoir atteint le premier maximum voit sa force stagner légèrement avant de chuter elle aussi très rapidement pour s'annuler.



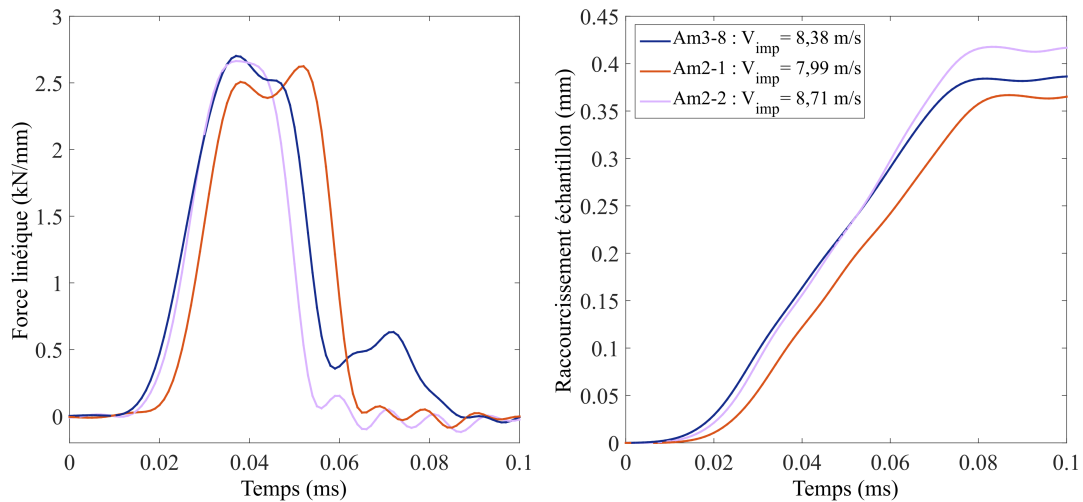


FIG. 4.30 Courbes d'évolution en fonction du temps de la force linéique sortante (à gauche) et du raccourcissement de l'échantillon (à droite) pour les échantillons totalement amorphes testés en compression diamétrale.

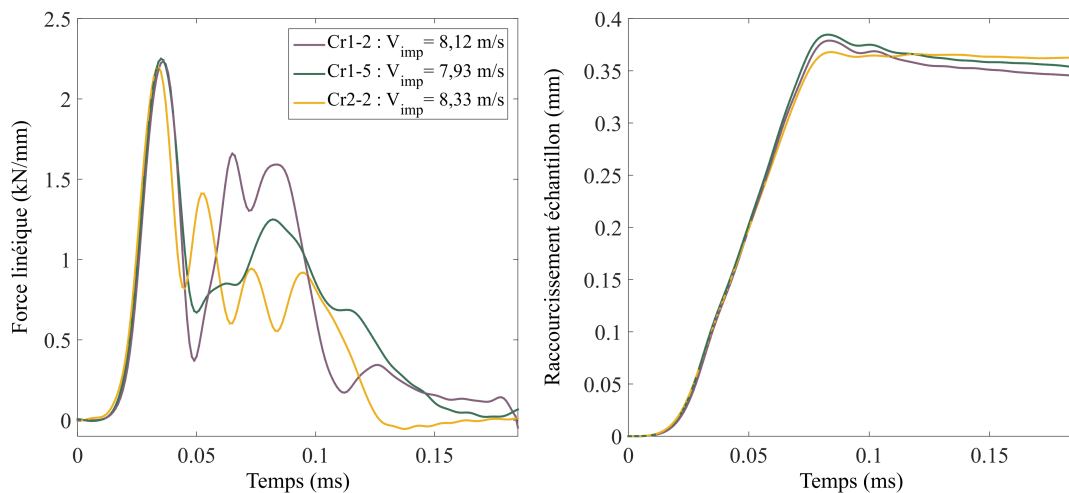


FIG. 4.31 Courbes d'évolution en fonction du temps de la force linéique sortante (à gauche) et du raccourcissement de l'échantillon (à droite) pour les échantillons partiellement cristallisés testés en compression diamétrale.

L'évolution temporelle de la force linéique pour les échantillons partiellement cristallisés, à gauche sur la figure 4.31, montre un comportement différent par rapport aux échantillons totalement amorphes. Pour les trois échantillons, la force augmente de façon non linéaire jusqu'à atteindre un maximum qui est approximativement le même pour les trois échantillons puis elle chute brutalement. Après cette première chute de la force, le comportement des trois échantillons partiellement cristallisés diffère. L'échantillon Cr1-2 (courbe violette), dont la force chute quasiment à zéro, voit sa force réaugmenter vers un nouveau maximum (plus bas que le premier) puis diminuer légèrement avant de réaugmenter jusqu'à un troisième maximum quasi égal au second. La force diminue ensuite très rapidement jusqu'à une valeur plus basse que lors de la première

chute mais sans s'annuler. Elle réaugmente ensuite légèrement avant de diminuer lentement<sup>6</sup> pour aller jusqu'à s'annuler. L'échantillon Cr1-5 (courbe verte), après la première chute de la force voit celle-ci réaugmenter de façon non linéaire avec passage par un pseudo-plateau à environ 800 N/mm suivi par une nouvelle hausse de la force. La contrainte chute ensuite lentement toujours de façon non linéaire et passe à nouveau par un pseudo-plateau à environ 600 N/mm avant de rediminuer lentement jusqu'à s'annuler. Enfin, l'échantillon Cr2-2 (courbe jaune), après la première chute de la force linéique sans annulation voit cette grandeur réaugmenter et rediminuer à plusieurs reprises avec des minima et des maxima successifs qui diminuent. Après le quatrième maximum, la force chute d'abord lentement puis plus rapidement avant de s'annuler.

L'évolution temporelle des raccourcissements diamétraux des échantillons totalement amorphes (cf. figure 4.30 droite) et partiellement cristallisés (cf. figure 4.31 droite) est très semblable à l'évolution du raccourcissement axial des échantillons testés en configuration standard. Une fois que la force commence à augmenter et que l'échantillon se retrouve comprimé, la distance entre les barres diminue et donc le raccourcissement de l'échantillon augmente. Cette augmentation se fait jusqu'à une valeur maximale qui dépend à la fois de la vitesse d'impact et de la longueur de l'échantillon. Dans cette phase où le raccourcissement de l'échantillon reste constant, il peut cependant continuer à être chargé. Pour les échantillons Cr1-2 et Cr1-5 tirés du même barreau on voit le raccourcissement rediminuer légèrement après avoir atteint son maximum, ce qui peut être la conséquence d'une légère décharge de l'échantillon.

#### 4.4.3 Analyse des résultats

Dans cette section nous analysons la réponse mécanique macroscopique des deux types de matériaux et leur rupture. Les résultats de notre étude sont comparés aux résultats issus de la thèse de Brest ([Brest, 2013]) qui a lui aussi mené des essais brésiliens en dynamique sur des échantillons cylindriques de même nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ . Du fait des différences de géométries entre ses échantillons et ceux de cette étude, les résultats concernant les force et raccourcissement ne pourront pas être comparés en terme de valeurs absolues mais seulement en terme de tendance d'évolution.

L'essai brésilien implique un état de contrainte complexe et fortement hétérogène au sein de l'échantillon : certaines zones sont soumises à du cisaillement, d'autres à de la compression et d'autres encore à de la traction. Le post-traitement standard de l'essai Hopkinson, impliquant un état homogène de contrainte, ne peut donc pas s'appliquer dans ce cas. Seule la première phase consistant à déterminer les forces, vitesses et déplacements en fonction des signaux temporels mesurés aux jauges est réalisées. Des comparaisons de comportement en terme d'évolution de la force en fonction du raccourcissement seront faites plus loin dans cette section.

##### 4.4.3.i Réponse macroscopique des échantillons testés en brésilien

Les résultats des trois figures précédentes 4.28, 4.30 et 4.31 peuvent être comparés à ceux obtenus par Brest au cours de sa thèse ([Brest, 2013]) et rassemblés sur la figure 4.32. Il a en effet mené des essais brésiliens sur un dispositif aux barres d'Hopkinson sur des échantillons

---

6. La qualification de variation lente ici est à prendre au sens relatif par rapport au temps d'essai. En effet les essais sont dynamiques et donc supposés se dérouler sur des temps très courts. La qualification d'une évolution temporelle lente ou rapide d'une grandeur dépend donc de la pente de la courbe qui trace l'évolution de cette grandeur. Une évolution lente a une pente plus douce qu'une évolution rapide.

totalement amorphes cylindriques de diamètre 8mm et de longueur 6mm. Il a réalisé des essais avec quatre vitesses d'impact différentes : 6, 10,5, 16 et 25 m/s. Nous ne nous intéressons qu'aux essais menés aux deux premières vitesses car elles encadrent celles choisies pour les essais de cette étude.

Sur la figure 4.32 sont tracés, pour les deux vitesses  $v_1 = 6$  m/s et  $v_2 = 10,50$  m/s, à gauche les courbes d'évolution temporelle de la force linéique et à droite l'évolution temporelle du raccourcissement pour ces mêmes vitesses. Sur le graphe de gauche de la figure 4.32 ont été ajoutées les images des échantillons après sollicitations, en haut à gauche pour la vitesse  $v_1$  et en bas à droite pour la vitesse  $v_2$ .

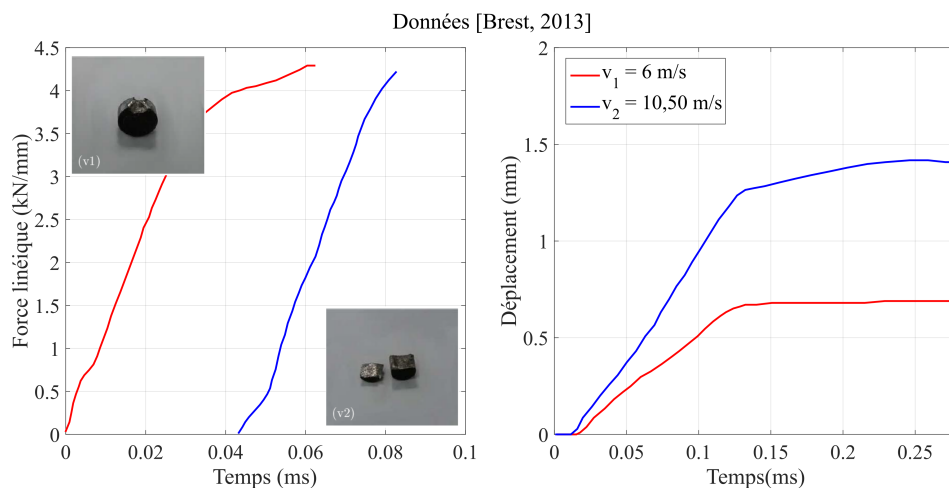


FIG. 4.32 Courbes d'évolution de la force linéique (à gauche) et du déplacement (à droite) pour des essais brésiliens dynamiques réalisés dans la thèse de Brest [Brest, 2013].

Les résultats de Brest peuvent être comparés à ceux obtenus dans cette étude pour les échantillons amorphes. Concernant leur rupture macroscopique (cf. figure 4.28), les échantillons totalement amorphes étudiés dans ce travail ont rompus en deux fragments comme l'échantillon de Brest testé à la vitesse  $v_2$ . Cette rupture est survenue à une vitesse d'impact d'environ 8 m/s pour la géométrie que nous avons choisie. À vitesse d'impact plus élevée, Brest a montré que la rupture se complexifie passant ensuite à une rupture selon deux plans puis à une ruine complète de l'échantillon. Nous pouvons donc supposer que des essais à vitesses d'impact plus élevées feraient apparaître les mêmes types de rupture sur nos échantillons que ceux observés par Brest. On remarque que l'échantillon testé par Brest à la vitesse  $v_1$  n'a pas rompu mais a subi un endommagement au niveau des contacts avec les barres. Ce type de rupture est similaire à celle obtenue pour l'échantillon Cr2-1 testé à la vitesse de 8,12 m/s. S'agissant du seul échantillon qui n'ait pas rompu, il semble que les cristaux présents dans la matrice aient empêché la rupture.

Si une rupture macroscopique similaire à celle de Brest a été observée pour les échantillons totalement amorphes, en revanche, les courbes d'évolution temporelle de la force linéique tracées sur la figure 4.30 diffèrent de celles qu'il a obtenues pour ces deux échantillons (cf. figure 4.32 à gauche). Que ce soit pour l'échantillon endommagé ou pour l'échantillon rompu, les courbes d'évolution de la force linéique obtenues par Brest montrent une rupture sans ductilité alors que les courbes de gauche de la figure 4.30 montrent une certaine ductilité de l'échantillon avant rupture. Des géométries différentes ou encore des états structuraux différents dus à des



procédés de coulée distincts peuvent expliquer les différences observées sur l'évolution des forces linéiques. Les essais brésiliens réalisés dans cette étude ont donc permis de développer une plasticité confinée au sein de l'échantillon.

Les courbes d'évolution temporelle du raccourcissement (cf. figure 4.32 à droite) sont semblables à celles obtenues dans ce travail et retranscrites à droite sur les figures 4.30 et 4.31. Le raccourcissement augmente avec le temps puis atteint une valeur maximale qui reste constante. On retrouve chez Brest les mêmes effets de vitesse que ceux que l'on a observés : le raccourcissement augmente avec la vitesse d'impact.

La réponse mécanique des deux types de matériaux qui dérive des forces et vitesse déterminées en fonction des signaux aux jauges est donnée dans la suite de cette section. De même que pour l'analyse des échantillons testés en configuration standard, pour chaque test brésilien une analyse conservative est faite et la rupture est supposée atteinte à la première annulation de la force. Les variations qui sont mesurées ensuite correspondent au comportement des fragments de matériaux rompus. À partir des courbes données en figure 4.30 pour les échantillons totalement amorphes et en figure 4.31 pour les échantillons partiellement cristallisés, nous traçons l'évolution de la force linéique en fonction du raccourcissement de l'échantillon. Les courbes obtenues sont tracées en figure 4.33 pour les échantillons totalement amorphes et en figure 4.34 pour ceux partiellement cristallisés.

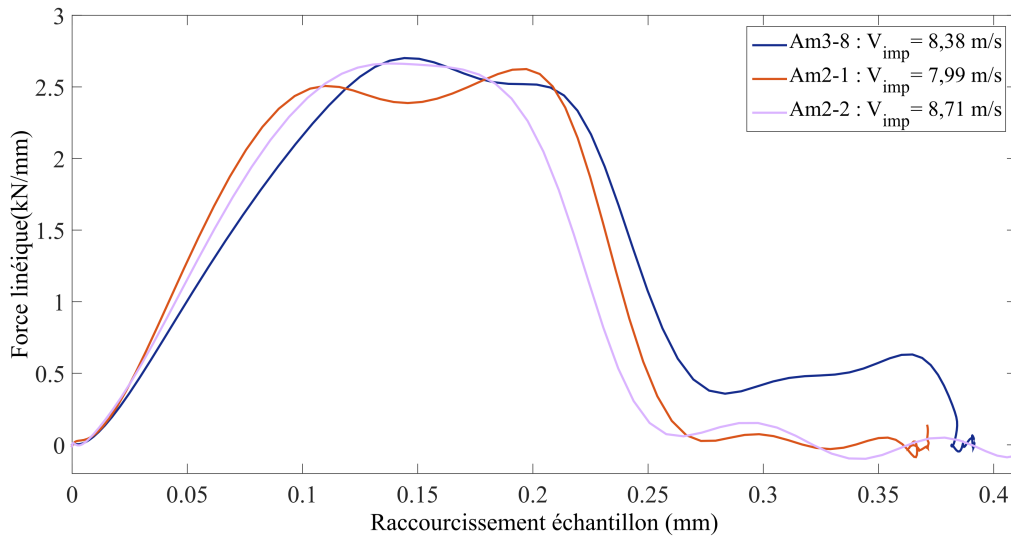


FIG. 4.33 Courbes d'évolution de la force linéique sortante en fonction du raccourcissement de l'échantillon (ou distance entre barres) pour les échantillons totalement amorphes testés en compression diamétrale.

L'essai brésilien, par l'état de contrainte hétérogène qu'il génère, permet de développer de la plasticité au sein d'échantillons macroscopiquement fragiles ou quasi-fragiles. C'est le cas ici. Les courbes d'évolution de la force linéique en fonction du raccourcissement pour les échantillons totalement amorphes (cf. figure 4.33) révèlent une déformation inélastique de l'échantillon. La phase de charge non linéaire est similaire d'un échantillon à l'autre avec des tangentes à la courbe qui ont des coefficients directeur proches, en particulier pour les deux échantillons Am2-1 et Am2-2 tirés du même barreau. Les trois courbes atteignent des forces maximales de valeurs

très proches comprises entre 2,5 et 2,7 kN/mm. Dans le cas de l'échantillon Am2-2 un plateau de plasticité semble avoir été atteint. La chute rapide de la force en fin de plateau représente la rupture de l'échantillon. Dans le cas des échantillons Am3-8 et Am2-1, un plateau net de plasticité n'est pas atteint mais on voit la force osciller autour d'une valeur constante. Concernant plus particulièrement l'échantillon Am3-8, on observe après la première chute brutale de la force que celle-ci réaugmente légèrement jusqu'à un raccourcissement de 350  $\mu\text{m}$  avant de s'annuler enfin. Nous pouvons supposer que la rupture s'est amorcée d'où la chute de la force puis elle s'est interrompue ce qui a permis une nouvelle hausse de la force et enfin elle s'est achevée. Au niveau du plateau ou du pseudo-plateau de plasticité, les échantillons sont raccourcis entre 100 et 200  $\mu\text{m}$ .

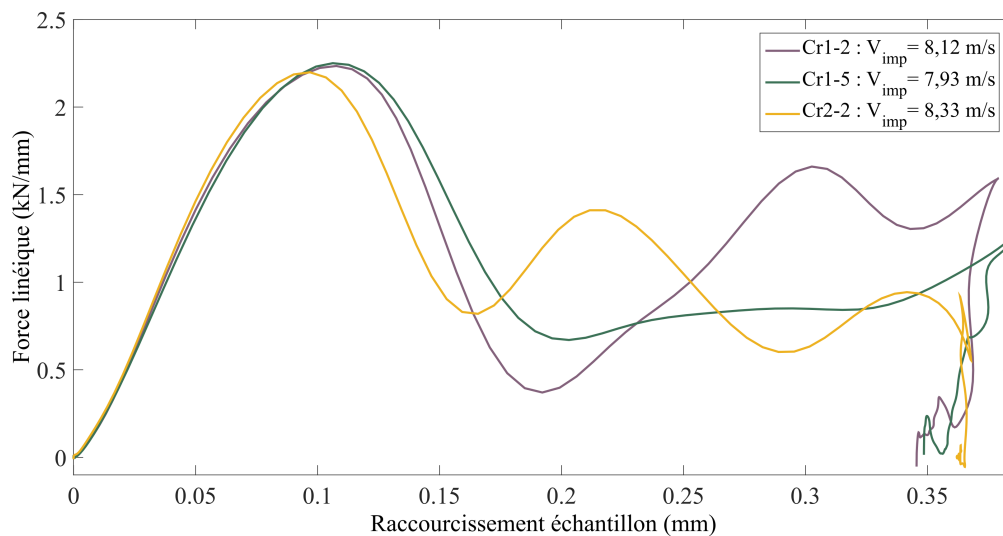


FIG. 4.34 Courbes d'évolution de la force linéique sortante en fonction du raccourcissement de l'échantillon (ou distance entre barres) pour les échantillons partiellement cristallisés testés en compression diamétrale.

Si les échantillons totalement amorphes montrent un comportement assez reproductible, le cas des échantillons partiellement cristallisés est plus complexe. En effet, il n'y a pas de plateau de plasticité sur les courbes de la figure 4.34. Après une première phase de charge non linéaire, identique pour les trois échantillons, jusqu'à un maximum de l'ordre de 2,2 kN/mm la force chute brutalement mais ne s'annule pas. Les échantillons subissent un endommagement au cours de cette phase mais ne rompent pas. L'échantillon Cr2-2 subit des durcissements et adoucissements successifs suite à cette première chute de la force puis finit par rompre. L'échantillon Cr1-5 voit sa force linéique stagner après une première chute. En fin d'essai, elle s'annule avec une diminution du raccourcissement. Cette étape correspond à une phase de décharge de l'échantillon. Il semblerait donc que la phase de chute brutale de la force corresponde à la rupture du fragment de plus petite taille que l'on observe sur la photo de l'échantillon en bas à droite de la figure 4.29 et que la phase où la force stagne corresponde à la compression du second fragment. Ce second fragment ne rompt pas car la charge s'appliquant sur lui est moindre. Enfin, l'échantillon Cr1-2 voit sa force réaugmenter après la première chute de force. Le matériau se durcit avant de s'adoucir et de se durcir à nouveau. Enfin il est déchargé. La chute brutale de la force correspondrait donc à la rupture des différents petits fragments et à l'endommagement de l'échantillon

visibles en figure 4.28.d. Le durcissement mesuré ensuite correspondrait au comportement de l'échantillon endommagé (cf. figure 4.29 en bas à gauche) qui se retrouve comprimé avec un chargement d'amplitude moins élevée.

Contrairement aux essais axiaux où les échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés démontraient un comportement macroscopique similaire, ce n'est plus le cas pour les essais brésiliens. Les échantillons amorphes, d'une part, démontrent une capacité à se déformer plastiquement. Cette ductilité, qui reste néanmoins peu importante, est mesurable sur les courbes de comportement macroscopique. Après le plateau de plasticité, la rupture survient soudainement. Les échantillons partiellement cristallisés, d'autre part, voient tous leur force diminuer très rapidement après qu'elle ait atteint son premier maximum. Cependant, leur rupture est complexe et il semble qu'une partie de l'échantillon continue d'être chargée après que le premier fragment (ou les petits fragments dans le cas de l'échantillon Cr1-2) ait rompu. Dans tous les cas, si le comportement après le premier maximum de la force diffère, la première partie de la charge est similaire pour tous les échantillons partiellement cristallisés. Elle se fait de façon non linéaire. En effet, aux premiers instants, le contact entre les disques et les extrémités de l'échantillon est ponctuel. A cet endroit, la plasticité se localise et une déformation inélastique apparaît quasi instantanément ce qui explique que l'augmentation de la force en début d'essai soit non linéaire et que la pente s'adoucisce progressivement.

#### 4.4.3.ii Rupture des éprouvettes

L'étude quantitative du comportement des verres métalliques étant rendue difficile par le manque de ductilité significative dans la réponse mécanique des échantillons, il est nécessaire d'analyser la rupture des échantillons et notamment d'observer la morphologie des fragments après essai et les micrographies des surfaces de rupture.

#### Rupture macroscopique

La reconstruction et l'observation à échelle macroscopique des éprouvettes rompues en compression diamétrale apporte des informations importantes. La figure 4.35 montre que pour les échantillons totalement amorphes la rupture se fait selon un plan faisant grossièrement un angle de  $45^\circ$  avec l'axe de sollicitation. Ce résultat rejoint celui de Brest dans ses travaux ([Brest, 2013]). L'angle semble cependant approcher les  $90^\circ$  pour les échantillons partiellement cristallisés. Si la présence de cristaux ne semble pas avoir d'impact sur le nombre de fragments après rupture, elle a cependant une influence sur l'angle du plan de rupture.

La reconstruction des éprouvettes a permis l'observation des chemins empruntés par la fissure qui a provoqué la rupture (cf. figure 4.35). Le chemin emprunté par la fissure est tracé en vert pour l'échantillon totalement amorphe (cf. figure 4.35.a) et en bleu pour l'échantillon partiellement cristallisé (cf. figure 4.35.b). Le chemin de fissuration de l'échantillon totalement amorphe est constitué de deux parties : 1 puis après une bifurcation 2. Celui de l'échantillon partiellement cristallisé est constitué de trois parties. Ces résultats démontrent que la fissure a commencé par suivre une première direction (partie 1) puis a bifurqué pour suivre une seconde direction (partie 2) et éventuellement sur une troisième dans le cas de l'échantillon partiellement cristallisé. La fissure s'est ensuite propagée et a entraîné la rupture. Ces résultats rejoignent ceux

de Brest ([Brest, 2013]). En juxtaposant une éprouvette testée en dynamique et une éprouvette endommagée en quasi-statique, il avait pu voir que le chemin de fissuration en dynamique suivait les directions de propagation des bandes créées en quasi-statique. La fissure peut donc suivre diverses bandes et notamment choisir un chemin qui nécessitera une énergie de rupture plus faible, quitte à changer totalement de direction.

Si en quasi-statique de nombreuses bandes de cisaillement se développent entraînant de nombreux processus de micro-fissurations ([Brest, 2013, Hin, 2016]), en dynamique du fait de l'importante quantité d'énergie à accommoder en peu de temps, les bandes sont plus instables. Les premières se forment au niveau des contacts avec les barres où la plasticité se localise du fait de la localisation du chargement dynamique. Ces premières bandes entraînent un endommagement localisé (cf. figure 4.28.d). A plus long terme, une des bandes (ou éventuellement plusieurs) se propage et éventuellement bifurque une fois ou deux avant de provoquer la rupture prématurée de l'échantillon.

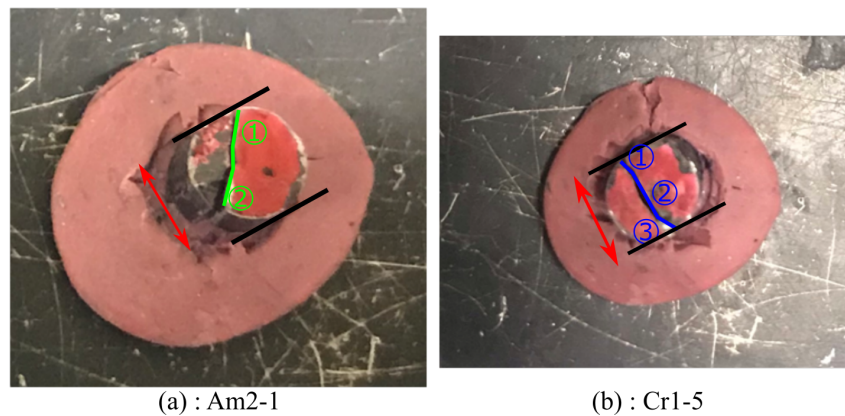


FIG. 4.35 Observation du chemin de fissuration des échantillons (a) totalement amorphe et (b) partiellement cristallisé rompus en compression diamétrale. Les chiffres indiquent les différents chemins de fissuration suivis. Les deux barres noires modélisent les barres du dispositif d'Hopkinson. Les doubles flèches rouge montrent la direction de sollicitation.

### Micrographies des faciès de rupture

La figure 4.36 rassemble les premières observations faites à des grossissements relativement faibles sur l'échantillon Cr1-2 endommagé et les échantillons Cr2-2 et Am2-2. Elles permettent déjà de faire quelques commentaires intéressants.

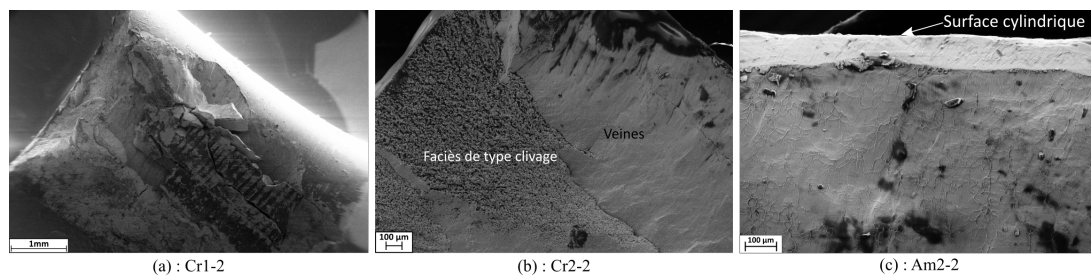


FIG. 4.36 Images MEB en électrons secondaires et faible grossissement des échantillons rompus en compression diamétrale : (a) échantillon Cr1-2 endommagé, (b) échantillon Cr2-2 observé au niveau d'une de ses bases et (c) échantillon Am2-2 observé le long d'une arrête de sa surface cylindrique.

La figure 4.36.a montre une image de la zone de contact entre l'échantillon Cr1-2 et la barre entrante. On peut voir en haut à gauche l'emplacement de la zone où un fragment s'est détaché (au niveau d'une des bases du cylindre) ainsi que de nombreuses fissures le long de la surface cylindrique où des amorces de rupture ont eu lieu sans qu'aucun fragment ne se détache complètement de l'échantillon. Ces observations permettent de mieux comprendre la réponse de l'échantillon où, après une chute brutale de la force linéique (sans annulation), celle-ci avait augmenté à nouveau et avait oscillé autour d'une valeur relativement haute correspondant à la phase d'endommagement que l'on observe sur la figure 4.36.a.

La figure 4.36.b montre l'une des surfaces de rupture de l'échantillon Cr2-2 sur laquelle on différencie très clairement, comme pour les échantillons rompus en configuration axiale, deux types de structures : une structure en veines signe d'une rupture par cisaillement du fait de la compression et une zone de rupture fragile par clivage signe d'une rupture ductile. Contrairement aux structures en veines qui indiquent la direction du cisaillement, on ne distingue ni zone d'amorçage, ni direction de propagation nette. Ces zones qui apparaissent au détriment des zones de cisaillement sont le signe que le matériau est fragilisé par la présence des cristaux. Toutefois, la matrice amorphe restant prépondérante devant la fraction volumique de cristaux, la rupture par cisaillement reste majoritaire. La figure 4.36.b suggère un mode de rupture double qui peut expliquer la réponse macroscopique obtenue (cf. figure 4.34) où des phases de rupture complexes ont été observées.

La figure 4.36.c est une image de l'une des surfaces de rupture de l'échantillon Am2-2 totalement amorphe. La zone se situe le long d'une arête de la surface cylindrique. Il s'agit d'une zone de départ ou d'arrivée de la rupture. On y distingue deux régions très distinctement séparées par une frontière : au plus près de la surface extérieure se trouve une zone de glissement et plus loin se situe une zone de propagation où l'on retrouve des structures typiques des faciès de rupture des verres métalliques.

Les figures 4.37 et 4.38 rassemblent des images obtenues au MEB en électrons secondaires à fort grandissement des faciès de rupture des différents échantillons rompus en compression diamétrale : les échantillons totalement amorphes en figure 4.37 et les échantillons partiellement cristallisés en figure 4.38. Les deux types d'échantillons présentent des structures semblables. Ces structures sont d'ailleurs les mêmes que celles observées après sollicitation en configuration standard. On y retrouve des structures en veines et en veines cisailées qui sont typiques de l'activité de cisaillement qui se produit dans les verres métalliques. Ce sont là encore les motifs prédominants sur les surfaces de rupture. En revanche, si les veines cisailées sont plus nombreuses que les veines non cisailées en configuration standard, la situation s'inverse pour les essais brésiliens. Les motifs en veines cisailées sont moins nombreux et celles-ci sont moins allongées ce qui peut être le signe que l'élévation de température est inférieure à celle obtenue lors des essais standard. Une diminution de l'élévation de température signifie que les vitesses de déformation atteintes en essai brésilien sont a priori inférieures à celles atteintes en configuration standard. La différence observée sur les motifs en veines peut aussi être due à un état de contrainte différent entre essai standard et essai brésilien.



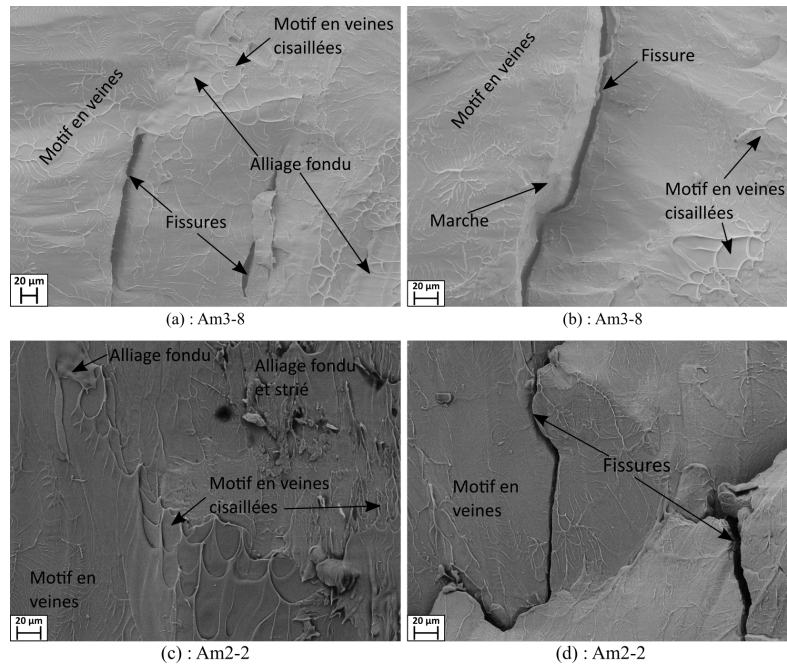


FIG. 4.37 Images MEB en électrons secondaires des faciès de rupture des échantillons totalement amorphes rompus en compression diamétrale. On retrouve des structures types identiques à celles des échantillons rompus en configuration standard : (a) motif en veines et en veines cisailées, (b) marche due au cisaillement, (c) alliage fondu avec ou sans stries, (a-b-d) fissures.

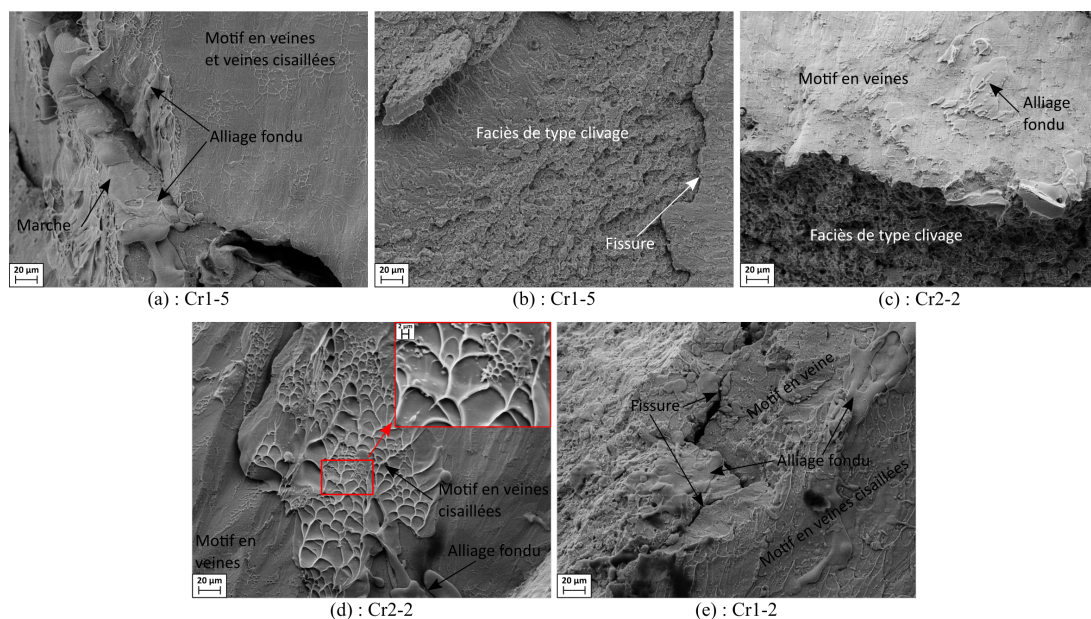


FIG. 4.38 Images MEB en électrons secondaires des faciès de rupture des échantillons partiellement cristallisés rompus en compression diamétrale. On retrouve des structures types identiques à celles des échantillons rompus en configuration standard : (a) marche due au cisaillement et alliage fondu, (b-c-e) structure à clivage, (b-e) fissures, (d) motif en veines et en veines cisailées.

D'autres structures observées sur les faciès des échantillons rompus en compression standard sont également visibles. Les figures 4.37.b et 4.38.a montrent une marche de cisaillement typique d'une rupture en compression dynamique. Des fissures plus ou moins importantes sont observables sur les surfaces de rupture comme le montrent les figures 4.37.a-b-d pour les échantillons

totalement amorphes et 4.38.b-e pour les échantillons partiellement cristallisés. Ces structures se sont formées dans le but d'accommoder l'importante quantité d'énergie apportée à l'échantillon. La quantité de fissures est plus importante pour les échantillons totalement amorphes rompus en configuration diamétrale par rapport à ceux rompus en compression standard ce qui est sûrement le résultat de l'hétérogénéité de l'état de contrainte au sein de l'échantillon. On visualise sur les figures 4.37.a-c et 4.38.a-c-d-e des zones d'alliages fondu strié ou non qui sont le signe qu'une température importante a été atteinte. Elles sont cependant moins étendues et moins nombreuses que dans le cas des échantillons rompus en compression standard, ce qui montre là encore que l'élévation de température a été moins importante en compression diamétrale. Enfin, on remarque sur les figures 4.38.b-c-e des échantillons partiellement cristallisés la présence d'une structure à clivage signe d'une rupture de type fragile.

## 4.5 Comportement macroscopique à vitesse de déformation plus élevée

Pour de nombreux verres métalliques testés à température ambiante, jusqu'à une certaine vitesse de déformation, la sensibilité de la contrainte à rupture à la vitesse de déformation est faible. De plus les effets de température y sont négligeables. La chute de contrainte à rupture que l'on observe dans les verres métalliques pour des vitesses de déformation élevées (supérieures à des valeurs de l'ordre de  $800\text{s}^{-1}$ ) va à l'encontre des phénomènes généralement rencontrés dans d'autres matériaux comme les métaux conventionnels ou les céramiques quand ceux-ci sont sollicités à grande vitesse [Meyers, 1994]. En effet, pour ces matériaux on observe souvent une hausse de la contrainte à rupture avec la vitesse de sollicitation. Dans les alliages métalliques conventionnels, le mouvement des dislocations est un phénomène qui dépend du temps et donc pour lequel des contraintes plus élevées sont nécessaires si l'on veut déformer le matériau à des vitesses de déformation plus élevées. Dans le cas des matériaux dits fragiles, la vitesse de croissance des fissures est limitée par les effets d'inertie. Celles-ci n'évoluent pas aussi rapidement que les taux de contraintes imposés ce qui implique que ces matériaux ont une sensibilité positive à la vitesse de déformation [Subhash and Ravichandran, 2000]. Dans les verres métalliques, l'effet inverse est observé et la contrainte diminue avec la vitesse de déformation à partir d'un certain seuil. Les causes sont nombreuses :

- Forte densité de bandes de cisaillement et présence de multiples sites potentiels d'initiation de fissures
- Instabilité des bandes de cisaillement du fait des vitesses de sollicitation
- Instabilité accrue par les effets de température. De plus ces effets sont croissants avec la vitesse de sollicitation.
- Difficulté à accommoder la déformation et à dissiper l'énergie due au chargement dynamique

Dans la section 4.2 qui traite des essais axiaux, la sensibilité à la vitesse de déformation n'a pas été clairement démontrée. Les contraintes maximales mesurées sont situées aux alentours de 1500 - 1600 MPa même pour les échantillons Am3-7 et Am3-2 (deuxième test) testés à des vitesses d'impact plus élevées, respectivement de 13,84 m/s et 10,80 m/s. Étant donné que

la vitesse de déformation est sensible à la vitesse d'impact, des essais à des vitesses d'impact supérieures à 15 m/s sur des éprouvettes de rapport d'aspect 1 ont été tentés mais les limites du banc ont rapidement été atteintes. Nous avons, en effet, été confrontés à des décollements de jauges et à des problèmes de mesures de leurs signaux temporels en cours d'essai du fait de phénomènes de saturation.

Si la vitesse de déformation dépend de la vitesse de l'impacteur avant impact, elle dépend aussi de la longueur de l'échantillon : elle est en effet inversement proportionnelle à sa longueur initiale. Par conséquent, la hauteur des éprouvettes a été diminuée jusqu'à une valeur d'environ 1 mm et les vitesses d'impact des premières phases d'essais ont été conservées. L'idée de cette dernière série d'essais est de voir si la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  étudiée dans ce travail exhibe une sensibilité de sa contrainte à rupture à la vitesse de déformation. Ces essais sont réalisés sur les deux types d'échantillons.

Les échantillons étudiés dans cette dernière partie ont donc été testés dans la configuration axiale. Une diminution de leur longueur, jusqu'à environ 1mm, a permis d'atteindre des vitesses de déformation plus élevées. Les vitesses d'impacteur mesurées avant impact sont comprises entre 7,55 et 10,11  $m \cdot s^{-1}$  tous essais confondus. Les caractéristiques détaillées des essais réalisés sur chacun des échantillons sont données en annexe B sous-section B.1.3

#### 4.5.1 Comportement macroscopique et homogénéité de l'échantillon

Les échantillons plus courts, après sollicitation en configuration standard, sont présentés en figure 4.39. Tous les échantillons ont rompus et ont été complètement écrasés. On retrouve la majeure partie de l'échantillon sous forme de galette sur l'un des deux disques WC-Co. Les échantillons présentent le même type de rupture macroscopique qu'ils soient totalement amorphes ou partiellement cristallisés.

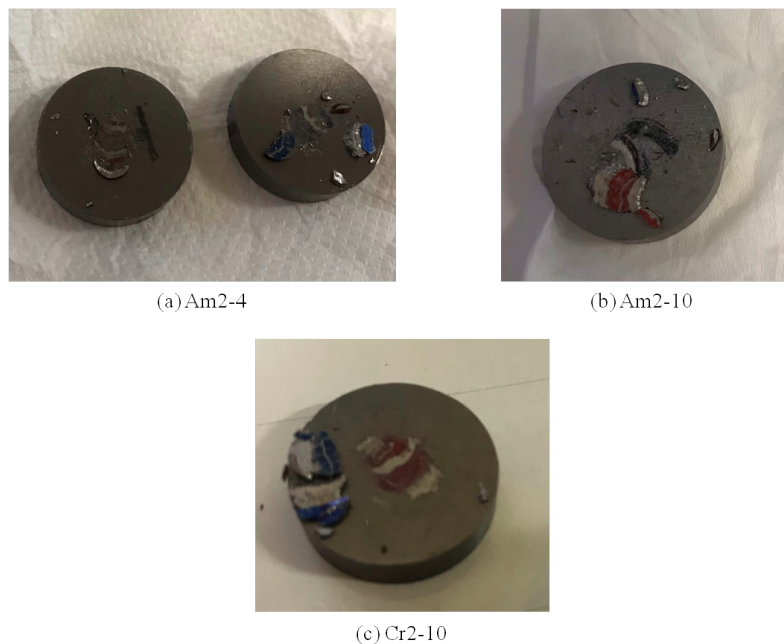


FIG. 4.39 Photos des échantillons testés en configuration standard lors de la dernière phase d'essais.



Les échantillons très fins de cette dernière campagne d'essais ont été testés sur le même banc, avec l'impacteur Imp-13 de 13cm, que les échantillons plus épais. Cette taille d'impacteur impliquait un nombre d'aller-retour suffisant du front d'onde au sein des échantillons testés précédemment, permettant ainsi de garantir leur état d'équilibre. L'impacteur devrait ici garantir d'autant plus cet état sur les échantillons testés car ceux-ci sont plus fins. Le front d'onde peut donc parcourir l'échantillon un plus grand nombre de fois. Cependant, au cours des essais axiaux de cette dernière campagne, l'équilibre des forces n'a pas été atteint ce qui peut signifier deux choses. Soit la différence entre force entrante et sortante signifie qu'a priori l'échantillon n'a pas un comportement axial homogène en contrainte. La seconde possibilité est que la limite de mesure du banc tel qu'il est présenté sur la figure 3.47 du chapitre 3 est atteinte et que les mesures s'en retrouvent faussées. Afin d'analyser les résultats d'essais, une logique différente de celle mise en place plus haut a donc été suivie.

Les courbes d'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation sont données en figure 4.40 pour tous les échantillons. Elles montrent que les échantillons ont été comprimés en deux fois. On observe, sur la figure 4.40, une première phase d'augmentation de la contrainte quasi-linéaire jusqu'à un maximum qui varie et décroît avec la vitesse d'impact pour chaque type d'échantillon. Une fois ce maximum atteint, la contrainte chute ce qui représente la phase de rupture. Cependant la contrainte ne s'annule pas et réaugmente après avoir atteint un minimum. La contrainte réaugmente pour osciller autour d'une valeur constante : l'échantillon est à nouveau comprimé.

À la vue des courbes de comportement (cf. figure 4.40) et des échantillons après sollicitation, il semble que ceux-ci se soient rapidement rompus au cours du chargement et que certains fragments se soient séparés de l'échantillon initial. Du fait du peu d'espace entre les barres (1 mm au début de l'essai et moins après), l'échantillon en cours de rupture a très vite été comprimé à nouveau ce qui fait que la contrainte a augmenté de nouveau et qu'une partie de l'échantillon s'est retrouvé sous forme de galette en fin d'essai.

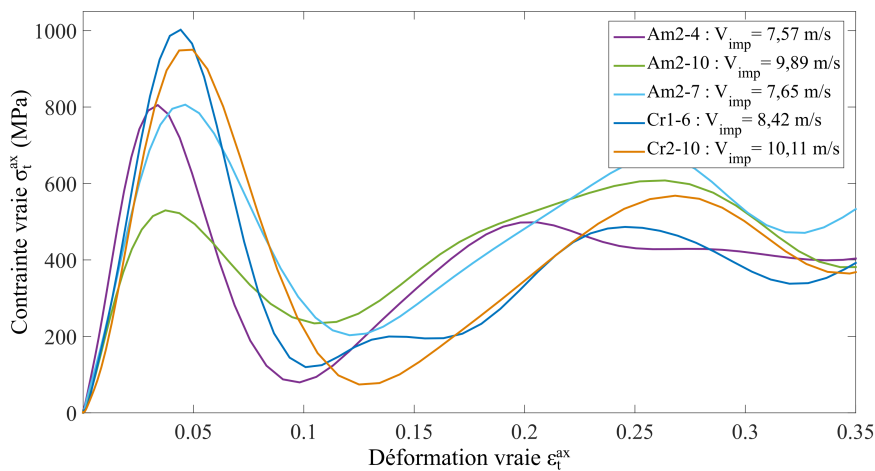


FIG. 4.40 Courbe d'évolution de la contrainte vraie axiale en fonction de la déformation vraie pour les deux types d'échantillons testés au cours de la dernière campagne d'essais axiaux.

On remarque sur la figure 4.40 que la contrainte maximale atteinte par les échantillons totalement amorphes est plus faible que celle atteinte par les échantillons partiellement cristallisés, ce qui est contradictoire avec les essais menés précédemment sur des échantillons plus longs où l'inverse était observé. L'augmentation de la contrainte maximale est attribuée à la présence des phases cristallines qui ont (comme les matériaux cristallins) une sensibilité positive à la vitesse de déformation. Leur concentration au sein de la matrice amorphe semble suffisante pour limiter la chute de contrainte aux vitesses de déformations plus élevées.

Dans la section précédente sur les essais axiaux (cf. section 4.2), l'homogénéité de la contrainte a été appréciée en comparant les forces entrante et sortante aux interfaces disques-échantillon. Ici, l'inégalité des forces entrante et sortante laisse supposer une non-homogénéité de l'état de contrainte axiale dans l'échantillon. Il s'agit là d'un critère expérimental permettant de vérifier l'état d'équilibre de l'échantillon avant dépouillement. Le critère de Davies et Hunter ([Davies and Hunter, 1963]), introduit dans le chapitre 3, permet de vérifier a posteriori la validité des courbes d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation établies lors d'essais de compression aux barres d'Hopkinson. Les pentes des courbes contrainte-déformation doivent respecter l'inégalité :

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} > \frac{\pi^2 \rho_e L_e^2}{t_I^2} \quad (4.5.1)$$

où  $t_I$  est la durée de l'ébranlement et  $\rho_e$  est la masse volumique de l'échantillon. Sur le graphe de la figure 4.41, les valeurs de pente de tous les essais axiaux sont comparées au minimum proposé par le critère de Davies et Hunter et qui correspond au second membre de l'inégalité 4.5.1. Le critère a été calculé pour les échantillons amorphes (courbe bleue de la figure 4.41) et pour les échantillons cristallisés (courbe rouge en pointillés). La masse volumique la plus importante de chaque type d'échantillon (cf. section ) a été utilisée afin d'avoir le minimum le plus élevé (celui qui donne le critère le plus contraignant).

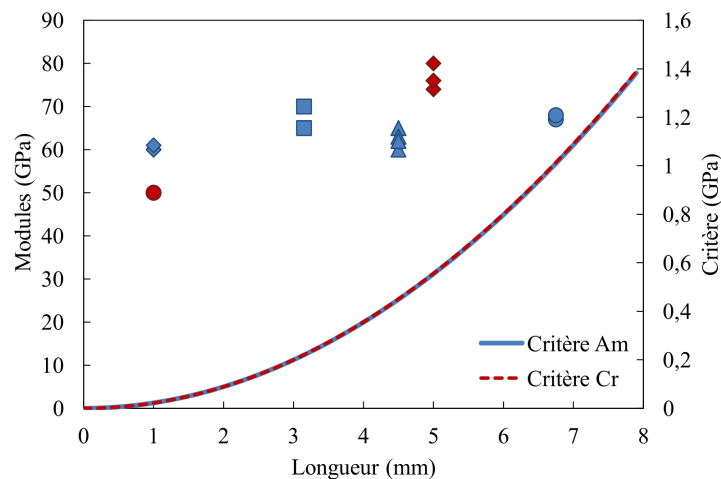


FIG. 4.41 Valeurs des pentes moyennes (établies par le calage des ondes) des courbes contraintes-déformation comparées au critère de Davies et Hunter. Les données en bleu concernent les échantillons totalement amorphes et les données en rouge les échantillons partiellement cristallisés.

Comme le montrent les données de la figure 4.41, le minimum proposé par Davies et Hunter est bien inférieur aux valeurs de pentes déterminées pour les courbes contraintes déformations des essais axiaux. Les résultats pour les longueurs les plus importantes (essais des sections précédentes) confirment l'état d'homogénéité qui avait été conclu du fait de l'égalité des forces. Pour les essais sur les échantillons les plus courts, il semble que la qualité de l'homogénéité de la contrainte axiale soit satisfaisante d'après le critère.

#### 4.5.2 Sensibilité de la contrainte maximale à la vitesse de déformation

Les courbes de comportement données en figure 4.40 montrent une sensibilité de la contrainte maximale à la vitesse de l'impacteur avant impact. Or la vitesse de déformation au sein de l'échantillon dépend de la vitesse d'impact et augmente avec elle. Par conséquent, il semblerait que la contrainte maximale soit sensible à la vitesse de déformation. Les courbes d'évolution de la vitesse de déformation en fonction du temps pour tous les échantillons sont rassemblées sur le graphe de la figure 4.42. Contrairement aux essais à vitesses plus faibles, les vitesses de déformation connaissent de moins grandes variations et semblent osciller autour d'une valeur constante.

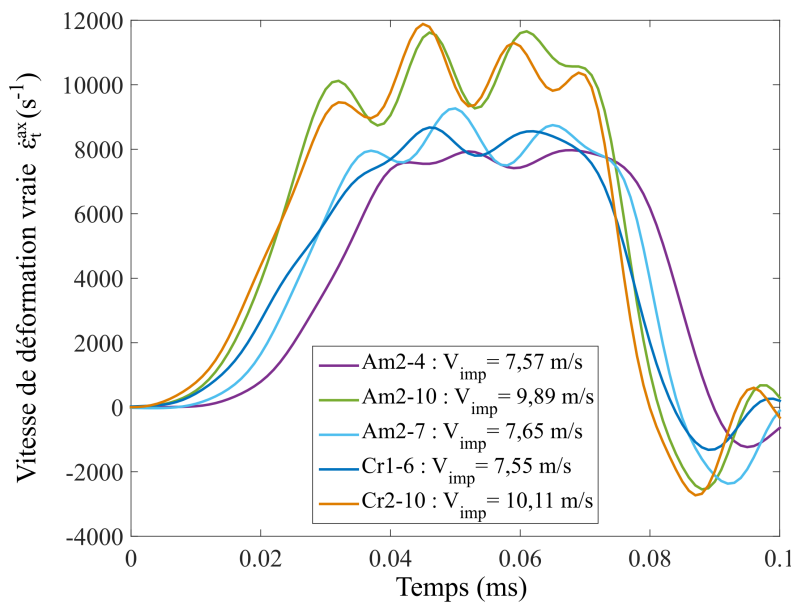


FIG. 4.42 Courbe d'évolution de la vitesse de déformation vraie en fonction du temps pour les deux types d'échantillons testés au cours de la dernière campagne d'essais axiaux.

Dans le cas des présents essais, l'homogénéité de la contrainte semble satisfaisante car le critère de Davies et Hunter est vérifiée. En revanche, le non équilibre des forces laisse supposer le contraire. La mesure de la vitesse de déformation à partir des courbes de comportement ne semble pas être la solution la plus appropriée ici pour estimer cette grandeur de façon pertinente. Dans cette section, la vitesse de déformation est estimée à partir de la force entrante. Au cours d'un essai Hopkinson, si un chargement est appliqué au niveau de la face entrante celui-ci n'est pas tout de suite mesuré au niveau de la face sortante. Du fait des phénomènes de propagation d'onde, ce n'est qu'après un délai égal au temps de parcours de l'échantillon que ces effets sont ressentis au niveau de la face sortante. Aussi, dans le cas présent, nous pouvons supposer que le

chargement appliqué a d'abord provoqué la rupture au niveau de la face entrante avant même que le front d'onde de chargement n'atteigne la face sortante. Il semble donc pertinent d'estimer la vitesse de déformation au moment de la rupture à partir de la force entrante. La vitesse de déformation est donc relevée au maximum de la force entrante, instant où la rupture est supposée arriver.

Les vitesses de déformation relevées à l'instant auquel la force entrante est maximale sont rassemblées dans le tableau 4.7 pour les cinq échantillons testés dans cette dernière campagne d'essais. Ils sont classés par vitesse d'impact croissante pour chaque type d'échantillon. On remarque bien une sensibilité croissante de la vitesse de déformation à la vitesse d'impact et une sensibilité décroissante de la contrainte maximale à la vitesse de déformation. La nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  étudiée dans ce projet présente donc bien une sensibilité de la contrainte à rupture à la vitesse de déformation. La comparaison des échantillons amorphes et cristallisés montre que les vitesses de déformation atteintes dans les échantillons partiellement cristallisés sont inférieures à celles atteintes dans les échantillons totalement amorphes. La présence de cristaux semble ralentir la propagation de la déformation, ce qui avait déjà été observé sur des échantillons plus épais.

Échantillon	$V_{imp}$ ( $m \cdot s^{-1}$ )	$\sigma_{t_{max}}^{ax}$ (MPa)	$\dot{\epsilon}_{t_{max}}^{ax}$ ( $s^{-1}$ )
Am2-4	7,57	805	5 613
Am2-7	7,65	806	6 339
Am2-10	9,89	530	7 710
Cr1-6	7,55	1002	5 461
Cr2-10	10,11	950	6 652

TAB. 4.7 Valeur de la contrainte maximale  $\sigma_{t_{max}}^{ax}$  et de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_{t_{max}}^{ax}$  à rupture lors des essais sur échantillons courts.

La figure 4.43 rassemble les résultats en terme de contrainte maximale et de vitesse de déformation pour tous les essais axiaux menés dans cette étude sur les échantillons totalement amorphes. La contrainte maximale est normalisée par la contrainte à rupture en compression dans le régime quasi-statique. Des données pour des essais de compression à des vitesses de sollicitations dans le régime quasi-statique issues de la littérature sont renseignées pour comparaison. Les deux droites rouges tracées sur la figure 4.43 représentent les deux zones où le comportement du matériau diffère. La droite horizontale représente le domaine de vitesse où le matériau a un comportement plutôt visco-indépendant alors que la droite descendante représente une zone où la contrainte chute avec la vitesse de déformation. Nous avons identifié, dans cette étude, une délimitation entre ces deux zones pour la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  qui survient à une vitesse de déformation d'environ  $500 s^{-1}$ .

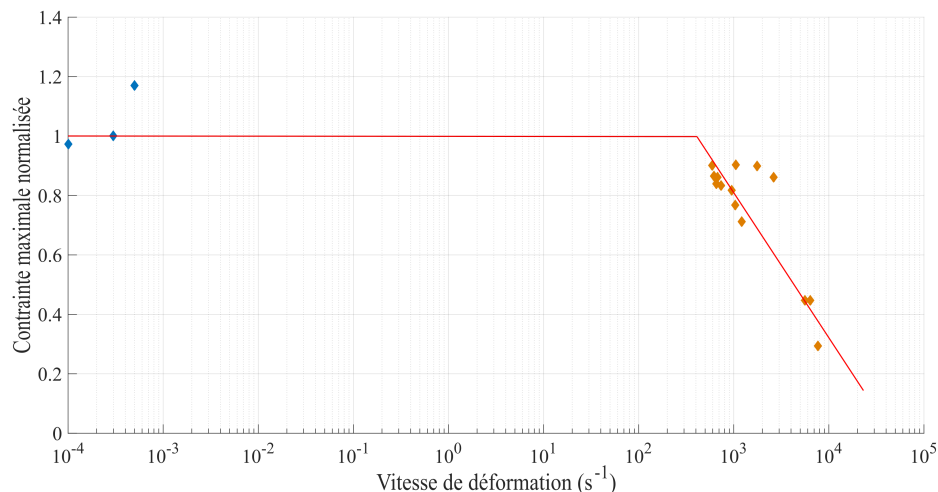


FIG. 4.43 Évolution de la contrainte maximale normalisée par la contrainte à rupture en compression en quasi-statique (prise égale à 1800 MPa [Keryvin et al., 2008a]) en fonction de la vitesse de déformation. Les données dans le régime quasi-statique sont tirées de [Liu et al., 2018, Leonhard et al., 1998, Yamasaki et al., 2010] pour des essais réalisés sur la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ . Les autres données sont les résultats expérimentaux des essais menés dans cette étude sur les échantillons totalement amorphes de nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ . La droite descendante pour les régimes à haute vitesse a été obtenue par régression linéaire. La vitesse de changement de régime est relevée au croisement des deux droites rouges.

## 4.6 Synthèse

Dans ce chapitre les résultats expérimentaux et leurs analyses ont été présentés. Ils ont permis d'aborder le comportement mécanique des verres métalliques massifs  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$  soumis à des sollicitations dynamiques. Deux types d'essais ont été menés : des essais de compression standard et des essais de compression diamétrale. Une étude quantitative du comportement macroscopique des deux types d'échantillons a ainsi été réalisée. L'observation des micrographies des faciès de rupture et des analyses chimiques de structures types a permis de compléter les résultats par une étude phénoménologique des mécanismes microscopiques de déformation et de rupture.

Les essais de type standard avaient pour objectifs d'étudier différents phénomènes : la possibilité de déformer les verres métalliques sous sollicitations dynamiques, l'impact d'un premier essai sans rupture sur un second essai avec rupture, l'impact de la cristallisation sur la réponse mécanique et enfin la sensibilité de la contrainte maximale à la vitesse de déformation. D'après les résultats des différentes campagnes d'essais axiaux, quels que soient le nombre d'essais, l'état structural des échantillons, leur rapport d'aspect ou la vitesse d'impact, les échantillons ont tous démontré une très faible ductilité sous sollicitation dynamique et un comportement macroscopique fragile. La campagne d'essais où les échantillons ont été testés deux fois a tout de même permis de montrer que les échantillons étaient susceptibles de se déformer sans rupture sous des sollicitations dynamiques. L'influence de ce premier test a d'ailleurs été positive puisqu'elle a permis aux divers échantillons d'atteindre des niveaux de contraintes plus élevés lors du second test. En ce qui concerne les différents états structuraux, les essais ont montré que si la cristallisation partielle permet d'augmenter le module d'Young du fait de l'insertion d'inclusions rigides

au sein de la matrice amorphe moins rigide, elle a en revanche détérioré les autres propriétés mécaniques et a diminué la vitesse de déformation au sein du matériau. Les essais ont aussi démontré que les résultats variaient en fonction du taux de cristallisation. Les propriétés mécaniques des échantillons comportant une plus grande quantité de cristaux sont supérieures à celles des échantillons comportant une plus faible fraction volumique de cristaux. Les propriétés des échantillons les plus cristallisés telles que la contrainte maximale ou la déformation correspondante, s'approchent de celles des échantillons totalement amorphes. Enfin, une comparaison des grandeurs mécaniques moyennes des échantillons rompus en configuration axiale sous sollicitation dynamique avec les mêmes grandeurs en quasi-statique a montré une diminution du module d'Young et de la contrainte maximale. Afin de confirmer cette influence sur la contrainte maximale, des essais axiaux sur des échantillons moins épais ont permis d'atteindre des vitesses de déformation plus élevées. Ceux-ci ont mis en évidence la sensibilité négative de la contrainte à la vitesse de déformation pour des vitesses de déformations supérieures à  $500 \text{ s}^{-1}$ . Au cours de ces essais, les échantillons partiellement cristallisés ont atteint des contraintes un peu plus élevées du fait de la présence des phases cristallines, dont la contrainte a une sensibilité positive à la vitesse de déformation.

L'étude quantitative de la réponse des échantillons en configuration axiale a été complétée par une étude phénoménologique des micrographies des faciès de rupture. Ceux-ci ont été observés au MEB et certaines structures ont été analysées chimiquement avec une analyse de type EDS. Quels que soient l'état structural des échantillons, leur rapport d'aspect, le nombre d'essais ou la vitesse d'impact, des structures similaires ont été observés sur les surfaces de rupture. Parmi elles on retrouve les faciès en veines et veines cisailés présents aussi en quasi-statique. D'autres structures absentes des échantillons rompus en quasi-statique ont été observées : fissures, bandes de cisaillement, marche de cisaillement et nappes d'alliages fondus. Ces dernières ont une composition chimique semblable à celle de la matrice amorphe dans le cas des échantillons totalement amorphes et contiennent davantage d'aluminium dans le cas des échantillons partiellement cristallisés. Couplées aux motifs en veines cisailées allongées, elles sont le signe d'une importante hausse de la température au sein de l'alliage lors de la déformation et de la rupture. En revanche, des différences ont été décelées entre échantillons totalement amorphes et échantillons partiellement cristallisés. Tout d'abord les structures témoins d'une activité thermique sont plus lisses dans le cas des échantillons totalement amorphes. Pour les échantillons partiellement cristallisés, elles présentent des grumeaux qui les rendent particulièrement rugueuses. Ces grumeaux ont été analysés chimiquement et semblent contenir davantage d'aluminium que la matrice amorphe. Les surfaces de rupture des échantillons partiellement cristallisés présentent également davantage de fissures qui sont dues à la présence de nombreux sites d'inclusions cristallines qui deviennent alors des sites potentiels d'initiation de la rupture. Enfin, sur les échantillons partiellement cristallisés, des structures de type clivage typiques d'un comportement fragile, sont observées.

Les mécanismes de déformation qui se produisent dans ces matériaux surviennent à des échelles micrométriques et même en deçà, ce qui rend l'étude de leur comportement difficile lors d'essais homogènes. C'est pour cela que des essais hétérogènes de compression diamétrale ont été menés afin de confiner la plasticité au sein de l'éprouvette avant que la rupture ne survienne.

Du fait de l'hétérogénéité de contrainte impliquée par ce type d'essai, un dépouillement différent a été réalisé et le comportement a été étudié en termes de forces et déplacements. Les essais brésiliens ont permis d'obtenir pour les deux types d'échantillons une ductilité plus importante même si celle-ci reste assez faible en comparaison aux valeurs que l'on obtient en quasi-statique ([Brest, 2013, Hin, 2016]). Les essais ont montré des différences entre échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés. Les échantillons totalement amorphes ont en effet montré un comportement assez reproductible d'un échantillon à l'autre caractérisé par une hausse de la force jusqu'à un maximum suivi d'un plateau plus ou moins net puis une chute de la force. Le cas des échantillons partiellement cristallisés a été plus complexes. Aucun plateau n'a été observé et après une hausse de la force, celle-ci a chuté après avoir atteint un maximum. Pour ces matériaux, il y a des variations de la valeur de la force après cette chute qui sont dues à de l'endommagement et des amorces de rupture successives qui surviennent avant la rupture finale.

Pour les essais brésiliens, l'étude quantitative de leur réponse mécanique a aussi été suivie d'une étude phénoménologique des mécanismes de déformation et de rupture. La morphologie des fragments rompus et les micrographies des faciès de rupture ont permis d'étudier en détail la rupture. Grâce à la reconstitution des éprouvettes, nous avons observé le chemin de fissuration. Des observations au MEB à faible grossissement des deux types d'échantillons ont permis d'identifier les différentes réponses microscopiques des échantillons. Des observations à plus forts grossissements ont donné lieu à l'observation des micrographies des surfaces de ruptures et à la mise en avant des mêmes structures que dans les échantillons testés en configuration standard. Elles ont cependant montré une plus grande quantité de fissures, du fait de l'hétérogénéité de l'état de contrainte au sein de l'échantillon et une activité thermique moins importante signe que les vitesses de déformation atteintes étaient moins élevées que dans le cas des essais axiaux.

Les essais dynamiques à température ambiante ont montré un comportement peu ductile des verres métalliques avec une localisation de la déformation dans des bandes. Des conclusions identiques ont été tirées pour ces matériaux testés en quasi-statique d'après la littérature. Le manque d'information sur ces phénomènes de localisation sous différents régimes de sollicitations rend leur compréhension difficile. Dans la suite de cette étude, nous proposons une première approche numérique pour comprendre les phénomènes de localisation.





# MODÉLISATION THERMOMÉCANIQUE DU COMPORTEMENT

# 5

## SOMMAIRE

---

<b>5.1</b>	<b>Équations constitutives du modèle élaboré</b>	<b>206</b>
5.1.1	Formulation générale tridimensionnelle isotherme	207
<b>5.2</b>	<b>Étude du modèle sans diffusion</b>	<b>210</b>
5.2.1	Implémentation des équations dans un code de calcul par éléments finis	210
5.2.2	Estimation des paramètres de la loi de comportement	222
5.2.3	La localisation de la déformation sans diffusion	226
5.2.4	Synthèse	250
<b>5.3</b>	<b>Étude du modèle avec diffusion</b>	<b>251</b>
5.3.1	Implémentation du modèle dans un code de calcul par éléments finis par une approche partitionnée	251
5.3.2	La localisation de la déformation avec diffusion	253
<b>5.4</b>	<b>Synthèse</b>	<b>264</b>

---

À température ambiante, les verres métalliques se déforment essentiellement dans le mode hétérogène. Leur comportement macroscopique est alors quasi-fragile et la déformation se localise dans des bandes de cisaillement. Le manque d'informations sur l'arrangement de ces bandes et sur leur histoire, que ce soit en quasi-statique ou en dynamique, complique la compréhension des mécanismes de plasticité sous-jacents. La modélisation théorique et numérique de la localisation et de la déformation inhomogène peut alors constituer un outil pertinent pour fournir des indications théoriques permettant d'identifier les mécanismes de déformation mais aussi d'améliorer les propriétés comme la ductilité des verres métalliques.

Les bandes de cisaillement qui se forment au cours de la déformation ont une largeur caractéristique de l'ordre de 10 à 20 nm. Elles sont bien plus fines que celles qui se forment dans les métaux conventionnels qui sont de l'ordre de 10 à 1000  $\mu\text{m}$  ([Dodd and Bai, 2013]). Cet état de fait suppose que l'état structural particulier des verres métalliques a une influence non négligeable sur leur comportement. Dans le cadre de cette étude, la concentration en volume libre est adoptée en tant que paramètre d'ordre. En terme de modélisation, nous avons donc choisi de nous inscrire dans une famille de modèles comme ceux de Spaepen et d'Argon, dans lesquels la concentration en volume libre, à la base des mécanismes de déformation, est un paramètre important qui a une forte influence sur le comportement des verres métalliques et sur

la localisation de la déformation [Spaepen, 1977, Argon, 1979]. Par ailleurs, le comportement des verres est sensible à la température. Que ce soit en quasi-statique ou en dynamique, la surface de rupture témoigne de l'échauffement dû à la déformation plastique. Les faciès en veine et la présence de gouttes d'alliage fondu sont autant de signe d'une hausse de la température. Il semble donc que pour qu'un modèle soit capable de décrire le comportement hétérogène, il doit prendre en compte la variation de volume libre, la température et la mécanique. Des modèles assez récents, couplant deux ou trois des physiques citées ci-avant, ont été présentés dans le chapitre 1 en sous-section 1.3.3.ii.

Dans le présent travail, nous avons cherché à savoir si le modèle des volumes libres développé par Spaepen [Spaepen, 1977] et amélioré par de Hey et al. grâce à la prise en compte de l'évolution du taux de volume libre avec la déformation ([de Hey et al., 1998]), est capable de prédire (et dans ce cas, comment il prédit) la localisation de la déformation dans les verres métalliques testés à température ambiante. Une formulation élasto-viscoplastique en multiaxial est proposée afin de modéliser le processus d'initiation et de propagation des bandes de cisaillement qui contribuent à la plasticité macroscopique des verres métalliques. L'augmentation du volume libre du fait de l'application d'une contrainte implique une réduction de la viscosité et mène à une localisation de la déformation dans des bandes de cisaillement. Deux formulations sont considérées. La première est obtenue par une modélisation mécanique incluant les composantes élastique et viscoplastique de la déformation, couplées à une équation cinétique qui gouverne l'évolution du volume libre sous l'effet de la déformation et de la relaxation structurale. La seconde formulation est essentiellement la même, mais elle comprend un terme de diffusion du volume libre, qui est un mécanisme essentiel permettant d'atteindre la largeur connue des bandes de cisaillement. Ces deux formulations ont été implémentées numériquement et comparées dans le logiciel Zset en utilisant une méthode éléments finis. Les paramètres du modèle sont déterminés à partir de données sur des essais issus de la littérature. Différentes configurations initiales de répartition de volume libre sont testées et notamment une distribution aléatoire de volume libre. Différents écarts-types sont alors choisis. Ceci permet de réaliser une étude sur la valeur critique de ce paramètre pilotant l'apparition des bandes de cisaillement.

Dans ce chapitre, le modèle de comportement proposé et les résultats de simulations obtenus sont décrits. Dans un premier temps, la formulation générale tridimensionnelle du modèle et deux perspectives d'amélioration de celui-ci sont présentées. Les deux variantes du modèle, sans et avec prise en compte du terme de diffusion du volume libre, sont ensuite étudiées. Pour chacune d'elles, la méthode d'implémentation numérique des équations est présentée. Les paramètres du modèle sont déterminés à partir d'essais de sauts de vitesses présents dans la littérature. La réponse du matériau en fonction de différentes conditions initiales en termes de répartition du volume libre est étudiée dans le cas où la diffusion n'est pas prise en compte. Une comparaison avec le modèle prenant en compte la diffusion est ensuite faite.

## 5.1 Équations constitutives du modèle élaboré

Dans le cadre de cette étude, un modèle isotherme tridimensionnel capable de rendre compte des phénomènes de localisation au sein des verres métalliques a été développé. Afin

d'établir les équations constitutives de ce modèle, la démarche thermodynamique développée en annexe D a été appliquée.

Le cadre des matériaux standards généralisés (MSG) défini par Halphen et Nguyen [Halphen and Nguyen, 1975] a été adopté. Il décrit le comportement d'un matériau par l'introduction de deux potentiels thermodynamiques, dotés de certaines propriétés mathématiques (cf. annexe D sous-sections D.2.2.ii et D.2.2.iii). Le premier potentiel dépend des variables d'état et permet de déterminer les lois d'état et les forces thermodynamiques associées aux variables d'état : l'énergie libre spécifique de Helmholtz a été choisie. L'autre potentiel représente les processus de dissipation et relie les taux de variables internes aux forces thermodynamiques et éventuellement aux variables d'état : c'est le potentiel de dissipation. C'est un moyen efficace et souvent utilisé afin de déterminer la réponse d'un matériau tout en garantissant l'admissibilité thermodynamique.

### 5.1.1 Formulation générale tridimensionnelle isotherme

Nous nous plaçons dans le cadre de l'hypothèse des petites perturbations. La température est supposée constante et fixée à la valeur de référence  $T_0$ . L'état mécanique local est caractérisé à l'aide de deux variables d'état tensorielles que nous définissons avec leurs forces thermodynamiques associées :

- la déformation totale  $\underline{\underline{\varepsilon}}$ , variable de contrôle extérieure, associée à la contrainte  $\underline{\underline{\sigma}}$
- la déformation viscoplastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}$ , associée à la force thermodynamique  $\underline{\underline{A}}^{vp}$

La déformation totale est donc partagée en deux composantes :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} \quad (5.1.1)$$

où  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$  représente la déformation élastique.

Du point de vue numérique, il est plus aisé de travailler avec  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$  et  $p$ , la déformation viscoplastique cumulée (définie telle que  $\dot{p} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp}}$ ), plutôt qu'avec  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}$  [Besson et al., 2009]. C'est donc ainsi que nous présenterons les schémas d'intégration numérique explicite et implicite développés dans la section 5.2.1.

Aux variables d'état citées plus haut, on ajoute une variable interne scalaire  $x$  qui représente le volume libre réduit,

$$x = \frac{v_f}{\alpha v^*} \quad (5.1.2)$$

où  $v_f$  est le volume libre moyen par atome,  $v^*$  le volume libre critique et  $\alpha$  un facteur géométrique de recouvrement corrigeant le chevauchement de volume libre entre deux sites ( $0,5 \leq \alpha \leq 1$ ).

En prenant en compte l'équation (5.1.2), on peut relier  $x$  à  $c_f$ , la concentration en défauts d'écoulement (cf. section 1.3.2). On a alors :

$$c_f = \exp\left(-\frac{\alpha v^*}{v_f}\right) = \exp\left(-\frac{1}{x}\right) \quad (5.1.3)$$

$c_f$  étant de l'ordre de  $10^{-9} - 10^{-16}$ , il sera plus commode du point de vue numérique de travailler avec  $x$  qui est de l'ordre de  $10^{-2}$ , comparable aux ordres de grandeurs des déformations observées.

### 5.1.1.i Équations d'état

A la température de référence  $T_0$ , l'énergie libre massique de Helmholtz  $w(\underline{\underline{\varepsilon}}, \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp})$  s'écrit comme la somme des énergies élastiques. Son expression, en fonction des variables d'état, est :

$$\rho_0 w(\underline{\underline{\varepsilon}}, \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) = \frac{1}{2} (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) : \mathbb{C}^e : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) + \rho_0 w_0 \quad (5.1.4)$$

$\rho_0 w_0$  étant l'énergie libre volumique à l'état de référence, sans déformation, et  $\mathbb{C}^e$  le tenseur élastique du quatrième ordre qui intervient dans l'expression de l'élasticité instantanée. On note que le potentiel  $w$  est indépendant de  $x$ .

Dans le cadre des MSG, les forces thermodynamiques associées aux variables d'état, sont définies comme des dérivées partielles de l'énergie libre en fonction de la variable d'état correspondante. En régime isotherme, on aboutit alors aux expressions qui suivent :

$$\underline{\underline{\sigma}} \equiv \rho \frac{\partial w}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} = \mathbb{C}^e : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) = \mathbb{C}^e : \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad (5.1.5a)$$

$$\underline{\underline{A}}^{vp} \equiv -\rho \frac{\partial w}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}} = \underline{\underline{\sigma}} \quad (5.1.5b)$$

Les verres métalliques étant considérés comme des matériaux isotropes, les coefficients de la matrice élasticité  $\mathbb{C}^e$  vérifient :

$$\mathbb{C}^e = (3\lambda + 2\mu)\mathbb{J} + 2\mu\mathbb{K} \text{ avec } \mathbb{J} = \frac{1}{3}\mathbb{I} \otimes \mathbb{I} \text{ et } \mathbb{K} = \mathbb{I} - \mathbb{J} \quad (5.1.6)$$

où  $\mathbb{J}$  est le projecteur sur la partie sphérique du tenseur identité  $\mathbb{I}$  et  $\mathbb{K}$  le projecteur sur la partie déviatorique ([Maitournam, 2016] p. 88). Les coefficients  $\lambda$  et  $\mu$  sont les coefficients de Lamé.

### 5.1.1.ii Équations d'évolution

En restant conforme au cadre des MSG, les équations d'évolution font intervenir un second potentiel qui est convexe et minimal en 0. Nous définissons donc le potentiel dual de dissipation  $\varphi^*$  qui dépend des forces thermodynamiques associées et des variables d'état<sup>1</sup> :

$$\begin{aligned} \varphi^* &= \varphi^*(\underline{\underline{\sigma}}) \\ &= \dot{\varepsilon}_{0c} c_f \frac{2\sqrt{3}k_B T_0}{V_a} \cosh\left(\frac{f(\underline{\underline{\sigma}}) V_a}{2\sqrt{3}k_B T_0}\right) \end{aligned} \quad (5.1.7)$$

où  $\dot{\varepsilon}_{0c}$ <sup>2</sup> est le facteur de fréquence,  $k_B$  est la constante de Boltzmann,  $T_0$  la température d'essai,  $V_a$  le volume d'activation et  $c_f$  le taux de défauts instantané.  $f$  est la fonction de charge aussi appelée critère de viscoplasticité. Nous proposons l'expression suivante :

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = \sigma_{\dot{\varepsilon}q}^{vp} + g(\underline{\underline{\sigma}}) \quad (5.1.8)$$

1. La fonction  $\varphi^*$  est différentiable.  $f$  étant positive, il est aisé de prouver que  $\varphi^*$  est convexe par rapport à la variable  $\underline{\underline{\sigma}}$ . Enfin, comme  $f(0) = 0$ ,  $\varphi^*$  est bien minimal en 0.

2.  $\dot{\varepsilon}_{0c} = 2\nu \exp\left(-\frac{\Delta G^m}{k_B T}\right)$  d'après les équations de Spaepen [Spaepen, 1977] présentées en section 1.3.2

$\sigma_{\text{éq}}^{vp}$  est la contrainte équivalente en fonction du tenseur  $\underline{\underline{A}}^{vp} = \underline{\underline{\sigma}}$ . De manière générale, son expression est :

$$\sigma_{\text{éq}}^{vp} = \sqrt{\underline{\underline{\sigma}} : \mathbb{P} : \underline{\underline{\sigma}}} \equiv \|\underline{\underline{\sigma}}\|_{\mathbb{P}} \quad (5.1.9)$$

$\mathbb{P}$  est un tenseur d'ordre 4, symétrique et défini positif. Dans notre cas, i.e. matériau isotrope,  $\mathbb{P}$  est proportionnel à  $\frac{3}{2}\mathbb{K}$ . L'équation (5.1.9) nous ramène donc à la norme de von Mises<sup>3</sup> et nous avons :

$$\sigma_{\text{éq}}^{vp} = \sigma_{\text{éq}}^{VM} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}} = \sqrt{3} J_2 \quad (5.1.10)$$

avec  $\underline{\underline{s}} = \underline{\underline{dev}}(\underline{\underline{\sigma}})$  et  $J_2 = \frac{1}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}$  le deuxième invariant du déviateur des contraintes.

Pour le modèle de cette étude, on considère comme critère de viscoplasticité macroscopique, le critère de von Mises. Dans ce cas, en reprenant l'équation (5.1.8) avec  $g(\underline{\underline{\sigma}}) = 0$ , la fonction de charge  $f$  a pour expression :

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = \sigma_{\text{éq}}^{VM} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}} \quad (5.1.11)$$

Le critère choisi ne fait pas intervenir de seuil contrairement aux modèles de viscoplasticité classiques. La fonction  $f$  est donc toujours positive et le domaine élastique se réduit au point 0. La loi d'évolution est écrite dans le cadre des MSG :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp} \equiv \frac{\partial \varphi^*}{\partial \underline{\underline{A}}^{vp}} = \frac{\partial \varphi^*}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{\partial \varphi^*}{\partial f} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \underbrace{\dot{\varepsilon}_{0c} c_f \sinh\left(\frac{f(\underline{\underline{\sigma}}) V_a}{2\sqrt{3} k_B T_0}\right)}_{\dot{p} \geq 0} \cdot \underbrace{\frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}}}_{\underline{\underline{n}}_{vp}} \quad (5.1.12)$$

avec  $\dot{p}$  la déformation plastique cumulée et  $\underline{\underline{n}}_{vp}$  qui représente la direction de l'écoulement plastique normale à la surface de plasticité et qui vaut  $\sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\underline{\underline{s}}}{\|\underline{\underline{s}}\|}$ .

Aux lois d'état (5.1.5a) et (5.1.5b) et d'évolution (5.1.12), on ajoute une équation cinétique (5.1.13) qui gouverne l'évolution du volume libre sous l'effet de la déformation et de la relaxation structurale. Elle prend en compte la diffusion du volume libre.

$$\dot{x} = \underbrace{D \Delta(x)}_{\dot{x}_1} + \underbrace{a_x \dot{p} - k_r x^2 \left( \exp\left(\frac{-1}{x}\right) - c_{f_{\text{éq}}}\right)}_{\dot{x}_2} \quad (5.1.13)$$

Dans l'équation (5.1.13), le terme  $\dot{x}_1$  est le terme de diffusion du volume libre. En introduisant une échelle de longueur interne, ce terme devrait permettre d'atteindre la largeur connue des bandes de cisaillement. Le terme  $\dot{x}_2$  est le terme d'évolution du volume libre que l'on a introduit dans la section 1.3.3.i où  $a_x \dot{p}$  est le terme de création de volume libre sous l'action de la déformation ([de Hey et al., 1998]) et  $-k_r x^2 \left( \exp\left(\frac{-1}{x}\right) - c_{f_{\text{éq}}}\right)$  est le terme de relaxation structurale ([van den Beukel and Sietsma, 1990]).  $c_{f_{\text{éq}}}$  représente le taux de défauts à l'équilibre.  $D$  est le coefficient de diffusion du volume libre. La prise en compte de la diffusion du volume libre de-

3. Le tenseur identité du quatrième ordre  $\mathbb{I}$  est ici décomposé de manière classique en projecteurs sur la partie sphérique  $\mathbb{J}$  et sur la partie déviatorique  $\mathbb{K}$  d'un tenseur du second ordre. Dans ce cas, la norme de von Mises s'écrit de manière usuelle :  $\|u\|_{\frac{3}{2}\mathbb{K}} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{dev}}(\underline{\underline{u}}) : \underline{\underline{dev}}(\underline{\underline{u}})}$

vrait pouvoir nous permettre de piloter les processus de création et de propagation des bandes de cisaillement et notamment de contrôler leur largeur.

### 5.1.1.iii Bilan

L'application de la démarche thermodynamique dans le cadre des matériaux standards généralisés nous a permis de d'établir les équations du modèle développé dans cette étude. Nous les rassemblons ci-dessous.

#### Équations constitutives du modèle dans le cas isotherme

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} \quad (5.1.14)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^e = \mathbb{C}^{e-1} : \underline{\underline{\sigma}} = \frac{1}{E} \left( (1 + \nu) \underline{\underline{\sigma}} - \nu \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \right) \quad (5.1.15)$$

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{\underline{s}}}{\sigma_{\text{éq}}^{VM}} \quad (5.1.16)$$

$$\dot{p} = \dot{\varepsilon}_{0c} \exp\left(\frac{-1}{x}\right) \sinh\left(\frac{f(\underline{\underline{\sigma}}) V_a}{2\sqrt{3}k_B T_0}\right) \quad (5.1.17)$$

$$f(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{\frac{3}{2}} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}} = \sigma_{\text{éq}}^{VM} \quad (5.1.18)$$

$$\dot{x} = D\Delta(x) + a_x \dot{p} - k_r x^2 \left( \exp\left(\frac{-1}{x}\right) - c_{f_{\text{éq}}} \right) \quad (5.1.19)$$

## 5.2 Étude du modèle sans diffusion

Dans cette première partie de l'étude sur la localisation, nous étudions le modèle présenté dans la section 5.1.1, défini par les équations (5.1.14) à (5.1.19) sans prendre en compte le terme de diffusion du volume libre. L'équation (5.1.19) qui gouverne l'évolution de la quantité de volume libre est donc réécrite sous la forme suivante :

$$\dot{x} = a_x \dot{p} - k_r x^2 \left( \exp\left(\frac{-1}{x}\right) - c_{f_{\text{éq}}} \right) \quad (5.2.1)$$

Dans cette section, nous commençons par présenter l'implémentation des équations du modèle sans diffusion dans un code de calcul par éléments finis en détaillant notamment les schémas d'intégration implicite et explicite utilisés. Dans un second temps, nous déterminons les paramètres du modèle à partir d'essais uniaxiaux avec sauts de vitesse issus de la littérature. Enfin, nous présentons les résultats des simulations obtenus pour différentes répartitions de volume libre initial.

### 5.2.1 Implémentation des équations dans un code de calcul par éléments finis

Les équations du modèle rappelées ci-dessus ont été implémentées numériquement dans le solveur éléments finis ZÉBULON<sup>®</sup> de la suite de logiciels Z-set développée par l'école des Mines ParisTech et l'ONERA<sup>4</sup>. Deux schémas, explicite et implicite, ont été utilisés afin d'intégrer les

4. Office national d'études et de recherches aérospatiales

équations de la loi de comportement. Le premier a été utilisé lors de l'identification des paramètres du modèle sur des courbes de comportement unidimensionnelles issues de la littérature. Pour les calculs par éléments finis, le schéma implicite a été préféré car il est plus stable et rapide lors de l'analyse de structures gouvernées par des équations de comportement non linéaires, ce qui est le cas dans le modèle proposé. Une méthode itérative de type Newton-Raphson est adoptée afin de résoudre les équations non-linéaires. Cette méthode d'itération est utilisée aussi bien pour la résolution du schéma d'intégration locale que pour la résolution du problème global.

Les notations de Voigt ont été choisies. Ceci implique qu'un tenseur d'ordre 2 comme la contrainte  $\underline{\underline{\sigma}}$  est stocké dans un vecteur contenant six composantes indépendantes sous la forme  $\{\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}, \sigma_{23}, \sigma_{13}, \sigma_{12}\}$ . Ce choix est pertinent car pour les grandeurs mécaniques qui nous intéressent, les tenseurs d'ordre 2 sont toujours symétriques. Par conséquent, seulement 6 composantes sont indépendantes. On stockera de la même façon les tenseurs de déformations. Avec cette notation, le produit doublement contracté n'est pas équivalent à un produit scalaire. Il faut ajouter un facteur 2 à toutes les composantes  $ij$  telles que  $i \neq j$ . Un tenseur d'ordre 4 avec la notation de Voigt est quant à lui stocké dans une matrice de taille  $6 \times 6$ .

### 5.2.1.i Description du problème

Dans les simulations menées dans ce chapitre, nous avons considéré une structure de volume  $\Omega$  et d'enveloppe  $\partial\Omega$  soumise à un chargement volumique  $\underline{f}_v$  sur un intervalle de temps  $[t_i; t_f]$ . Un déplacement  $\underline{U}_0(\underline{x}, t)$  a été imposé sur une partie de son enveloppe  $\partial\Omega_u$ . L'autre partie de sa surface  $\partial\Omega_t$  est soumise à des efforts surfaciques  $\underline{T}^d(\underline{x}, t)$ . L'évolution de la structure est supposée quasi-statique. Elle respecte l'hypothèse des petites perturbations. La résolution de ce problème mécanique associé à la loi de comportement du matériau permet l'obtention de l'évolution spatiale et temporelle des grandeurs mécaniques : déplacements  $\underline{\xi}(\underline{x}, t)$ , contraintes  $\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}, t)$ , déformation totale  $\underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{x}, t)$  et viscoplastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}(\underline{x}, t)$  et volume libre  $x(\underline{x}, t)$ .

Le problème mécanique comprenant les équations de la statique, les conditions initiales, les conditions aux limites et la loi de comportement  $\mathcal{F}$  du matériau constituant la structure, s'écrit sous la forme :

$$\operatorname{div}(\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}, t)) + \underline{f}_v(\underline{x}, t) = 0 \quad \text{dans } \Omega \quad (5.2.2)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{x}, t) = \frac{1}{2} \left( \nabla \underline{\xi}(\underline{x}, t) + \nabla^t \underline{\xi}(\underline{x}, t) \right) \quad \text{dans } \Omega \quad (5.2.3)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{x}, t) = \underline{\underline{\varepsilon}}^e(\underline{x}, t) + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}(\underline{x}, t) \quad \text{dans } \Omega \quad (5.2.4)$$

$$\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}, t) \cdot \underline{n} = \underline{T}^d(\underline{x}, t) \quad \text{sur } \partial\Omega_t \quad (5.2.5)$$

$$\underline{\xi}(\underline{x}, t) = \underline{U}_0(\underline{x}, t) \quad \text{sur } \partial\Omega_u \quad (5.2.6)$$

$$\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}, t_i) = \underline{0} \quad \text{dans } \Omega \quad (5.2.7)$$

$$\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}, t) = \mathcal{F} \left( \underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{x}, t), \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}(\underline{x}, t), \dot{x}(\underline{x}, t) \right) \quad \text{dans } \Omega \quad (5.2.8)$$

où  $t_i$  est l'instant initial.

Le problème répondant au système d'équations ci-dessus est supposé bien posé au sens de Hadamard : la solution existe, elle est unique et elle dépend continûment des données. La solution se compose d'un champ de contraintes  $\underline{\underline{\sigma}}(\underline{x}, t)$  statiquement admissible et d'un champ

de déformations  $\underline{\underline{\varepsilon}}(\underline{x}, t)$  cinématiquement admissible qui vérifient les équations d'équilibre de la mécanique des milieux continus. La loi de comportement  $\mathcal{F}$  doit aussi être vérifiée par tous les champs.

### 5.2.1.ii Principe et méthodologie

Dans le cas du problème étudié, le principe des travaux virtuels s'écrit :

$$W_{ext} + W_{int} = 0 \quad (5.2.9)$$

En se restreignant aux champs de déplacements cinématiquement admissibles pour les champs de déplacements virtuels  $\underline{\underline{\xi}}$ , on aboutit à :

$$\int_{\Omega} \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\xi}} d\Omega = \int_{\Omega} \underline{f}_v \cdot \underline{\underline{\xi}} d\Omega + \int_{\partial\Omega} \underline{\underline{\xi}} \cdot \underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{n} dS \quad (5.2.10)$$

où

$$\underline{\underline{\xi}}(\underline{x}, t) = \frac{1}{2} \left( \underline{\nabla} \underline{\underline{\xi}}(\underline{x}, t) + \underline{\nabla}^t \underline{\underline{\xi}}(\underline{x}, t) \right) \quad (5.2.11)$$

Cette formulation variationnelle constitue la formulation faible des équations d'équilibre du problème élasto-viscoplastique considéré. L'obtention des solutions passe par l'utilisation de relations locales, de la loi de comportement et des relations de compatibilité<sup>5</sup> pour obtenir une formulation faible du problème non linéaire en fonction des champs de déplacements (ou de déformation) virtuels  $\underline{\underline{\xi}}$  seulement. Pour ce faire, deux points doivent être pris en compte [Bonnet, 2005] :

- Les équations du modèle mécanique définissent un problème d'évolution aussi bien spatiale que temporelle. La solution sera donc fonction du temps et des variables d'espace. Il a donc été nécessaire de réaliser une double discrétisation du domaine solution à la fois temporelle et spatiale.
- Les relations entre contraintes et déformations dépendent de l'histoire de la structure en un point donné.

### Discrétisation temporelle

Soit  $T$ , la durée de l'intervalle de temps  $[t_i; t_f]$  de sollicitation de la structure considérée dans notre étude. La discrétisation temporelle consiste à découper la durée  $T$  en  $N$  instants discrets notés  $t_n$  avec  $n \in [0; N]$ . Les instants initiaux et finaux vérifient respectivement :  $t_i = t_0 = 0$  et  $t_f = t_N = T$ . Un pas de temps  $\Delta t$  est défini par  $\Delta t = t_{n+1} - t_n$ . À l'instant  $t_n$  la valeur d'un champ mécanique  $g(\underline{x}, t_n)$  est notée  $g_n(\underline{x})$ .

L'algorithme de résolution doit alors évaluer l'intégralité des champs mécaniques solutions à chaque instant  $t_n$ . Ceci est rendu possible grâce à l'utilisation d'une méthode incrémentale dans laquelle les champs mécaniques décrivant l'état de la structure sont évalués successivement. Aussi, si l'état mécanique de la structure  $\left[ \underline{\underline{\xi}}_n, \underline{\underline{\sigma}}_n, \underline{\underline{\varepsilon}}_n, \underline{\underline{\varepsilon}}_n^{vp}, x_n \right]$  est connu, la méthode numérique doit permettre de déterminer les valeurs de ces paramètres à l'instant  $t_{n+1} = t_n + \Delta t$  en fonction

---

5. reliant le tenseur de déformation au vecteur déplacement



du chargement à  $t_{n+1}$  et de l'état mécanique à  $t_n$ . L'incrément d'un champ mécanique  $g(\underline{x}, \Delta t)$  est noté  $\Delta g(\underline{x})$ .

### Discrétisation spatiale

Pour la discrétisation spatiale, la méthode des éléments finis est utilisée. Le choix de fonction de forme adéquate permet l'approximation du domaine  $\Omega$ , des sollicitations mécaniques et des champs statique et cinématique. Le but est de trouver l'approximation la plus proche possible de la solution analytique réelle qui ne peut être explicitée directement car trop complexe.

Pour formuler le problème approché, on repart de la formulation faible de l'équilibre 5.2.10. À l'instant  $t_{n+1}$ , on a alors :

$$\int_{\Omega} \underline{\underline{\sigma}}_{n+1} : \underline{\underline{\tilde{\varepsilon}}} \, d\Omega = \int_{\Omega} \underline{\underline{f}}_{v_{n+1}} \cdot \underline{\underline{\tilde{\xi}}} \, d\Omega + \int_{\partial\Omega} \underline{\underline{\tilde{\xi}}} \cdot \underline{\underline{\sigma}}_{n+1} \cdot \underline{\underline{n}} \, dS \quad (5.2.12)$$

Dans notre problème, l'inconnue principale est le champ de déplacement. On va chercher à exprimer au temps  $t_{n+1}$  le champ de contrainte  $\underline{\underline{\sigma}}_{n+1}$  en fonction du déplacement  $\underline{\underline{\xi}}_{n+1}$  et de l'état mécanique à l'instant précédent  $[\underline{\underline{\xi}}_n, \underline{\underline{\sigma}}_n, \underline{\underline{\varepsilon}}_n, \underline{\underline{\varepsilon}}_n^{vp}, x_n]$ . On cherchera donc à modifier la relation 5.2.12 en une équation dont la seule inconnue sera  $\underline{\underline{\xi}}_{n+1}$ .

### Intégration locale du comportement

Pour l'intégration locale du comportement élasto-viscoplastique, la déformation  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  est souvent préférée au déplacement  $\underline{\underline{\xi}}$  en tant que grandeur cinématique. La déformation est de toute façon reliée au déplacement via la relation de compatibilité 5.2.11. Ainsi dans notre cas, si l'état mécanique à l'instant  $t_n$  est connu et qu'un incrément de déformation  $\Delta \underline{\underline{\varepsilon}}$  est imposé à la structure de telle sorte que la déformation à l'instant  $t_{n+1}$  soit  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{n+1} = \underline{\underline{\varepsilon}}_n + \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}$ , on cherche à déterminer  $\underline{\underline{\sigma}}_{n+1}$ ,  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{n+1}^{vp}$ , et  $x_{n+1}$ .

Pour illustrer l'idée de la démarche nous prenons comme exemple l'équation d'évolution de la déformation viscoplastique :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp} = \dot{p} \frac{3}{2} \frac{\underline{\underline{s}}}{\sigma_{\text{éq}}^{VM}}$$

Cette équation différentielle est du premier ordre. L'approximation de sa dérivée temporelle est souvent réalisée en utilisant les différences finies :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{n+1}^{vp} = \underline{\underline{\varepsilon}}_n^{vp} + \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp} \Delta t \quad (5.2.13)$$

Selon le type de schéma d'intégration explicite ou implicite, le point d'estimation de la dérivée n'est pas le même. Pour un schéma d'intégration explicite, la dérivée est estimée en début de pas de temps, à  $t_n$ . La déformation est calculée directement à l'instant  $t_{n+1}$  à partir de la déformation et de sa dérivée à l'instant  $t_n$ . Pour un schéma implicite, la dérivée est estimée en cours de pas de temps ( $\theta$ -méthode) ou en fin de pas de temps (méthode Euler implicite). Il s'agit d'un schéma rétrograde en temps. Selon le schéma employé, la loi de comportement est donc écrite, soit à l'instant initial du pas de temps ( $t_n$ ), soit à l'instant final ( $t_{n+1}$ ), ou encore

en cours de pas de temps ( $t_n + \theta\Delta t$  avec  $\theta \in [0; 1]$ ). Ceci nous permet de rattacher le problème à l'état mécanique au temps  $t_n$  qui est a priori connu. Aussi, si l'on écrit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{n+1} = \underline{\underline{\varepsilon}}_n + \Delta\underline{\underline{\varepsilon}} \quad (5.2.14)$$

pour la déformation totale, alors pour les autres grandeurs mécaniques on a :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{n+1} = \underline{\underline{\sigma}}_n + \Delta\underline{\underline{\sigma}} \quad (5.2.15)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_{n+1}^{vp} = \underline{\underline{\varepsilon}}_n^{vp} + \Delta\underline{\underline{\varepsilon}}_{n+1}^{vp} \quad (5.2.16)$$

$$x_{n+1} = x_n + \Delta x \quad (5.2.17)$$

Les schémas d'intégration sont décrits dans les sections suivantes : 5.2.1.iii pour le schéma explicite qui utilise une méthode Runge-Kutta d'ordre 2 et 5.2.1.iv pour le schéma d'intégration implicite qui utilise une  $\theta$ -méthode. Ils nous permettent de calculer les incréments  $\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ ,  $\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}$  (ou de façon équivalente  $\Delta p$ ) et  $\Delta x$ .

Une fois les variables correspondantes actualisées, l'incrément de contrainte  $\Delta\underline{\underline{\sigma}}$  peut être calculé à partir de l'incrément de déformation élastique  $\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ . Il est ensuite possible de déterminer la matrice tangente locale  $L_c = \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}}$  à partir des résultats issus de l'intégration locale des équations de comportement.

Il convient maintenant de détailler les deux schémas d'intégration choisis et les calculs qu'ils impliquent.

### 5.2.1.iii Schéma d'intégration explicite des équations

Le schéma explicite choisi est une méthode de Runge-Kutta d'ordre 2, notée RK2. Considérons une variable  $v_i$  à l'instant courant  $t$  dont on veut calculer la valeur à l'instant suivant  $t + \Delta t$ . Plutôt que de calculer cette valeur directement à partir de la valeur à l'état  $t$  (schéma Euler explicite), la méthode RK2 propose de passer par un point intermédiaire  $\left\{ t + \frac{\Delta t}{2}, v_i(t) + \frac{\Delta t}{2} \dot{v}_i(t, v_i(t)) \right\}$  en milieu d'incrément  $\Delta t$ . Ainsi la valeur de la variable d'intégration  $v_i$  en fin de pas de temps est donnée par :

$$v_i(t + \Delta t) = v_i(t) + \Delta t \dot{v}_i \left( t + \frac{\Delta t}{2}, v_i(t) + \frac{\Delta t}{2} \dot{v}_i(t, v_i(t)) \right) \quad (5.2.18)$$

Cette méthode requiert deux déterminations du vecteur global des taux d'évolutions des variables d'intégrations  $\{\dot{v}\}$ , la première au point courant  $t$  et la seconde en milieu d'incrément ( $t + \Delta t/2$ ).

Dans le cadre de la méthode RK2 (ou d'une autre méthode de type Runge-Kutta), il n'est pas possible de déterminer de façon directe la matrice tangente du comportement. Une première alternative possible est de déterminer cette matrice en perturbant l'incrément imposé  $\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}$  : on parle de matrice par perturbations ([Besson et al., 2009] p. 53). Une seconde alternative, que nous avons choisi d'adopter dans ce travail, consiste à utiliser la matrice élasticité, soit :

$$[L_c] = \mathbb{C}^e \quad (5.2.19)$$

Cette matrice a donné des résultats pertinents avec des pas de temps convenables.

### 5.2.1.iv Schéma d'intégration implicite des équations

Le schéma d'intégration implicite introduit ci-après propose une méthode qui permet de passer de l'état mécanique à l'instant courant  $t$  défini par un ensemble de variables d'intégration  $v_i(t)$  à l'instant suivant  $t + \Delta t$  grâce aux équations d'évolution.

Le schéma choisi est une  $\theta$ -méthode avec point milieu généralisé. Le taux de variation des variables d'intégration  $v_i$  est évalué à l'instant  $t + \theta\Delta t$  selon la relation suivante :

$$\dot{v}_i(t + \theta\Delta t) = \frac{v_i(t + \Delta t) - v_i(t)}{\Delta t} = \frac{\Delta v_i}{\Delta t} \quad (5.2.20)$$

On estime les quantités  $\dot{v}_i$  à partir des lois d'évolution de la loi de comportement du matériau où les grandeurs physiques sont exprimées en  $t + \theta\Delta t$ . Dans le cas où  $\theta = 0$ , on retrouve le schéma Euler explicite. Si  $\theta = 1$  on retrouve le schéma d'Euler implicite. Dans notre cas, le choix de  $\theta = 1$  est satisfaisant. Cette valeur sera figée dans ZÉBULON<sup>®</sup>.

### Schéma implicite et méthode de Newton locale

La méthode implémentée dont les équations sont détaillées ci-après permet de calculer l'incrément de contrainte  $\underline{\sigma}$  conséquent à un incrément de déformation totale  $\underline{\varepsilon}$  imposé sur la durée de l'incrément de temps  $\Delta t$ .  $\underline{\varepsilon}$  est la variable de contrôle. L'ensemble des variables d'état peuvent être potentiellement choisies en tant que variables d'intégration. Néanmoins, il est en général plus aisé de travailler avec la composante élastique de la déformation  $\underline{\varepsilon}^e$  et le multiplicateur viscoplastique  $p$  au lieu de la déformation inélastique  $\underline{\varepsilon}^{vp}$ . Dans ce travail nous avons choisi de travailler avec  $\{\underline{\varepsilon}^e, p, x\}$ .

Dans la suite, une grandeur  $y_i$  est toujours sous-entendue, si rien d'autre n'est dit, comme étant exprimé à l'instant  $t + \theta\Delta t$ . On note  $\Delta y_i$  l'incrément de la grandeur  $y_i$  entre le début du pas de temps  $t$  et la fin  $t + \Delta t$ . L'approximation au premier ordre nous permet d'écrire  $y_i \equiv y_i(t + \theta\Delta t) = y_i(t) + \theta\Delta y_i$ , où  $y_i(t)$  est supposé connu.

### Vecteur résidu

La méthode de Newton permet de résoudre numériquement le problème posé grâce à l'annulation d'un résidu défini pour chacune des variables d'intégration  $v_i$  par la relation :

$$R_i = \Delta v_i - \Delta t \dot{v}_i(t + \theta\Delta t) \quad (5.2.21)$$

L'idée de la méthode est de rendre ce résidu le plus petit possible (inférieur à une valeur  $\epsilon$  choisie) pour chacune des variables d'intégration entre  $t$  et  $t + \Delta t$ . Les incréments des variables d'intégration sont donc les inconnues du problème sur chaque pas de temps. L'équation (5.2.21) est bien implicite car les inconnues  $\Delta v_i$  interviennent aussi dans les équations d'évolution qui sont non linéaires.

Dans le cadre de cette étude, on a choisi les trois variables d'intégration  $\{\underline{\varepsilon}^e, p, x\}$ . On

définit donc trois résidus, un pour chacune de ces variables :

$$\underline{R}_{el} = \Delta \underline{\varepsilon}^e - \left( \Delta \underline{\varepsilon} - \Delta \underline{\varepsilon}^{vp} \right) = \Delta \underline{\varepsilon}^e - \left( \Delta \underline{\varepsilon} - \Delta p \underline{n}_{vp} \right) \quad (5.2.22)$$

$$R_p = \Delta p - \dot{p} \Delta t \quad (5.2.23)$$

$$R_x = \Delta x - \dot{x} \Delta t \quad (5.2.24)$$

On définit ainsi un vecteur résidu global  $\{\mathcal{R}\}$  dont les composantes sont les résidus définis par les équations (5.2.22), (5.2.23) et (5.2.24) où  $\underline{R}_{el}$  est le résidu élastique,  $R_p$  le résidu viscoplastique et  $R_x$  le résidu du volume libre.

### Matrice jacobienne locale

Le calcul de la matrice jacobienne est une donnée essentielle et nécessaire à la convergence de la méthode de Newton locale. Au cours d'un pas de temps  $\Delta t$ , la méthode de Newton va faire un certain nombre d'itérations visant à annuler le vecteur résidu global au premier ordre. On note  $k$  ( $k \in \mathbb{R}$ ), le numéro des itérations et  $\{v\}$ , le vecteur global des variables d'intégration. A chaque itération dans le pas de temps  $\Delta t$ , l'incrément à l'itération  $k$ , noté  $\{\Delta v\}^k$ , est corrigé de la quantité  $\{\delta \Delta v\}$ . Si on fait un développement de Taylor au premier ordre en cette valeur de correction, on obtient :

$$\{\mathcal{R}\} \left( \{\Delta v\}^k + \{\delta \Delta v\} \right) = \{\mathcal{R}\} \left( \{\Delta v\}^k \right) + [J] \cdot \{\delta \Delta v\} \quad (5.2.25)$$

Le but de la méthode est donc de rechercher la valeur de la correction qui permet d'annuler au premier ordre le résidu global à l'itération  $k+1$ , d'où la relation :

$$\{\delta \Delta v\} = -[J]^{-1} \cdot \{\mathcal{R}\}^k \quad (5.2.26)$$

où  $\{\mathcal{R}\}^k = \{\mathcal{R}\} \left( \{\Delta v\}^k \right)$ . La matrice  $[J]$  est la matrice jacobienne. Elle est définie par composantes selon :

$$[J]_{ij} = \frac{\partial R_i}{\partial \Delta v_j} \quad (5.2.27)$$

Dans notre cas, elle est donc de taille  $8 \times 8$ . C'est une matrice par bloc qui a la forme suivante :

$$[J] = \begin{bmatrix} \frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta \underline{\varepsilon}^e} & \frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta p} & \frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta x} \\ \frac{\partial R_p}{\partial \Delta \underline{\varepsilon}^e} & \frac{\partial R_p}{\partial \Delta p} & \frac{\partial R_p}{\partial \Delta x} \\ \frac{\partial R_x}{\partial \Delta \underline{\varepsilon}^e} & \frac{\partial R_x}{\partial \Delta p} & \frac{\partial R_x}{\partial \Delta x} \end{bmatrix} \quad (5.2.28)$$

Ci-après sont données les expressions analytiques de chacun des termes par bloc de la matrice jacobienne. Les calculs quant à eux sont détaillés en annexe E. Nous introduisons  $\mathbb{I}_s$  l'opérateur déviateur d'ordre 4 qui vérifie  $\mathbb{I}_s : \underline{\sigma} = \underline{s}$  et  $\sigma_a = \frac{2\sqrt{3}k_B T_0}{V_a}$  qui a la dimension d'une contrainte.

Pour le résidu élastique

$$\underline{R}_{el} = \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e - (\Delta \underline{\underline{\varepsilon}} - \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) = \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e - (\Delta \underline{\underline{\varepsilon}} - \Delta p \underline{n}_{vp})$$

on a :

$$\frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \mathbb{I} + \frac{\theta \Delta p}{f(\underline{\underline{\sigma}})} \left( \frac{3}{2} \mathbb{I}_s - \underline{n}_{vp} \otimes \underline{n}_{vp} \right) : \mathbb{C}^e \quad (5.2.29)$$

$$\frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta p} = \underline{n}_{vp} \quad (5.2.30)$$

$$\frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta x} = \underline{0} \quad (5.2.31)$$

où les grandeurs  $f(\underline{\underline{\sigma}})$ ,  $\underline{n}_{vp}$  et  $\mathbb{I}_s$  sont exprimées en  $t + \theta \Delta t$ .

Dans le cas où l'écoulement viscoplastique est activé, ce qui est toujours le cas dans notre étude puisque la fonction de charge  $f$  est toujours positive, on définit  $R_p = \Delta p - \dot{p} \Delta t$  le résidu viscoplastique. On a alors :

$$\frac{\partial R_p}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = -\theta \Delta t \frac{\dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f(\underline{\underline{\sigma}})}{\sigma_a} \right) \underline{n}_{vp} : \mathbb{C}^e \quad (5.2.32)$$

$$\frac{\partial R_p}{\partial \Delta p} = 1 \quad (5.2.33)$$

$$\frac{\partial R_p}{\partial \Delta x} = -\frac{\theta}{x^2} \dot{p} \Delta t \quad (5.2.34)$$

où les grandeurs  $f(\underline{\underline{\sigma}})$ ,  $x$ ,  $\underline{n}_{vp}$  et  $\dot{p}$  sont exprimées en  $t + \theta \Delta t$ .

On rappelle que  $R_x = \Delta x - \dot{x} \Delta t$  avec  $\dot{x} = a_x \dot{p} - k_r x^2 (e^{-1/x} - c_{f_{\dot{\varepsilon}q}})$  et  $\dot{p} = \dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x} \sinh \left( \frac{f(\underline{\underline{\sigma}})}{\sigma_a} \right)$ , tous deux définis en  $t + \theta \Delta t$ . On a donc :

$$\frac{\partial R_x}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = -\theta \Delta t a_x \frac{\dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f(\underline{\underline{\sigma}})}{\sigma_a} \right) \underline{n}_{vp} : \mathbb{C}^e = a_x \frac{\partial R_p}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} \quad (5.2.35)$$

$$\frac{\partial R_x}{\partial \Delta p} = 0 \quad (5.2.36)$$

$$\frac{\partial R_x}{\partial \Delta x} = 1 - \theta \Delta t \left[ \frac{a_x}{x^2} \dot{p} - k_r \left( 2x \left( e^{-1/x} - c_{f_{\dot{\varepsilon}q}} \right) + e^{-1/x} \right) \right] \quad (5.2.37)$$

où les grandeurs  $f(\underline{\underline{\sigma}})$ ,  $x$ ,  $\underline{n}_{vp}$  et  $\dot{p}$  sont exprimées en  $t + \theta \Delta t$ .

### Convergence

Dans le schéma d'intégration local, l'algorithme de Newton a convergé à l'itération  $k$  quand la norme du résidu  $\{R\}^k$  devient inférieure à une tolérance  $\epsilon$  fixée à  $1 \cdot 10^{-9}$ .

## Résultats issus de la méthode de Newton

Après annulation du résidu global, les incréments des variables d'intégration sont déterminés et les variables d'intégration sont mises à jour au temps  $t + \Delta t$ . Il est alors possible de calculer l'incrément de contrainte et l'opérateur tangent cohérent.

### Incrément de contrainte

Une fois que la méthode de Newton a convergé, l'incrément de déformation élastique calculé permet de déterminer l'incrément de contrainte  $\Delta \underline{\underline{\sigma}}$  qui vérifie :

$$\Delta \underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\dot{\sigma}}}(t + \theta \Delta t) \Delta t \quad (5.2.38)$$

Cette relation peut être développée comme suit :

$$\Delta \underline{\underline{\sigma}} = \left( \mathbb{C}^e : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^e \right) \Delta t = \left( \mathbb{C}^e : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^e \right) \Delta t = \mathbb{C}^e : \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad (5.2.39)$$

où les quantités sont exprimées par défaut en  $t + \theta \Delta t$ .  $\mathbb{C}^e$  est la matrice élasticité exprimée à partir des coefficients d'élasticité  $E$  et  $\nu$  qui sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson. Elle est constante pour tout pas de temps dans cette modélisation.

### Calcul de la matrice tangente cohérente avec la $\theta$ -méthode

Il est utile de déterminer la matrice tangente cohérente avec le schéma d'intégration. La donnée d'une telle matrice n'est pas au sens strict nécessaire à la convergence de la méthode de Newton globale sur la structure. En revanche, elle peut s'avérer indispensable dans le cas de problèmes non linéaires pour éviter de mener des calculs avec des incréments de temps trop faibles. Elle est définie au temps  $t + \Delta t$  par :

$$[L_c] = \frac{\Delta \underline{\underline{\sigma}}}{\Delta \underline{\underline{\varepsilon}}} \quad (5.2.40)$$

Dans le cas général, cette matrice, obtenue à partir d'une forme incrémentale du système différentiel, diffère de la matrice tangente analytique que l'on détermine à partir de la dérivation des équations d'évolution.

Après convergence, la  $\theta$ -méthode permet le calcul de la matrice tangente cohérente comme montré ci-après. Dans l'hypothèse des petites perturbations avec la décomposition de la déformation choisie, i.e.  $\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}$ , plutôt que de résoudre  $\{\mathcal{R}\} = 0$  dans la méthode de Newton, on considère le problème équivalent  $\{\tilde{\mathcal{R}}\} = \{\mathcal{R}_0\}$  qui s'écrit :

$$\underbrace{\begin{Bmatrix} \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} \\ \Delta p - \Delta t \dot{p} \\ \Delta x - \Delta t \dot{x} \end{Bmatrix}}_{\{\tilde{\mathcal{R}}\}} = \underbrace{\begin{Bmatrix} \Delta \underline{\underline{\varepsilon}} \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix}}_{\{\mathcal{R}_0\}} \quad (5.2.41)$$

$\{\mathcal{R}_0\}$  est imposé. Le résidu  $\{\tilde{\mathcal{R}}\}$ , quant à lui, a la même matrice jacobienne que  $\{\mathcal{R}\}$  puisque  $\underline{\underline{\varepsilon}}$ , l'incrément de déformation, est une variable de commande et ne fait donc pas partie des variables d'intégration. On suppose que l'on fait varier  $\{\mathcal{R}_0\}$  de façon infinitésimale, i.e.

$$\{\delta\mathcal{R}_0\} = \begin{Bmatrix} \delta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}} \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix} \quad (5.2.42)$$

Dans ce cas, on obtient pour l'équation (5.2.25) l'expression :

$$\underbrace{\{\tilde{\mathcal{R}}\} \left( \{\Delta v\}^k + \{\delta\Delta v\} \right)}_{\begin{Bmatrix} \Delta\underline{\underline{\varepsilon}} + \delta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}} \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix}} = \underbrace{\{\tilde{\mathcal{R}}\} \left( \{\Delta v\}^k \right)}_{\begin{Bmatrix} \Delta\underline{\underline{\varepsilon}} \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix}} + [J] \cdot \{\delta\Delta v\} \quad (5.2.43)$$

C'est-à-dire que l'on a :

$$\{\delta\tilde{\mathcal{R}}\} = [J] \cdot \{\delta\Delta v\} = \{\delta\mathcal{R}_0\} \quad (5.2.44)$$

L'inversion de la relation (5.2.44) permet alors d'écrire que :

$$\{\delta\Delta v\} = \begin{Bmatrix} \delta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^e \\ \delta\Delta p \\ \delta\Delta x \end{Bmatrix} = [J]^{-1} \cdot \{\delta\mathcal{R}_0\} = \begin{Bmatrix} \delta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}} \\ 0 \\ 0 \end{Bmatrix} \quad (5.2.45)$$

On isole la matrice bloc en haut à gauche de l'inverse de la jacobienne  $[J]^{-1}$  dont les indices correspondent à la déformation élastique et que l'on note  $[J_{\acute{e}l-\acute{e}l}^*]$  :

$$[J]^{-1} = [J^*] = \begin{bmatrix} [J_{\acute{e}l-\acute{e}l}^*] & [J_{\acute{e}l-p}^*] & [J_{\acute{e}l-x}^*] \\ [J_{p-\acute{e}l}^*] & [J_{p-p}^*] & [J_{p-x}^*] \\ [J_{x-\acute{e}l}^*] & [J_{x-p}^*] & [J_{x-x}^*] \end{bmatrix} \quad (5.2.46)$$

Il en résulte que :

$$\delta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^e = [J_{\acute{e}l-\acute{e}l}^*] : \delta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}} \quad (5.2.47)$$

La matrice  $[J_{\acute{e}l-\acute{e}l}^*]$  que l'on renomme  $\mathbb{J}_{\acute{e}l-\acute{e}l}^*$  est une matrice de taille  $6 \times 6$  représentant un tenseur d'ordre 4.

L'équation (5.2.39) impliquant que :

$$\delta\Delta\underline{\underline{\sigma}} = \mathbb{C}^e : \delta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^e \quad (5.2.48)$$

on a donc :

$$\delta\Delta\underline{\underline{\sigma}} = \mathbb{C}^e : \mathbb{J}_{\acute{e}l-\acute{e}l}^* \delta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}} \quad (5.2.49)$$

Par conséquent, la matrice tangente liée à la loi de comportement a pour expression :

$$[L_c] = \mathbb{C}^e : \mathbb{J}_{\dot{\epsilon}_{el}-\dot{\epsilon}l}^* \quad (5.2.50)$$

$[L_c]$  est une matrice de taille  $6 \times 6$  donc la représentation d'un tenseur d'ordre 4.

### Bilan de l'intégration implicite locale des équations de comportement

Le principe du schéma d'intégration implicite local, qui a été détaillé ci-avant, est résumé sur le graphe de la figure 5.1

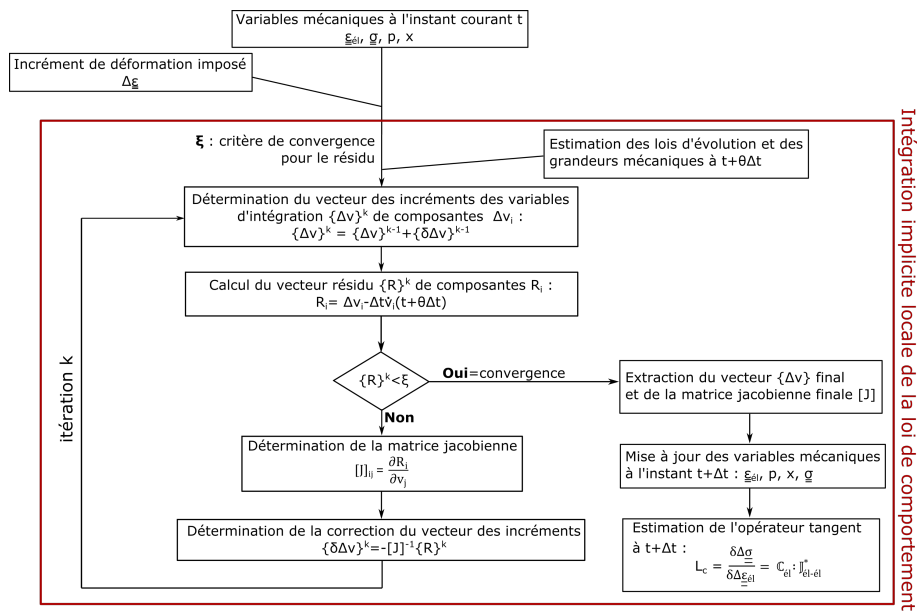


FIG. 5.1 Schéma d'intégration implicite locale de la loi de comportement

#### 5.2.1.v Synthèse sur la résolution du problème mécanique

On considère le problème mécanique défini en section 5.2.1.i. Aussi, étant donné un solide de volume  $\Omega$  et l'historique des conditions limites en termes de chargement et/ou de déplacement appliquées, on cherche à calculer comme expliqué en section 5.2.1.ii les déplacements, les déformations et les contraintes qui satisfont les équations de la statique ainsi que la loi de comportement définie par les relations (5.2.2) à (5.2.8), données en début de sous-section.

On cherche à résoudre ce problème mécanique aux conditions aux limites par la méthode des éléments finis. À chaque pas de temps, l'incrément de contrainte  $\Delta\sigma$  correspondant à un incrément de déformation  $\Delta\epsilon$  est déterminé (par intégration locale des équations de la loi de comportement) et la matrice tangente cohérente locale  $[L_c]$  est calculée. Les résultats de l'intégration locale permettent de résoudre le problème global qui consiste à calculer de façon itérative, pour chaque pas de temps  $\Delta t$ , l'incrément du vecteur de déplacement discret  $\Delta\{u\}$  qui permet de satisfaire l'équation d'équilibre de la statique (5.2.2) ainsi que les conditions aux limites.

Le principe de la discrétisation par éléments finis peut être déduit de la formulation faible des équations obtenue à partir du principe des travaux (ou des puissances) virtuel(le)s. En appliquant la méthode classique des éléments finis, l'équation matricielle à résoudre à échelle



globale sur la structure est donc ([Besson et al., 2009] p65) :

$$\{F_i(\{u\})\} = \{F_e\} \quad (5.2.51)$$

Le système (5.2.51) est non linéaire et peut être résolu avec la méthode de Newton. Il est possible de calculer une matrice jacobienne :

$$[K] = \frac{\partial\{F_i(\{u\})\}}{\partial\{u\}} \equiv \mathcal{A}[K]^e \quad (5.2.52)$$

où  $[K]^e$  est la matrice de raideur élémentaire et  $[K]$  est la matrice de raideur globale après assemblage. La matrice de raideur élémentaire  $[K]^e$  se calcule à partir de la matrice tangente cohérente locale comme suit :

$$[K]^e = \frac{\partial\{F_i^e(\{u^e\})\}}{\partial\{u^e\}} = \int_{V_e} [B]^T \cdot \frac{\partial\{\underline{\underline{\sigma}}\}}{\partial\{\underline{\underline{\varepsilon}}\}} \cdot \frac{\partial\{\underline{\underline{\varepsilon}}\}}{\partial\{u^e\}} = \int_{V_e} [B]^T \cdot [L_c] \cdot [B] dV \quad (5.2.53)$$

où  $V_e$  est le volume élémentaire et  $[B]$ , la matrice qui relie les déformations aux déplacements. D'après ce qui précède, on constate que la matrice de raideur  $[K]$  est seulement utilisée pour la résolution itérative du système (5.2.51) permettant de calculer les incréments de déplacement  $\Delta\{u\}$  successifs.  $[K]$  sert à déterminer la correction  $\delta\Delta\{u\}$  apportée à l'incrément  $\Delta\{u\}^i$  de l'itération  $i$ . On a  $\delta\Delta\{u\} = -[K]^{-1} \cdot \{R\}^i$ .

Le principe de résolution globale est schématisé sur le graphe de la figure 5.2. Sur ce graphe, l'étape encadrée en rouge correspond à la phase d'intégration locale des équations de la loi de comportement qui se fait à l'aide d'un schéma explicite, de type Runge-Kutta, ou implicite de type  $\theta$ -méthode.

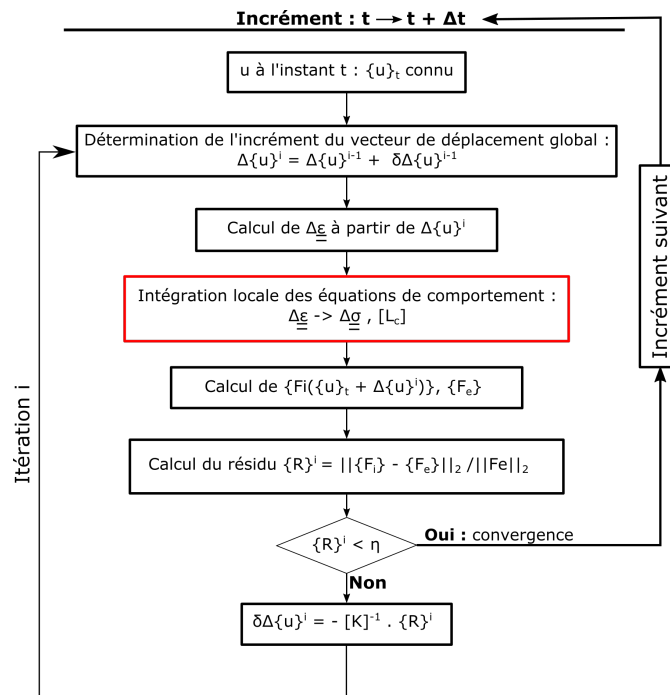


FIG. 5.2 Principe de résolution itérative permettant de calculer l'incrément  $\Delta\{u\}$  pour un pas de temps  $\Delta t$ .  $\eta$  représente le critère de convergence.

## 5.2.2 Estimation des paramètres de la loi de comportement

Afin de mener les calculs numériques permettant de vérifier la validité du modèle sans diffusion pour prédire la localisation dans les verres métalliques, une identification des paramètres de la loi a d'abord été réalisée.

La loi de comportement sans diffusion développée dans cette étude repose sur deux équations d'évolution :

- celle de la déformation visco-plastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}$  proposée par Spaepen ([Spaepen, 1977])
- celle de la quantité de volume libre réduit  $x$  proposée par de Hey et al. ([de Hey et al., 1998]) sur l'étude et la modélisation de l'évolution du volume libre avec la déformation.

Ces deux équations sont généralement utilisées pour modéliser le comportement homogène d'échantillons de verres métalliques testés en température. La procédure d'identification a donc été réalisée sur ce type d'essais. Plus particulièrement, le calcul des paramètres s'est appuyé sur des courbes expérimentales d'essais de compression uniaxiaux (compression et traction) issues de la littérature ([Blétry et al., 2007, de Hey et al., 1998]). S'agissant d'essais uniaxiaux (essais 1D) le calcul numérique est fait sur un unique point de Gauss. Dans ce cas, le comportement du matériau est décrit par les équations :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E} + \dot{\varepsilon}_{0c} \exp\left(-\frac{1}{x}\right) \sinh\left(\frac{\sigma V_a}{2\sqrt{3}k_B T_0}\right) \quad (5.2.54)$$

$$\dot{x} = a_x \dot{\varepsilon}^{vp} - k_r x^2 \left(\exp\left(-\frac{1}{x}\right) - c_{f_{\dot{\varepsilon}q}}\right) \quad (5.2.55)$$

où  $\dot{\varepsilon}$  est la vitesse de déformation totale et correspond à la variable de commande,  $x$  est la quantité de volume libre réduite instantanée.

### 5.2.2.i Paramètres du problème et influence sur le comportement du matériau

Les équations (5.2.54) et (5.2.55) font apparaître sept paramètres :

- $E$  : le module d'Young du matériau pris constant
- $\dot{\varepsilon}_{0c}$  : le facteur de fréquence qui introduit l'énergie de migration des défauts d'écoulement ( $c_f$ ) et le terme entropique de vibration
- $V_a$  : le volume d'activation, i.e. le volume impliqué dans chaque saut élémentaire de défauts d'écoulement
- $T_0$  : la température d'essai qui est fixée
- $a_x$  : le coefficient de création de défauts
- $k_r$  : le coefficient de relaxation
- $c_{f_{\dot{\varepsilon}q}}$  : le taux de défauts à l'équilibre pour une température donnée.

A ces paramètres, on peut ajouter la quantité de volume libre initiale  $x_0$ .

Les différents paramètres listés vont avoir une influence sur la réponse des verres métalliques et notamment sur l'apparition et l'importance des phénomènes d'overshoots que l'on peut

observer sur la courbe de comportement. Une discussion sur l'influence des divers paramètres sur le comportement des verres métalliques est présentée en annexe F. Comme on peut le voir sur la figure 5.3, la courbe contrainte-déformation présente un overshoot de contrainte si celle-ci passe par un maximum avant de diminuer (phase d'adoucissement) et d'atteindre un plateau (phase de régime stationnaire). La phase de montée de la contrainte est liée à la déformation élastique puis au relais progressif pris par la déformation viscoplastique. La phase d'adoucissement est due à une augmentation du taux de défauts d'écoulement. Dans le régime stationnaire, la quantité de défauts est constante. Les overshoots sont caractérisés par deux paramètres : leur étendue en déformation  $\Delta\varepsilon$  et leur amplitude en contrainte  $\Delta\sigma$  qui est égale à la différence entre la valeur de contrainte maximale  $\sigma_{max}$  et la valeur de contrainte plateau  $\sigma_{pl}$ . Ce sont ces deux paramètres que nous allons notamment étudier dans les résultats des simulations du modèle sans diffusion dans les sections suivantes. En effet, la localisation aura tendance, a priori, à se produire davantage dans un matériau caractérisé par une étendue en déformation faible et une amplitude en contrainte élevée.

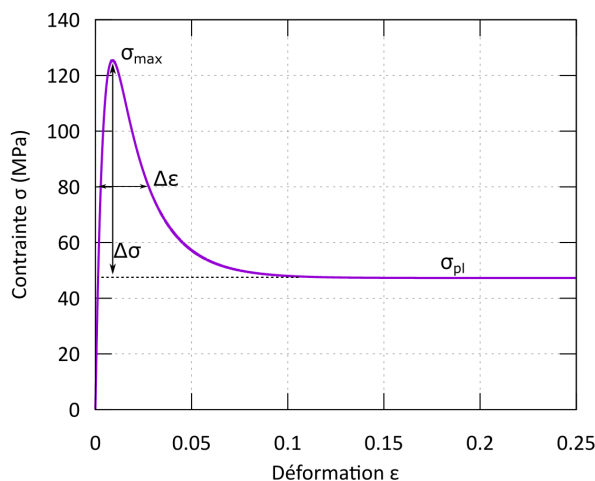


FIG. 5.3 Phénomènes d'overshoots se produisant au sein des verres métalliques et illustrations de leurs paramètres caractéristiques

### 5.2.2.ii Détermination des paramètres et comparaison

L'identification des paramètres du modèle s'est faite sur deux courbes d'essais uniaxiaux avec sauts de vitesses issues de la littérature. Ce choix a permis d'obtenir deux jeux de paramètres complets valables chacun pour une température et deux vitesses de déformation données. Le premier test a été réalisé par Blétry et al. [Blétry et al., 2007]. Il s'agit d'un essai de compression réalisé sur un échantillon base Zr à une température de 683 K et à des vitesses de déformation comprises entre  $5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$  et  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Le second test, tiré de l'étude de de Hey et al, est un essai de traction sur un échantillon base Pd testé à une température de 556 K et à des vitesses de déformation comprises entre  $8,3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$  et  $4,2 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$  ([de Hey et al., 1998]).

Les valeurs des paramètres déterminés ont été comparées à des valeurs de référence identifiées directement sur ces mêmes essais. Les paramètres de référence pour l'essai de compression sont directement tirés de la même étude ([Blétry et al., 2007]), ceux de l'essai de traction sont tirés de [Blétry et al., 2014], étude dans laquelle les auteurs ont modélisé le même essai. La méthode d'identification suivie par ces auteurs permet, par la résolution d'un système d'équations

(basées sur les équations du modèle) et l'utilisation d'éléments clés des courbes, de :

- déterminer, par l'étude du régime stationnaire, via deux couples  $(\sigma, \dot{\epsilon})$ , les valeurs du rapport  $a_x/k_r$  et de  $\dot{\epsilon}_{0c}$  à  $c_{f_{\dot{\epsilon}_q}}$  et  $V_a$  donnés ([Blétry et al., 2006]).
- déterminer et/ou ajuster par l'étude complète de l'overshoot, les valeurs de  $a_x$ ,  $k_r$  et  $V_a$  à  $c_{f_{\dot{\epsilon}_q}}$  donné ([Blétry et al., 2007]).

Dans la présente étude, la détermination des paramètres s'est faite différemment via l'utilisation du module de simulation et optimisation du software ZÉBU LON<sup>®</sup>. Une comparaison a été faite entre la courbe simulée et la courbe expérimentale et les paramètres ont été ajustés afin de caler la courbe simulée sur le résultat expérimental. Cette étape fait appel à une méthode d'optimisation qui utilise ici un algorithme de Levenberg-Marquardt. Celui-ci est très bien adapté aux problèmes d'ajustement de courbes non linéaires par les moindres carrés.

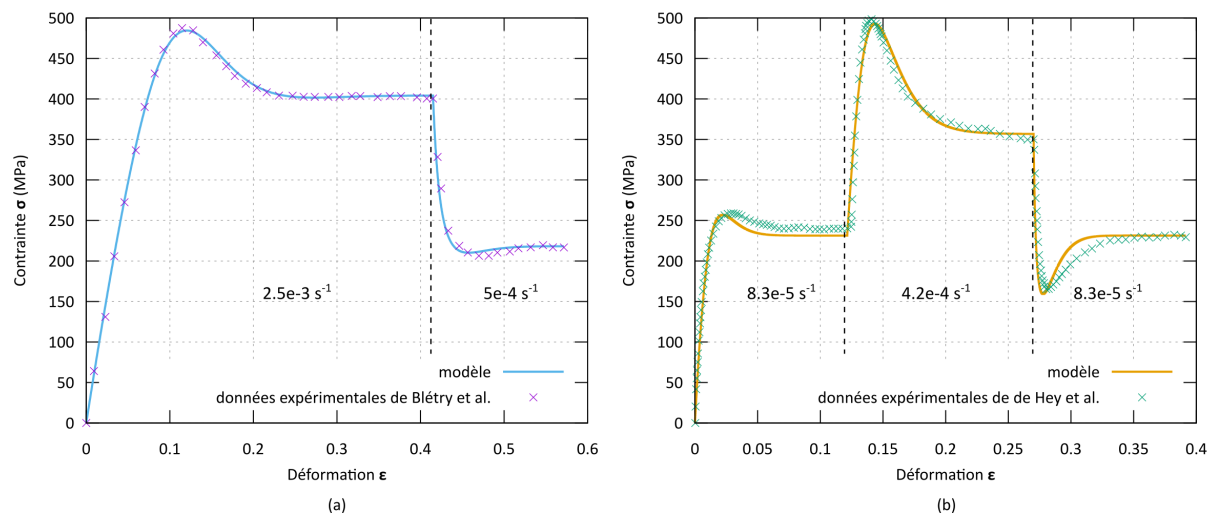


FIG. 5.4 Courbes de contrainte-déformation utilisées pour la procédure d'identification des paramètres du modèle (courbes en croix) et meilleurs fits obtenus (courbes en traits pleins) : (a) échantillon base Zr testé en compression à 683 K et des vitesses comprises entre  $5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$  et  $2,5 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ; (b) échantillon base Pd testé en traction à 556 K à des vitesses de déformation comprises entre  $8,3 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$  et  $4,2 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

L'ajustement des paramètres des équations (5.2.54) et (5.2.55) réalisé dans cette étude a permis d'obtenir une bonne représentation des résultats expérimentaux comme le montre les figures 5.4.a et 5.4.b respectivement pour l'essai de compression sur un verre base Zr et pour l'essai de traction sur un verre base Pd. Le modèle permet une bonne représentation des phénomènes d'overshoot et d'undershoot visibles sur les courbes de comportement. Les tableaux 5.1 et 5.2 comparent les paramètres déterminés dans cette étude et ceux tirés de la littérature respectivement pour l'essai de compression et l'essai de traction. Ces tableaux montrent que les paramètres déterminés par deux méthodes d'identification différentes sont en accord : ils sont très proches voire égaux.

Les valeurs du module d'Young déterminées sont des valeurs apparentes qui sont très largement inférieures aux valeurs de ce module mesurées en quasi-statique : 96 GPa pour l'alliage base Pd [de Hey et al., 1998], de l'ordre de 80 GPa pour l'alliage base Zr [Blétry, 2004]. Ces faibles valeurs sont dues au fait que le modèle élaboré ne prend pas en compte la composante

viscoélastique de la déformation qui est particulièrement importante lors d'essais en température. Pour la compenser, il est nécessaire d'abaisser la valeur apparente du module d'Young afin de décrire les courbes expérimentales de façon satisfaisante.

Les hautes valeurs du volume d'activation suggèrent la nécessité de réinterpréter l'approche initiale de la déformation selon le modèle initial de Spaepen, qui postule le saut d'un atome unique dans un trou de taille suffisante. D'après les valeurs trouvées pour le volume d'activation, il semble qu'il s'agisse d'un mouvement coopératif, ce qui a été observé par plusieurs auteurs [Blétry et al., 2004, Spaepen, 2006]. On peut en effet supposer que le mouvement d'un atome entraîne le déplacement de ses voisins augmentant ainsi le volume d'activation des phénomènes viscoplastiques.

	<i>param1</i>	[Blétry et al., 2007]
$V_a$ ( $\text{\AA}^3$ )	154	160
$a_x$	0,023	0,02
$k_r$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$2,8 \cdot 10^{10}$	$2,3 \cdot 10^{10}$
$\dot{\epsilon}_{0c}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$3,1 \cdot 10^8$	$2,8 \cdot 10^8$
$c_{f\dot{\epsilon}q}$	$1,03 \cdot 10^{-12}$	$1 \cdot 10^{-12}$
$E$ (GPa)	7	10

TAB. 5.1 Paramètres du modèle sans diffusion, *param1*, obtenus par identification sur l'essai de compression. Comparaison avec les paramètres déterminés dans [Blétry et al., 2007]. La valeur que nous avons trouvé pour  $x_0$  est 0,036.

	<i>param2</i>	[Blétry et al., 2014]
$V_a$ ( $\text{\AA}^3$ )	126	130
$a_x$	0,034	0,034
$k_r$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$6 \cdot 10^{11}$	$6 \cdot 10^{11}$
$\dot{\epsilon}_{0c}$ ( $\text{s}^{-1}$ )	$5,51 \cdot 10^9$	$5,47 \cdot 10^9$
$c_{f\dot{\epsilon}q}$	$6,62 \cdot 10^{-15}$	$5,49 \cdot 10^{-15}$
$E$ (GPa)	30	40

TAB. 5.2 Paramètres du modèle sans diffusion, *param2*, obtenus par identification sur l'essai de traction. Comparaison avec les paramètres déterminés dans [Blétry et al., 2014]. La valeur que nous avons trouvé pour  $x_0$  est 0,031.

### 5.2.2.iii Choix du jeu de paramètre final

Une fois les deux jeux de paramètres *param1* et *param2* déterminés, l'un des deux a été choisi pour la suite des simulations. Pour ce faire, le même calcul a été réalisé avec le modèle écrit en un point de Gauss et les deux jeux de paramètres : un essai de compression uniaxial piloté à une vitesse de déformation de  $1 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Les courbes d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation obtenues pour les deux jeux de paramètres sont tracées sur la figure 5.5. Les paramètres choisis sont ceux qui permettent d'obtenir l'overshoot le plus haut pour le même essai simulé. En effet, on s'attend à ce que ces paramètres fassent mieux localiser le modèle. C'est donc le jeu de paramètres *param2* qui a été retenu.

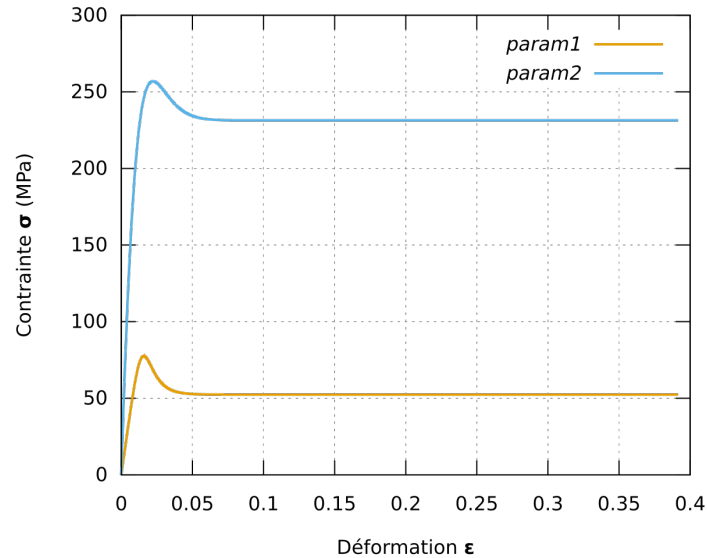


FIG. 5.5 Courbes de comportement obtenues pour les deux jeux de paramètres avec le modèle sans diffusion écrit en un point de Gauss. L'essai simulé est un essai de compression réalisé à une vitesse de déformation de  $1 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

### 5.2.3 La localisation de la déformation sans diffusion

Comme dit en introduction de ce chapitre, la présente étude vise à étudier la localisation dans les verres par une approche numérique. L'idée est de développer une méthode par éléments finis permettant d'étudier la structure des bandes de cisaillement qui se développent sous des états de contraintes multiaxiales à l'aide d'un modèle dérivé de la théorie des volumes libres. Dans cette section, la localisation est étudiée sans prendre en compte une possible diffusion du volume libre. Ceci permet de montrer dans un premier temps que le modèle est capable de reproduire la localisation dans les verres. En revanche, sans prise en compte des effets diffusifs, la largeur des bandes ne peut a priori être pilotée.

La réponse mécanique des verres métalliques est sensible à trois paramètres : la température, la vitesse de déformation et la concentration en volume libre. Les deux derniers seront retenus dans l'étude numérique de la localisation, la température étant prise constante. Les essais ont été réalisés à différentes vitesses de déplacement imposées (ce qui correspond à différentes valeurs pour la vitesse de déformation macroscopique moyenne). Comme le montrent les courbes de la figure 5.6 représentant la réponse homogène d'un verre avec deux valeurs initiales de volume libre, cette grandeur a une influence sur la réponse mécanique du matériau. Or dans les verres métalliques, la répartition des défauts d'écoulement avant essai n'est pas homogène. Par conséquent, dans le but de représenter cette hétérogénéité, différentes répartitions initiales en volume libre ont été choisies, ceci dans le but de voir l'impact de la distribution initiale de volume libre sur la réponse du verre et la localisation sous forme de bandes.

#### 5.2.3.i Mise en place des simulations

Avant de présenter les différents résultats de simulations obtenus avec le modèle sans diffusion décrit par les équations 5.2.56 à 5.2.60, il convient de décrire la géométrie et le maillage choisis ainsi que les caractéristiques des essais simulés. Une discussion préalable sur la conver-

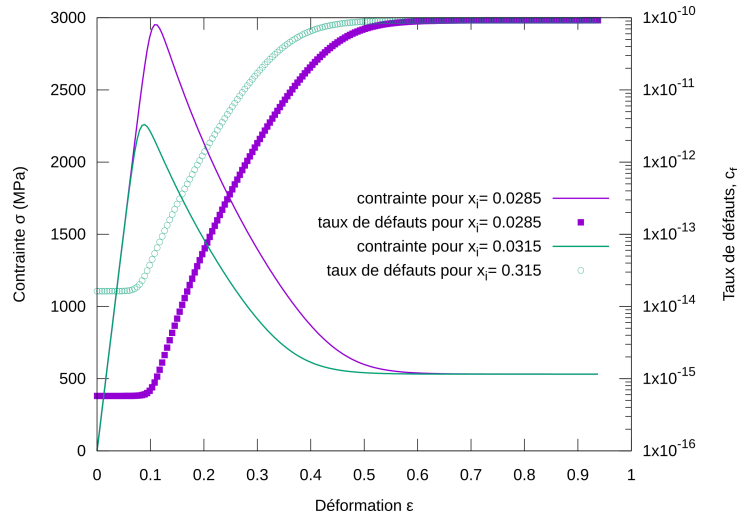


FIG. 5.6 Évolution de la contrainte et du taux de défauts pour deux valeurs initiales du volume libre :  $x_i = 0,0285$  pour les courbes violettes et  $x_i = 0,0315$  pour les courbes vertes. Ces courbes ont été obtenues avec un calcul réalisé en un point de Gauss unique.

gence en temps et en espace du modèle est présentée, permettant notamment un choix adéquat de la finesse du maillage de la géométrie et de la discrétisation temporelle.

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} \quad (5.2.56)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^e = \mathbb{C}^{e-1} : \underline{\underline{\sigma}} = \frac{1}{E} \left( (1 + \nu) \underline{\underline{\sigma}} - \nu \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \right) \quad (5.2.57)$$

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{\underline{s}}}{\sigma_{\text{éq}}^{VM}} \quad (5.2.58)$$

$$\dot{p} = \dot{\varepsilon}_{0c} \exp\left(\frac{-1}{x}\right) \sinh\left(\frac{\sigma_{\text{éq}}^{VM} V_a}{2\sqrt{3}k_B T_0}\right) \quad (5.2.59)$$

$$\dot{x} = a_x \dot{p} - k_r x^2 \left( \exp\left(\frac{-1}{x}\right) - c_{f_{\text{éq}}}\right) \quad (5.2.60)$$

### Convergence en espace et en temps du modèle sans diffusion

Le modèle sans diffusion décrit par les équations 5.2.56 à 5.2.60 est un modèle local semblable à des modèles locaux d'endommagement et/ou de rupture fragile ([Nedjar, 1995]) ou ductile ([Zhang, 2016]). De façon générale, le caractère adoucissant de ces modèles d'endommagement favorise des instabilités dues à la localisation des déformations. Quand ces matériaux s'endommagent (développement de microfissures à l'échelle microscopique), on observe expérimentalement une accumulation importante de la déformation dans une zone de faible épaisseur dont la taille dépend des propriétés matériau, de la géométrie de l'échantillon et de la nature du chargement (semblable aux verres métalliques).

La simulation numérique par éléments finis de ces matériaux à l'aide de modèles locaux de type GTN (Gurson-Tvergaard-Needleman, [Gurson, 1977, Tvergaard, 1982, Tvergaard and Needleman, 1984]) ou Le Rousselier ([Rousselier, 1987]) exhibe de fortes dépendances des résultats au maillage notamment dues au fait qu'aucune échelle de longueur interne n'est introduite. On remarque de plus, que plus la maille est fine et plus l'épaisseur de la bande

de localisation est faible. L'orientation de celle-ci dépend également de l'orientation du maillage. Si le maillage est raffiné indéfiniment alors la zone de localisation tend vers zéro. Ceci impliquerait une énergie dissipée nulle ce qui n'est pas réaliste si une déformation plastique se produit. Ce problème, bien connu de nos jours, existe dans tous les calculs numériques avec des modèles d'endommagement locaux ductile ou fragile

Les simulations réalisées dans le cadre de cette étude avec le modèle local sans diffusion ont montré une dépendance des résultats au maillage. Ce modèle n'introduisant aucune échelle de longueur dans la formulation des équations de comportement, il en découle une dépendance au maillage de la taille de la zone de localisation. Le détail de cette analyse est présenté en annexe G section G.1. Une telle dépendance au maillage a été observée par Gao dans son étude sur la méthode des éléments finis avec schéma implicite pour simuler le comportement hétérogène des verres métalliques ([Gao, 2006]).

Afin de lever cette problématique de dépendance au maillage, il est nécessaire d'enrichir la loi de comportement en ajoutant une information non-locale. La solution la plus adaptée et largement utilisée est la régularisation non-locale. Parmi ces méthodes de régularisation une des plus communes est la régularisation à gradient : gradient de déformation ou de variable interne qui permet de lever la dépendance des résultats au maillage. Une autre méthode consiste à ajouter une longueur caractéristique. Cette méthode sera adoptée dans la partie suivante (modèle avec diffusion) où un terme de diffusion du volume libre sera ajouté à l'équation d'évolution du volume libre réduit  $x$ . Cette méthode devrait a priori lever la dépendance au maillage de par l'ajout d'une longueur interne caractéristique  $l_c = \sqrt{D/\tau}$  où  $D$  est le coefficient de diffusion et  $\tau$  est le temps caractéristique de migration des défauts. Cette longueur interne gouverne l'épaisseur des bandes de cisaillement.

Les simulations par éléments finis ont été réalisées avec le schéma d'intégration implicite qui est inconditionnellement stable. Ce schéma converge dans tous les cas mais il peut converger vers une mauvaise solution. Par conséquent, il est nécessaire de vérifier la convergence en temps des résultats. Cette étude est présentée en annexe G sur les mêmes cas tests que l'analyse de la convergence en espace. La vérification de convergence en temps est également faite pour chacun des cas tests qui vont suivre afin de vérifier la convergence de la solution trouvée pour chacune des simulations.

### Géométrie d'éprouvette et maillage

Étant donné que la loi de comportement sans diffusion est indépendante de toute échelle de longueur et que les essais sont pilotés de façon homogène en déplacement, la longueur de l'éprouvette de la figure 5.7.a est en fait en unité arbitraire. Cependant, le choix du millimètre est fait ici afin d'exprimer les contraintes directement en MPa. L'éprouvette a donc pour dimensions  $2 \times 0,4 \times 3,2 \text{ mm}^3$ . Elle est discrétisée avec des éléments hexaédriques de type C3D20 comprenant 20 nœuds et 27 points de Gauss. Étant donné qu'il n'existe pas de maillage pour lequel la solution a convergé en espace (la largeur de la zone de localisation dépend de la taille de maille) le choix du maillage est laissé libre. La taille de maille choisie dans cette partie est 0,2 mm. L'éprouvette est donc découpée en 320 éléments (cf. figure 5.7.b). Ce découpage



grossier permet d'observer la localisation de la déformation tout en donnant un temps de calcul raisonnable.

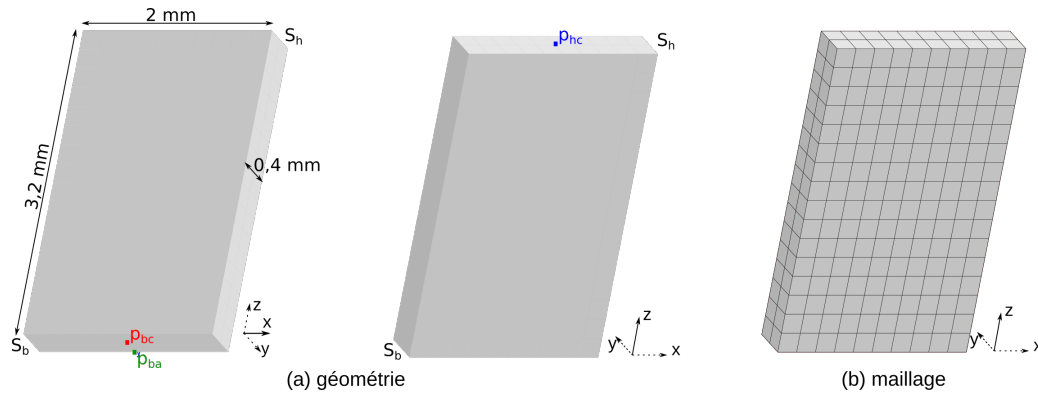


FIG. 5.7 (a) Géométrie et (b) maillage de l'éprouvette utilisée pour les simulations avec le modèle sans diffusion. Les surfaces  $S_h$  et  $S_b$  sont respectivement les surfaces haute et basse de l'éprouvette. Le point  $p_{bc}$  est au centre de  $S_b$ , le point  $p_{ba}$  est au milieu de l'arrête située en  $z = 0$  et  $y = 0,2$  et le point  $p_{hc}$  est au centre de  $S_h$ .

### Pilotage des essais simulés et conditions aux limites

Avec le choix d'unités fait pour les dimensions et les contraintes, le jeu de paramètres *param2* choisi pour réaliser les différentes simulations a été exprimé dans le système d'unités choisi (cf. tableau 5.3) :

	<i>param2</i>
$V_a$ (mm <sup>3</sup> )	$1,26 \cdot 10^{-19}$
$a_x$	0,034
$k_r$ (s <sup>-1</sup> )	$6,07 \cdot 10^{11}$
$\dot{\epsilon}_{0c}$ (s <sup>-1</sup> )	$5,51 \cdot 10^9$
$c_{f_{\dot{\epsilon}_q}}$	$6,62 \cdot 10^{-15}$
$T_0$ (K)	556
$E$ (MPa)	$30,3 \cdot 10^3$

TAB. 5.3 Paramètres du modèle sans diffusion

L'éprouvette présentée dans le paragraphe précédent est comprimée selon la direction  $z$ . Les surfaces verticales latérales sont laissées libres de tout effort et aucun déplacement n'y est imposé. La condition aux limites retenue pour les surfaces haut  $S_h$  et bas  $S_b$  est le glissement parfait. Aussi, avec les notations de la figure 5.7, sur la surface  $S_b$  le point  $p_{bc}$  au centre de la surface est encastré, le point  $p_{ba}$  au centre de l'arrête ne peut se déplacer en  $x$  et tous les points de  $S_b$  ont leur déplacement en  $z$  bloqué. Sur la surface  $S_h$ , tous les nœuds ont un déplacement selon  $z$  constant imposé,  $U_3(S_h) = -V_0 t$  où  $t$  représente le temps et  $V_0$  la vitesse de déplacement imposée.

Les essais sont donc pilotés en déplacement. Une vitesse de déplacement constante  $V_0$  est imposée selon  $z$  à tous les nœuds de la surface haute  $S_h$ . Trois valeurs de la vitesse  $V_0$  ont été choisies : 1, 10 et 100 m · s<sup>-1</sup>, 10 m · s<sup>-1</sup> étant la valeur de référence. Ces valeurs donnent

respectivement des vitesses de déformation macroscopique moyenne de  $3,125 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ ,  $3,125 \text{ s}^{-1}$  et  $31,25 \text{ s}^{-1}$ . Quelle que soit la vitesse choisie, le déplacement final  $U_{\text{fin}}$  imposé est de 3 mm, ce qui correspond à une déformation moyenne finale  $\varepsilon_{\text{fin}}$  de 93,75 %.

### Champ initial de volume libre

Le problème tel qu'on vient de le définir dans les deux paragraphes précédents a une solution homogène pour toute vitesse de déplacement imposée. Supposons, par exemple, le cas où la vitesse de déplacement  $V_0$  imposée est  $10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et que le champ initial de volume libre est constant :  $x_0 = 0,0305$  à tous les points de Gauss. Le tracé de l'évolution de la contrainte et du taux de défauts moyennés sur le volume en fonction de la déformation moyenne est donnée en figure 5.8. Cette courbe qui montre un overshoot de contrainte suivi d'un plateau est typique d'un comportement homogène. Il en est de même pour la courbe d'évolution du taux de défauts  $c_f$  qui se termine par une valeur constante de ce taux, supérieure à la valeur  $c_{f_{\text{eq}}}$ . Ces résultats sont complétés par ceux de la figure 5.9 montrant les champs des variables  $p$ ,  $x$  et  $c_f$  au sein de l'éprouvette.

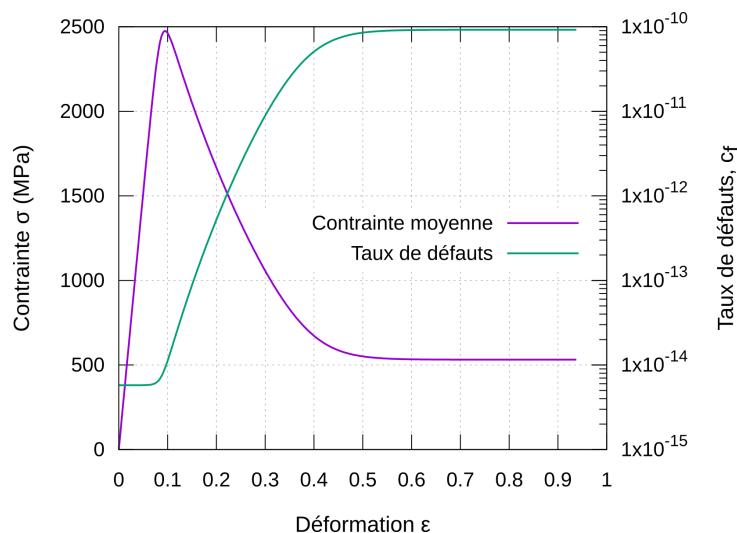


FIG. 5.8 Évolution de la contrainte et du taux de défauts obtenus pour une vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et un champ initial de volume libre homogène,  $x_0 = 0,0305$ .

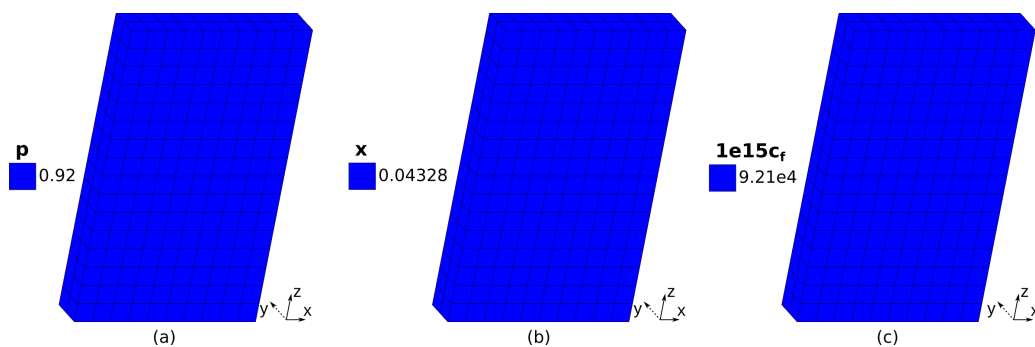


FIG. 5.9 Résultats des simulations par éléments finis obtenus pour une vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et un champ initial de volume libre homogène,  $x_0 = 0,0305$  : (a)  $p$ , (b)  $x$  et (c)  $1 \cdot 10^{15} c_f$ .

Par conséquent, si le champ de contrainte en début d'essai est homogène, la déformation est homogène et les résultats sont semblables à ceux obtenus lorsqu'on simule un essai en un unique point de Gauss. En revanche, si le champ initial de répartition du volume libre est perturbé à l'instant initial, il se peut que le champ de déformation évolue et que des zones de localisation apparaissent sous forme de bandes. Deux types de conditions initiales en terme de répartition du volume libre ont donc été choisies :

- les éléments mous : au sein de l'éprouvette, la valeur de la quantité de volume libre est  $x_0 = 0,0305$  dans quasiment tous les éléments, sauf pour 50 éléments choisis au hasard dans lesquels la valeur initiale du volume libre est  $x_0 = 0,0325$ . Cette augmentation dans la valeur du volume libre initiale affaiblit le matériau au niveau de ces éléments à partir desquels des bandes de cisaillement vont potentiellement se développer.
- la distribution aléatoire : la description structurale choisie pour décrire les verres métalliques est la distribution aléatoire de volume libre. Le choix d'un champ initial aléatoire pour les simulations semble donc correspondre au mieux à cette représentation structurale. Ainsi, les valeurs initiales de volume libre qui ont été affectées aux points de Gauss suivent une distribution aléatoire normale dont la moyenne est  $\mu = 0,0305$ . Concernant l'écart-type, différentes valeurs ont été choisies afin d'observer l'impact de ce paramètre sur l'apparition des bandes de localisation.

### Dépouillement des essais

À l'issue des simulations, l'évolution de certaines variables à l'échelle macroscopique, mais aussi au sein de l'éprouvette, a été observée. D'une part, les courbes d'évolution du taux de défauts  $c_f$  et de la contrainte normale selon  $z$ ,  $\sigma_{33}$ , moyennés sur toute l'éprouvette ont été tracées en fonction de la déformation moyenne  $\varepsilon_{33}$  :

- La déformation moyenne est calculée à partir du déplacement  $U_3$  du point  $p_{hc}$  selon la relation  $\varepsilon_{33} = U_3(p_{hc})/l_0$  où  $l_0$  est la longueur initiale de l'éprouvette.
- La contrainte moyenne est calculée selon la relation  $\sigma_{33} = RU_3(S_h)/A_h$  où  $RU_3(S_h)$  est la somme des réactions aux nœuds de la surface haute et  $A_h$  est l'aire initiale de la surface  $S_h$ .
- La valeur moyenne du taux de défauts  $c_f$  à chaque pas de temps est égale à la moyenne spatiale de cette variable sur l'ensemble des éléments :  $c_f$ , on a  $\bar{c}_f = \frac{1}{V} \int_V c_f dV$

D'autre part, l'évolution des champs  $c_f$  et  $p$  (déformation viscoplastique cumulée) au sein de l'éprouvette a été observée dans la fenêtre graphique du logiciel ZÉBULON<sup>®</sup> où les résultats du calcul par éléments finis pour chaque variable à chaque pas de temps peuvent être visualisés. Ces deux variables sont des variables clés permettant d'observer l'apparition de bandes de cisaillement. Que ce soit expérimentalement ou numériquement, les bandes de cisaillement sont en effet observées sous la forme de zones fines où la déformation est très élevée et la quantité de défauts d'écoulement relativement importante. Les zones où les valeurs de grandeurs sont toutes deux importantes représentent donc des bandes de localisation.

L'essai homogène présenté au paragraphe précédent (cf. figures 5.8 et 5.9) réalisé avec une vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  sera le cas de référence auquel les essais menés avec les deux types de conditions initiales - un cas test avec les éléments mous et un cas test avec une distribution normal - seront comparés. L'essai homogène peut en effet servir de référence puisqu'il fournit un comportement macroscopique et microscopique homogène pour toutes les grandeurs d'intérêt  $c_f$ ,  $p$  et  $\sigma_{33}$ . Les cas tests avec champ initial de volume libre non homogène deviendront alors de nouveaux essais de référence par rapport auxquels nous pourrions voir l'effet du changement de vitesse de déplacement imposée et du changement du champ de volume libre (dans le cas de la distribution aléatoire).

### 5.2.3.ii Les éléments mous

Cette sous-section présente les résultats des simulations obtenues avec le champ initial de volume libre contenant des éléments mous. D'autres auteurs ont réalisé des travaux similaires. On peut citer [Gao, 2006] et [Li et al., 2014] dont les modèles<sup>6</sup> ont été brièvement présentés dans le chapitre 1 en sous-section 1.3.3.ii. Ces auteurs ont appliqué leur modèle à la résolution par la méthode des éléments finis de problèmes aux conditions aux limites sur des éprouvettes 2D présentant des éléments mous : Gao a testé une éprouvette avec deux éléments mous en traction, Li et al. ont testé une éprouvette avec 50 éléments mous en traction et en compression. Il sera intéressant de comparer les résultats de cette étude aux leurs. Tout en ayant en tête que les calculs et les modèles présents dans leurs études sont différents de ceux présentés dans ce travail, il sera possible de comparer des tendances mais pas les grandeurs mesurées en termes de valeur absolue.

La figure 5.10 présente la répartition initiale de volume libre choisie pour les différents calculs. La quantité de volume libre est 0,0305 (valeur du champ initial dans la simulation homogène) quasiment partout sauf dans 50 éléments, choisis au hasard parmi les 320, dans lesquels le champ initial est légèrement perturbé et vaut 0,0325. Ces valeurs de quantité de volume libre correspondent à des taux de défauts de  $c_f = 5,77 \cdot 10^{-15}$  dans la partie homogène et de  $c_f = 4,34 \cdot 10^{-14}$  dans les éléments mous. Dans un premier temps, l'effet de cette perturbation sur la réponse mécanique de l'éprouvette par rapport à celle obtenue avec un champ initial homogène est étudié. Dans un second temps, on s'intéresse à la sensibilité de cette réponse à un changement de vitesse de déplacement imposée  $V_0$ .

---

6. Pour rappel, tous deux ont élaboré un modèle élasto-viscoplastique inspiré de la théorie des volumes libres dans un contexte multiaxial : modèle isotherme pour Gao et modèle anisotherme avec prise en compte de la contrainte hydrostatique pour Li et al. Tout comme dans cette étude, leur loi de comportement viscoplastique dépend d'une contrainte effective équivalente et de la quantité de volume libre  $x$ . En revanche leur cinétique d'évolution du volume libre est différente. Ils prennent comme équation celle développée par Spaepen dans [Spaepen, 1977]. Cette équation purement théorique repose cependant sur les mêmes conclusions que de Hey et al. dans [de Hey et al., 1998] selon lesquelles un matériau contraint crée du volume libre (ce qui est indispensable à la baisse de viscosité qui est à l'origine de l'adoucissement) et en même temps l'annihile par diffusion

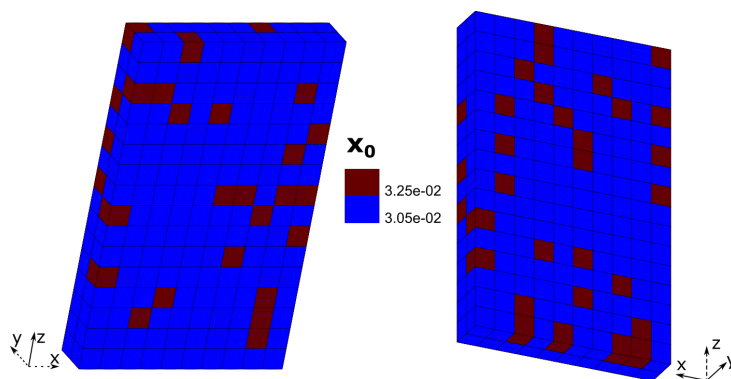


FIG. 5.10 Champ initial de répartition du volume libre avec les éléments mous. Le champ du taux de défauts suit la même répartition avec des valeurs de  $c_f = 5,77 \cdot 10^{-15}$  dans la zone homogène et  $c_f = 4,34 \cdot 10^{-14}$  dans les éléments mous.

### Effet de la perturbation du champ initial de volume libre

Le calcul réalisé dans ce paragraphe est en tout point identique, à l'exception de la répartition initiale de volume libre, à celui réalisé sur l'éprouvette avec un champ initial de volume libre homogène, dont la valeur était  $x_0 = 0,0305$ . Les images données sur les figures 5.11, 5.12, 5.13 et 5.14 présentent les champs du taux de défauts (images (a)) et de la déformation viscoplastique cumulée (images (b)) au sein de l'éprouvette à différents instants clés. Ces résultats sont complétés par les courbes traçant, à échelle macroscopique, l'évolution de la contrainte et du taux de défauts en fonction de la déformation en figure 5.15, et celles traçant l'évolution des déformations élastique et viscoplastique en figure 5.16. Pour comparaison, les courbes obtenues pour l'essai homogène ont été ajoutées. Dans le cas de l'échantillon avec éléments mous, ces courbes sont à interpréter avec précaution car elles tracent l'évolution des grandeurs moyennées au sein de l'éprouvette qui est majoritairement restée homogène. Dans cette zone homogène, les valeurs de  $c_f$  et  $p$  sont restées faibles par rapport aux valeurs de ces mêmes grandeurs dans la zone de localisation ce qui peut avoir tendance à homogénéiser le comportement macroscopique et à amoindrir l'effet de la localisation. Afin de faciliter les comparaisons, des points ont été placés sur les images des figures 5.15 et 5.16 pour suivre plus aisément l'évolution des quatre grandeurs d'intérêt :  $\varepsilon^{el}$ ,  $\varepsilon^{vp}$ ,  $\sigma_{33}$  et  $c_f$ .

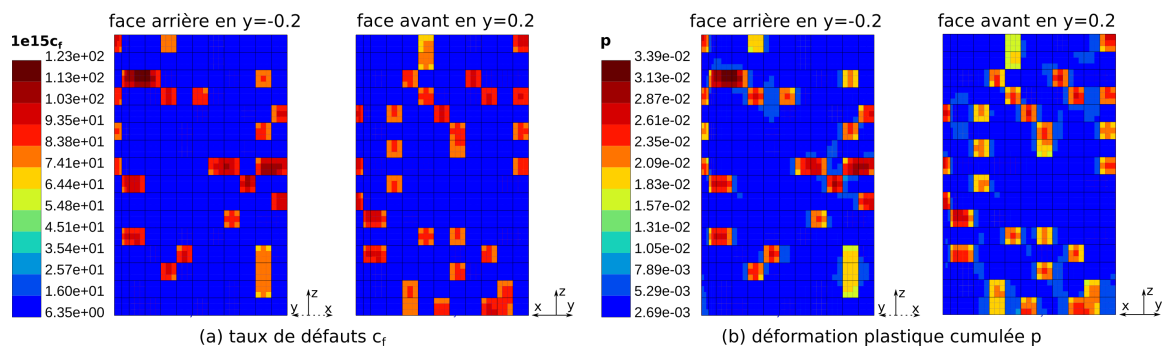


FIG. 5.11 Champs (a) du taux de défauts et (b) de la déformation plastique cumulée observés sur l'éprouvette avec éléments mous à un temps intermédiaire  $t = 0,027s$  sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement imposée  $V_0 = 10 m \cdot s^{-1}$ . Pour des raisons de précision dans ZÉBULON<sup>®</sup>, les valeurs du taux de défauts  $c_f$  ont été multipliées par  $10^{15}$ .

Durant le début de l'essai et jusqu'à  $t = 0,027\text{s}$  (cf. figure 5.11),  $c_f$  commence à augmenter légèrement dans la zone homogène et plus intensément (d'un ordre de grandeur) dans les éléments mous de même que la déformation plastique. Du fait qu'ils contiennent dès le début un taux de défauts plus important, les éléments mous sont des zones où le matériau est affaibli et où la localisation est susceptible de se produire, ce qui explique que ces champs y évoluent plus rapidement. Les 50 éléments qui se déforment davantage plastiquement exercent une contrainte sur leurs voisins qui commencent eux aussi à se déformer. Macroscopiquement, cette phase correspond à celle qui se déroule jusqu'au point  $p_1$  (cf. figure 5.15) où le taux de défauts moyen n'évolue pas, que ce soit pour la réponse homogène ou la réponse hétérogène. La déformation est majoritairement élastique et les variations de déformation viscoplastique observées dans les éléments mous ne sont pas encore suffisamment significatives pour que l'effet soit ressenti à l'échelle macroscopique (cf. figure 5.16). Le point  $p_1$  placé dans le coude que fait la courbe d'évolution du taux de défauts sur la figure 5.15, marque le début de la phase où  $c_f$  et  $\varepsilon_{vp}$  augmentent de façon significative. Ce point correspond au pic sur la courbe de contrainte et marque le début de la phase d'adoucissement.

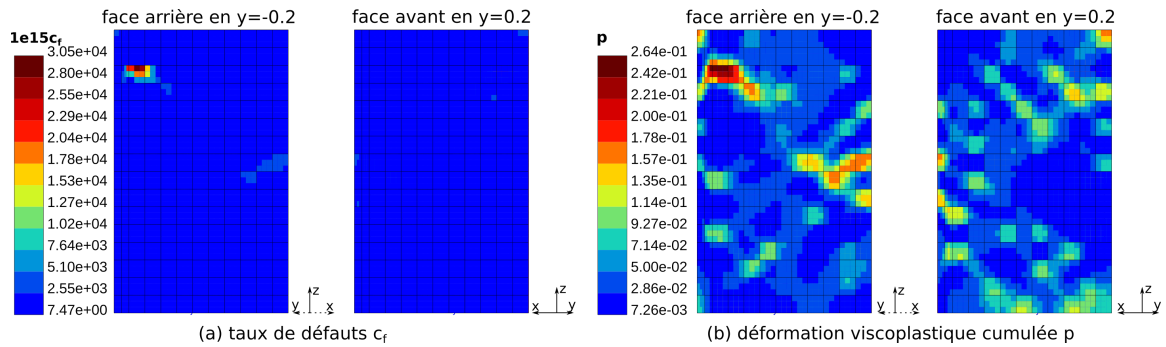


FIG. 5.12 Champs (a) du taux de défauts et (b) de la déformation plastique cumulée observés sur l'éprouvette avec éléments mous à un temps intermédiaire  $t = 0,037\text{s}$  sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement imposée  $V_0 = 10\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Pour des raisons de précision dans ZÉBULON<sup>®</sup>, les valeurs du taux de défauts  $c_f$  ont été multipliées par  $10^{15}$ .

À  $t = 0,037\text{s}$  (cf. figure 5.12) le taux de défauts continue d'augmenter mais semble s'homogénéiser dans l'éprouvette qui ne présente plus que deux zones où le taux de défauts est plus important. Dans le même temps, la déformation viscoplastique a atteint tous les éléments et s'est concentrée dans les deux zones où le taux de défauts  $c_f$  est plus élevé. Ces deux zones sont celles à partir desquelles la bande de cisaillement va se développer. Cette phase correspond macroscopiquement à celle comprise entre les points  $p_1$  et  $p_2$  où les cinétiques d'évolution du taux de défauts et de la déformation viscoplastique sont les mêmes pour les deux essais (cf. figures 5.15 et 5.16). Le point  $p_2$  correspond à l'instant  $t = 0,037\text{s}$  (cf. figure 5.12) où une homogénéisation du taux de défauts semble s'être produite. Ceci explique donc que les cinétiques, à l'échelle macroscopique, soient semblables entre les deux essais (homogène et hétérogène) et que, par conséquent, les cinétiques d'évolution de la contrainte soit également identiques entre  $p_1$  et  $p_2$ .

À  $t = 0,047\text{s}$  (cf. figure 5.13),  $c_f$  a atteint un maximum dans tous les éléments et à tous les points de Gauss. A cet instant une bande de cisaillement traversant l'échantillon en diagonale s'est formée. Dans le même temps, la déformation plastique cumulée s'est localisée

dans cette même bande. On voit alors apparaître deux zones : une zone homogène avec des valeurs de  $c_f$  et de  $p$  basses et une zone sous forme de bande où ces grandeurs ont des valeurs élevées. Le rapport entre les valeurs du champ de déformation viscoplastique cumulée dans la zone localisée et dans la zone homogène est de trois ordres de grandeur. Li et al. avaient mesuré un écart identique au moment de la formation des bandes de cisaillement dans leur échantillon. Macroscopiquement, il s'agit de la phase entre les points  $p_2$  et  $p_3$  où les réponses hétérogène et homogène varient (cf. figures 5.15 et 5.16). Pour le matériau homogène, l'augmentation du taux de défauts et de la déformation viscoplastique demeure quasi linéaire avec une cinétique identique à la phase précédente (entre les points  $p_1$  et  $p_2$ ). Il en va de même pour l'évolution de la contrainte. En revanche, on note une cinétique d'évolution du taux de défauts et de la déformation viscoplastique plus rapide dans le cas du matériau avec les éléments mous (cf. figures 5.15 et 5.16) qui traduit la localisation du champ observée sur la figure 5.13. Le point  $p_3$  correspond donc à l'instant  $t = 0,047\text{s}$  où la bande de cisaillement s'est formée et où les valeurs maximales du taux de défauts  $c_f$  ont été mesurées. Cette rapide augmentation de la déformation viscoplastique entraîne une rapide diminution de la déformation élastique (cf. figure 5.16) et donc de la contrainte macroscopique (cf. figure 5.15).

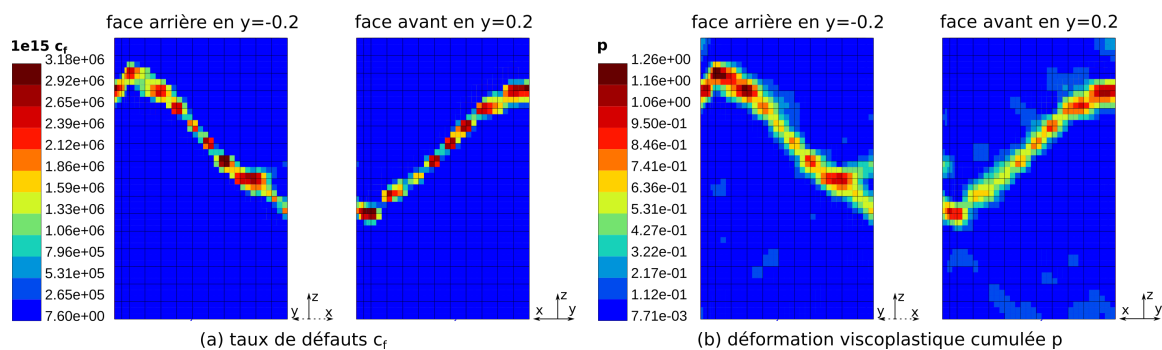


FIG. 5.13 Champs (a) du taux de défauts et (b) de la déformation plastique cumulée observés sur l'éprouvette avec éléments mous à un temps intermédiaire  $t = 0,047\text{s}$  sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement imposée  $V_0 = 10\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Pour des raisons de précision dans ZÉBULO<sup>N</sup>, les valeurs du taux de défauts  $c_f$  ont été multipliées par  $10^{15}$ . Cet instant marque le début de la localisation. La bande de cisaillement s'est formée.

À la fin de l'essai, à  $t = 0,3\text{s}$ , alors que les grandeurs n'ont quasiment pas évolué dans la zone homogène, on constate dans la bande une augmentation de la déformation et une baisse du taux de défauts moyen. La cinétique d'évolution du taux de défauts a ralenti et leur quantité a diminué du fait de la relaxation structurale ce qui a permis d'homogénéiser le taux de défauts dans la bande. La déformation viscoplastique s'est, quant à elle, intensifiée au sein de la bande depuis son apparition. Les déformations sont plus élevées au centre, là où le taux de défauts est lui même plus élevé.

La phase entre  $t = 0,047\text{s}$  et  $t = 0,3\text{s}$  correspond macroscopiquement à celle qui se situe après le point  $p_3$  (cf. figures 5.15 et 5.16). On remarque d'abord une différence de comportement par rapport à la réponse homogène entre les points  $p_3$  et  $p_4$ . Dans le matériau homogène, le taux de défauts de même que la déformation viscoplastique continuent d'augmenter et la contrainte de diminuer avec les mêmes cinétiques que précédemment (cf. figures 5.15 et 5.16). Dans le cas du matériau hétérogène, le ralentissement de cinétique d'évolution du taux de défauts du fait de

la relaxation structurale est mesurée. La cinétique d'évolution de la déformation viscoplastique est elle aussi ralentie et elle finit par rattraper celle du matériau homogène en  $p_4$ . Du fait de cette augmentation plus lente du taux de défauts, la contrainte diminue elle aussi plus lentement et commence à amorcer un plateau. En  $p_4$ , la cinétique d'évolution de  $c_f$  pour le matériau homogène ralentit avant d'atteindre un plateau (cf. figure 5.15). La vitesse de déformation viscoplastique étant la même (cf. figure 5.16), cela se traduit en terme de contrainte par l'apparition d'un plateau. En  $p_4$  l'égalité des déformations élastique et viscoplastique entre les deux réponses (cf. figure 5.16) entraîne une égalité des contraintes. Après ce point-là, le matériau homogène semble avoir une contrainte quasi constante de même qu'un taux de défauts quasi-constant (cf. figure 5.15). En revanche, à même vitesse de déformation viscoplastique, le plateau de contrainte du matériau hétérogène est plus haut en amplitude car le taux de défauts est moins élevé.

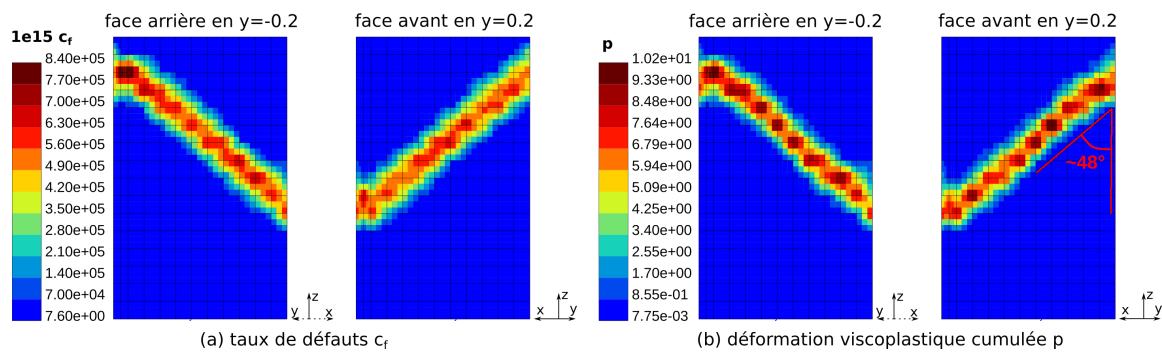


FIG. 5.14 Champs de (a) taux de défauts et de (b) déformation plastique cumulée observés sur l'éprouvette avec éléments mous en fin de calcul sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement imposée  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Pour des raisons de précision dans ZÉBUlON<sup>®</sup>, les valeurs du taux de défauts  $c_f$  ont été multipliées par  $10^{15}$ .

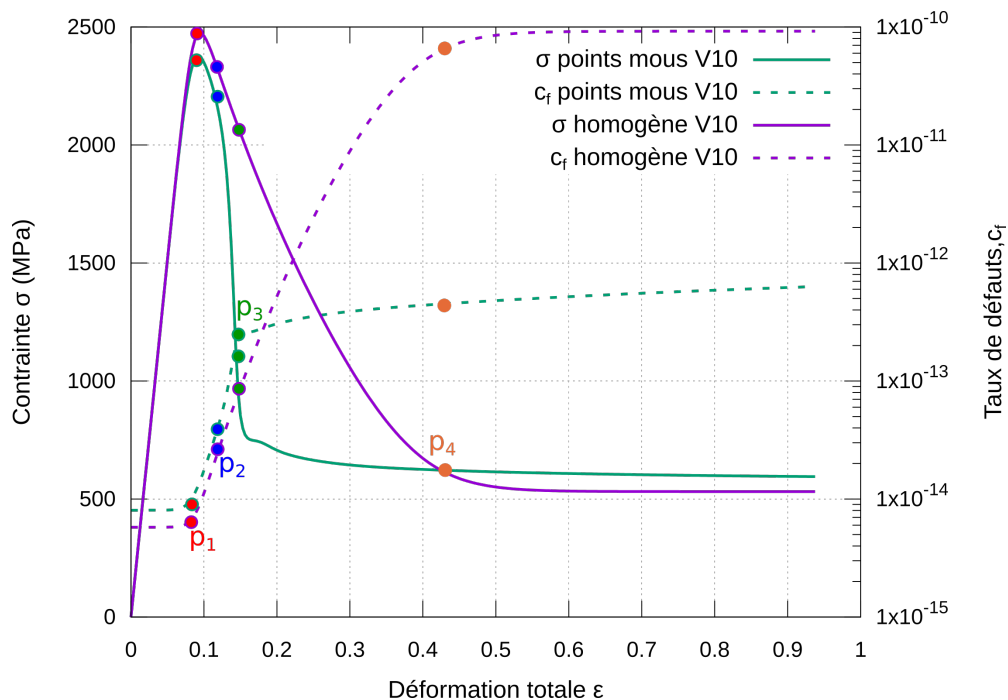


FIG. 5.15 Courbes d'évolution de la contrainte et du taux de défauts en fonction de la déformation totale pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  avec la distribution de volume libre de type éléments mous.



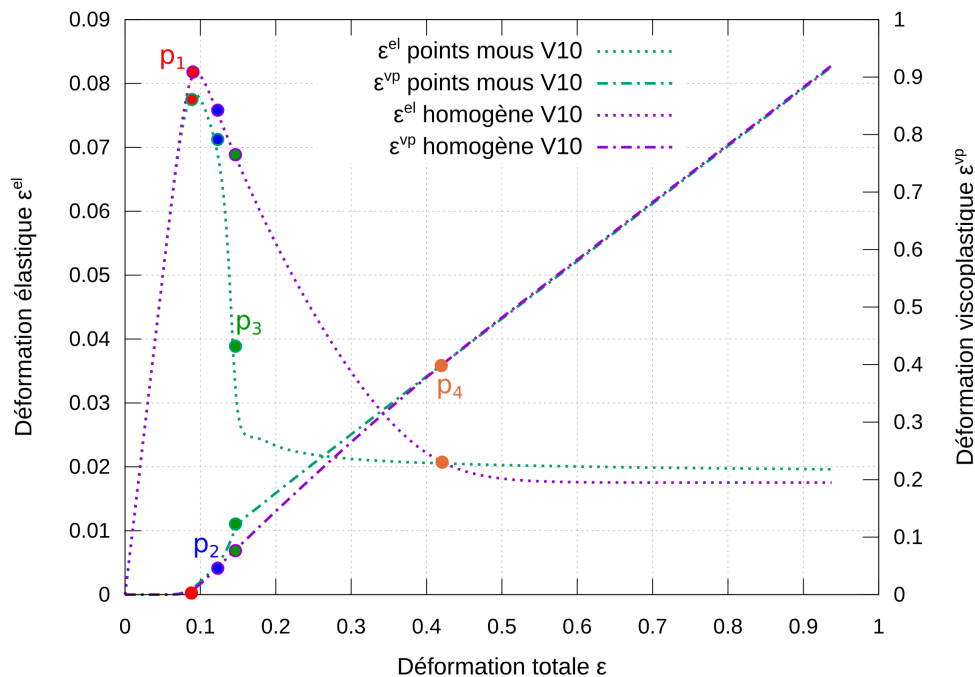


FIG. 5.16 Courbes d'évolution des déformations élastique et viscoplastique en fonction de la déformation totale pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  avec la distribution de volume libre de type éléments mous.

Les divers champs observés de même que les courbes macroscopiques montrent que la localisation se produit très tôt au cours de l'essai (au temps 0,047s sur un temps total de 0,3s) et à des déformations relativement faibles par rapport à la déformation finale. La bande de localisation s'initie à partir des éléments mous où le taux de défauts est plus élevé et où la viscosité diminue rapidement dès les premiers instants de l'essai. Une fois la bande de cisaillement formée, toute la déformation se localise et évolue à l'intérieur de celle-ci. [Gao, 2006] et [Li et al., 2014] ont fait le même constat. Le reste de l'éprouvette demeure homogène et le taux de défauts de même que la déformation viscoplastique n'évoluent quasiment plus. En fin d'essai, la bande a une épaisseur de 3 éléments et fait un angle de  $48^\circ$  avec l'axe de sollicitation (cf. figure 5.14). On rappelle que la contrainte équivalente choisie est la contrainte de von Mises. Avec une même contrainte effective, Gao avait mesuré en traction un angle d'environ  $45^\circ$  ce qui est relativement proche de la valeur mesurée ici. Ces valeurs sont logiquement comprises entre les valeurs des angles mesurées par Li et al. qui ont pris en compte les effets de la contrainte hydrostatique leur permettant de mesurer des angles différents selon le type de sollicitation : ils ont mesuré un angle de  $55^\circ$  pour un essai de traction et un de  $44^\circ$  pour un essai de compression. Enfin, nous observons que du fait qu'aucun effort ne s'applique sur les faces latérales, la bande ne s'est pas réfléchi au niveau des arêtes de l'éprouvette. Gao avait fait un constat similaire et avait de même remarqué que sur des bords contraints, les bandes étaient réfléchies.

Maintenant que les effets d'une perturbation du champ de volume libre initial consistant à augmenter sa valeur dans certaines zones de la matière ont été observés, il est intéressant d'étudier l'impact d'une augmentation ou d'une diminution de la vitesse sur la réponse hétérogène du matériau.

### Sensibilité de la réponse hétérogène à une variation de la vitesse d'essai

Les calculs présentés dans ce paragraphe sont en tout point identiques, à l'exception de la vitesse de déplacement imposée, à celui réalisé précédemment sur l'éprouvette avec éléments mous. La répartition initiale du volume libre est celle présentée précédemment en figure 5.10. Deux vitesses de déplacements ont été choisies :  $V_0 = 1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et  $V_0 = 100 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Une déformation macroscopique finale de 93,75 % est imposée comme précédemment.

Les images présentées sur les figures 5.17 et 5.18 montrent les champs du taux de défauts et de la déformation viscoplastique cumulée en fin d'essai sur le maillage initial respectivement pour l'essai le plus lent à  $V_0 = 1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et l'essai le plus rapide à  $V_0 = 100 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Les figures 5.19 et 5.20 rassemblent respectivement les courbes d'évolution de la contrainte et du taux de défauts moyennés sur l'éprouvette en fonction de la déformation moyenne pour la première et les courbes d'évolution des composantes de la déformation pour la seconde.

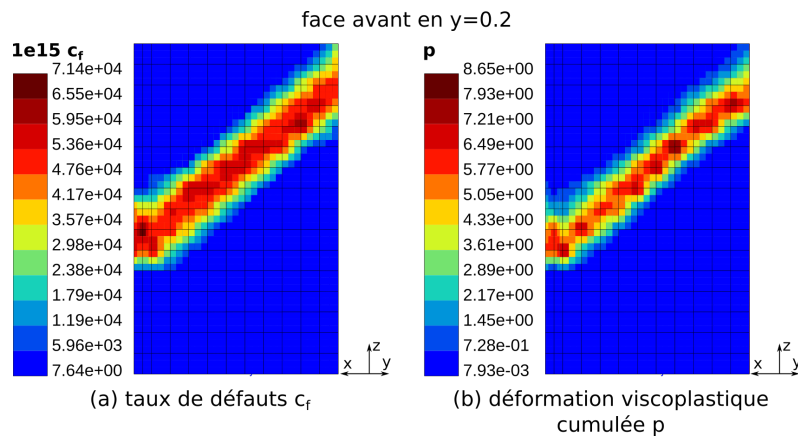


FIG. 5.17 Champs de (a) taux de défauts et de (b) déformation plastique cumulée observés en fin de calcul sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement imposée  $V_0 = 1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ .

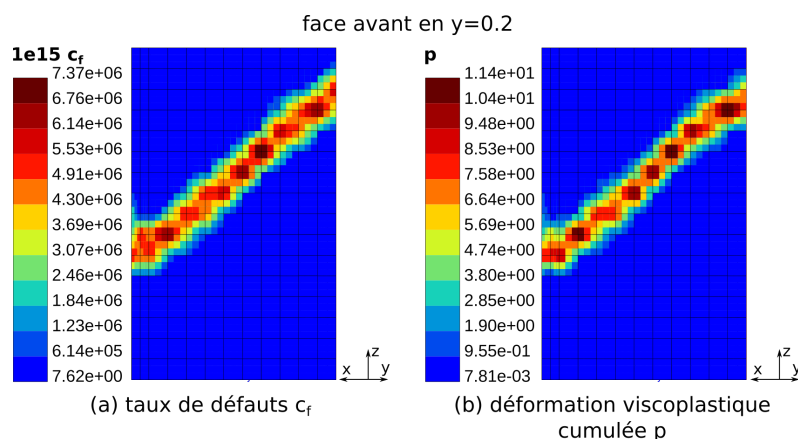


FIG. 5.18 Champs de (a) taux de défauts et de (b) déformation plastique cumulée observés en fin de calcul sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement imposée  $V_0 = 100 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ .

À même déformation macroscopique finale, une diminution de la vitesse de déplacement imposée a évidemment pour conséquence de retarder la localisation. Au sein de la bande de

cisaillement, les valeurs des taux de défauts et de la déformation viscoplastique cumulée sont moins élevées du fait que leur cinétique est plus lente et la localisation moins intense (cf. figure 5.17). Une augmentation de la vitesse de déplacement a l'effet inverse et a donc tendance à intensifier la localisation (cf. figure 5.18).

Les courbes de comportement macroscopique sur les figures 5.19 et 5.20 montrent qu'une diminution de la vitesse a pour effet :

- d'abaisser les valeurs des contraintes du pic et du plateau : à vitesse de déplacement plus basse, les phénomènes d'apparition du pic et de la contrainte plateau surviennent à une déformation totale plus basse et donc une déformation élastique plus basse (cf. figure 5.20). À même module d'Young, ceci a donc pour effet d'abaisser la contrainte maximale. De même, le coude de contrainte avant le plateau (cf. figure 5.19) apparaît à une déformation élastique moindre donc la valeur de la contrainte au niveau du coude est plus basse. Le plateau qui suit est donc plus bas en amplitude ;
- de diminuer l'étendue en déformation de l'overshoot (cf. figure 5.19) ce qui est une conséquence du point précédent ;
- d'augmenter le taux de défauts (cf. figure 5.19) : du fait que la cinétique d'évolution du taux de défauts est ralentie, le taux de défauts final est moins élevé.

Une augmentation de la vitesse a les effets inverses de ceux qui viennent d'être observés ci-dessus.

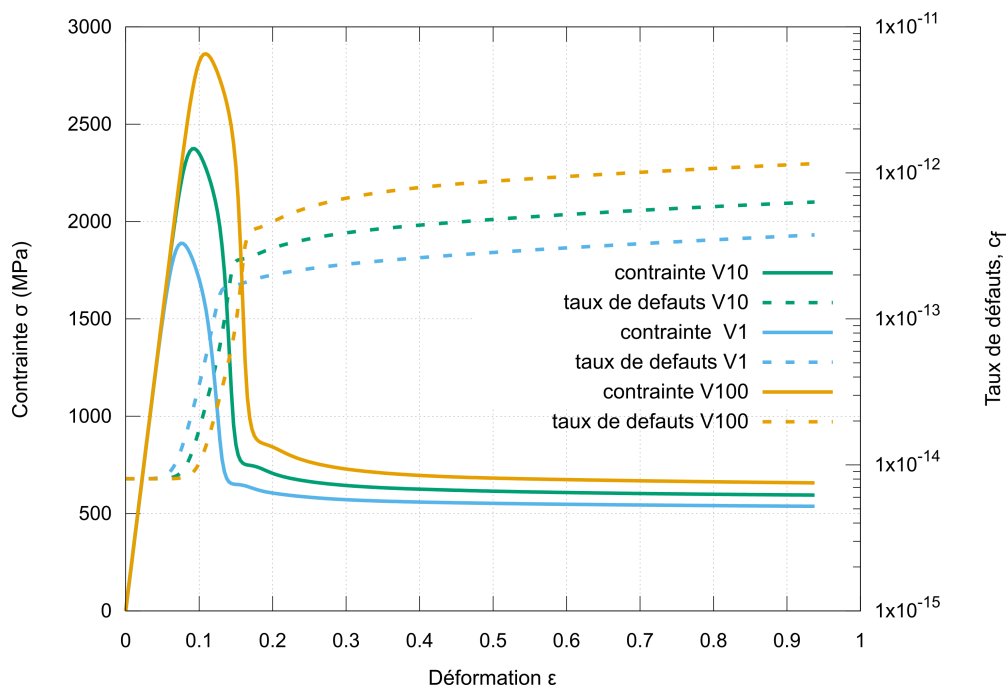


FIG. 5.19 Effets de la vitesse de déplacement imposée sur l'évolution de la contrainte et du taux de défauts en fonction de la déformation pour la distribution initiale de type éléments mous. Les courbes en trait plein tracent l'évolution de la contrainte et celles en pointillés tracent l'évolution du taux de défauts. Les courbes en bleu représentent la réponse de l'échantillon testé à  $V_0 = V1 = 1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et les courbes en jaune celle de l'échantillon testé à  $V_0 = V100 = 100 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$

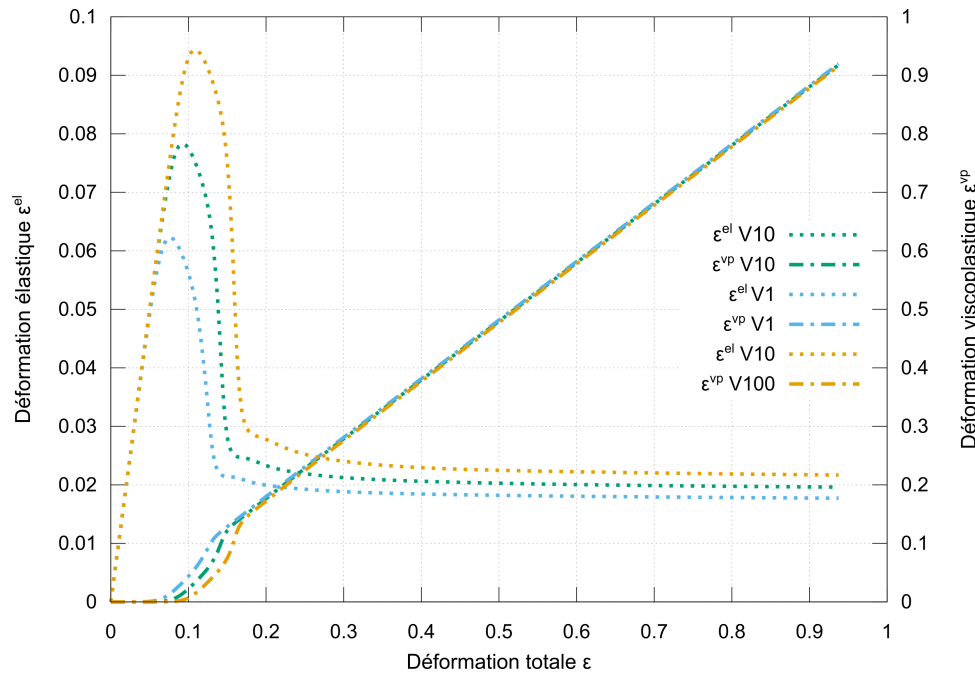


FIG. 5.20 Effets de la vitesse de déplacement imposée sur l'évolution de la déformation élastique et de la déformation viscoplastique en fonction de la déformation pour la distribution initiale de type éléments mous. Les courbes en bleu représentent la réponse de l'échantillon testé à  $V_0 = V_1 = 1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  et les courbes en jaune celle de l'échantillon testé à  $V_0 = V_{100} = 100 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$

## Bilan

La présente étude nous a permis de démontrer la nécessité de perturber le champ initial de volume libre en augmentant sa valeur dans certains éléments afin d'initier des bandes de cisaillement. En augmentant  $c_f$  dans certaines régions de l'éprouvette, on y affaiblit le matériau et on crée des zones où la viscosité diminue rapidement provoquant l'adoucissement local du matériau et la localisation de la déformation. Le caractère adoucissant de la loi de comportement est donc une condition nécessaire à la localisation. Sur ce point, le modèle rejoint ceux d'endommagement ou de rupture. De plus, des effets et des réponses similaires à ceux de cette étude ont été observés et mesurés par d'autres auteurs, qui ont aussi choisi des distributions de type éléments mous mais avec des modèles microscopiques différents. Ce constat nous permet de rejoindre l'idée de Gao selon laquelle le développement des bandes et leur arrangement sont moins sensibles au modèle microscopique exact tant que les courbes de contrainte-déformation obtenues pour un calcul en un point de Gauss font apparaître un comportement du type de celui observé en figure 5.6 (matériau homogène). On peut donc conclure que les deux conditions nécessaires à la localisation sont le caractère adoucissant du modèle et une hétérogénéité dans la répartition initiale de volume libre. Les calculs ont aussi permis de montrer qu'il était possible de former des bandes de cisaillement à partir de zones choisies où la valeur du volume libre a été perturbée.

### 5.2.3.iii Distribution initiale aléatoire de volume libre

Cette sous-section présente les résultats des différentes simulations obtenus avec des répartitions initiales aléatoires du volume libre. Étant donné la représentation structurale choisie

dans cette étude (une distribution aléatoire de volume libre), ce champ initial de répartition du volume libre semble davantage représentatif de l'état structural réel. Les valeurs initiales de volume libre fixées à chaque point de Gauss suivent des lois normales de moyenne  $\mu = 0,0305$ , valeur du champ initial qui avait été choisi pour le calcul homogène. Différents écarts-types sont choisis. Dans un premier temps, l'impact de cette perturbation sur le champ initial de volume libre est étudié, pour un écart-type donné, en comparaison avec le cas homogène. Dans un second temps, l'effet de la variation de l'écart-type sur la réponse du matériau est étudié. Le but est d'observer s'il existe une valeur de ce paramètre qui ne fait plus apparaître de bandes de cisaillement.

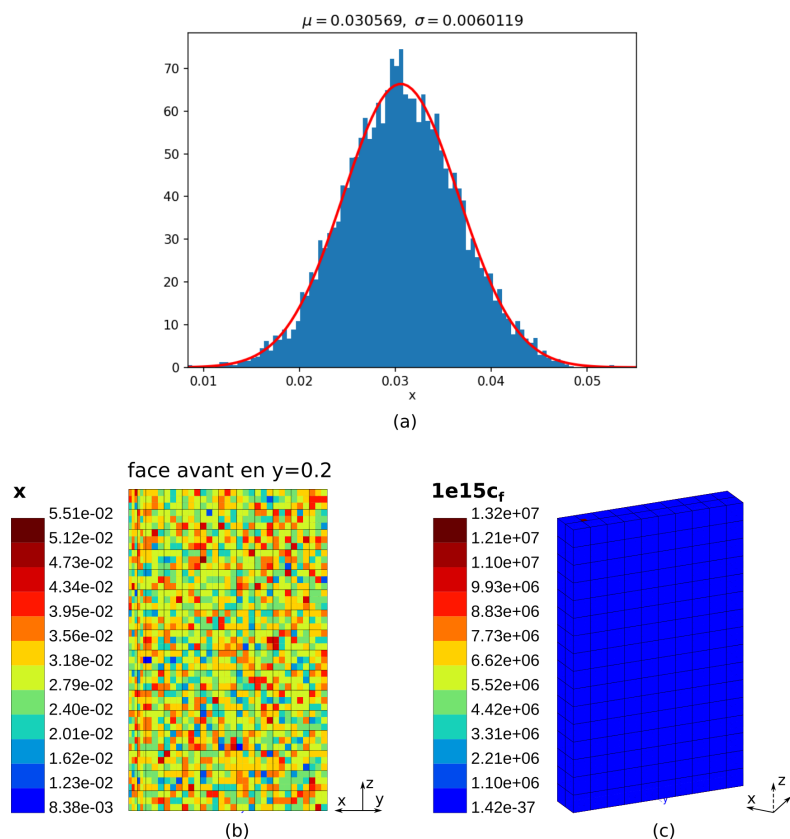


FIG. 5.21 Répartition initiale de volume libre aux points d'intégration où les valeurs suivent une loi normale de moyenne  $\mu = 0.0305$  et d'écart-type  $\sigma = 0.006$  : (a) histogramme des valeurs affectées aux points de Gauss (en bleu) et courbe de densité de probabilité (en rouge), (b) champ  $x$  et (c) champ  $c_f$  aux points d'intégration.

### Effet de la perturbation du champ initial de volume libre

Le calcul réalisé dans cette section est en tout point identique, à l'exception de la répartition initiale de volume libre, à celui réalisé sur l'éprouvette avec un champ initial de volume libre homogène, dont la valeur était  $x_0 = 0,0305$ . Les valeurs initiales de volume libre affectées à chaque point d'intégration suivent une loi normale de moyenne  $\mu = 0,0305$ . Afin de perturber fortement le champ initial de volume libre et de garantir des valeurs qui soient toutes positives, l'écart-type  $\sigma$  maximal vérifiant  $\mu > 5\sigma$  est choisi, soit  $\sigma = 0,006$ . La figure 5.21.b présente la répartition initiale de volume libre aux points d'intégration avec des

valeurs comprises entre  $8,38 \cdot 10^{-3}$  et  $5,51 \cdot 10^{-2}$ . Une fois ces valeurs imposées, le tracé de leur histogramme et de la fonction de densité de probabilité de la loi normale 5.21.b) permet de vérifier l'adéquation des valeurs de  $x$  avec la loi imposée. Cette large gamme de valeurs de  $x$  implique un intervalle de valeurs encore plus étendu pour le taux de défauts  $c_f$  (cf. figure 5.21.c) étant donné la relation qui lie cette grandeur à  $x$  ( $c_f = \exp(-1/x)$ ).

Les images données sur les figures 5.22, 5.23 et 5.24 présentent les champs du taux de défauts  $c_f$  (images (a)) et de la déformation viscoplastique cumulée  $p$  (images (b)) au sein de l'éprouvette testée à différents instants clés du calcul. Ces résultats sont complétés par les courbes traçant à échelle macroscopique l'évolution de la contrainte et du taux de défauts en fonction de la déformation en figure 5.25 et celles traçant l'évolution des déformations élastique et viscoplastique en figure 5.26. Pour comparaison, les courbes obtenues pour l'essai homogène ont été ajoutées. Afin de faciliter les analyses des points ont été placés sur les images des figures 5.25 et 5.26 pour suivre plus aisément l'évolution des quatre grandeurs d'intérêt  $\varepsilon^{el}$ ,  $\varepsilon^{vp}$ ,  $\sigma_{33}$  et  $c_f$ .

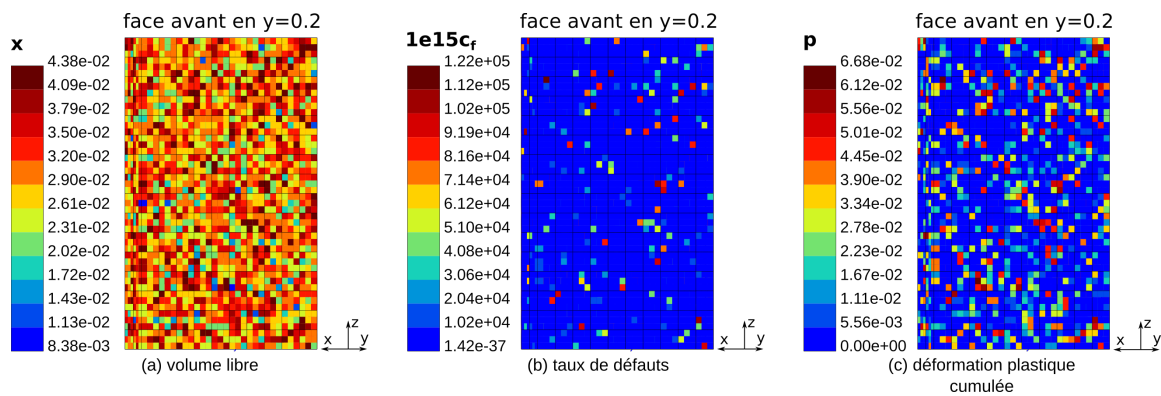


FIG. 5.22 Champs (a) du volume libre, (b) du taux de défauts et (c) de la déformation plastique cumulée observés à un temps intermédiaire  $t = 0,023$ s sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  sur l'éprouvette avec distribution initiale aléatoire de volume libre.

Dès le début de l'essai et jusqu'à  $t = 0,023$ s (cf. figure 5.22), la quantité de volume libre diminue dans toute l'éprouvette avec une diminution plus importante dans les zones où la valeur de cette variable était plus élevée. Il en résulte une diminution de  $c_f$  d'environ deux ordres de grandeurs dans toutes les zones de l'éprouvette. Cette baisse de  $x$  et de  $c_f$ , observée dans cette phase du calcul, est due à l'annihilation. Du fait de l'écart-type choisi, la majorité des points d'intégration ont une valeur de  $c_f$  initiale supérieure à la valeur  $c_{f_{eq}} = 6,62 \cdot 10^{-15}$ . En début d'essai, étant donné que la déformation viscoplastique est négligeable (cf. figure 5.22.c), le terme de création de taux de défauts devient négligeable devant le terme de relaxation dans l'équation (5.2.60). Au vu des valeurs de  $c_f$ , le terme de relaxation est négatif ce qui implique l'annihilation de défauts et donc la baisse des valeurs de  $c_f$ . Macroscopiquement, cette phase correspond à celle qui se déroule jusqu'au point  $p_1$  et où le taux de défauts moyen baisse légèrement pour la réponse hétérogène (cf. figures 5.25). Dans le même temps, le taux de défauts n'évolue pas pour le matériau homogène. La déformation est majoritairement élastique et la contrainte évolue donc linéairement (cf. figures 5.25 et 5.26). Les variations de la déformation viscoplastique observées ne sont pas encore suffisamment significatives pour que l'effet soit ressenti à échelle macroscopique

(cf. figure 5.26). Le point  $p_1$ , placé dans le creux que fait la courbe d'évolution du taux de défauts de la réponse hétérogène, marque le début de la phase où  $c_f$  et  $\varepsilon_{vp}$  augmentent. Ce point correspond au détachement de la réponse en contrainte du matériau hétérogène par rapport à celle du comportement homogène.

Entre  $t = 0,023$ s et  $t = 0,061$ s, le taux de défauts augmente dans toute l'éprouvette et notamment dans une zone située au centre de l'éprouvette qui prend la forme d'une bande (cf. figure 5.23.a). Dans cette zone, la viscosité diminue et du fait de l'adoucissement du matériau la déformation plastique s'y localise (cf. figure 5.23.b). À  $t = 0,061$ s, le taux de défauts  $c_f$  a atteint un maximum dans tous les éléments et à tous les points de Gauss et la bande de cisaillement s'est formée. On voit alors deux zones se former : une zone homogène avec des valeurs de  $c_f$  et de  $p$  relativement basses et la zone sous forme de bande où ces valeurs sont plus élevées. Macroscopiquement, cette phase correspond à celle se situant entre les points  $p_1$  et  $p_3$  (cf. figures 5.25 et 5.26).

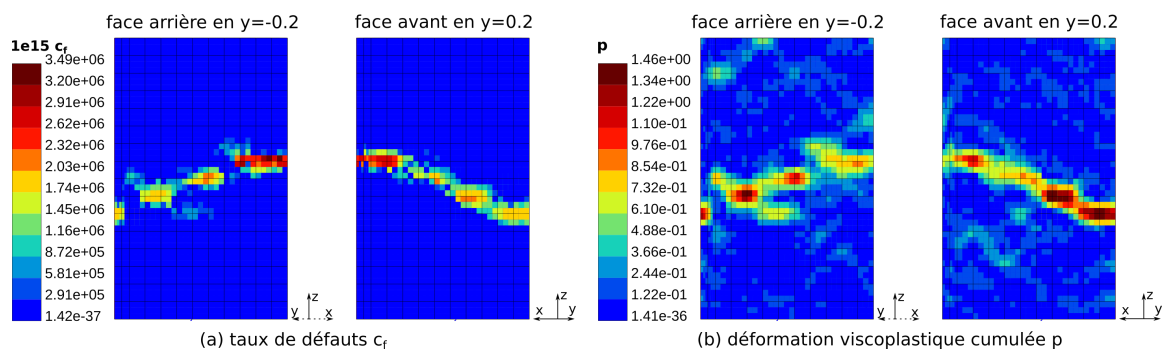


FIG. 5.23 Champs (a) du taux de défauts et (b) de la déformation plastique cumulée observés à un temps intermédiaire  $t = 0,061$ s sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  sur l'éprouvette avec distribution initiale aléatoire de volume libre.

Dans un premier temps, entre les points  $p_1$  et  $p_2$  les cinétiques d'évolution du taux de défauts, de la contrainte et de la déformation viscoplastique sont différentes entre les deux essais (cf. figures 5.25 et 5.25). Du fait que la déformation viscoplastique dans le matériau hétérogène est plus importante que dans le matériau homogène, le taux de défauts augmente plus rapidement dans toute l'éprouvette et un comportement adoucissant est mesuré expliquant le changement de pente de la contrainte entre les points  $p_1$  et  $p_2$ . Dans le même temps, le matériau homogène voit son taux de défauts et sa déformation viscoplastique augmenter. La contrainte passe elle par un pic avant de chuter. Au point  $p_2$  qui correspond au pic de contrainte de la réponse hétérogène, les deux contraintes sont égales de même que les deux valeurs de taux de défauts et les deux valeurs de déformation viscoplastique.

Dans un second temps, entre  $p_2$  et  $p_3$ , les réponses hétérogène et homogène sont toujours différentes. Le taux de défauts augmente jusqu'au point  $p_3$  qui correspond à la figure 5.23.b où les valeurs de champs  $c_f$  maximales ont été mesurées. La déformation viscoplastique augmente avec une pente plus importante que dans le matériau homogène. Il en résulte une chute de la déformation élastique et donc de la contrainte avec une pente plus élevée. Pour le matériau homogène, l'augmentation du taux de défauts et de la déformation viscoplastique demeure quasi linéaire avec une cinétique identique à la phase précédente (entre les points  $p_1$  et  $p_2$ ). Il en va de même pour l'évolution de la contrainte.



À la fin de l'essai, à  $t = 0,3\text{s}$ , on constate une augmentation de la déformation dans toute l'éprouvette et notamment dans la bande de cisaillement où toute la déformation viscoplastique se concentre (cf. figure 5.24.b). En revanche, on observe une baisse du taux de défauts moyen : la cinétique d'évolution du taux de défauts a ralenti et la quantité de  $c_f$  diminue légèrement du fait de la relaxation structurale (cf. figure 5.24.a).

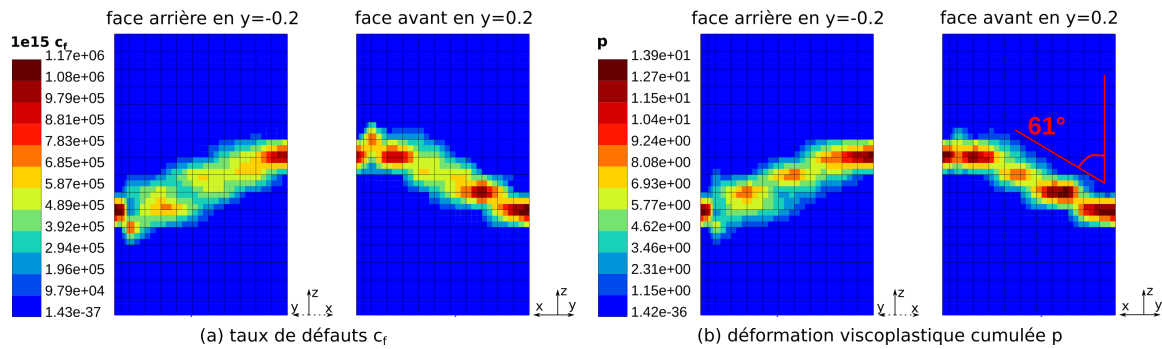


FIG. 5.24 Champs (a) du taux de défauts et (b) de la déformation plastique cumulée observés en fin d'essai sur le maillage initial pour l'essai de compression à la vitesse de déplacement  $V_0 = 10\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  sur l'éprouvette avec distribution initiale aléatoire de volume libre.

La phase entre  $t = 0,061\text{s}$  et  $t = 0,3\text{s}$  correspond macroscopiquement à celle située après le point  $p_3$  (cf. figures 5.25 et 5.26). On remarque d'abord qu'entre les points  $p_3$  et  $p_4$  la réponse est encore différente entre les deux matériaux. Dans le matériau homogène, le taux de défauts de même que la déformation viscoplastique continuent d'augmenter et la contrainte de diminuer avec les mêmes cinétiques que précédemment (cf. figures 5.25 et 5.26). Dans le cas du matériau hétérogène, le ralentissement de la cinétique d'évolution du taux de défauts du fait de la relaxation structurale est mesuré. La cinétique d'évolution de la déformation viscoplastique est elle aussi ralentie et elle finit par rattraper celle du matériau homogène en  $p_4$ . Du fait de cette augmentation plus lente du taux de défauts, la contrainte diminue elle aussi plus lentement et commence à amorcer un plateau.

En  $p_4$ , la cinétique d'évolution de  $c_f$  pour le matériau homogène ralentit avant d'atteindre un plateau (cf. figure 5.25). La vitesse de déformation viscoplastique étant la même (cf. figure 5.26), cela se traduit en terme de contrainte par l'apparition d'un plateau. En  $p_4$  l'égalité des déformations élastique et viscoplastique entre les deux réponses (cf. figure 5.26) entraîne une égalité des contraintes. Après ce point là, le matériau homogène semble avoir une contrainte quasi constante de même qu'un taux de défauts quasi-constant (cf. figure 5.25). En revanche, à même vitesse de déformation viscoplastique, le plateau de contrainte du matériau hétérogène est plus haut en amplitude car le taux de défauts est moins élevé.



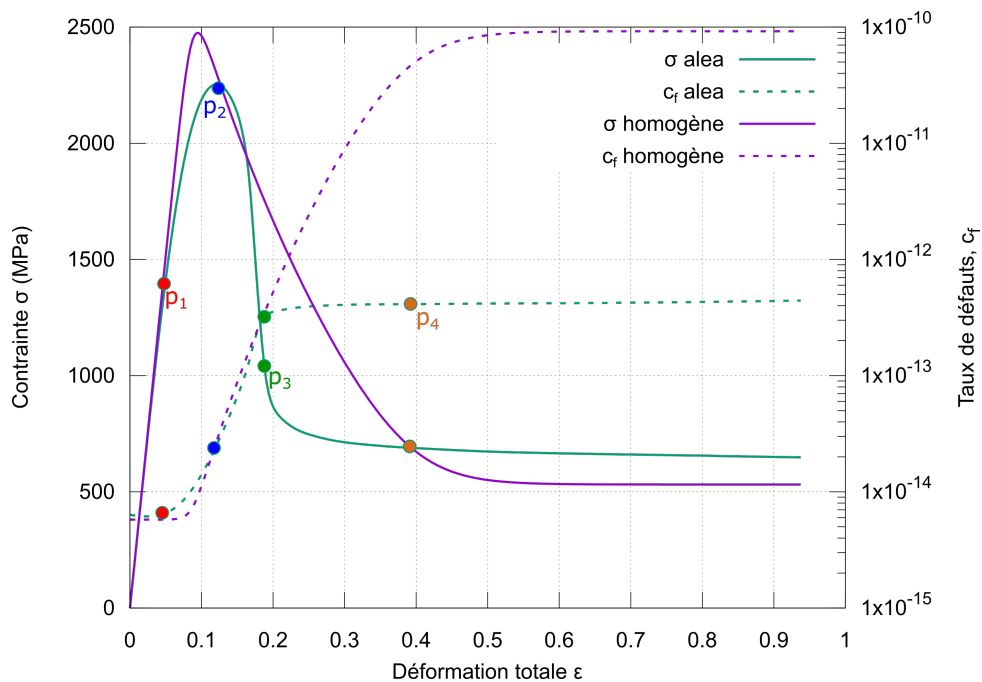


FIG. 5.25 Courbes d'évolution de la contrainte (en trait plein) et du taux de défauts (en pointillés) en fonction de la déformation pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  avec la distribution initiale aléatoire de volume libre. Elles sont repérées par le nom alea. Pour comparaison, les mêmes courbes sont tracées en violet pour le cas homogène.

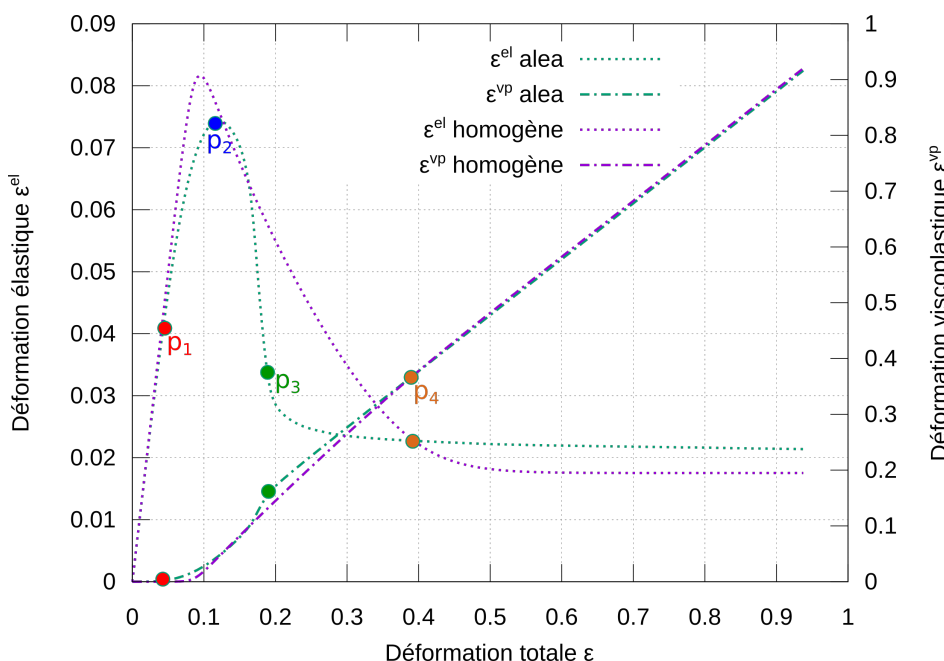


FIG. 5.26 Courbes d'évolution de la déformation élastique et de la déformation viscoplastique en fonction de la déformation totale pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 10 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  avec la distribution initiale aléatoire de volume libre. Elles sont repérées par le nom alea. Pour comparaison, les mêmes courbes sont tracées en violet pour le cas homogène.

L'évolution des champs et des grandeurs macroscopiques montre, comme précédemment pour la distribution de type éléments mous, une localisation de la déformation qui se produit relativement tôt au cours de l'essai (au temps 0,061s sur un temps total de 0,3s). Elle s'initie

dans une zone où le taux de défauts est plus élevé et par conséquent la viscosité plus faible. Contrairement au cas des éléments mous, où il est possible de savoir à partir de quelle zone la bande de cisaillement va se développer, le cas d'une distribution suivant une loi normale ne le permet plus. Au moment de la localisation, les deux réponses (éléments mous et distribution aléatoire) montrent des valeurs du taux de défauts équivalentes (cf. figure 5.13.a et 5.23).a). En revanche, l'annihilation initiale de défauts de même que son caractère homogénéisant a retardé la localisation dans le cas de la distribution aléatoire.

En fin d'essai, la bande de cisaillement n'a pas une épaisseur constante et le taux de défauts n'y est pas réparti de façon homogène, comme on avait pu l'observer pour le cas des éléments mous. Ce constat est là encore le résultat du caractère aléatoire de la répartition des défauts. On note ainsi la présence de zones concentrées en défauts et d'autres moins au sein de la bande (cf. figure 5.24.a). Une autre différence réside dans la valeur de l'angle que fait la bande avec l'axe de sollicitation qui est de  $61^\circ$  pour la distribution aléatoire contre  $48^\circ$  pour la distribution avec éléments mous. Si la distribution aléatoire semble plus représentative de l'état structural des verres métalliques, la valeur de l'angle de  $61^\circ$  est quant à elle éloignée des valeurs expérimentales mesurées dans la littérature :  $42^\circ$  en moyenne pour un essai de compression ([Zhang et al., 2003b]).

De même que pour la distribution de type éléments mous, une étude en vitesse a été menée permettant d'arriver aux mêmes conclusions que dans le paragraphe 5.2.3.ii. En dehors de la sensibilité à la vitesse, il est intéressant d'étudier l'impact d'une diminution de l'écart-type sur la réponse hétérogène du matériau et notamment d'observer si la localisation disparaît pour une certaine valeur de ce paramètre.

### Effet du changement de l'écart-type

Les calculs présentés dans ce paragraphe sont en tout point identiques, à l'exception de l'écart-type de la distribution aléatoire initiale de volume libre, à celui réalisé précédemment sur l'éprouvette avec l'écart-type  $\sigma = 0,006$ . Les valeurs des écarts-types choisis sont  $\sigma = 6 \cdot 10^{-4}$ ,  $\sigma = 6 \cdot 10^{-5}$  et  $\sigma = 6 \cdot 10^{-6}$ . Les répartitions initiales correspondantes sont respectivement données dans les figures 5.27.a, 5.28.a et 5.29.a avec les répartitions du taux de défauts. On remarque que plus l'écart-type diminue et plus les champs  $x$  et  $c_f$  sont homogènes, avec pour  $x$  des intervalles de plus en plus resserrés autour de la valeur de la moyenne  $\mu = 0,0305$ .

Les images présentées en figures 5.27.b-c et 5.28.b-c et 5.29.b-c montrent les champs du taux de défauts et de la déformation viscoplastique cumulée en cours d'essai, au moment de la localisation, (images (b)) et en fin d'essai (images (c)). Ces figures sont complétées par les figures 5.30 et 5.31 qui rassemblent respectivement les courbes d'évolution de la contrainte et du taux de défauts moyennés sur l'éprouvette en fonction de la déformation moyenne pour la première et les courbes d'évolution des composantes de la déformation pour la seconde. Pour une meilleure lisibilité des courbes, elles ont été décalées en déformation.

À même déformation macroscopique finale, une diminution de l'écart-type a pour conséquence de retarder la localisation (cf. figures 5.27.b, 5.28.b et 5.29.b). Celle-ci intervient donc à des déformations totales de plus en plus importantes. Ceci est visible sur les courbes macroscopiques où le détachement du comportement homogène, qui traduit la localisation, se fait pour

des déformations croissantes (cf. figure 5.30 et 5.31).

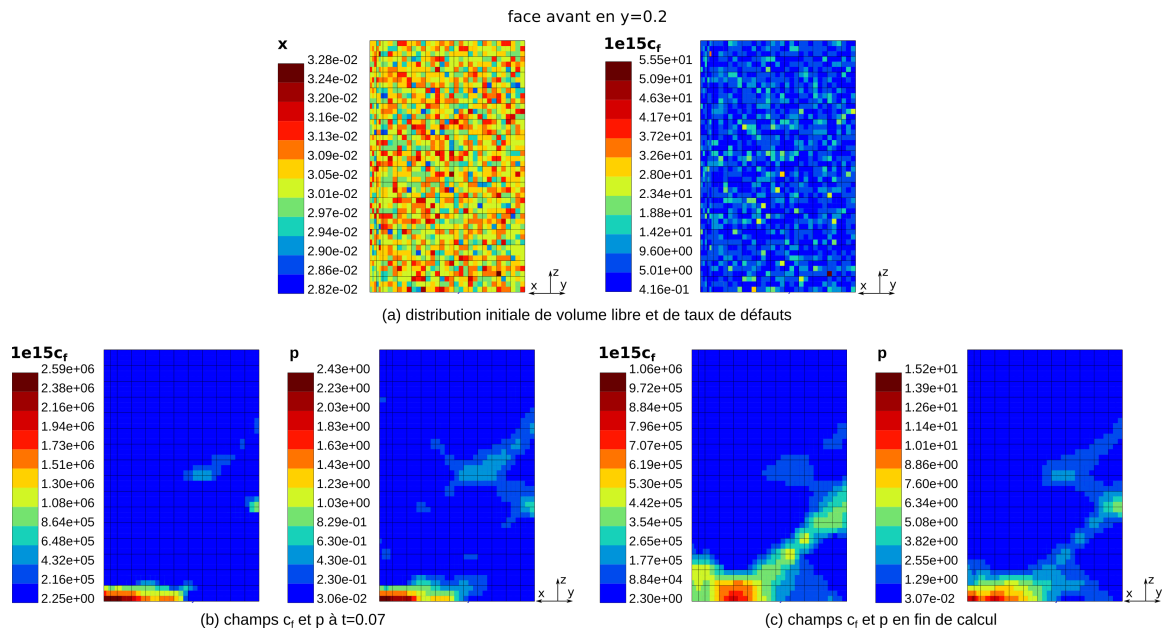


FIG. 5.27 Champs de volume libre, taux de défauts et déformation viscoplastique observés à différents instants pour la réponse de l'échantillon avec une distribution initiale de moyenne  $\mu = 0,0305$  et d'écart-type  $\sigma = 6 \cdot 10^{-4}$  : (a) distribution initiale de volume libre et de taux de défauts, (b) champs  $c_f$  et  $p$  au moment de la localisation et (c) champs  $c_f$  et  $p$  en fin d'essai.

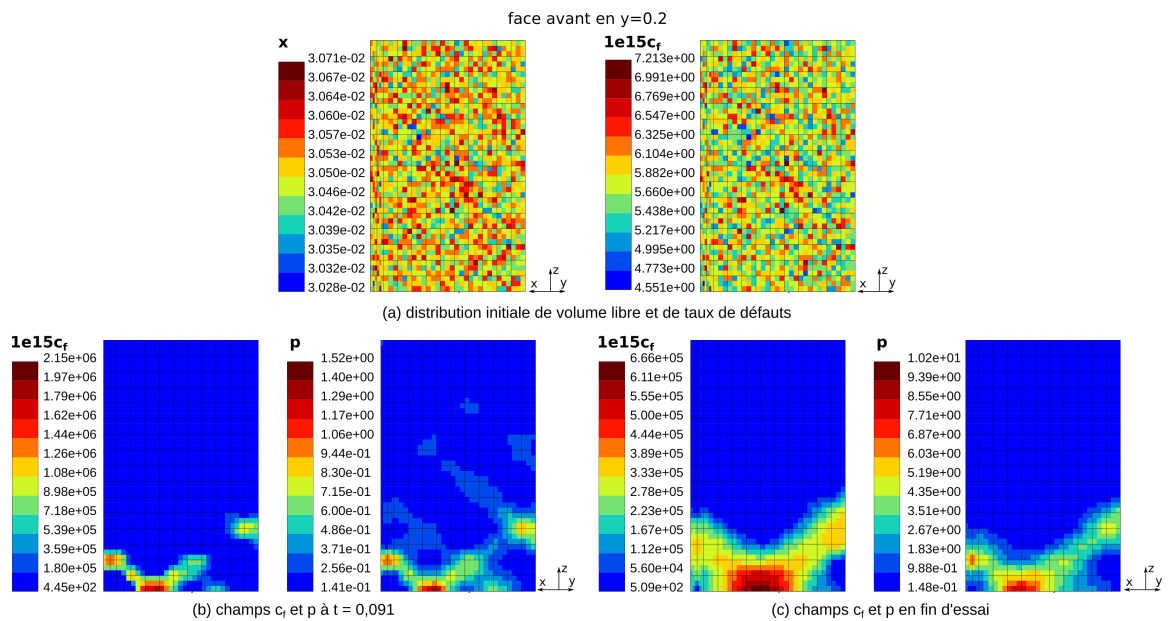


FIG. 5.28 Champs de volume libre, taux de défauts et déformation viscoplastique observés à différents instants pour la réponse de l'échantillon avec une distribution initiale de moyenne  $\mu = 0,0305$  et d'écart-type  $\sigma = 6 \cdot 10^{-5}$  : (a) distribution initiale de volume libre et de taux de défauts, (b) champs  $c_f$  et  $p$  au moment de la localisation et (c) champs  $c_f$  et  $p$  en fin d'essai.

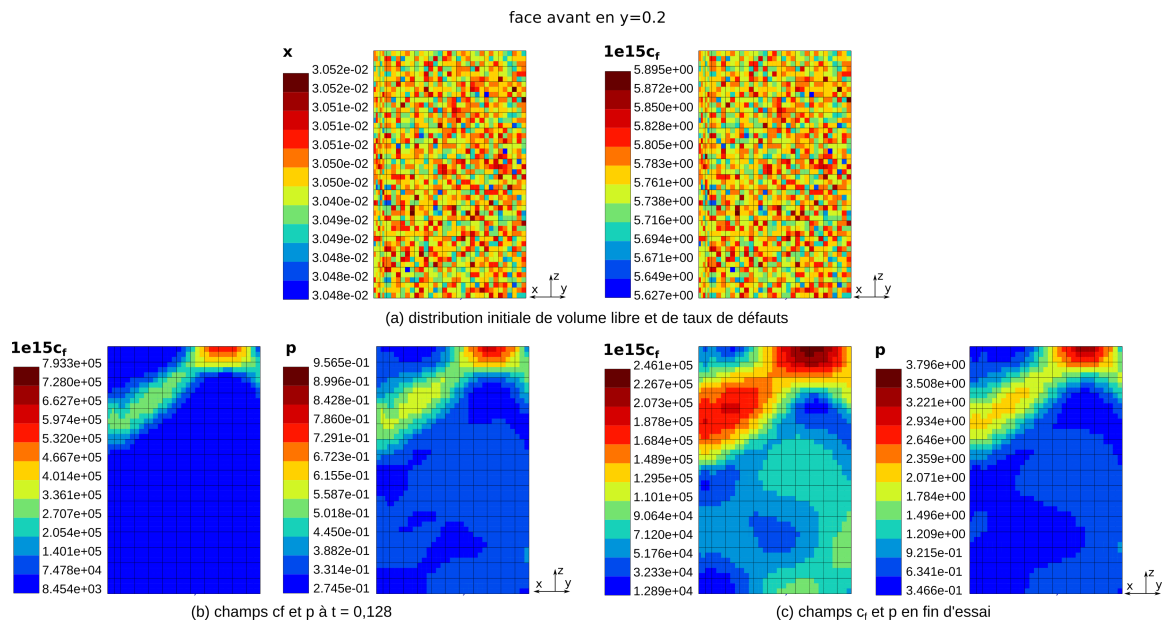


FIG. 5.29 Champs de volume libre, taux de défauts et déformation viscoplastique observés à différents instants pour la réponse de l'échantillon avec une distribution initiale de moyenne  $\mu = 0,0305$  et d'écart-type  $\sigma = 6 \cdot 10^{-6}$  : (a) distribution initiale de volume libre et de taux de défauts, (b) champs  $c_f$  et  $p$  au moment de la localisation et (c) champs  $c_f$  et  $p$  en fin d'essai.

Au moment de la localisation, les valeurs de déformation viscoplastique et de taux de défauts sont de plus en plus faibles au fur et à mesure que l'écart-type diminue. En homogénéisant la distribution initiale, les cinétiques d'évolution du taux de défauts et de la déformation viscoplastique suivent de plus en plus celles de la réponse homogène et sont donc ralenties (cf. figures 5.30 et 5.31). Le détachement du comportement homogène se faisant de plus en plus tard, l'augmentation locale de  $c_f$  et de  $p$  est de plus en plus faible au moment de la localisation, ce qui explique la baisse de ces deux grandeurs avec l'écart-type quand la localisation apparaît (cf. figures 5.27.b, 5.28.b et 5.29.b).

De même en fin d'essai, les valeurs des champs  $c_f$  et  $p$  diminuent avec l'écart-type (cf. figures 5.27.c, 5.28.c et 5.29.c). Pour le taux de défauts, le rapport entre la valeur maximale de cette variable et sa valeur minimale est de plus en plus petit ce qui traduit un comportement de plus en plus homogène. À même vitesse de déformation viscoplastique finale, cela se traduit macroscopiquement par un plateau final de  $c_f$  de plus en plus élevé et proche du plateau homogène, et donc par un plateau de contrainte de plus en plus bas et proche de celui du plateau homogène (cf. figures 5.30 et 5.31).

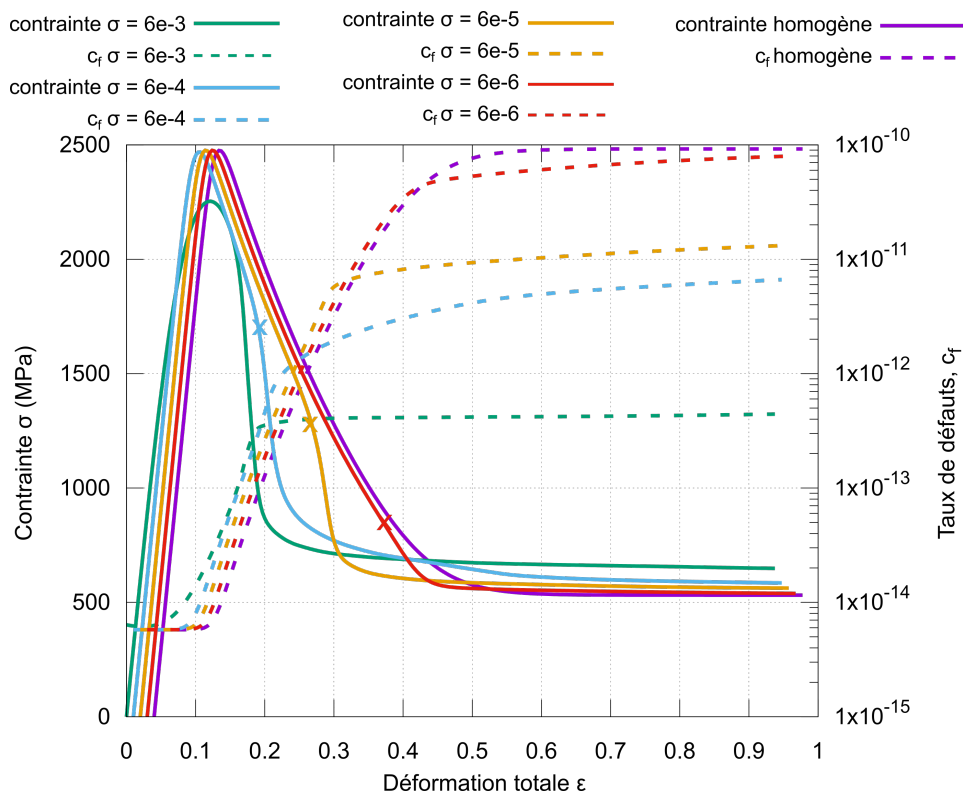


FIG. 5.30 Effet de la variation de l'écart-type de la distribution aléatoire initiale de volume libre sur l'évolution de la contrainte et du taux de défauts en fonction de la déformation moyenne. Les courbes en trait plein tracent l'évolution de la contrainte et celles en pointillés tracent l'évolution du taux de défauts. Les courbes ont été décalées en déformation pour une meilleure lisibilité.

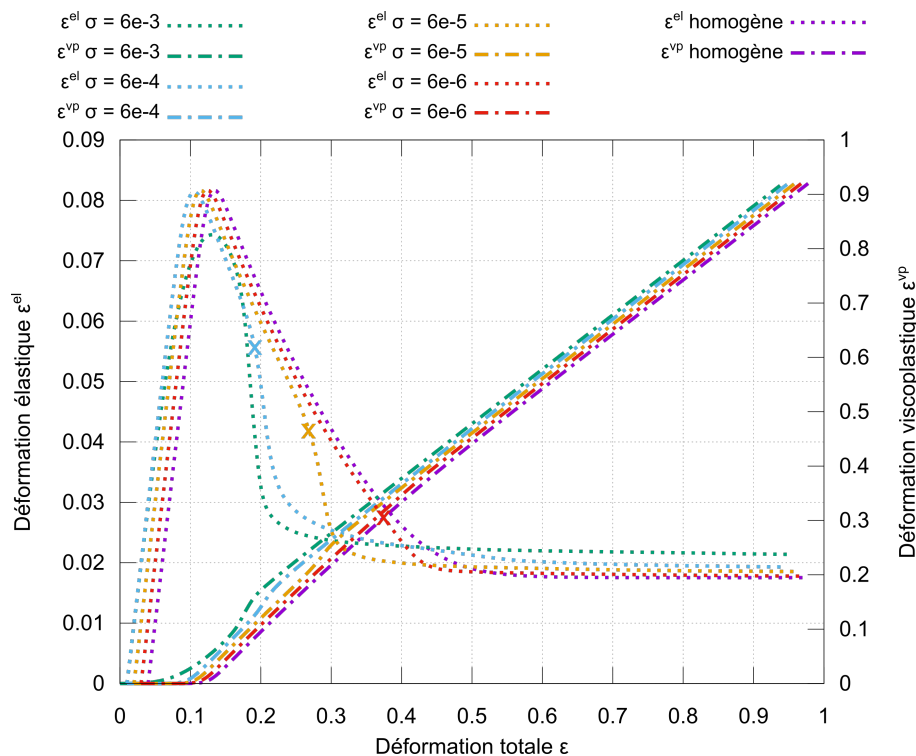


FIG. 5.31 Effet de la variation de l'écart-type de la distribution aléatoire initiale de volume libre sur l'évolution des déformations élastique et viscoplastique en fonction de la déformation moyenne. Les courbes ont été décalées en déformation pour une meilleure lisibilité.

## Bilan

La présente étude nous a permis de démontrer qu'une distribution de type aléatoire, représentative de l'état structural des verres métalliques, permet d'initier des bandes de cisaillement au sein du matériau. En perturbant le champ initial de volume libre, notamment avec des valeurs importantes de cette grandeur, nous créons des zones où la viscosité diminue rapidement provoquant l'adoucissement du matériau et la localisation de la déformation dans ces zones. En revanche, contrairement au cas des éléments mous, il est difficile de prédire la zone où la bande va se développer. Les résultats des simulations ont d'ailleurs montré des zones de localisation différentes en fonction des distributions initiales.

L'étude de la dépendance de la localisation avec l'écart-type de la distribution initiale n'a pas permis de déterminer une valeur de ce paramètre pour laquelle la localisation ne se produit pas. Cependant, la diminution de ce paramètre entraîne une localisation de moins en moins intense avec un comportement macroscopique tendant de plus en plus vers le comportement homogène.

### 5.2.4 Synthèse

Nous avons vu dans cette section que le modèle sans diffusion élaboré permet de modéliser les phénomènes de localisation pour différentes vitesses de sollicitations et différentes distributions initiales de volume libre. Le cas le plus favorable semble être celui avec la distribution initiale de type éléments mous qui donne une bande plus nette avec des grandeurs  $c_f$  et  $p$  homogénéisées en son sein. De plus avec ce type de distribution, il semble plus facile de contrôler la zone où la ou les bandes vont s'initier. En revanche, la distribution aléatoire de volume libre est plus représentative d'un cas d'éprouvette réelle où la distribution de volume ne suit pas de règle particulière et est réellement aléatoire. C'est donc cette répartition aléatoire qui est choisie pour l'étude suivante.

La réponse du matériau obtenue avec le modèle sans diffusion a, en revanche, l'inconvénient de dépendre du maillage du fait, notamment, qu'aucune longueur caractéristique n'est insérée dans le modèle. Par conséquent, s'il est possible de modéliser la localisation, il est en revanche impossible de mesurer une largeur de bandes. Afin de supprimer ces inconvénients, les équations telles qu'elles ont été écrites en section 5.1.1, en gardant le terme de diffusion du volume libre, ont été implémentées.

### 5.3 Étude du modèle avec diffusion

Dans cette seconde partie de l'étude sur la localisation, nous étudions le modèle présenté dans la section 5.1.1 en prenant en compte les effets de la diffusion du volume libre. Les équations implémentées sont donc les suivantes :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} \quad (5.3.1)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^e = \mathbb{C}^{e-1} : \underline{\underline{\sigma}} = \frac{1}{E} \left( (1 + \nu) \underline{\underline{\sigma}} - \nu \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \right) \quad (5.3.2)$$

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{\underline{s}}}{\sigma_{\text{éq}}^{VM}} \quad (5.3.3)$$

$$\dot{p} = \dot{\varepsilon}_{0c} \exp\left(\frac{-1}{x}\right) \sinh\left(\frac{f(\underline{\underline{\sigma}}) V}{2\sqrt{3}k_B T_0}\right) \quad (5.3.4)$$

$$\dot{x} = D\Delta(x) + a_x \dot{p} - k_r x^2 \left( \exp\left(\frac{-1}{x}\right) - c_{f\text{éq}} \right) \quad (5.3.5)$$

Dans cette section, nous commençons par présenter la façon dont nous avons implémenté les équations du modèle dans un code de calcul par éléments finis et notamment nous détaillons comment nous avons pris en compte le couplage entre les deux physiques en jeu que sont la diffusion et la mécanique. Dans un second temps, nous présentons la mise en place des simulations. Enfin, nous décrivons les résultats obtenus pour une distribution de volume libre aléatoire et nous les comparons aux résultats obtenus avec le modèle sans diffusion.

#### 5.3.1 Implémentation du modèle dans un code de calcul par éléments finis par une approche partitionnée

Le modèle prenant en compte la diffusion du volume libre couple la mécanique et la diffusion. Pour résoudre les équations, nous avons mis en place une approche partitionnée dans laquelle nous avons utilisé un modèle et un solveur mono-physique pour chacune des physiques mises en jeu. Le principe général est le suivant : à partir des résultats obtenus pour un solveur, on extrait les grandeurs physiques sur lesquelles porte le couplage et on les injecte en entrée de l'autre solveur et ainsi de suite. Le couplage est dit fort : les deux physiques, mécanique ou diffusion, dépendent donc l'une de l'autre. Aucune des deux simulations ne peut être menée à bien indépendamment de l'autre. Des échanges de données, dans les deux sens et à intervalles de temps réguliers, entre chacun des solveurs permettent d'assurer le couplage. Chaque simulation est donc menée pas à pas et les résultats de chaque solveur sont échangés à chaque pas de temps (en début, en fin ou bien les deux). Ces échanges doivent être effectués aux mêmes instants pour les deux solveurs, ce qui implique un choix de pas de temps commun aux deux. La diffusion nécessitant des pas de temps plus petits que la mécanique, c'est elle qui pilote la taille du pas de temps.

##### 5.3.1.i La partie mécanique

Le solveur mécanique résout les équations de la mécanique : loi d'état et loi d'évolution (cf. équation 5.3.6). En fin de pas de temps précédent, il a reçu la valeur du volume libre  $x$  du solveur diffusion, et il utilise cette valeur afin de résoudre les équations pour le pas de temps courant. Les

équations de comportement sont intégrées localement à l'aide d'une méthode explicite de Runge-Kutta d'ordre 2. Une telle méthode a été décrite en section 5.2.1.iii. La résolution du problème mécanique global est ensuite réalisée à l'aide d'une méthode de Newton comme présenté en section 5.2.1.v. En fin de pas de temps, le solveur renvoie la valeur de  $\dot{p}$ , le taux de déformation plastique cumulée, au solveur qui résout la partie diffusion.

$$\left\{ \begin{array}{l} \underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} \\ \underline{\underline{\varepsilon}}^e = \mathbb{C}^{e-1} : \underline{\underline{\sigma}} = \frac{1}{E} \left( (1 + \nu) \underline{\underline{\sigma}} - \nu \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{I}} \right) \\ \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{\underline{s}}}{\sigma_{\text{éq}}^{VM}} \\ \dot{p} = \dot{\varepsilon}_{0c} \exp\left(\frac{-1}{x}\right) \sinh\left(\frac{f(\underline{\underline{\sigma}}) V}{2\sqrt{3}k_B T_0}\right) \\ f(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{\frac{3}{2}} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}} = \sigma_{\text{éq}}^{VM} \end{array} \right. \quad (5.3.6)$$

Les calculs de la partie mécanique renvoient des contraintes et déformations. Les simulations se font donc aux points de Gauss ou points d'intégration.

### 5.3.1.ii La partie diffusion

Le solveur diffusion résout l'équation cinétique gouvernant l'évolution du volume libre (cf. équation 5.3.7). Il reçoit, en début de pas de temps, la valeur du taux de déformation plastique cumulée,  $\dot{p}$  et résout l'équation de diffusion pour le pas de temps courant. Le schéma d'intégration local utilisé est là encore une méthode explicite de type Runge-Kutta d'ordre 2, qui garantit une bonne convergence pour des petits pas de temps. En fin de pas de temps, le solveur renvoie la valeur du volume libre  $x$  au solveur résolvant la mécanique.

$$\dot{x} - D\Delta(x) = a_x \dot{p} - k_r x^2 \left( \exp\left(\frac{-1}{x}\right) - c_{f_{\text{éq}}} \right) \quad (5.3.7)$$

Dans l'équation 5.3.7, le terme de droite représente le terme source de l'équation de diffusion. Son signe doit être tel que s'il est positif alors le volume libre augmente. Ce terme source est calculé aux points de Gauss. La valeur du volume libre  $x$ , quant à elle, est une grandeur nodale.

### 5.3.1.iii Le couplage des deux physiques

Le schéma présenté en figure 5.32 représente le principe de la résolution du problème couplé par approche partitionnée. Y sont présentés l'étape d'initialisation du calcul et les divers échanges à chaque début et fin de pas de temps. Les équations de chacune des physiques sont implémentées et résolues dans le solveur ZÉBULON<sup>®</sup>. Chaque physique a son propre fichier de calcul. Chacun de ces deux fichiers est accompagné d'un fichier écrit en python qui permet de piloter la résolution des équations de chacune des physiques mais aussi les différents dialogues entre les solveurs. C'est dans ces fichiers python que sont définis l'étape d'initialisation et les échanges réalisés à chaque début et fin de pas de temps (cf. figure 5.32).

Dans l'étape d'initialisation, la répartition du volume libre est définie. Une valeur de quantité de volume libre est affectée à chaque nœud du maillage selon le type de champ hétérogène



choisi. Ces valeurs sont ensuite interpolées aux points d'intégration puis envoyées au solveur mécanique, celui-ci étant le premier à effectuer un pas de temps de calcul.

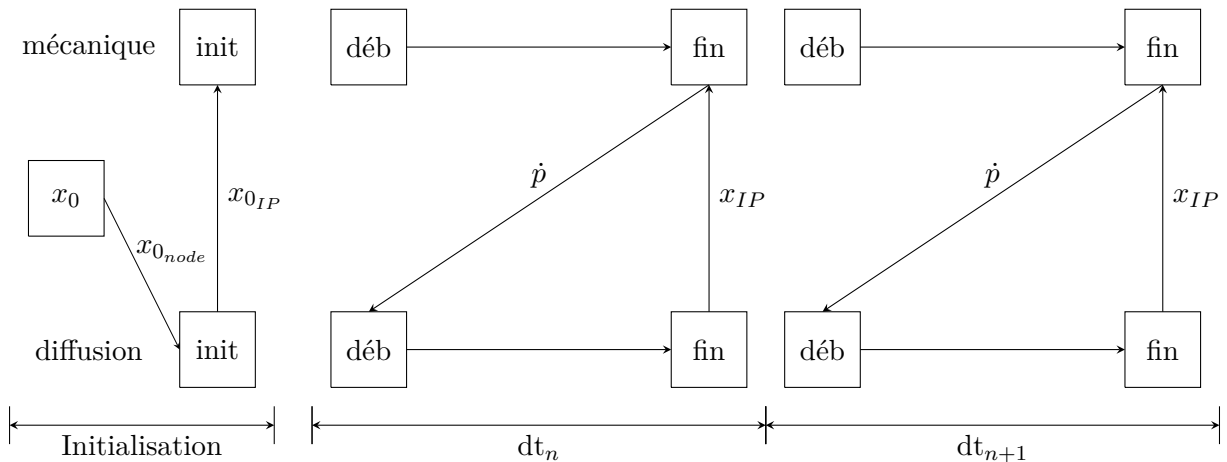


FIG. 5.32 Schéma représentatif de la résolution des équations du modèle avec diffusion par approche partitionnée

Au cours d'un pas de temps  $dt_n$ , le solveur de la mécanique résout les équations de comportement avec les valeurs du champ  $x$  reçues en fin de pas de temps  $dt_{n-1}$ . En fin de pas de temps, le solveur envoie la valeur  $\dot{p}$  au solveur diffusion. Celui-ci reçoit donc en début de pas de temps la valeur  $\dot{p}$  et l'intègre au calcul du terme source (cf. équation 5.3.7). Le solveur diffusion résout l'équation d'évolution du volume libre et envoie en fin de pas de temps la valeur du champ  $x$  trouvée aux points d'intégration. Ce schéma se répète au pas de temps suivant et ainsi de suite.

En résumé, les fichiers python définissent le dialogue entre solveurs comme suit :

- Mécanique
  - Initialisation : Réception de  $x_0$  aux points de Gauss
  - Début de pas de temps : aucune action
  - Fin de pas de temps : Envoi de  $\dot{p}$  et Réception de  $x$
- Diffusion
  - Initialisation : Lecture du champ de répartition du volume libre et interpolation aux points de Gauss ; Envoi des valeurs au solveur mécanique
  - Début de pas de temps : Réception de  $\dot{p}$
  - Fin de pas de temps : Envoi de  $x$

### 5.3.2 La localisation de la déformation avec diffusion

La présente étude vise à développer une méthode par éléments finis qui permet d'étudier la localisation de la déformation sous forme de bandes se développant sous un état de contraintes multiaxiales. Les résultats de la section précédente ont démontré la capacité de la méthode et du modèle sans diffusion à rendre compte de la formation des bandes et leur développement. En revanche, du fait qu'il est indépendant de toute échelle de longueur, le modèle sans diffusion ne permet pas de mesurer une largeur de bande.

Dans la présente étude, la diffusion du volume libre est prise en compte par l'ajout dans l'équation d'évolution du volume libre d'un terme  $D\Delta x$ . Ce terme permet d'introduire une longueur interne caractéristique  $l_c$  qui gouverne l'épaisseur des bandes et qui est définie, d'après la théorie de Spaepen ([Spaepen, 1977]) par :

$$l_c = \sqrt{\frac{6D}{\nu c_f \exp(-\Delta G^m/k_B T_0)}} \quad (5.3.8)$$

où  $D$  est le coefficient de diffusion,  $\nu$  la fréquence de vibration des atomes, prise égale à la fréquence de Debye soit  $1 \cdot 10^{13} \text{s}^{-1}$  et  $\Delta G^m$  l'énergie d'activation d'un saut atomique. Les valeurs de  $D$  et  $\Delta G^m$  sont estimées à partir de données de la littérature pour un verre base Zr, le Vitreloy 1.

Les études sur la diffusion du volume libre étant peu ou non présentes dans la littérature, la valeur du coefficient de diffusion  $D$  a été estimée à partir de données de la littérature sur la diffusion d'atomes dans une matrice amorphe à température ambiante. Ce coefficient se définit grâce à une loi d'Arrhénius et a pour expression :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{k_B T_0}\right) \quad (5.3.9)$$

où  $D_0$  est un facteur pré-exponentiel,  $Q$  une énergie d'activation,  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $T_0$  la température. On s'appuie sur la courbe de la figure 1.8 donnée dans la chapitre 1 p. 11 pour déterminer les valeurs de  $D_0 = 1,82 \cdot 10^{-11} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$  et de  $Q = 1,05 \text{eV}$ . Le coefficient  $D$  est donc égal à  $5,64 \cdot 10^{-21} \text{m}^2 \text{s}^{-1}$ .

La valeur de  $\Delta G^m$  est estimée à 0,35 eV ([Li et al., 2014]) et celle de  $c_f$  est prise égale à  $c_{f_{eq}} = 6,62 \cdot 10^{-15}$ . Avec ces valeurs, la longueur interne  $l_c$  est estimée à 27 nm. Cette valeur est du même ordre de grandeur que celles données dans les études de Li et al. et Thamburaja et al., qui les ont respectivement estimées (sans expliciter de calcul) à 2,5 nm ([Li et al., 2014]) et 10 nm ([Thamburaja and Ekambaram, 2007]). La prise en compte de cette longueur caractéristique devrait permettre également de lever la dépendance au maillage de la largeur des bandes obtenues par le calcul numérique.

### 5.3.2.i Mise en place des simulations

Avant de présenter les différents résultats de simulations obtenus avec le modèle décrit par les équations 5.3.1 à 5.3.5, il convient de décrire la géométrie et le maillage choisis ainsi que les caractéristiques des essais simulés.

### Géométrie d'éprouvette et maillage

Du fait de l'ajout d'un terme diffusif dans la cinétique d'évolution du volume libre, le modèle est dépendant d'une échelle de longueur égale à  $l_c$  (cf. équation 5.3.8). La longueur de l'éprouvette sur laquelle les calculs sont réalisés n'est donc plus en unité arbitraire. Le choix est fait du micromètre. L'éprouvette est discrétisée avec des éléments C3D20. La taille de maille est fixée en fonction de la longueur interne  $l_c$  introduite et doit être inférieure ou égale à sa valeur pour que les effets de la diffusion soit correctement captés par tous les éléments à chaque pas

de temps.

Afin de garder la même géométrie et la même discrétisation que dans les sections précédentes, un facteur de  $\frac{1}{100}$ <sup>ème</sup> est appliqué à toutes les longueurs de l'éprouvette utilisée pour les calculs sans diffusion. L'éprouvette étudiée ici a donc pour dimensions  $0,02 \times 0,004 \times 0,032 \mu\text{m}^3$  (cf. figure 5.33.a) et la taille de maille est fixée à  $0,002 \mu\text{m}$  soit  $2 \text{ nm}$  (cf. figure 5.33.b). L'éprouvette est à nouveau discrétisée en 320 éléments. Avec ce choix, la convergence en maillage est vérifiée (cf. annexe H).

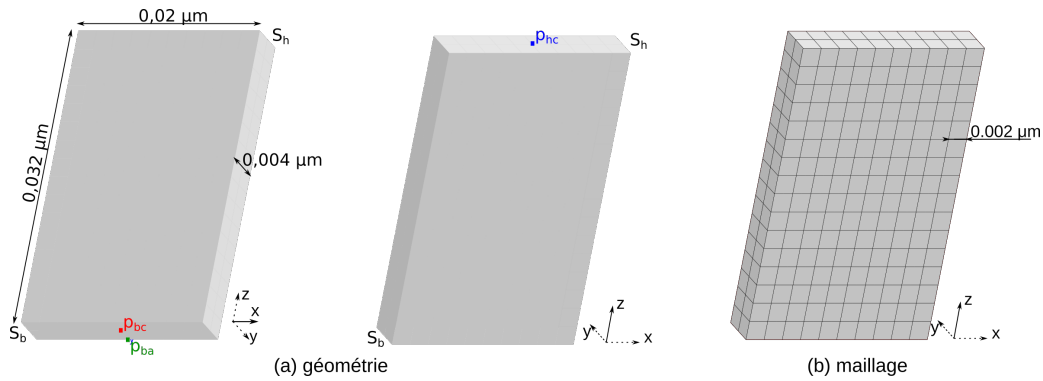


FIG. 5.33 (a) Géométrie et (b) maillage de l'éprouvette utilisée pour les simulations avec le modèle avec diffusion. Les indices h et b correspondent respectivement au haut et au bas de l'éprouvette, les indices c au centre et l'indice a à l'arrête.

### Pilotage des essais simulés et conditions limites

Le choix d'unité fait pour les longueurs et les déplacements est le micromètre, celle pour les contraintes est le mégapascal. Le jeu de paramètres *param2* choisi pour réaliser les différentes simulations, auquel on rajoute le coefficient  $D$ , a été exprimé dans le système d'unités choisi (cf. tableau 5.4) :

	<i>param2</i>
$V_a (\mu\text{m}^3)$	$1,26 \cdot 10^{-10}$
$a_x$	0,034
$k_r (\text{s}^{-1})$	$6,07 \cdot 10^{11}$
$\dot{\epsilon}_{0c} (\text{s}^{-1})$	$5,51 \cdot 10^9$
$c_{f\dot{\epsilon}_q}$	$6,62 \cdot 10^{-15}$
$T_0 (\text{K})$	556
$E (\text{MPa})$	$30,3 \cdot 10^3$
$D \mu\text{m}^2/\text{s}$	$5,64 \cdot 10^{-9}$

TAB. 5.4 Paramètres du modèle avec diffusion

L'éprouvette présentée dans le paragraphe précédent est comprimée selon la direction  $z$ . Les mêmes conditions aux limites en déplacement que pour l'étude du modèle sans diffusion sont retenues. Sur chaque extrémité (surface  $S_h$  et  $S_b$ ) la condition limite retenue est le glissement parfait. Les surfaces latérales verticales sont laissées libres : aucun déplacement ou effort n'y est imposé.

Les essais sont toujours pilotés en déplacement. Une vitesse de déplacement constante  $V_0$  est imposée selon  $z$  à tous les nœuds de la surface haute  $S_h$ . La valeur de la vitesse  $V_0$  choisie est de  $0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Cette valeur permet d'avoir une vitesse de déformation macroscopique moyenne de  $3,125 \text{s}^{-1}$ , égale à celle des essais réalisés dans la section 5.2.3 avec le modèle sans diffusion pour la vitesse  $V_0 = 10 \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Le déplacement final  $U_{\text{fin}}$  imposé est de  $0,03 \mu\text{m}$ , ce qui correspond à une déformation moyenne finale  $\varepsilon_{\text{fin}}$  de 93,75 %.

### Champ initial de volume libre

La répartition initiale choisie est la distribution aléatoire. Les valeurs initiales de volume libre sont définies aux nœuds du maillage. Elles suivent une loi normale de moyenne  $\mu = 0,0305$  et d'écart-type  $\sigma = 0,006$ . La figure 5.34.a présente la répartition initiale aux nœuds. Le champ résultat de l'interpolation de ces valeurs aux points d'intégration est donné en figure 5.34.b et les valeurs correspondantes du champ  $c_f$  en figure 5.34.c.

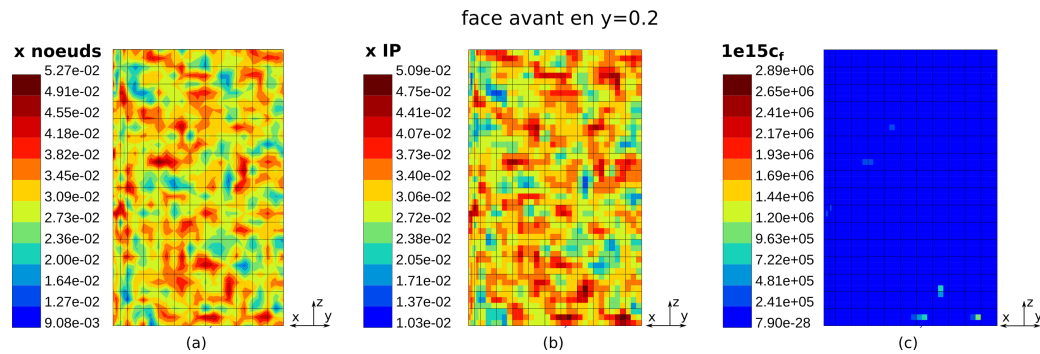


FIG. 5.34 Répartition initiale de volume libre pour les simulations avec le modèle prenant en compte la diffusion du volume libre : (a) valeurs aux nœuds, (b) valeurs interpolées aux points de Gauss, (c) champ correspondant du taux de défauts.

### Dépouillement des essais

À l'issue des simulations, le même dépouillement que celui effectué pour les simulations avec le modèle sans diffusion est effectué. L'évolution à échelle macroscopique mais aussi au sein de l'éprouvette de certaines variables a été observée. D'une part, les courbes d'évolution du taux de défauts  $c_f$  et de la contrainte normale selon  $z$ ,  $\sigma_{33}$ , moyennées sur toute l'éprouvette sont tracées en fonction de la déformation moyenne  $\varepsilon_{33}$ . D'autre part, l'évolution des grandeurs  $c_f$  et  $p$  (déformation viscoplastique cumulée) au sein de l'éprouvette est étudiée à chaque pas de temps.

Les résultats du calcul réalisé avec le modèle avec diffusion sont comparés aux résultats du même calcul avec le modèle sans diffusion où la répartition initiale de volume libre imposée aux points de Gauss est celle présentée en figure 5.34.b. Cette comparaison permet d'étudier l'impact de la prise en compte de la diffusion sur la formation et le développement des bandes de cisaillement.

### 5.3.2.ii Effets de la diffusion sur la localisation de la déformation

Cette sous-section présente les résultats des simulations avec et sans prise en compte de la diffusion obtenus avec la répartition initiale aléatoire du volume libre donnée en figure 5.34. Les images données en figure 5.35 montrent les champs de volume libre en milieu et en fin d'essai obtenus après calcul avec les deux modèles. Si le volume libre se concentre dans les mêmes zones pour les deux modèles, la diffusion permet d'homogénéiser la transition entre ces zones de forte concentration et des zones contenant moins de volume libre. Au contraire, avec le modèle sans diffusion, tout le volume libre se concentre dans une zone et n'en sort plus, ce qui explique que des zones larges de fortes concentrations sont observées et que la transition avec des zones moins concentrées est plus nette.

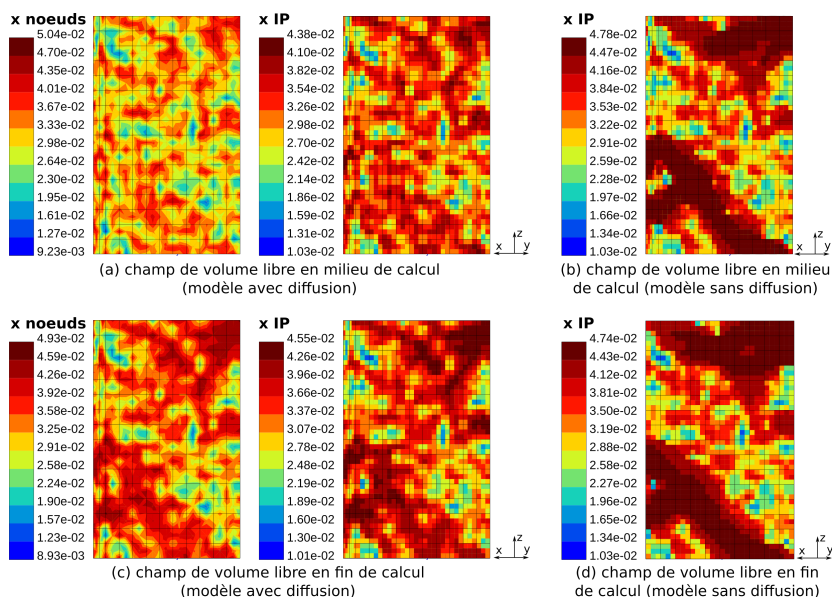


FIG. 5.35 Champs du volume libre observé en milieu et en fin d'essai sur les éprouvettes testées avec et sans la prise en compte de la diffusion du volume libre, pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  : (a) et (c) champs  $x$  aux nœuds et aux points de Gauss respectivement en milieu et en fin d'essai pour le modèle avec diffusion ; (b) et (d) champs  $x$  aux points de gauss respectivement en milieu et en fin d'essai pour le modèle sans diffusion.

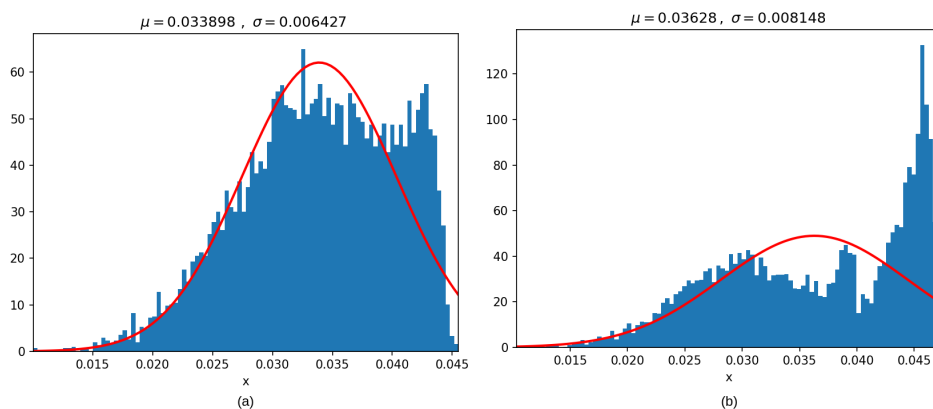


FIG. 5.36 Histogramme des valeurs finales du champ de volume libre aux points de Gauss observé sur les éprouvettes testées (a) avec et (b) sans la prise en compte de la diffusion du volume libre, pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Les courbes rouges tracent les courbes de densité de probabilité.

Les effets de la diffusion s'observent aussi si on trace l'histogramme des valeurs finales de volume libre aux points de Gauss pour les deux modèles (cf. figure 5.36). En effet, on remarque sur l'histogramme du modèle avec diffusion que la distribution ne suit plus une loi normale et qu'une homogénéisation se produit pour des valeurs de  $x$  au-delà de 0,030 (cf. figure 5.36.a). En revanche, pour l'histogramme des valeurs obtenues avec le modèle sans diffusion, même si les valeurs ne suivent plus une loi normale, l'homogénéisation des valeurs ne s'est pas produite et on voit apparaître deux pics : l'un centré sur la valeur moyenne de  $x$  dans la zone de concentration de volume libre et l'autre premier centré sur la valeur moyenne dans la zone non concentrée en volume libre.

Les images données en figures 5.37, 5.38, 5.39 et 5.40 présentent les champs du taux de défauts  $c_f$  et de la déformation viscoplastique cumulée  $p$  au sein des éprouvettes testées avec et sans diffusion à différents instants clés des deux calculs. Ces résultats sont complétés par les courbes traçant, à l'échelle macroscopique, l'évolution de la contrainte et du taux de défauts en fonction de la déformation totale en figure 5.41 et celles traçant l'évolution des composantes de la déformation en figure 5.42. Les réponses macroscopiques des deux essais (avec et sans prise en compte de la diffusion) sont tracées. Afin de faciliter les comparaisons, des points ont été placés sur les figures 5.41 et 5.42 permettant de suivre plus facilement l'évolution des grandeurs d'intérêt  $\varepsilon^{el}$ ,  $\varepsilon^{vp}$ ,  $\sigma_{33}$  et  $c_f$

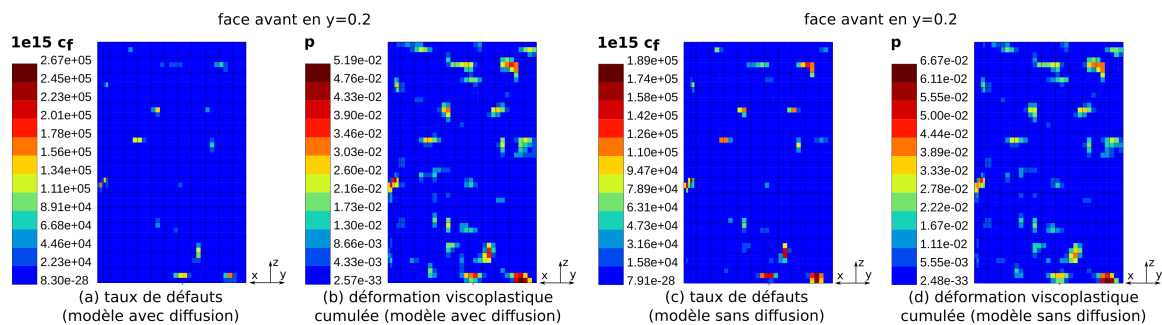


FIG. 5.37 Champs du taux de défauts et de la déformation viscoplastique cumulée observés sur les éprouvettes testées avec et sans la prise en compte de la diffusion du volume libre à  $t = 0,014$ s sur le maillage initial pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  : (a) et (b) respectivement les champs  $c_f$  et  $p$  pour le modèle avec diffusion ; (c) et (d) respectivement les champs  $c_f$  et  $p$  pour le modèle sans diffusion.

Dès le début du calcul et jusqu'à  $t = 0,014$ s (cf. figure 5.37), le taux de défauts  $c_f$  diminue dans toute l'éprouvette ce qui s'observe aussi sur la réponse macroscopique jusqu'au point  $p_1$  et ce quel que soit le modèle (cf. figure 5.41). Comme expliqué précédemment dans le paragraphe 5.2.3.iii cette baisse de  $c_f$  est due à l'annihilation des défauts en début d'essai. A ce stade, l'évolution des grandeurs entre les deux modèles est proche, ce qui est confirmé par les réponses macroscopiques identiques jusqu'au point  $p_1$  qui correspond à l'instant  $t = 0,014$ s (cf. figure 5.41 et 5.42). Au sein de l'éprouvette, la déformation est majoritairement élastique et la contrainte évolue donc linéairement (cf. figure 5.41). Les variations de la déformation viscoplastique observées ne sont pas encore suffisamment significatives pour que l'effet soit ressenti à échelle macroscopique (cf. figure 5.42). Le point  $p_1$  placé dans le creux que fait la courbe d'évolution du taux de défauts de la réponse hétérogène sans diffusion (cf. figure 5.41), marque le début de la phase où  $c_f$  et  $\varepsilon_{vp}$  augmentent pour ce modèle-là. Pour le modèle avec diffusion,

la relaxation est plus longue et le taux de défauts moyen continue de diminuer.

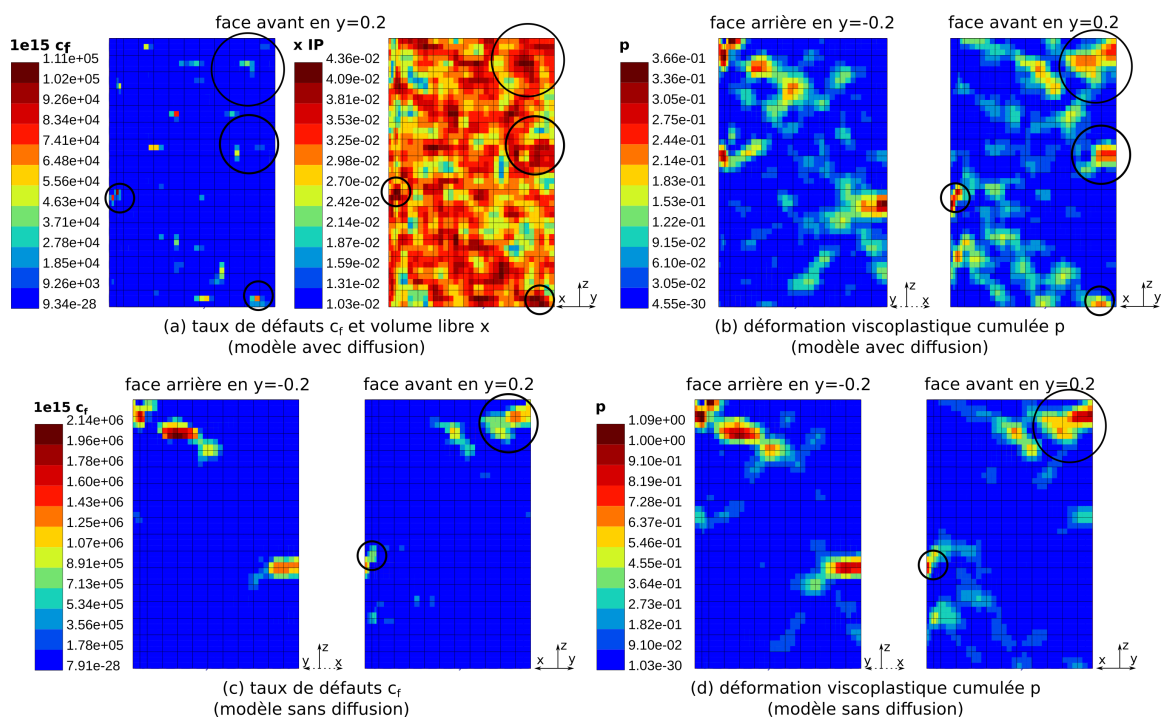


FIG. 5.38 Champs du taux de défauts et de la déformation viscoplastique cumulée observés sur les éprouvettes testées avec et sans la prise en compte de la diffusion du volume libre à  $t = 0,036$ s sur le maillage initial pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  : (a) et (b) respectivement les champs  $c_f$ - $x$  et  $p$  pour le modèle avec diffusion ; (c) et (d) respectivement les champs  $c_f$  et  $p$  pour le modèle sans diffusion. Les zones entourées montrent les zones de localisation.

Entre  $t = 0,014$ s et  $t = 0,036$ s, le taux de défauts augmente dans toute l'éprouvette testée avec le modèle sans diffusion et notamment dans certaines zones entourées en noir (cf. figure 5.38.c). Dans cette zone, la viscosité diminue et, du fait de l'adoucissement du matériau, la déformation viscoplastique commence à s'y localiser (cf. figure 5.38.d). À  $t = 0,036$ s, le taux de défauts  $c_f$  calculé avec le modèle sans diffusion a atteint un maximum dans tous les éléments et à tous les points de Gauss et deux bandes de cisaillement se sont formées. En parallèle, la quantité de volume libre calculée avec le modèle avec diffusion continue de diminuer et par conséquent il en est de même pour le taux de défauts (cf. figure 5.38.a). L'annihilation de défauts du fait de la relaxation se poursuit. Cette phase est plus longue dans le cadre du modèle avec diffusion car en même temps que le volume libre et les défauts d'écoulement en excès sont supprimés le reste du volume libre et des défauts diffusent dans la matière. Il en résulte que la formation de zones de forte concentration en  $x$  et surtout  $c_f$  prend davantage de temps. En revanche, on remarque pour le modèle avec diffusion que la déformation commence à se concentrer dans certaines régions de l'éprouvette entourées en noir où la quantité de volume libre est plus importante. Ces régions sont les mêmes que celles observées avec le modèle sans diffusion et on devine que les bandes vont se développer à partir de ces zones. En revanche, la faible valeur du rapport entre les déformations mesurées dans les régions concentrées et dans les régions non concentrées, et le fait qu'aucune zone de concentration en taux de défauts n'est observée, confirme que la localisation ne s'est pas encore produite. Macroscopiquement, la phase entre les temps  $t = 0,014$ s et  $t = 0,036$ s correspond à celle entre les points  $p_1$  et  $p_2$ , où logiquement les cinétiques d'évolution du taux de



défauts sont différentes (cf. figures 5.41). En revanche les cinétiques d'évolution de la contrainte et de la déformation viscoplastique sont semblables (cf. figures 5.42). En  $p_2$ , la pente d'évolution de la déformation élastique pour le modèle sans diffusion s'annule avant de devenir négative provoquant ainsi un pic de contrainte.

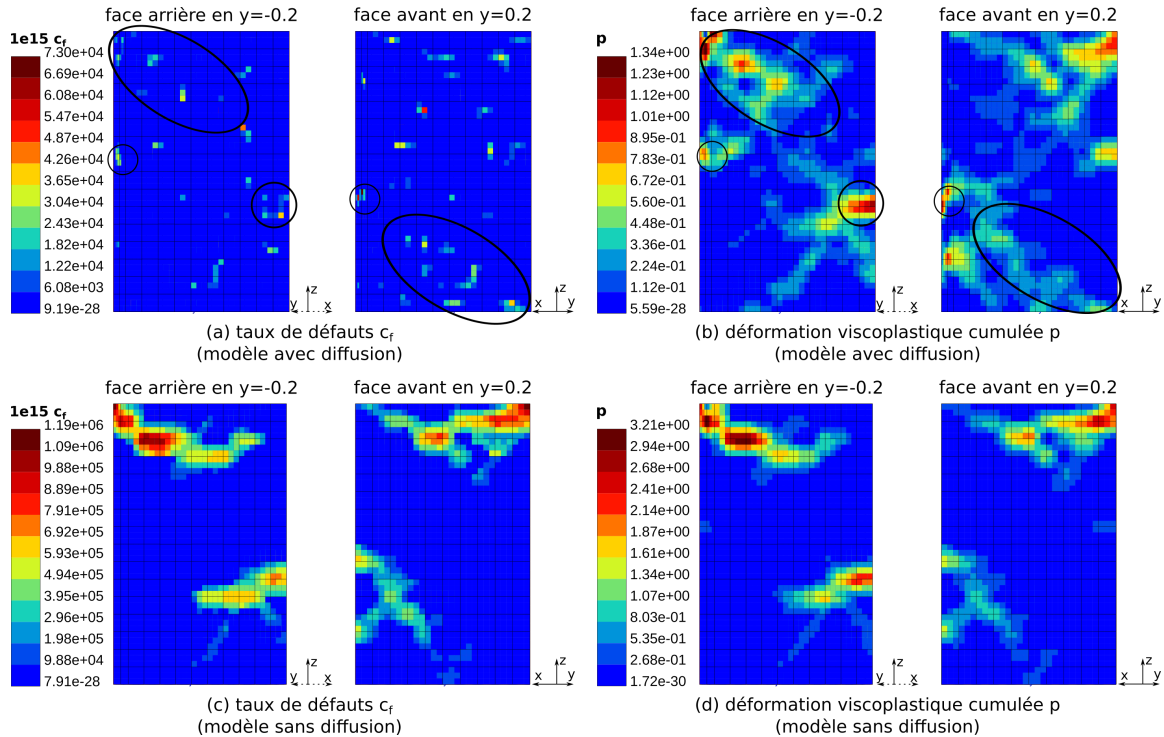


FIG. 5.39 Champs du taux de défauts et de la déformation viscoplastique cumulée observés sur les éprouvettes testées avec et sans la prise en compte de la diffusion du volume libre à  $t = 0,075$ s sur le maillage initial pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  : (a) et (b) respectivement les champs  $c_f$  et  $p$  pour le modèle avec diffusion ; (c) et (d) respectivement les champs  $c_f$  et  $p$  pour le modèle sans diffusion. Les zones entourées montrent les zones de localisation.

Entre  $t = 0,036$ s et  $t = 0,075$ s, le taux de défauts diminue dans les éprouvettes testées avec les deux modèles du fait de la relaxation mais pour des raisons différentes (cf. figure 5.39.a et c). Pour le cas du modèle sans diffusion, la relaxation survient suite à la création d'un nombre important de défauts d'écoulement. Par conséquent, l'annihilation de défauts prend le pas sur la création ce qui se traduit macroscopiquement par une diminution de la pente d'évolution de  $c_f$  entre les points  $p_2$  et  $p_3$  (cf. figure 5.41). Dans le même temps, la déformation viscoplastique continue de se localiser dans les zones de forte concentration en défauts d'écoulement (cf. figure 5.39.d) ce qui se traduit macroscopiquement par une augmentation soudaine de la déformation viscoplastique du fait que sa cinétique est accélérée (cf. figure 5.42). Il en résulte une diminution de la contribution élastique de la déformation et donc une chute de la contrainte (cf. figure 5.41).

Pour le cas du modèle avec diffusion, l'annihilation du surplus de défauts du début d'essai se poursuit jusqu'à atteindre un minimum pour toutes les valeurs du champ  $c_f$  à  $t = 0,075$ s. Ce minimum est aussi atteint macroscopiquement au niveau du point  $p_3$  placé dans le creux de la courbe d'évolution du taux de défauts (cf. figure 5.41). Dans le même temps, la déformation viscoplastique augmente dans toute l'éprouvette mais surtout dans les deux zones apparues au temps  $t = 0,036$ s (cf. figure 5.39.b). Autour de ces zones, du fait de la diffusion, la transition de



cette grandeur est diffuse. Les zones de concentration en déformation viscoplastique entourées en noir se situent dans des régions de l'éprouvette où les défauts d'écoulement commencent à se localiser (cf. figure 5.39.a). Macroscopiquement, l'augmentation de la déformation viscoplastique devient significative et sa cinétique s'accélère (cf. figure 5.42). La cinétique d'évolution de la déformation élastique s'en retrouve ralentit et la contrainte commence à amorcer un pic en  $p_3$  (cf. figure 5.41).

À la fin de l'essai, à  $t = 0,3s$ , on constate, pour les deux modèles, une augmentation de la déformation dans toute l'éprouvette et notamment dans la bande de cisaillement où la majorité de la déformation viscoplastique se concentre (cf. figure 5.40.b et d). Les valeurs finales du champ mesurées sont supérieures dans le cas du modèle sans diffusion du fait que les taux de défauts sont plus élevés (cf. figure 5.40.b et d). Ceci est confirmé par les courbes macroscopiques (cf. figures 5.41 et 5.42), où on observe une augmentation de ces deux champs de même qu'une déformation viscoplastique macroscopique et un taux de défauts supérieurs dans le cas du modèle sans diffusion.

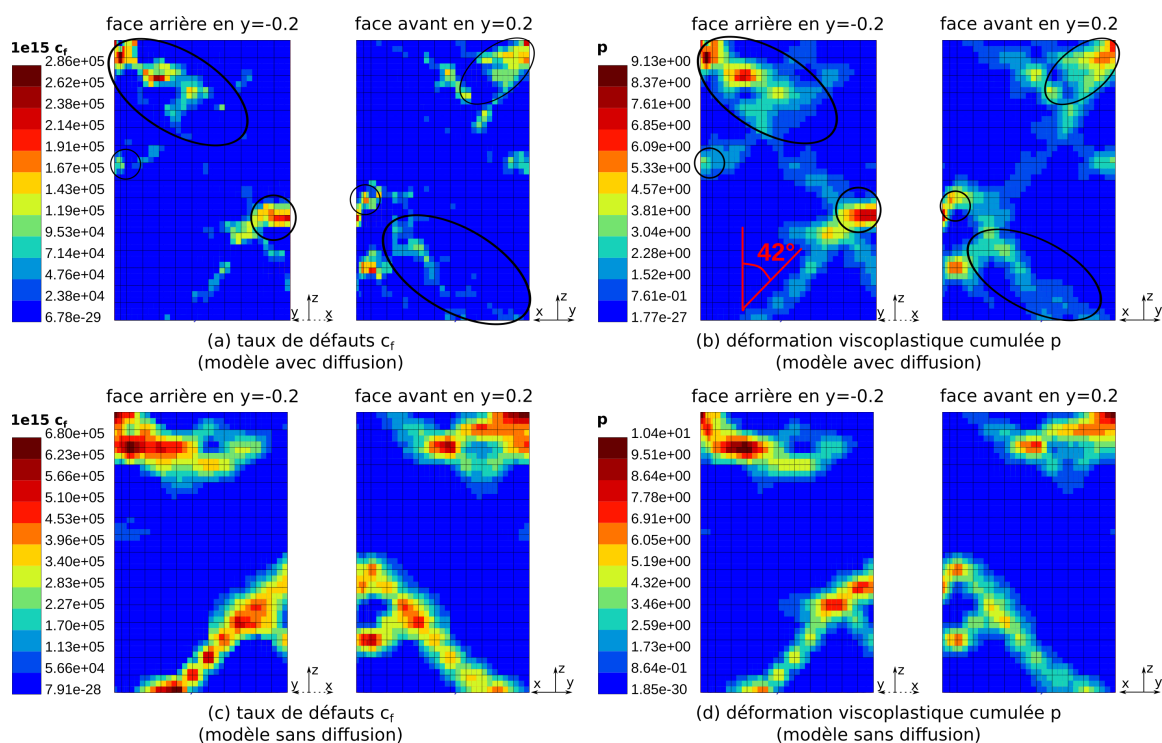


FIG. 5.40 Champs du taux de défauts et de la déformation viscoplastique cumulée observés sur les éprouvettes testées avec et sans la prise en compte de la diffusion du volume libre en fin d'essai sur le maillage initial pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  : (a) et (b) respectivement les champs  $c_f$  et  $p$  pour le modèle avec diffusion ; (c) et (d) respectivement les champs  $c_f$  et  $p$  pour le modèle sans diffusion. Les zones entourées montrent les zones de localisation.

L'évolution du taux de défauts est différente selon le modèle. On constate une hausse dans l'ensemble de l'éprouvette dans le cas du modèle avec diffusion : les défauts sont créés suite à l'augmentation de déformation viscoplastique (cf. figure 5.40.a). Macroscopiquement, on observe après  $p_3$  l'augmentation du taux de défauts moyen (cf. figure 5.41), d'abord légère jusqu'à  $p_4$  puis plus élevée après  $p_4$  du fait que la déformation est essentiellement viscoplastique (cf. figure 5.42). Il en résulte une diminution de la contrainte. Pour le modèle sans diffusion, la baisse du taux de défauts dans l'éprouvette continue (cf. figure 5.40.c) : la cinétique d'évolution du taux de défauts est davantage ralentie au fur et à mesure que la relaxation structurale prend le pas sur la création de défauts. Macroscopiquement, on observe le ralentissement de la cinétique d'évolution du taux de défauts moyen avec la pente de la courbe qui diminue entre les points  $p_3$  et  $p_4$  puis après le point  $p_4$  (cf. figure 5.41). La vitesse de déformation viscoplastique s'en retrouve diminuée et l'on observe qu'elle tend à rejoindre la valeur de celle du modèle avec diffusion (cf. figure 5.42). Le ralentissement de la cinétique d'évolution du taux de défauts moyen entraîne un ralentissement de la diminution de la contrainte qui finit par atteindre un pseudo-plateau (cf. figure 5.41)

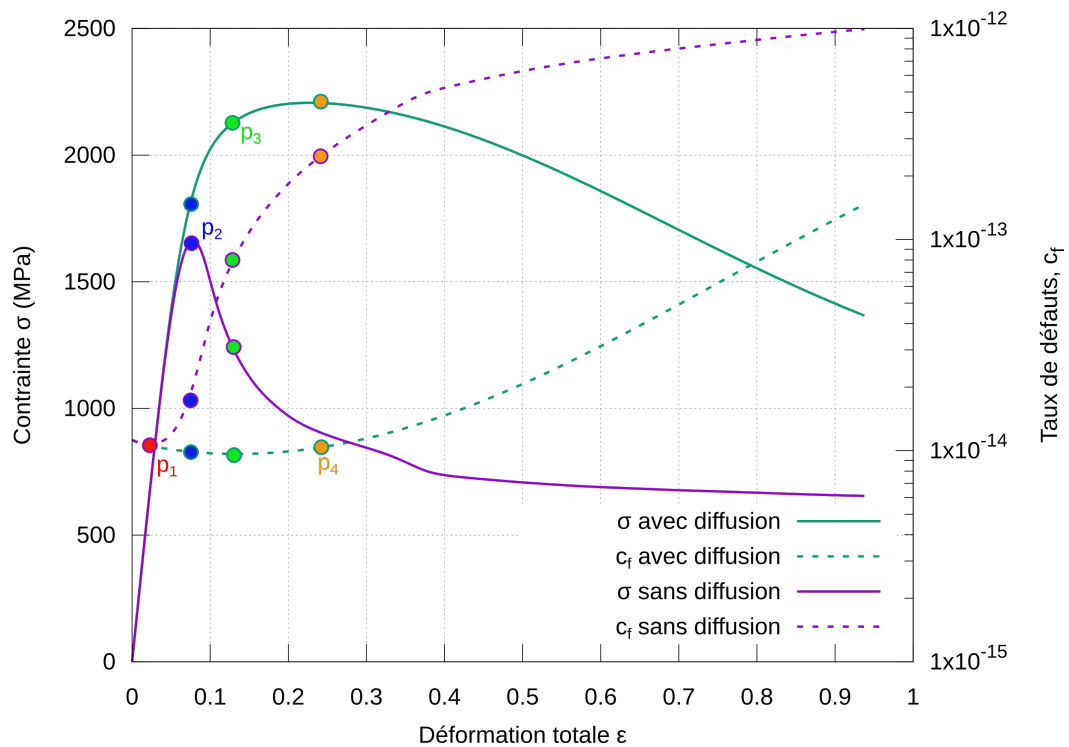


FIG. 5.41 Courbes d'évolution de la contrainte (en trait plein) et du taux de défauts (en pointillés) en fonction de la déformation pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  avec la distribution initiale aléatoire de volume libre. Pour comparaison, les mêmes courbes sont tracées en violet pour l'essai avec le modèle sans diffusion.

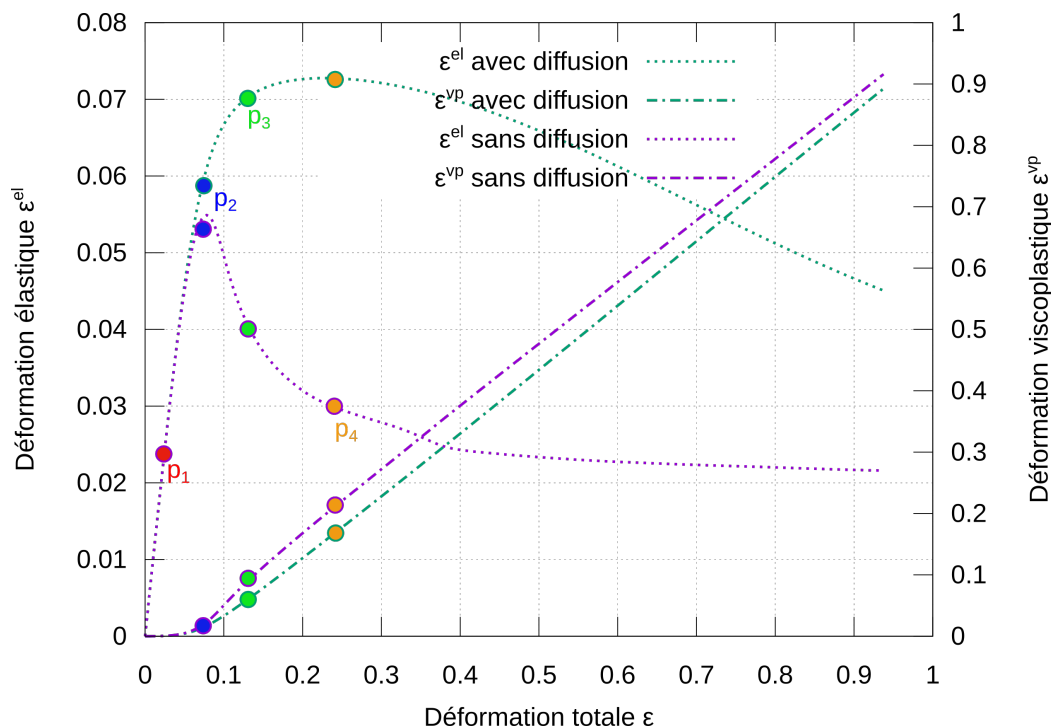


FIG. 5.42 Courbes d'évolution de la déformation élastique et de la déformation viscoplastique en fonction de la déformation totale pour la vitesse de déplacement  $V_0 = 0,1 \mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$  avec la distribution initiale aléatoire de volume libre. Pour comparaison, les mêmes courbes sont tracées en violet pour l'essai avec le modèle sans diffusion.

Les résultats précédents ont montré que le modèle avec diffusion permet de modéliser les phénomènes de localisation dans le cas de la distribution aléatoire de volume libre. Du fait de l'aspect homogénéisant de la diffusion la formation de bandes de cisaillement survient plus tard et à une déformation totale plus élevée. En effet, au fur et à mesure que des défauts sont créés dans une zone A où ils commencent à se concentrer, la diffusion implique qu'ils sont déplacés vers une zone B proche de A ce qui diminue leur quantité dans la zone initiale A et ralentit donc la localisation. Si le taux de défauts augmente plus lentement alors la viscosité diminue plus lentement et l'adoucissement survient plus tard. L'impact de la diffusion s'observe sur les champs finaux des grandeurs  $c_f$  et  $p$  où on observe une transition graduelle des zones de forte concentration aux zones de plus faible concentration (cf. figure 5.40) mais aussi sur les courbes de comportement macroscopique où les cinétiques sont plus lentes que dans le cas du modèle sans diffusion (cf. figure 5.41 et 5.42). Il semble que la localisation soit toujours en cours en fin d'essai du fait que les taux de défauts moyens continuent d'augmenter. Les bandes se sont formées et développées mais pas jusqu'à maturité. Le développement est plus avancé dans le cas du modèle sans diffusion. Il en résulte, qu'à l'instant final, les valeurs des grandeurs au sein de l'éprouvette et leurs moyennes macroscopiques sont moins élevées dans le cas du modèle avec diffusion comparées à celles obtenues avec le modèle sans diffusion. On peut estimer qu'a priori des niveaux de contrainte, taux de défauts et déformation plastique équivalents sont atteints avec les deux modèles.

En fin d'essai, les bandes formées font un angle de  $42^\circ$  avec l'axe de sollicitation (ce qui est conforme aux valeurs expérimentales mesurées) et une épaisseur de deux éléments soit 4 nm. Cette épaisseur est du même ordre que celle attendue qui est de 10 nm. La différence observée

peut venir du fait que la bande ne s'est pas développée jusqu'à maturité. Il se pourrait aussi que cette différence vienne du modèle qui ne permet pas de mesurer la largeur de bande attendue. D'autres essais menés plus loin en déformation ou avec un autre jeu de paramètres ou même avec une répartition initiale de volume libre différente pourraient permettre de le vérifier.

## 5.4 Synthèse

Dans cette partie nous avons proposé une méthode par éléments finis dédiée à l'étude de la formation et du développement des bandes de cisaillement dans un contexte multiaxial. Cette méthode repose sur l'utilisation d'un modèle de comportement élaboré par une approche thermomécanique et inspirée de la théorie des volumes libres de Spaepen.

Le modèle élaboré est un modèle élasto-viscoplastique isotherme à variables internes fondé sur le volume libre et sur sa variation avec la déformation. Deux formulations ont été considérées. La première a été obtenue par une modélisation mécanique incluant les composantes élastique et viscoplastique de la déformation, couplées à une équation cinétique qui gouverne l'évolution du volume libre sous l'effet de la déformation et de la relaxation structurale. La seconde formulation est essentiellement la même, mais elle comprend un terme de diffusion qui prend en compte la diffusion du volume libre, qui est un élément essentiel permettant de décrire la localisation de la déformation. La généralisation multiaxiale du modèle s'est faite via l'utilisation du second invariant du déviateur de contraintes  $J_2$ . Les paramètres du modèle ont été déterminés à partir d'essais uniaxiaux tirés de la littérature et les équations ont été implémentées numériquement dans le logiciel Zset en utilisant la méthode des éléments finis. La réponse du matériau en fonction de différentes conditions initiales en termes de répartition du volume libre a été étudiée pour les deux formulations du modèle.

L'étude de la première formulation du modèle sans la prise en compte de la diffusion du volume libre a permis de tirer certaines conclusions. Une condition nécessaire, pour que la localisation sous forme de bande de cisaillement se produise est le caractère adoucissant du modèle. Il se traduit, pour une réponse homogène, par la présence d'un overshoot dans la courbe traçant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Ainsi, en comparant les résultats obtenus dans cette étude à ceux d'études semblables de la littérature, basées sur des modèles microscopiques différents, nous avons pu montrer que l'apparition des bandes est moins sensible au modèle microscopique exact qu'au caractère adoucissant de la déformation. Une seconde conclusion tirée de cette étude est la nécessité de perturber le champ initial de répartition du volume libre afin de créer des zones de plus grande concentration en défauts d'écoulement. En effet qui dit adoucissement dit baisse de viscosité donc augmentation de volume libre et de défauts d'écoulement. Si le champ initial est homogène, tout le matériau est adouci. Mais si le champ est perturbé, alors il est possible d'initier des bandes de localisation reliant des zones de forte concentration en volume libre. Deux distributions initiales ont été testées : une première avec un champ de volume libre de 0,0305 partout excepté dans 50 éléments où une perturbation de +0,002 sur la valeur du champ de volume libre est appliquée ; une seconde où les valeurs du champ suivent une loi normale de moyenne 0,0305 et d'écart-type 0,006. Les calculs réalisés avec ces deux distributions ont permis de montrer que le modèle était capable de prédire la

formation de bandes de cisaillement du fait de la perturbation du champ initial de volume libre. Si la première distribution est loin de représenter l'état structural réel dans les verres métalliques, elle a cependant l'avantage de pouvoir contrôler dans quelle zone la ou les bandes vont s'initier. Concernant la seconde distribution, une étude sur la valeur de l'écart-type a été réalisée afin de voir si une diminution de ce paramètre et donc de la perturbation du champ pouvait empêcher la localisation. L'étude a fait apparaître qu'une diminution de ce paramètre de trois ordres de grandeurs n'a pas permis de faire disparaître la localisation. En revanche, elle a montré qu'une diminution de l'écart-type  $\sigma$  entraîne une localisation de moins en moins intense et un comportement qui tend de plus en plus vers le comportement homogène. Ce constat laisse supposer qu'il existe une valeur de  $\sigma$  pour laquelle la localisation ne se produit pas.

La seconde formulation du modèle, avec l'ajout du terme de diffusion  $D\Delta x$ , a permis de lever les différents problèmes numériques observés avec le modèle sans diffusion. Aussi la prise en compte de ce terme non local introduit une longueur caractéristique  $l_c$  qui permet de lever les problèmes de dépendance au maillage et qui gouverne la largeur des bandes de cisaillement modélisées. La comparaison des résultats de deux calculs réalisés sur une éprouvette avec distribution aléatoire de volume libre à l'aide des deux formulations a permis d'analyser les effets de la diffusion. Ainsi on a pu observer l'aspect homogénéisant de la diffusion qui retarde la formation de bandes du fait qu'au fur et à mesure que la quantité de défauts et la déformation viscoplastique augmentent dans une zone, ces grandeurs sont transférées à proximité par diffusion, appauvrissant légèrement la zone initiale. Le temps nécessaire pour atteindre le taux de défauts et la valeur de déformation viscoplastique impliquant la localisation est donc plus grand. Cet effet homogénéisant est aussi visible sur les champs finaux de  $c_f$  et  $p$  où on observe une transition diffuse des valeurs de ces grandeurs entre des zones de forte concentration et des zones plus homogènes. Enfin, la prise en compte de la diffusion a permis de mesurer des valeurs d'angle et d'épaisseur de bandes représentatives des valeurs trouvées dans la littérature.



# CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce travail de thèse nous a permis d'étudier la plasticité des verres métalliques à température ambiante d'un point de vue expérimental et d'un point de vue numérique. Deux phénomènes propres aux verres métalliques ont été examinés : la modification partielle de l'état structural par la cristallisation et son effet sur la réponse en dynamique d'un verre métallique base Zr ainsi que la localisation de la déformation sous forme de bandes. Le premier chapitre a présenté un état de l'art des connaissances sur les verres métalliques, dans lequel un intérêt particulier a été porté à l'étude de la mobilité atomique et de la cristallisation au sein de ces matériaux, ainsi qu'à leurs propriétés mécaniques lorsqu'ils sont soumis à une large gamme de sollicitations. Enfin, différents modèles de comportement existants ont été présentés. L'un d'eux a été choisi, pour sa simplicité et ses nombreuses améliorations récentes, afin de développer une méthode numérique par éléments finis dédiée à l'étude de la formation et du développement des bandes de cisaillement dans les verres métalliques.

Une nuance de verre base zirconium ( $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ ) a pu être élaborée sous forme de barreaux par deux procédés : la coulée par injection et la coulée par aspiration. Les barreaux élaborés avec ce dernier procédé ont été fournis par la société Vulkam amorphous metals. Les résultats expérimentaux obtenus pour ces barreaux sont classés en deux catégories : caractérisation structurale et essais dynamiques. La nuance choisie n'échappe pas aux difficultés d'élaboration propres aux verres métalliques, si bien que les résultats des divers procédés de caractérisation ont montré que les barreaux élaborés par injection étaient partiellement cristallisés. Des mesures de fractions cristallines, à partir des courbes de DRX, ont permis de mesurer des valeurs moyennes de la fraction cristalline volumique de 6% pour l'un des barreaux et 8,5% pour le second, entraînant une différence de densité de  $1\text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  (soit  $1,5\cdot 10^{-4}\%$ ) entre les deux barreaux. Les inclusions cristallines observées et identifiées sont conformes à celles observées dans la littérature pour la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ . Les mesures par DRX ont permis d'identifier l'une de ces phases cristallines : un composé intermétallique de type  $\tau_3$ . Une seconde phase cristalline de type  $\tau_5$ , qui apparaît sous la forme de cristaux dendritiques, a été identifiée par une analyse EDS. Un dernier type d'inclusions de forme sphérique, de même composition que la matrice amorphe environnante, a également été observé. Les analyses DSC réalisées sur les deux types de barreaux ont montré qu'ils présentaient tous deux un domaine de liquide surfondu plus étroit que ce que la littérature annonce. Ils sont donc moins stables thermiquement.

L'analyse de la réponse macroscopique et des micrographies des surfaces de rupture des échantillons testés lors des premiers essais aux barres d'Hopkinson, en configuration axiale, a montré un rechargement de l'échantillon. Afin d'éviter ce rechargement ou du moins de limiter ses effets, une méthode originale, consistant à modifier la taille de l'impacteur, a été mise en place permettant ainsi de contrôler l'ébranlement. Un impacteur d'une dizaine de centimètres, permettant de limiter les effets d'un rechargement éventuel et de garantir un ébranlement suffisamment étendu en temps pour homogénéiser l'échantillon, a finalement été choisi.

Les essais dynamiques réalisés en configuration axiale sur le dispositif aux barres d'Hopkinson optimisé, ont confirmé le comportement élastique fragile de ces matériaux. Une chute du module d'Young apparent, par rapport au module élastique attendu, a été observée pour les deux types d'échantillons. Il semble raisonnable d'avancer que des phénomènes viscoélastiques sont à l'origine de la baisse mesurée. Une chute de la contrainte à rupture a également été observée et attribuée à différents phénomènes matériaux comme : une forte densité de bandes de cisaillement, une instabilité des bandes du fait des vitesses de sollicitation et des effets de température ainsi qu'une difficulté à accommoder la déformation. Les essais réalisés sur les échantillons partiellement cristallisés ont démontré l'effet rigidifiant sur le matériau de la présence de cristaux inclus dans la matrice amorphe. En revanche, les autres propriétés élastiques, contrainte à rupture et déformation équivalente, ont été détériorées. La présence d'une fraction cristalline relativement importante gêne l'apparition et la croissance de bandes de cisaillement. Au mode de rupture ductile par cisaillement s'ajoute un mode de rupture fragile par clivage entraînant une fragilisation du matériau qui rompt à des niveaux de contrainte et de déformation plus faibles.

Des essais réalisés à plus petite vitesse d'impact ont permis de mesurer une déformation inélastique des échantillons et ont mis en avant un phénomène d'effet de vitesse. Tant que l'échantillon n'est pas testé à la vitesse d'impact impliquant la rupture, qui est de l'ordre de 8 m/s pour les géométries d'échantillons choisies, des bandes de cisaillement peuvent apparaître et se développer permettant ainsi à l'échantillon de se déformer macroscopiquement. Pour des vitesses de sollicitation supérieures à 8 m/s, les bandes qui se forment sont instables et leur développement est inhibé à des échelles microscopiques par les effets de vitesses. À la différence du cas quasi-statique, l'augmentation des niveaux de contrainte est plus rapide et les bandes n'ont pas le temps de se développer complètement, ce qui favorise la formation de microfissures. Ces fissures, en se développant, sont susceptibles de causer la rupture des échantillons. En déformant les échantillons lors d'un premier essai sans rupture, leurs propriétés élastiques ont été améliorées. Une contrainte à rupture plus élevée a été mesurée lors du second test que ce soit pour les échantillons totalement amorphes ou partiellement cristallisés. Un effet homogénéisant a été observé sur les réponses macroscopiques des échantillons lors du second test. Toujours en configuration axiale, des essais sur des échantillons plus fins ont permis d'atteindre des vitesses de déformation plus élevées au sein des échantillons. Une sensibilité négative de la contrainte à rupture à la vitesse de déformation a été observée pour la nuance  $Zr_{55}Cu_{30}Ni_5Al_{10}$ . Des contraintes supérieures ont été mesurées dans le cas des échantillons partiellement cristallisés du fait d'un mode de rupture différent. La présence de cristaux dont la contrainte à rupture est sensible à la vitesse de déformation permet aux échantillons partiellement cristallisés de supporter des niveaux de contraintes plus élevés.

De part l'état de contrainte hétérogène qu'ils impliquent, les essais brésiliens ont permis de développer une plasticité localisée entraînant une déformation plastique mesurable à l'échelle macroscopique. Ainsi, un plateau plastique a été observé pour les échantillons amorphes, ce qui n'était pas le cas dans une étude précédente réalisée par Brest sur la même nuance. Cette déformation plastique reste cependant plus faible que celles qui ont été observées par Brest et Hin en quasi-statique ([Brest, 2013, Hin, 2016]). La forte activité des bandes instables, bien que celles-ci soient confinées, a fini par causer une rupture prématurée. Bien que les échantillons



cristallisés aient montré des signes de rupture fragile par clivage, il semble que le mode de rupture par cisaillement soit resté prépondérant ce qui a permis d'observer des déplacements à rupture du même ordre que ceux obtenus pour les échantillons totalement amorphes. La combinaison de ces deux modes de rupture a tout de même eu des effets sur la réponse macroscopique des échantillons partiellement cristallisés pour lesquels aucun plateau de plasticité n'a été observé. En revanche, pour ces échantillons, la phase de rupture a été complexe.

Quelle que soit la configuration d'essai choisie, la morphologie des fragments rompus et les micrographies des faciès de rupture ont permis d'étudier en détail la rupture. Des structures similaires et caractéristiques des verres métalliques ont été identifiées sur les faciès de rupture. Si certaines sont observées également pour des essais quasi-statique, d'autres ne sont visibles que lors de sollicitations dynamiques : fissures, bandes de cisaillement, marche de cisaillement et nappes d'alliage fondu. Couplées aux veines cisailées, ces dernières sont le signe d'une élévation importante de la température. Les échantillons partiellement cristallisés présentent également des structures en veines et des zones d'alliages fondues mais celles-ci sont moins lisses. Elles présentent en effet des grumeaux qui les rendent rugueuses. De telles inclusions ont également été observées par Bian et al pour un échantillon en verre base Zr contenant 7% de fraction cristalline. Ces inclusions, de même que les zones fondues, analysées en EDS contiennent une quantité d'aluminium plus importante que la phase amorphe. Ceci est probablement dû à la présence des cristaux de type  $\tau_5$  qui sont encore présents après rupture. Les échantillons partiellement cristallisés présentent également des faciès de type clivage, caractéristiques d'une rupture fragile.

La méthode par éléments finis qui a été développée a permis de simuler la déformation hétérogène dans un alliage métallique amorphe. Le modèle sur lequel se base cette méthode est dérivé de la théorie des volumes libres de Spaepen dont l'élément clé est le caractère adoucissant qui se produit sous l'action d'une contrainte et qui conduit à la localisation. La loi d'écoulement élasto-viscoplastique a été généralisée à l'aide du second invariant du déviateur des contraintes  $J_2$ . Concernant la cinétique d'évolution du volume libre, deux formulations ont été considérées. La première gouverne l'évolution du volume libre sous l'effet de la déformation et de la relaxation structurale. Cette cinétique d'évolution permet de modéliser la chute de viscosité due à la déformation qui conduit à l'adoucissement du matériau nécessaire à la localisation de la déformation. La seconde formulation est essentiellement la même que la première, mais elle comprend un terme de diffusion du volume libre qui est un mécanisme physique essentiel pour atteindre la largeur de bande attendue. Les équations des deux formulations ont été implémentées numériquement dans le logiciel Zset. Différentes configurations du champ initial de volume libre ont été considérées.

La première distribution de volume libre, de type points mous, a permis de montrer que le modèle était capable de prédire la localisation dès lors qu'une perturbation du champ initial de volume libre est imposée. En augmentant localement la valeur du champ dans certains éléments dans l'éprouvette, le matériau a été affaibli localement. Dans ces zones, la viscosité a diminué provoquant l'adoucissement du matériau et la localisation de la déformation. Le caractère adoucissant de la loi de comportement est donc une condition nécessaire. Par ailleurs, il est également nécessaire de choisir une distribution hétérogène de volume libre. Si le champ

est homogène, le modèle ne localise pas et une réponse du type de celle obtenue pour un calcul en un point de Gauss est obtenue. Avec la distribution de type points mous, il est possible de former des bandes de cisaillement à partir de zones choisies. Cette distribution n'est cependant pas représentative de la description structurale choisie. Un calcul réalisé sur une éprouvette avec un champ initial dont les valeurs suivent une loi normale a permis là encore d'initier des bandes de cisaillement dans l'éprouvette simulée. En imposant à certains points de Gauss des valeurs de volume libre importantes, on crée des zones où le matériau est affaibli et où la déformation se concentre. En revanche, il est difficile de prédire à l'avance où va se produire la localisation, ni le nombre de bandes qui vont se former. Les angles que font les bandes avec la direction de sollicitation sont, dans ce cas-là, supérieurs à ceux mesurés expérimentalement. De plus, il n'est pas possible de mesurer une largeur de bande car la localisation est fortement dépendante de la taille de maille choisie. L'étude de la dépendance de la localisation avec la variation de l'écart-type de la distribution initiale de volume libre n'a pas permis de déterminer une valeur seuil de cette valeur empêchant la localisation de se produire. Il semble cependant, que la diminution de ce paramètre de plusieurs ordres de grandeur entraîne une localisation de moins en moins intense avec un comportement macroscopique qui tend de plus en plus vers un comportement homogène. Dans la seconde formulation de l'équation d'évolution du volume libre, la prise en compte d'un terme de diffusion a d'abord permis de lever les problèmes de dépendance de la réponse au maillage. L'introduction de ce terme a aussi permis d'introduire une longueur interne caractéristique permettant de piloter la largeur et l'orientation des bandes. Des angles représentatifs de ceux observés dans la littérature ont été observés.

Les différents travaux exploratoires menés dans cette thèse ont ouvert la voie à des réflexions sur la réponse dynamique des verres métalliques et sur les effets d'une cristallisation partielle, ainsi que sur l'étude du phénomène de localisation qui intervient dans ces matériaux quelle que soit la gamme de sollicitation. Les perspectives qui se dégagent de ce travail s'articulent autour de trois axes. Le premier consisterait en un approfondissement de l'approche expérimentale suivie. Dans certains cas, une cristallisation partielle entraîne une amélioration des propriétés. Aussi, pour l'échantillon le plus cristallisé (fraction cristalline supérieure à 10%), une contrainte et une déformation à rupture proches des valeurs mesurées pour les alliages totalement amorphes ont été atteintes avec une rigidité supérieure. Le contrôle de la microstructure des verres métalliques élaborés est très important puisque les propriétés du matériau sont directement reliées à celle-ci. Il est donc nécessaire de déterminer la fraction cristalline permettant de mesurer les propriétés optimales et de mettre en place un procédé d'élaboration minutieux permettant de contrôler la microstructure en prenant en compte des paramètres comme la précipitation des cristaux, leur forme, leur taille, leur interface avec la matrice... Des analyses complémentaires des échantillons par l'utilisation de la microscopie en transmission permettraient la caractérisation précise des cristaux formés dans la matrice amorphe et des structures observées sur les faciès de rupture. Les résultats expérimentaux obtenus nécessitent une étude approfondie. La réalisation d'une campagne d'essais complète, permettant d'obtenir un plus grand nombre d'informations en dehors des propriétés élastiques des échantillons doit être mise en place. L'ins-

trumentation des essais par une caméra rapide et des suivis de température permettrait d'une part d'analyser une réponse locale de l'échantillon et de suivre le développement des bandes de cisaillement et d'autre part d'estimer les élévations de température qui se produisent. La rupture par double impact a également ouvert des perspectives de par son effet durcissant et homogénéisant. Il serait intéressant d'approfondir cette étude et de la réaliser également pour les essais brésiliens. Enfin, il serait judicieux d'envisager d'autres types d'essais comme les essais d'impact de plaques qui permettraient d'atteindre des vitesses de déformation plus élevées, représentatives de celles exigées par la protection balistique ([Forquin, 2017]). Dans ces essais, un disque fin est projeté à quelques dizaines voire centaines de mètres par seconde sur une cible constituée du matériau à caractériser. L'impact provoque une déformation uniaxiale qu'il est possible de mesurer. Ces essais impliquent cependant des tailles d'échantillons de plusieurs centimètres dont l'élaboration peut s'avérer difficile. Une piste pourrait consister à fabriquer ces plaques par les nouveaux procédés de fabrication qui font appel à la métallurgie des poudres : SPS et fabrication additive (fusion laser sur lit de poudre). Ces méthodes d'élaboration ont déjà été appliquées à des verres base Zr ([Nowak et al., 2011, Xie et al., 2006, Lu et al., 2018]) et Fe ([Sorour et al., 2018, Mahbooba et al., 2018]). La fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre implique d'ailleurs, par la refonte de zones déjà solidifiées, l'élaboration d'un composite amorphe/cristal. La caractérisation mécaniques des matériaux élaborés par ces procédés s'avérerait intéressante.

Les résultats de la simulation par éléments finis ont démontré la capacité de la méthode mise en place et du modèle élaboré à prédire l'initiation et de la propagation de bandes de cisaillement. Cette modélisation fournit les informations essentielles pour l'étude du comportement hétérogène et de la localisation dans les alliages amorphes. L'utilisation de la relation de de Hey et al. établie sur des résultats expérimentaux, n'avait jusque là jamais été utilisée, à notre connaissance, dans la modélisation numérique du comportement hétérogène, de même que la prise en compte du couplage fort entre les équations de la mécanique et la diffusion. Une première piste d'amélioration du modèle consisterait à prendre en compte un critère de plasticité non symétrique de type Drucker-Prager. Il permettrait ainsi de modéliser les différences observées expérimentalement entre réponse en traction et réponse en compression du matériau. Avec un critère de ce type, la contrainte effective équivalente a pour expression :

$$\sigma_{\text{éq}}^{DP} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}} + a \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{3 J_2} + a I_1 \quad (5. 1)$$

où  $I_1 = \text{Tr}(\underline{\underline{\sigma}})$  est le premier invariant du tenseur des contraintes.  $a$  est un coefficient qui est défini à partir des limites à rupture en traction simple  $\sigma_{yt}$  et en compression simple  $\sigma_{yc}$  :  $a = \frac{\sigma_{yc} - \sigma_{yt}}{\sigma_{yc} + \sigma_{yt}}$ . Avec ce nouveau critère de plasticité, la loi d'évolution prend la forme suivante :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp} = \underbrace{\dot{\varepsilon}_{0c} c_f \sinh\left(\frac{\sigma_{\text{éq}}^{DP} V_a}{2\sqrt{3} k_B T_0}\right)}_{\dot{p}_{DP} \geq 0} \cdot \underbrace{\left(\frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{s}}} + \frac{\partial f}{\partial I_1} \underline{\underline{I}}\right)}_{\underline{\underline{n}}_{vp}} \quad (5. 2)$$

ce qui donne :

$$\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{vp} = \dot{p}_{DP} \left( \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\underline{\underline{s}}}{\|\underline{\underline{s}}\|} + a\underline{\underline{I}} \right) \quad (5.3)$$

Le taux de déformation viscoplastique se décompose en une partie déviatorique  $\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{vp}_d = \text{dev} \underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{vp} = \sqrt{\frac{3}{2}} \dot{p}_{DP} \frac{\underline{\underline{s}}}{\|\underline{\underline{s}}\|}$  et une partie sphérique  $\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{vp}_v = \frac{1}{3} \text{Tr}(\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{vp}) = a \dot{p}_{DP}$ .

L'équation cinétique gouvernant l'évolution du volume libre est modifiée et devient :

$$\dot{x} = D\Delta(x) + a_x \dot{p}_{DP} - k_r x^2 \left( \exp\left(\frac{-1}{x}\right) - c_{f\dot{\varepsilon}q} \right) \quad (5.4)$$

Une seconde piste d'amélioration consisterait à introduire une formulation anisotherme par la prise en compte des effets de dilatation et de dissipation thermique dans un premier temps. On définit alors un nouveau potentiel thermodynamique pour un matériau thermoviscoplastique isotrope. L'énergie libre volumique de Helmholtz  $\rho_0 w(\underline{\underline{\varepsilon}}, \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}, T)$  a alors pour expression ([Maitournam, 2016] p. 85) :

$$\rho_0 w(\underline{\underline{\varepsilon}}, \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}, T) = \frac{1}{2} (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) : \mathbb{C} : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) - k(T - T_0) \text{Tr}(\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) - \frac{1}{2} \rho_0 \frac{c_\varepsilon}{T_0} (T - T_0)^2 - \rho_0 s_0 (T - T_0) \quad (5.5)$$

$\rho_0$  est la masse volumique du matériau,  $T_0$  la température initiale,  $T$  la température actuelle,  $s_0$  l'entropie de référence et  $c_\varepsilon$  la chaleur spécifique à déformation constante.

Pour un matériau thermoviscoplastique, la dissipation thermique se fait par conduction. La loi de Fourier permet d'établir une relation linéaire entre  $\underline{q}$  le flux de chaleur et  $\underline{\nabla T}$  le gradient thermique par l'intermédiaire du coefficient de conductivité thermique  $K$  du matériau :

$$\underline{q} = -K \underline{\nabla T} \quad (5.6)$$

Les lois d'état s'écrivent alors :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\sigma}} = \mathbb{C} : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) - k(T - T_0) \underline{\underline{I}} \\ s = s_0 + \frac{k}{\rho_0} : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) + \frac{c_\varepsilon}{T_0} (T - T_0) \\ \underline{q} = -K \underline{\nabla T} \end{cases} \quad (5.7)$$

A partir de l'équation de la dissipation intrinsèque  $\mathbf{d}_1 = \rho_0 T \dot{s} + \text{div} \underline{q} - r$ , on aboutit à l'équation de la chaleur :

$$\text{div}(-K \underline{\nabla T}) + \rho_0 T \dot{s} = r + \mathbf{d}_1 \quad (5.8)$$

En utilisant l'expression de l'entropie établie par les lois d'état, on obtient :

$$\rho_0 c_\varepsilon \dot{T} - K \Delta T + T_0 k \text{Tr}(\underline{\dot{\underline{\varepsilon}}} - \underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{vp}) = r + \mathbf{d}_1 \quad (5.9)$$

avec  $\mathbf{d}_1 = \underline{\underline{s}} : \underline{\dot{\underline{\varepsilon}}}^{vp}$  la puissance dissipée du fait de la déformation plastique.

Les équations établies ci-dessus constituent une première étape dans la prise en compte des effets

de température. Dans un second temps, il serait possible de prendre en compte ces effets dans les paramètres du modèle et ainsi de définir des paramètres qui dépendent de la température :  $E(T)$ ,  $\nu(T)$ ,  $a_x(T)$ ... La prise en compte d'effets de diffusion thermique en même temps que les effets de diffusion du volume libre peut compliquer l'implémentation numérique. En effet, ces deux phénomènes impliquent des échelles différentes de longueurs caractéristiques. Comme mentionné dans [Gao, 2006], la diffusion thermique introduit une échelle de longueur caractéristique de l'ordre de  $20 \mu\text{m}$ . A contrario, la diffusion de coefficient  $D$  introduit une autre échelle de longueur d'ordre nanométrique ([Li et al., 2014]). Ces deux échelles de longueurs caractéristiques des phénomènes diffusifs ont trois ordres de grandeur d'écart. Aussi, si ces deux phénomènes sont pris en compte, il sera difficile de faire correspondre les deux échelles de longueur dans la simulation par éléments finis. Une possible solution pour la prise en compte simultanée de ces effets diffusifs serait de repartir de la formulation variationnelle et de créer un nouvel élément fini qui réponde au problème.

Une troisième piste d'amélioration du modèle consisterait à introduire un terme viscoélastique explicite dans la décomposition de la déformation. D'autres modèles que celui de Spaepen comme celui d'Argon ou celui des défauts quasi ponctuels disposent d'une telle composante et sont à même de décrire des phénomènes anélastiques comme les frottements internes. D'un point de vue phénoménologique, il est possible de prendre en compte les effets viscoélastiques par l'ajout, dans un premier temps, d'une composante  $\frac{\dot{\underline{\sigma}}}{\eta(\underline{\sigma})}$  où la fonction  $\eta(\underline{\sigma})$  est une fonction croissante de la déformation. Cette fonction imposerait le seuil maximal de déformation anélastique. Dans un second temps, un modèle rhéologique de Maxwell généralisé permettrait la prise en compte de différents temps de relaxation.

Un troisième axe consisterait à coupler approche expérimentale et numérique en développant une gamme complète d'essais visant à caractériser le comportement des verres métalliques sur une gamme complète de sollicitations. Ces essais permettraient d'améliorer le modèle en estimant l'importance de chacune des déformations (élastique, anélastique, viscoplastique) observées. Des essais de type DMA (Dynamic Mechanical Analysis), par exemple, permettraient de confirmer l'importance de la composante viscoélastique. Ces essais consistent à solliciter une éprouvette de manière périodique et de mesurer la réponse de cette éprouvette pour déterminer les caractéristiques du matériaux. Des essais de traction et de compression à diverses températures permettraient d'estimer l'évolution des paramètres de l'équation d'évolution du volume libre en fonction de la température. Une étude de l'extension du modèle pour des sollicitations dynamiques peut éventuellement être réalisée.



# Annexe A

## PRÉPARATION ET DÉPOUILLEMENT DES ESSAIS DYNAMIQUES

La présente annexe décrit les deux étapes de mise en place des essais, et leur théorie sous-jacente, de même que les logiciels de dépouillement utilisés dans le cadre des essais aux barres d'Hopkinson. L'essai réalisé sur un échantillon prélevé dans le barreau Cr3 après passage au tour est pris comme exemple. L'échantillon est repéré par le nom Cr3-1 et il est découpé au plus haut du barreau, dans la partie la plus cristallisée (cf. section 3.37). Les propriétés élastiques du verre sont rassemblées dans le tableau A.1. Ses dimensions et les paramètres d'essais sont rassemblés dans le tableau A.2.

<b>Module d'Young (GPa)</b>	<b>Masse volumique (<math>\text{g.cm}^{-3}</math>)</b>	<b>Célérité des ondes (<math>\text{m.s}^{-1}</math>)</b>	<b>Coefficient de Poisson</b>
84,4 $\pm$ 0,8	6,74 $\pm$ 0,01	3539	0,364 $\pm$ 0,007

TAB. A.1 Propriétés élastiques de l'échantillon Cr3-1 à température ambiante. Le module d'Young et le coefficient de Poisson sont tirés de [Keryvin et al., 2008b]. La densité est celle que l'on a mesurée (cf. section 2.3.2).

<b>Échantillon</b>	<b>Diamètre (mm)</b>	<b>Longueur (mm)</b>	<b>Pression chambre (bar)</b>	<b>Vitesse impacteur (m/s)</b>
Cr3-1	4,97	4,86	1	4,5

TAB. A.2 Dimensions et paramètres d'essai de l'échantillon Cr3-1.

### A.1 Mise en place de l'essai

#### A.1.1 Mesure de la vitesse de l'impacteur

Dans les essais menés, la vitesse de l'impacteur est obtenue à partir du signal du laser comme celui présenté en figure A.1. Le laser est un capteur de position et le signal enregistré est donc une mesure du déplacement. Pour mesurer la vitesse, il suffit de sélectionner deux points sur la pente qui vont correspondre aux bornes de l'intervalle de mesure de la vitesse puis de calculer la pente du signal entre ces deux points. À partir de cette pente, le logiciel LINDA, introduit plus loin dans cette annexe, calcule la vitesse de l'impacteur avant impact. Le calcul de vitesse est réalisé lors de l'étape de mise en place mais également à chaque essai.

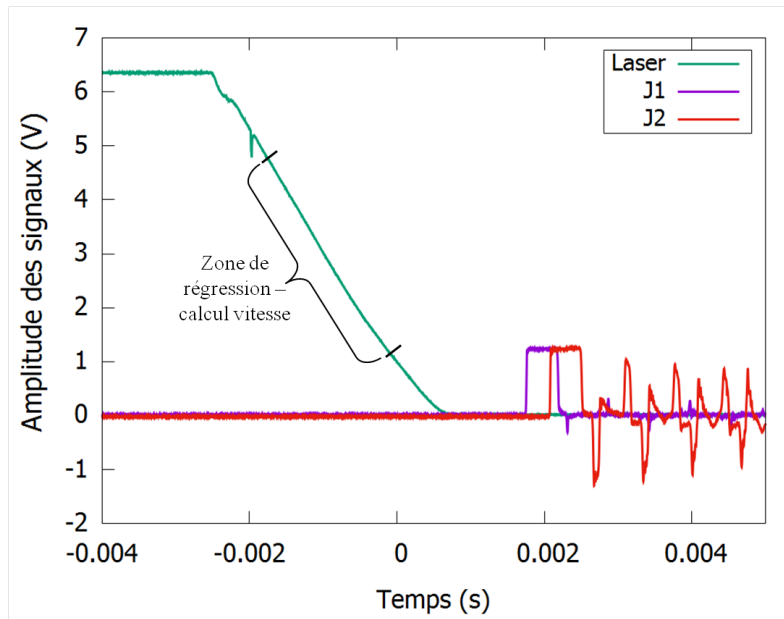


FIG. A.1 Courbes issues d'un essai barre-barre (à vide) réalisé sur le banc présenté en figure 3.20 pour une pression de 1bar. La vitesse d'impact obtenue par régression linéaire entre deux points de la pente du signal vert est de 4,70 m/s.

### A.1.2 Calibration des jauges

La procédure de calibration des jauges est réalisée grâce au programme DAVID présenté ci-après dans cette annexe. On décrit ici la démarche théorique reprise dans ce programme.

La calibration de la jauge entrante nécessite de connaître la vitesse de l'impacteur avant impact ainsi que ses dimensions et sa densité. On se place dans le cas où l'impacteur et la barre sont constitués du même matériau et ont le même diamètre. Comme on l'a vu précédemment, l'amplitude de l'onde incidente est directement liée à la vitesse de l'impacteur. Il est donc pertinent de supposer que l'énergie cinétique de l'impacteur doit être égale à l'énergie de l'onde incidente. Un bilan de conservation de l'énergie (en négligeant l'énergie dissipée dans l'échantillon s'il y en a un) permet de calibrer l'onde incidente via la relation :

$$\frac{m_{imp} V_{imp}^2}{2} = \pi \rho_b c_b^3 R_b^2 \int_0^{t_I} \varepsilon_I(\tau) d\tau \quad (\text{A. 1})$$

avec  $m_{imp}$  la masse de l'impacteur,  $V_{imp}$  sa vitesse avant impact,  $\rho_b$ ,  $c_b$  et  $R_b$  respectivement la densité, la célérité des ondes et le rayon de la barre entrante,  $\varepsilon_I$  l'amplitude de l'onde incidente et enfin  $t_I$  la durée de l'ébranlement. Dans le cas où l'impacteur n'a pas le même diamètre ou n'est pas constitué du même matériau, l'énergie prise en compte est celle qui reste dans l'impacteur après impact. Grâce à cette étape de calibration, on obtient le facteur de calibration de la jauge entrante permettant de rectifier les ondes incidentes et réfléchies.

Un autre bilan reposant sur la conservation du moment cinétique peut être fait afin de déterminer le facteur de calibration. Il est également possible de réaliser le calcul en se basant sur la relation qui relie la vitesse de l'impacteur à la valeur "plateau" de l'onde incidente (celle qui définit l'amplitude de l'onde incidente.)



La calibration de la jauge sortante se fait grâce à la balance des énergies des ondes. La correction faite sur l'onde transmise va être liée au facteur de calibration calculé pour la jauge entrante. L'idée est donc de vérifier que les deux jauges sont bien calibrées entre elles. La calibration peut se faire à partir des trois ondes si un échantillon est positionné entre les barres ou seulement à partir de deux ondes, incidente et transmise, dans le cas d'un essai barre - barre. La balance des énergies doit donner le même facteur de correction pour l'onde transmise avec ou sans échantillon. Pour des barres de même diamètre et constituées du même matériau, le bilan d'énergie est le suivant :

$$\int_0^{t_I} \varepsilon_I^2(\tau) d\tau - \int_0^{t_I} \varepsilon_R^2(\tau) d\tau = \int_0^{t_I} \varepsilon_T^2(\tau) d\tau \quad (\text{A. 2})$$

On obtient alors le coefficient de transmission qui permet de corriger l'onde transmise. Un bilan basé sur le moment cinétique mène à un résultat analogue.

Les deux coefficients de calibration dépendent seulement des barres utilisées, des jauges et des amplificateurs. Ils ne dépendent pas de l'échantillon. Par conséquent, pour une série de tests impliquant les mêmes barres et les mêmes systèmes de mesures, les valeurs des coefficients de calibration sont égaux entre chaque test. La procédure de calibration permet avant tout de vérifier qu'il n'y pas d'erreurs trop importantes dans les données des barres ou dans les réglages des dispositifs de mesures.

## A.2 Les logiciels de dépouillement

### A.2.1 LINDA, le gestionnaire d'essais aux barres d'Hopkinson

Le programme LINDA permet de prétraiter les signaux de mesures issus de l'acquisition, de les formater et de fabriquer des fichiers de type DAVID qui pourront ensuite être lus par le logiciel de dépouillement. Il permet aussi de définir et de sauvegarder les paramètres de l'essai et du banc.

Dans un premier temps, le programme LINDA permet de définir les données et paramètres propres au test effectué :

- Les caractéristiques de l'échantillon, volume et masse ou densité, sont définis. Le programme LINDA permet aussi de prétraiter des essais sans échantillon.
- L'impacteur, les barres entrante et sortante et les capteurs peuvent être définis de manière indépendante via leurs diamètre, longueur, masse volumique, célérité des ondes, position des jauges, type de pont, facteur de jauge, linéarité du capteur... Le nombre de barres n'est pas limité.
- Le type de chargement et le type de mesure de la vitesse d'impact sont renseignés
- D'autres paramètres externes peuvent être indiqués comme la température, l'hygrométrie ou une pré-contrainte.

Dans un second temps, le programme LINDA utilise les données entrées lors de la première phase afin de définir les canaux de mesure du test : une ligne par canal et un canal par dispositif de mesure (jauges, laser). Les spécifications de chaque dispositif de mesure et sa position sont

données. Dans cette seconde étape, les paramètres des ponts de jauges sont définis. La calibration du gain d'amplification peut être faite par rapport à un pont de jauge externe parfaitement connu. La tension d'alimentation du pont de jauge est aussi renseignée.

Dans un troisième temps, LINDA affiche les différents signaux de mesure (laser, temps, jauges) dans une fenêtre graphique. Des signaux types obtenus pour l'échantillon de verre métallique partiellement cristallisé Cr3-1 (barreau Cr3), testé à une pression de 1 bar, sont donnés en figure A.2. L'interface graphique de LINDA permet de préparer les signaux pour les dépouillements à suivre. On peut notamment linéariser les signaux, calculer la vitesse de l'impacteur en calculant la pente de la courbe du laser, inverser les signaux, supprimer l'offset électrique afficher le spectre des signaux et finalement sélectionner l'intervalle utile sur lequel on effectuera le dépouillement afin de calculer la réponse de l'échantillon.

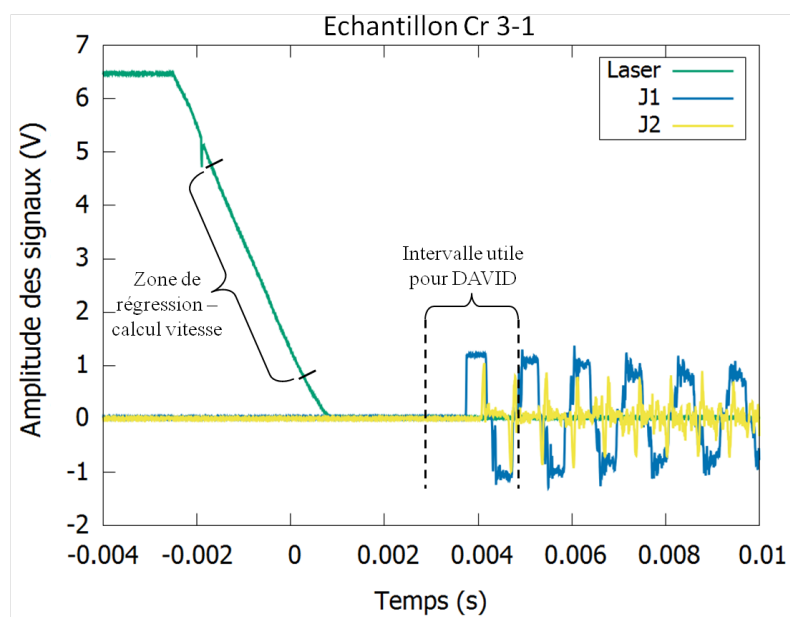


FIG. A.2 Signaux types affichés par le programme LINDA. Ce sont les signaux de mesure de l'essai sur l'échantillon partiellement cristallisé Cr3-1. Sur le graphe sont indiquées la zone de régression sur laquelle le programme calcule la vitesse de l'impacteur (4,50 m/s) ainsi que la zone utile sur laquelle les signaux aux jauges seront enregistrés pour être ensuite dépouillés grâce au logiciel DAVID. Sur le graphe, on remarque que les courbes doivent être ajustées. Le chargement est un chargement de compression. Les signaux doivent donc être inversés afin que l'onde incidente soit négative. Une correction d'offset doit aussi être faite afin de ramener les courbes à 0 en y.

Les signaux de même que les paramètres de l'échantillon et du banc sont enregistrés et pourront être chargés dans les logiciels de post-traitement afin de faciliter le dépouillement.

### A.2.2 DAVID, le logiciel de dépouillement d'essais aux barres d'Hopkinson

Le logiciel DAVID permet de réaliser un traitement standard complet des essais aux barres d'Hopkinson à partir des mesures de deux jauges collées sur les barres. Les barres peuvent être de dimensions et de matériaux différents. Dans le cas présent, elles diffèrent seulement par leur longueur.

Le logiciel prend en compte les différentes subtilités rencontrées dans les essais aux barres d'Hopkinson et propose des fonctions permettant de les prendre en compte dans le traitement

des signaux :

- Le découpage de l'onde dans la barre entrante est fait dans un premier temps. Cette étape permet de définir le début de l'onde incidente et la séparation entre onde incidente et onde réfléchie. On définit ainsi la partie du signal qui correspond à l'onde incidente et celle qui correspond à l'onde réfléchie.
- La correction de dispersion élastique est prise en compte.
- Les étapes de calibration basées sur la conservation de l'énergie et du moment cinétique entre barre entrante et impacteur d'une part et entre barre entrante et barre sortante d'autre part (cf. sous-section A.1.2) sont réalisées par le programme. Ces étapes de calibration permettent de déterminer les coefficients de calibration et de transmission permettant de rectifier respectivement les ondes incidente et réfléchie d'une part et l'onde transmise d'autre part.
- Le transport précis des ondes prenant en compte la correction de dispersion et se basant sur la simulation élastique de la réponse initiale de l'échantillon est également réalisé par le logiciel. Le calcul tient également compte de la position des jauges et de la célérité des ondes dans les barres. Le temps de référence pour les trois ondes est le même : il correspond au temps des enregistrements initiaux. La conséquence directe est que l'onde transmise est légèrement décalée en temps par rapport aux deux autres ondes. Ce décalage correspond au temps que met l'onde à traverser l'échantillon. Les ondes sont ensuite tracées selon la forme qu'elles auraient aux interfaces barre/échantillon.
- La correction de poinçonnement est aussi incluse dans le logiciel et peut être appliquée lors de l'étape du transport des ondes.

Une fois les différentes corrections ci-dessus effectuées, les formules développées dans la section 3.2.4 permettent d'obtenir le comportement du matériau à partir des mesures faites aux jauges. Cependant, il est nécessaire d'obtenir les forces et vitesses aux extrémités de l'échantillon et non au bout des barres. Pour cela, DAVID permet de définir un échantillon composé de plusieurs segments. Notamment, il permet de faire une correction automatique d'impédance quand l'échantillon à étudier n'est pas placé directement entre les barres. Dans notre cas, les disques utilisés sont de même diamètre que les barres mais constitués d'un matériau différent. Les dimensions et l'impédance des disques sont connues. La barre peut donc être vue comme une barre élastique avec deux impédances différentes<sup>1</sup>. La procédure permettant de retrouver les forces et vitesses aux faces de l'échantillon en tenant compte de la différence d'impédances dans la barre est programmée dans DAVID (cf. figure A.3).

---

1. Dans la suite, quand on parlera de valeurs de grandeurs mécaniques aux extrémités échantillon/barres il s'agira en fait de l'interface échantillon/disques puisque la barre est prolongée par le disque et est donc vue comme une barre avec deux impédances différentes.

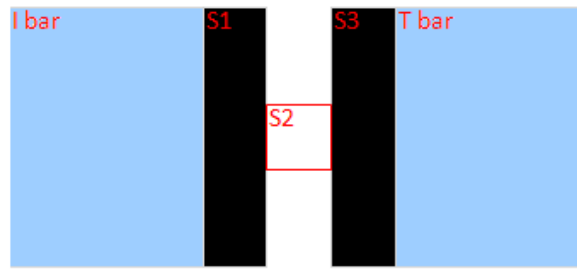


FIG. A.3 Schéma représentatif de l'ensemble barres-disques-échantillon dans DAVID. On indique au programme où se trouve l'échantillon en donnant le numéro de segment. L'élément correspondant du schéma est alors encadré en rouge.

Dans un dernier temps, DAVID propose de choisir entre un processus avec trois ondes et un processus avec un couple parmi les trois ondes (incidente, réfléchie et transmise) pour déterminer les forces et vitesses aux faces de l'échantillon. Le premier processus est le plus optimal et il ne se base sur aucune hypothèse supplémentaire. Le second sous-entend que l'équilibre est atteint et il calcule la troisième onde en supposant cet équilibre. Dans notre étude, on choisit le processus à trois ondes qui permet d'effectuer le post-traitement le plus optimal et de calculer les forces, les vitesses et les déplacements sans aucune hypothèse particulière concernant la réponse de l'échantillon.

Les courbes d'évolution en fonction du temps des forces et vitesses aux extrémités de l'échantillon Cr3-1, obtenues après le post-traitement avec le logiciel DAVID, sont données en figure A.4<sup>2</sup>. On remarque que les forces sont à l'équilibre ce qui suppose que la contrainte et la déformation au sein de l'échantillon sont homogènes. En revanche, les vitesses sont différentes, ce qui implique que l'essai se fait à vitesse de déformation variable.

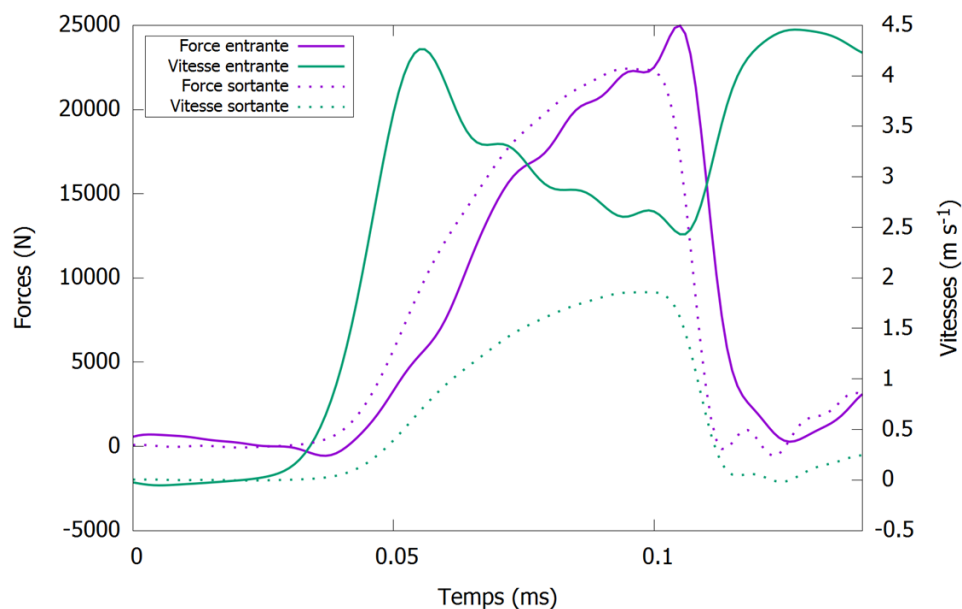


FIG. A.4 Courbes d'évolution en fonction du temps des forces et vitesses aux faces de l'échantillon Cr3-1 dont les signaux de mesure aux jauges ont été post-traités avec le logiciel DAVID.

2. Ces courbes d'évolution correspondent aux ondes de la figure A.2

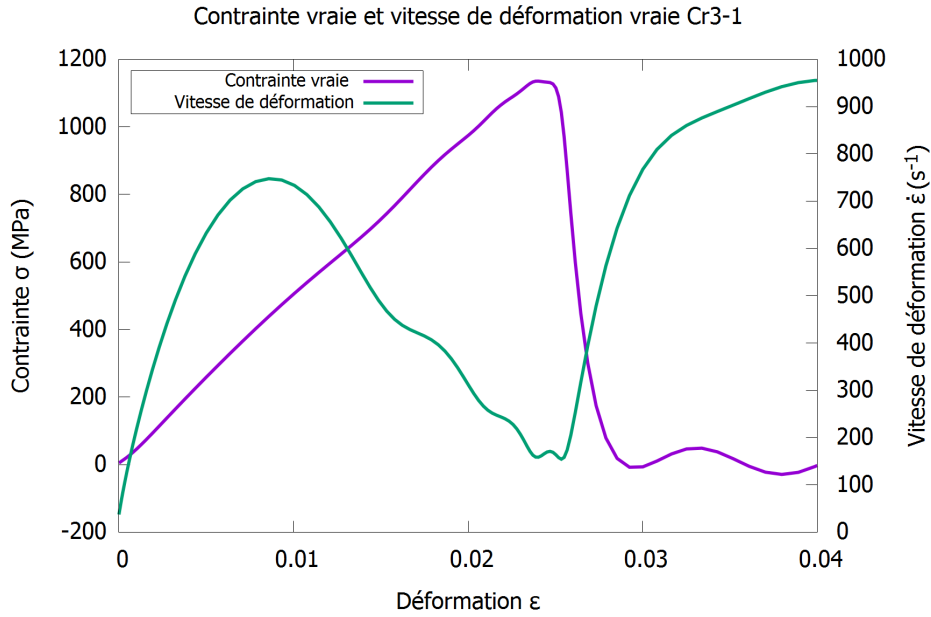


FIG. A.5 Évolution de la contrainte vraie et de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie pour l'échantillon Cr3-1 dont les signaux aux jauges sont donnés en figure A.2.

La suite du traitement réalisé sur DAVID se base sur l'hypothèse que l'homogénéité de contrainte est atteinte. DAVID propose de calculer la contrainte nominale soit à partir de la force sortante, soit à partir de la moyenne des deux forces entrante et sortante (plus précis). La vitesse de déformation nominale est calculée à partir des vitesses entrante et sortante et la déformation nominale est calculée par intégration de la vitesse de déformation. Les déformation réelle  $\varepsilon_t^{ax}$  et vitesse de déformation réelle  $\dot{\varepsilon}_t^{ax}$  peuvent aussi être déterminées :

$$\varepsilon_t(t) = -\ln(1 - \varepsilon_{nom}^{ax}(t)) \quad ; \quad \dot{\varepsilon}_t^{ax} = \frac{\dot{\varepsilon}_{nom}^{ax}}{1 - \varepsilon_{nom}^{ax}} \quad (\text{A. 1})$$

La contrainte réelle  $\sigma_t^{ax}$  devrait être déterminée par  $\sigma_t^{ax} = \frac{F(t)}{S_e(t)}$  où  $S_e(t)$  est la section courante de l'échantillon. Cette section n'est pas mesurée. En revanche, pour un matériau élastique (cadre dans lequel on s'est placé), elle peut être estimée à partir de la connaissance du coefficient de Poisson  $\nu$ . La contrainte réelle vaut alors :

$$\sigma_t^{ax}(t) = \sigma_{nom}^{ax} \exp(-2\nu \varepsilon_{nom}^{ax}(t)) \quad (\text{A. 2})$$

La figure A.5 trace pour l'échantillon Cr3-1, l'évolution de la contrainte vraie et de la vitesse de déformation vraie en fonction de la déformation vraie. On remarque que l'échantillon est élastique fragile. En effet, la contrainte augmente linéairement avec la déformation jusqu'à atteindre un maximum puis elle chute brutalement jusqu'à s'annuler. On remarque aussi que la vitesse de déformation est bien variable (ce que laissait supposer la non homogénéité des vitesses entrante et sortante sur la figure A.4).

### A.2.3 EMILIE, le logiciel de dépouillement d'essais type SHPB sans limitation de durée

L'utilisation du logiciel EMILIE pour dépouiller des essais aux barres d'Hopkinson sans limitation de durée nécessite que les barres soient instrumentées d'au moins deux capteurs chacune. Le logiciel permet de définir les barres et les capteurs utilisés de manière indépendante. Pour les jauges utilisées, on définit leur position, la valeur du gain de l'amplificateur, le facteur de calibration... Dans le cas de la barre sortante qui n'est instrumentée que d'une jauge J2, on ajoute en bout de barre une condition aux limites d'extrémité libre (l'onde est totalement réfléchie). Une mesure supplémentaire peut alors être utilisée dans les calculs à venir. Ce point de mesure fictif est équivalent à la mesure faite par une jauge pour une déformation toujours nulle. L'ajout de ce point de mesure fictif permet d'avoir deux barres instrumentées à l'aide de deux jauges.

À partir des quatre signaux de jauges (les trois physiques et celle fictive), EMILIE va réaliser le post-traitement en trois étapes :

1. Définition du début des ondes : pour chacune des barres on indique au programme la position du premier point de signal non nul. Ainsi, la première jauge où le signal n'est plus nul est automatiquement sélectionnée. Le programme sait en effet quelle jauge est concernée par la connaissance de la position de toutes les jauges. Étant donné que la célérité des ondes est connue au sein des barres, le programme calcule le début des autres signaux mesurés aux autres jauges pour chacune des barres. Une fois ce traitement effectué, tous les signaux seront mis à zéro avant leur temps de montée qui est déduit de la position des jauges correspondantes.
2. Transports des ondes : il peut être utilisé dans les procédures de calibration et il tient compte des phénomènes de dispersion.
3. Traitement des signaux tel que détaillé ci-après

Le post-traitement des signaux utilisés dans EMILIE s'appuie sur la méthode de séparation et de reconstruction des ondes unidimensionnelles dispersives à partir de plusieurs points de mesure [Bussac et al., 2002]. Il permet notamment de calculer les forces, déplacements, vitesses ou déformations en tout point de la barre et plus particulièrement aux interfaces barres/échantillon à partir des signaux des quatre jauges enregistrées, en se basant sur les relations de propagation des ondes se propageant dans les barres. Ce traitement tient compte de la dispersion, qui dans notre cas est élastique. Il peut être effectué dans le domaine temporel (si seulement deux jauges par barre sont utilisées) ou dans le domaine fréquentiel (si plus de couples de jauges sont utilisées).

Dans le cas présent, le post-traitement est réalisé dans le domaine temporel. Les forces et vitesses sont calculées aux interfaces barres/échantillon. Une déconvolution en temps est réalisée pour chaque couple de signaux mesurés sur chacune des barres.

## Annexe B

### CARACTÉRISTIQUES DES ESSAIS DYNAMIQUES AUX BARRES D'HOPKINSON

Dans la présente annexe, nous présentons les caractéristiques des échantillons testés aux barres d'Hopkinson, dans les deux configurations, ainsi que les vitesses d'impact de chaque essai. Les dimensions des échantillons ont été mesurées après tournage, découpe et polissage à l'aide d'un pied à coulisse numérique de sensibilité  $10\mu m$ .

#### B.1 Caractéristiques des essais en configuration axiale

##### B.1.1 Caractéristiques des essais où les échantillons ont rompu en une fois

Les tableaux B.1 et B.2 rassemblent, respectivement pour les échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés, les dimensions d'échantillons et les vitesses d'impact pour les essais réalisés en configuration standard où les échantillons ont rompus en une fois.

Échantillon	Diamètre, $D_e$ (mm)	Longueur, $L_e$ (mm)	Rapport d'aspect, $\frac{L_e}{D_e}$	Vitesse impacteur, $V_{imp}$ ( $m \cdot s^{-1}$ )
Am1-1	$4,41 \pm 0,01$	$3,13 \pm 0,01$	0,71	6,55
Am3-3	$4,48 \pm 0,01$	$4,51 \pm 0,01$	1,01	9,25
Am3-4	$4,48 \pm 0,01$	$4,49 \pm 0,01$	1,00	8,32
Am3-6	$4,48 \pm 0,01$	$4,53 \pm 0,01$	1,01	8,71
Am3-7	$4,47 \pm 0,01$	$4,45 \pm 0,01$	1,00	13,84
Am1-5	$4,49 \pm 0,01$	$6,68 \pm 0,01$	1,49	8,56

TAB. B.1 Dimensions et paramètres d'essais pour les échantillons totalement amorphes rompus en une fois en configuration axiale

Échantillon	Diamètre, $D_e$ (mm)	Longueur, $L_e$ (mm)	Rapport d'aspect, $\frac{L_e}{D_e}$	Vitesse impacteur, $V_{imp}$ (m·s <sup>-1</sup> )
Cr1-1	4,96 ± 0,01	5,06 ± 0,01	1,02	8,75
Cr1-3	4,99 ± 0,01	4,96 ± 0,01	0,99	8,28
Cr2-3	5,03 ± 0,01	4,93 ± 0,01	0,98	7,24

TAB. B.2 Dimensions et paramètres d'essais pour les échantillons partiellement cristallisés rompus en une fois en configuration axiale

### B.1.2 Caractéristiques des essais où les échantillons ont rompu en deux fois

Les tableaux B.3 et B.4 rassemblent, respectivement pour les échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés, les dimensions des échantillons et les vitesses d'impact pour les essais réalisés en configuration standard où les échantillons ont rompus en deux fois.

Échantillon	Diamètre, $D_e$ (mm)	Longueur, $L_e$ (mm)	Rapport d'aspect, $\frac{L_e}{D_e}$	Vitesse impacteur, $V_{imp}$ (m·s <sup>-1</sup> )	
				test 1	test 2
Am1-4	4,46 ± 0,01	3,13 ± 0,01	0,70	5,28	6,35
Am3-1	4,42 ± 0,01	4,48 ± 0,01	0,99	4,56	7,45
Am3-2	4,44 ± 0,01	4,38 ± 0,01	0,99	5,51	10,8
Am3-5	4,48 ± 0,01	4,50 ± 0,01	1,00	7,88	8,17
Am1-6	4,48 ± 0,01	6,68 ± 0,01	1,49	6,14	8,48

TAB. B.3 Dimensions et paramètres d'essais pour les échantillons totalement amorphes rompus en deux fois en configuration axiale

Échantillon	Diamètre, $D_e$ (mm)	Longueur, $L_e$ (mm)	Rapport d'aspect, $\frac{L_e}{D_e}$	Vitesse impacteur, $V_{imp}$ (m·s <sup>-1</sup> )	
				test 1	test 2
Cr2-1	4,97 ± 0,01	4,85 ± 0,01	0,98	6,29	8,53

TAB. B.4 Dimensions et paramètres d'essais pour les échantillons partiellement cristallisés rompus en deux fois en configuration axiale

### B.1.3 Caractéristiques des essais à vitesse de déformation élevée

Le tableau B.5 rassemble les dimensions des deux types d'échantillons et les vitesses d'impact pour les essais réalisés sur les échantillons courts.



Échantillon	Diamètre, $D_e$ (mm)	Longueur, $L_e$ (mm)	Vitesse impacteur, $V_{imp}$ ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
Am2-4	$4,48 \pm 0,01$	$1,01 \pm 0,01$	7,57
Am2-7	$4,48 \pm 0,01$	$0,94 \pm 0,01$	7,65
Am2-10	$4,48 \pm 0,01$	$1,09 \pm 0,01$	9,89
Cr1-6	$4,48 \pm 0,01$	$4,53 \pm 0,01$	8,42
Cr2-10	$4,47 \pm 0,01$	$4,45 \pm 0,01$	10,11

TAB. B.5 Dimensions et vitesses d'impact pour les échantillons testés lors de la dernière phase d'essais

## B.2 Caractéristiques des essais de compression diamétrale

Les tableaux B.6 et B.7 rassemblent, respectivement pour les échantillons totalement amorphes et partiellement cristallisés, les dimensions des échantillons et les vitesses d'impact pour les essais de compression diamétrale.

Échantillon	Diamètre, $D_e$ (mm)	Longueur, $L_e$ (mm)	Rapport d'aspect, $\frac{L_e}{D_e}$	Vitesse impacteur, $V_{imp}$ ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
Am3-8	$4,44 \pm 0,01$	$4,47 \pm 0,01$	1,01	8,38
Am2-1	$4,42 \pm 0,01$	$4,50 \pm 0,01$	1,02	7,99
Am2-2	$4,45 \pm 0,01$	$4,40 \pm 0,01$	0,99	8,71

TAB. B.6 Dimensions et paramètres d'essais pour les échantillons totalement amorphes rompus en une fois en compression diamétrale

Échantillon	Diamètre, $D_e$ (mm)	Longueur, $L_e$ (mm)	Rapport d'aspect, $\frac{L_e}{D_e}$	Vitesse impacteur, $V_{imp}$ ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ )
Cr1-2	$4,99 \pm 0,01$	$4,98 \pm 0,01$	1,00	8,12
Cr1-5	$4,97 \pm 0,01$	$4,98 \pm 0,01$	1,00	8,33
Cr2-2	$4,96 \pm 0,01$	$5,01 \pm 0,01$	1,01	7,93

TAB. B.7 Dimensions et paramètres d'essais pour les échantillons partiellement cristallisés rompus en une fois en compression diamétrale



## Annexe C

### ESTIMATION DE LA HAUSSE DE TEMPÉRATURE PENDANT UN ESSAI AUX BARRES D'HOPKINSON

Les faciès de rupture des verres métalliques testés sous sollicitations dynamiques présentent des structures, telles que des nappes d'alliage fondu ou des veines cisailées, qui témoignent d'une élévation de température importante. Ces structures se développent au sein des bandes de cisaillement dans lesquelles la déformation viscoplastique se localise.

Sous sollicitations dynamiques, le cisaillement qui se produit localement dans les verres est supposé adiabatique. Par conséquent, la hausse de température que l'on peut observer, est due uniquement à la conversion du travail des mécanismes dissipatifs en chaleur. Il est alors possible de déterminer la hausse de température grâce à l'équation de la chaleur simplifiée qui s'écrit, dans le cadre d'une transformation adiabatique :

$$c_p \rho \Delta T = \beta W \quad (\text{C. 1})$$

où  $c_p$  est la chaleur spécifique du matériau,  $\rho$  sa masse volumique,  $W$  est le travail spécifique dû à la déformation inélastique et  $\beta$  le coefficient de Taylor-Quinney qui quantifie la part de travail converti en chaleur. Pour la nuance  $\text{Zr}_{55}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_5\text{Al}_{10}$  choisie dans cette étude, la valeur de la chaleur spécifique est prise égale à  $300 \text{ JK}^{-1}\text{kg}^{-1}$  ([Haruyama et al., 2010]). Le coefficient de Taylor-Quinney  $\beta$  est quant à lui égal à 0,9 ([Li et al., 2014]).

Les autres termes de la relation (C. 1),  $\rho$  et  $W$ , sont calculés pour l'échantillon Am3-3 qui s'est rompu en 2 fragments. La valeur de la masse volumique de l'échantillon Am3-3 est égale à  $6777 \text{ kg/m}^3$  (cf. section 2.3.2). Le travail dissipé  $W$  est estimé à partir de la courbe traçant l'évolution de la force en fonction du raccourcissement pour l'échantillon Am3-3 (cf. figure C.1). L'intégration est faite entre le début de l'essai et la première annulation de la force. La valeur du travail est égale à  $W = 2,77\text{J}$ .

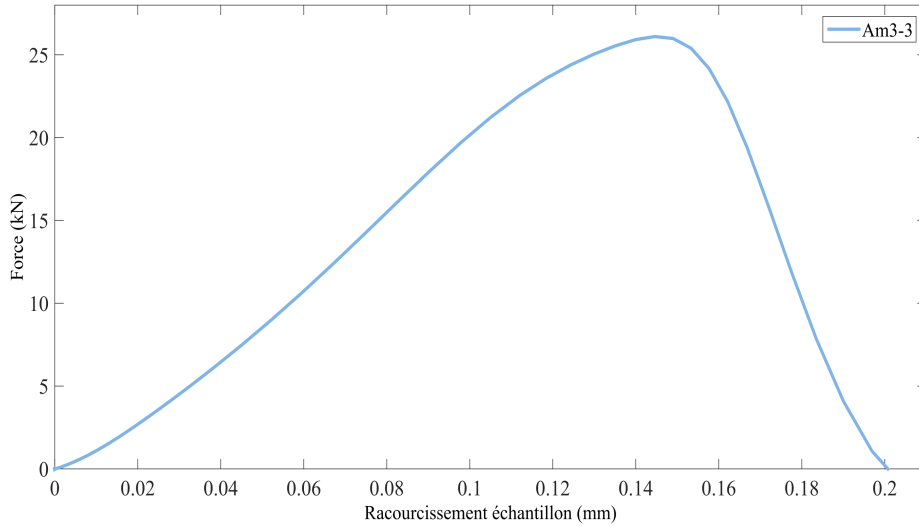


FIG. C.1 Courbe d'évolution de la force en fonction du raccourcissement pour l'échantillon totalement amorphe Am3-3.

Le travail dû à la déformation inélastique est dissipée sous forme de chaleur dans les bandes de cisaillement, ce qui est la source principale de l'augmentation de la température. On suppose qu'une seule bande d'épaisseur 20 nm se développe au sein de l'échantillon faisant un angle  $\alpha$  de  $45^\circ$  avec l'axe de sollicitation. La rupture survient dans cette bande de telle sorte que l'échantillon est rompu en deux fragments égaux (de part et d'autre de la bande). Les surfaces de rupture ont une aire  $S$  égale à :

$$S \simeq \pi \frac{D^2}{4 \cos^2 \alpha} \quad (\text{C. 2})$$

où  $D = 4,5$  mm est le diamètre de l'échantillon. L'aire de la surface est donc égal à  $3,18 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$ . En considérant l'épaisseur de bande de 20 nm, le volume de rupture  $V$  est égale à  $6,36 \cdot 10^{-13} \text{ m}^3$ .

L'énergie spécifique dissipée sous forme de chaleur vaut donc  $w = W/V = 4,35 \cdot 10^{12} \text{ J} \cdot \text{m}^{-3}$ . La hausse de température obtenue à partir de l'équation (C. 1) est alors de  $1,9 \cdot 10^6 \text{ }^\circ\text{C}$ . Cette valeur est très largement surestimée. On s'attend a priori à des valeurs de l'ordre de quelques centaines de degrés, la température de fusion étant de  $858 \text{ }^\circ\text{C}$ . La prise en compte de certains effets permettrait d'abaisser cette valeur :

- Le volume dans lequel l'énergie est dissipée est en réalité supérieur : il y a plusieurs bandes qui se développent et il faut de plus tenir compte de la déformation des parties d'échantillons situées en dehors des bandes.
- La conduction thermique dans les bandes est à prendre en compte. [Hufnagel et al., 2002b] ont en effet démontré que sous sollicitations dynamiques, la région affectée par la conduction thermique dans le temps d'essai est supérieure à l'épaisseur d'une bande.

## Annexe D

### APPROCHE THERMODYNAMIQUE DE LA MODÉLISATION DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE

#### D.1 Introduction

En mécanique, la thermodynamique nous fournit un cadre conceptuel permettant d'élaborer des modèles de comportement complexes pour des systèmes couplant mécanique, thermique, diffusion... Elle permet un traitement unifié de tous ces phénomènes par l'intermédiaire des deux principes de la thermodynamique.

##### D.1.1 Formulation locale des deux principes de la thermodynamique

Le premier principe est un bilan d'énergie sous toutes ses formes. Il traduit le fait que l'énergie totale d'un système reste constante s'il est isolé. La variation de cette énergie est le résultat d'échanges d'énergie entre le système et l'extérieur. Le premier principe permet d'accéder à un état du système à partir d'un état initial.

##### Formulation locale objective du premier principe de la thermodynamique

$$\rho \dot{e} = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} + r - \text{div} \underline{q} \quad (\text{D. 1})$$

L'équation (D. 1) met en évidence les deux sources de variation locale de l'énergie interne d'une particule : la puissance mécanique des efforts extérieurs  $\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$  et la puissance calorifique qui se décompose en deux termes :  $r$  qui est l'apport de chaleur directement à la particule par l'extérieur, et  $-\text{div} \underline{q}$  qui représente les échanges de chaleur par conduction.

Le second principe permet de distinguer les transformations réversibles du système de celles qui sont dissipatives. Il permet de caractériser et de quantifier l'énergie dissipée par le système. De même, il permet de distinguer les évolutions spontanées de ce système.

##### Formulation locale objective du second principe de la thermodynamique - inégalité de Clausius-Duhem

$$\rho \dot{s} - \frac{r}{T} + \text{div} \frac{\underline{q}}{T} = \rho \dot{s} - \frac{1}{T} (r - \text{div} \underline{q}) - \frac{\underline{q} \cdot \nabla T}{T^2} \geq 0 \quad (\text{D. 2})$$

Dans l'équation (D. 2), le terme en  $\frac{r}{T}$  représente un apport volumique d'entropie alors

que le terme en  $\frac{q}{T}$  s'interprète comme un flux sortant d'entropie. L'inégalité traduit le fait que la production d'entropie est toujours positive : nulle pour les transformations réversibles et strictement positive pour les transformations irréversibles.

### D.1.2 Dissipations

Si nous multiplions l'équation (D. 2) par la température, la production locale d'entropie s'assimile à un taux d'énergie que l'on nommera dissipation locale totale.

#### Dissipation locale totale

$$\mathbf{d} = \underbrace{\rho T \dot{s} + \operatorname{div} \underline{q} - r}_{\mathbf{d}_1} - \underbrace{\frac{\underline{q} \cdot \nabla T}{T}}_{\mathbf{d}_2} \geq 0 \quad (\text{D. 3})$$

D'après l'équation (D. 3), la dissipation totale peut se décomposer en deux termes de natures physiques totalement différentes :

- $\mathbf{d}_1$ , la dissipation intrinsèque définie par :  $\mathbf{d}_1 = \rho T \dot{s} + \operatorname{div} \underline{q} - r$ , ou aussi en utilisant (D. 1)

$$\mathbf{d}_1 = \rho T \dot{s} - \rho \dot{e} + \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} \quad (\text{D. 4})$$

La dissipation intrinsèque correspond à la partie du travail reçu qui est "convertie" localement en chaleur.

- $\mathbf{d}_2$ , la dissipation thermique définie par :

$$\mathbf{d}_2 = - \frac{\underline{q} \cdot \nabla T}{T} \quad (\text{D. 5})$$

La dissipation thermique est liée au sens de l'écoulement de la chaleur. Celle-ci va toujours du chaud vers le froid.

L'inégalité de Clausius-Duhem (D. 3), traduit le fait que la dissipation  $\mathbf{d}$  est positive. Une hypothèse plus restrictive sur cette inégalité consiste à supposer que les deux dissipations  $\mathbf{d}_1$  et  $\mathbf{d}_2$  sont positives :

$$\mathbf{d}_1 \geq 0 \text{ et } \mathbf{d}_2 \geq 0 \quad (\text{D. 6})$$

Cette hypothèse garantit que la dissipation  $\mathbf{d}$  est positive. Désormais, elle sera appliquée.

### D.1.3 Positivité des dissipations

#### D.1.3.i Dissipation thermique

En partant du postulat selon lequel les transferts de chaleur se font toujours du "chaud vers le froid" [Brun, 1990], on obtient l'inégalité de la conduction :

$$\mathbf{d}_2 = - \frac{\underline{q} \cdot \nabla T}{T} \geq 0 \quad (\text{D. 7})$$

Cela signifie que la dissipation thermique est toujours positive. Elle s'annule pour des transformations adiabatiques où  $\underline{q} = 0$  et pour des transformations qui se font à température homogène.

### D.1.3.ii Dissipation intrinsèque

En partant de l'expression  $\mathbf{d}_1 = \rho T \dot{s} + \text{div } \underline{q} - r$ , le taux de chauffage local, i.e. échange de chaleur, a pour expression :

$$\rho T \dot{s} = r - \text{div } \underline{q} + d_1 \quad (\text{D. 8})$$

Le taux de chauffage localement mis en œuvre au sein de la particule est donc la somme de deux contributions :

- le taux de chaleur échangé avec l'extérieur,  $r - \text{div } \underline{q}$ ;
- une production de chaleur interne à la particule,  $d_1$ , qui est toujours positive et qui est associée aux irréversibilités intrinsèques à la particule.

Si maintenant on considère l'expression (D. 4), la puissance de déformation de la particule peut être déterminée. Elle vaut :

$$\underline{\sigma} : \underline{\dot{\epsilon}} = \underbrace{\rho(\dot{\epsilon} - T\dot{s})}_{\text{taux de travail réversible}} + \underbrace{d_1}_{\text{taux de travail dissipé}} \quad (\text{D. 9})$$

Cette expression met en évidence une décomposition en deux termes de la puissance mécanique, positive ou négative, fournie à la particule :

- le terme  $d_1$ , toujours positif quel que soit le signe de la puissance fournie, qui représente une partie de la puissance mécanique "convertie" en chaleur et donc non restituable ;
- le terme  $(\dot{\epsilon} - T\dot{s})$  de signe variable. Ce terme représente la variation de l'énergie interne qui est associée à d'autres variables que l'entropie. Elle représente l'énergie restituable par le travail.

### D.1.3.iii Dissipations, entropie et désordre

Dissipations thermique et intrinsèque expriment à l'état macroscopique des phénomènes physiques différents du point de vue fondamental mais qui aboutissent tous à des variations d'une même grandeur d'état, l'entropie. La dissipation thermique correspond à la dissipation de l'énergie par diffusion et/ou transport. Elle fixe le sens de ces échanges. La dissipation intrinsèque correspond aux irréversibilités qui sont internes à la particule. Cette contribution à la dissipation totale permet de quantifier la part de travail reçu par la particule qui n'est pas restituable car consommée par les phénomènes irréversibles qui se produisent au sein de la particule. Cette dernière remarque est valable pour le système entier. Par une approche microscopique, une interprétation unique de ces phénomènes peut être faite grâce à la notion d'entropie. L'entropie de la particule correspond en réalité au logarithme du nombre d'états microscopiques qui conduisent au même état macroscopique. Par conséquent elle mesure un degré de méconnaissance du système global. Un "désordre croissant" est donc liée à une augmentation du nombre d'états microscopiques possibles.

## D.2 Structure de l'approche thermodynamique

### D.2.1 La démarche thermodynamique

Cette démarche vise à établir les lois qui régissent les phénomènes évolutifs de systèmes thermomécaniques hors équilibre. Nous en exposons ici le principe.

À l'équilibre, on a décrit l'état thermomécanique d'un système à l'aide de variables dites d'état qui sont indépendantes. Dans un état d'équilibre thermodynamique ces variables sont indépendantes du temps. Aussi un système qui se trouve dans un tel état est en équilibre, à la fois mécanique et thermique, et les flux de chaleur sont par conséquent nuls. A l'équilibre des relations appelées lois d'état relient ces variables ainsi que d'autres grandeurs caractéristiques du système.

Lors d'une transformation d'un système potentiellement hors équilibre, impliquant des phénomènes réversibles et d'autres irréversibles, une énergie interne est affectée à toutes les particules du système, qui dépend des mêmes variables que celles utilisées pour décrire l'état d'équilibre du système. Cette énergie va évoluer sous l'effet de deux contributions : l'une issue des phénomènes réversibles non dissipatifs et l'autre issue des événements irréversibles dissipatifs. La prise en compte de ces deux contributions conduira à l'établissement des lois d'état caractérisant l'état d'équilibre de la particule et des lois d'évolutions des irréversibilités internes.

Pour établir la loi de comportement d'un système, il est donc nécessaire de déterminer la variation de l'état interne de toute particule connaissant l'évolution des variables de commande comme les taux de déformation et la chaleur. La prise en compte des phénomènes irréversibles qui surviennent au sein du milieu, nécessite, en plus des variables telles que l'entropie ou la déformation instantanées, l'ajout d'un nombre fini de variables d'état appelées variables internes. Celles-ci sont adjointes aux variables de commandes et elles permettent de décrire entièrement l'état interne (car elles sont impliquées dans les phénomènes irréversibles dissipatifs).

Finalement, la démarche thermodynamique va consister à caractériser l'évolution d'une particule subissant une transformation sous l'action de variables de commande en déterminant d'une part la partie réversible de cette évolution et d'autre part sa partie dissipative. Ces deux contributions seront traitées différemment de par leurs natures. La part réversible, caractéristique de l'évolution quasi-statique de la particule, est à l'équilibre à tout instant. Elle varie sur un certain nombre d'états d'équilibre et est indépendante de l'histoire de la particule entre deux états. La partie dissipative, a contrario, dépend de l'histoire de l'évolution de la particule au cours du chargement. Son traitement sera donc incrémental.

### D.2.2 Application de la démarche thermodynamique pour l'obtention de lois de comportement

En tout point du milieu considéré, son état thermodynamique est caractérisé par des variables d'état de deux types : externes que l'on peut contrôler de l'extérieur du système (température  $T$  et déformation  $\underline{\underline{\epsilon}}$ ) et internes, notées  $\mathcal{X}_k$  incontrôlables depuis l'extérieur. On s'intéresse à la transformation quasi-statique d'un milieu soumis à des sollicitations thermomécaniques. Afin d'établir la loi gouvernant la transformation d'un système, il convient d'identifier d'une part les lois d'état qui dérivent d'un potentiel et qui définissent les forces réversibles et d'autre



part les lois d'évolutions qui définissent les forces dissipatives en fonction des taux des variables dissipatives.

### D.2.2.i Lois d'état - forces réversibles

On appelle "travail non dissipé", la part du travail fourni à la particule qui n'est pas dissipée et qui est donc restituable. La variation d'énergie interne qui est fonction des variables d'état comprend donc le taux de travail non dissipé lié aux forces réversibles et les taux de quantité de chaleur échangée et de travail dissipé qui sont à l'origine de la variation de l'entropie.

Le taux de travail non dissipé peut être mis sous la forme d'une somme de produits de forces thermodynamiques non dissipatives par les taux de variables d'état. Les forces thermodynamiques sont alors fonction des variables d'états. Ces relations vont constituer les lois d'état.

Considérons une particule du système que l'on étudie. A tout instant, elle possède une énergie interne  $e$  fonction uniquement des variables d'état et que l'on peut déterminer. Partant d'un état d'équilibre donné, toute évolution réelle de la particule entraîne une variation de l'énergie interne qui vérifie localement l'équation (D. 4) qui peut être réécrite sous la forme :

$$\rho \dot{e} = (\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - d_1) + \rho T \dot{s} \quad (\text{D. 1})$$

L'énergie interne est une fonction d'état c'est-à-dire qu'elle est seulement fonction des variables d'état qui ont été choisies afin de décrire les états d'équilibre du système. L'équation (D. 1) montre que la variation de l'énergie interne est la somme de deux contributions : l'une égale à la variation d'énergie interne à entropie constante  $(\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - d_1)$  qui correspond au travail non dissipé et l'autre égale à la variation d'énergie interne à paramètres constants mais à entropie variable. Cette dernière correspond au taux de chaleur mis en jeu. L'équation (D. 1) fait apparaître les variables  $s$  et  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  comme deux variables d'état permettant d'exprimer l'énergie interne. A ces deux variables on ajoute d'autres variables internes  $\mathcal{X}_k$ . Étant donné que les variables d'état sont indépendantes et que l'énergie interne est une fonction d'état, nous pouvons écrire :

$$\rho \frac{\partial e}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \rho \frac{\partial e}{\partial \mathcal{X}_k} \dot{\mathcal{X}}_k + \rho \frac{\partial e}{\partial s} \dot{s} = (\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - d_1) + \rho T \dot{s} \quad (\text{D. 2})$$

Nous pouvons en déduire les relations suivantes :

$$T = \frac{\partial e}{\partial s} \quad (\text{D. 3})$$

$$\rho \frac{\partial e}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \rho \frac{\partial e}{\partial \mathcal{X}_k} \dot{\mathcal{X}}_k = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - d_1 \quad (\text{D. 4})$$

L'équation (D. 4) correspond à l'égalité entre la part non dissipée de la puissance mécanique (terme de droite) et le taux de variation de l'énergie interne à entropie constante (terme de gauche).  $\rho \frac{\partial e}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}}$  et  $\rho \frac{\partial e}{\partial \mathcal{X}_k}$  sont donc les forces thermodynamiques non dissipatives associées aux variables d'état  $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}$  et  $\dot{\mathcal{X}}_k$ . On les note :

$$\underline{\underline{\sigma}}^{nd} = \rho \frac{\partial e}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} \quad \text{et} \quad \mathcal{A}^{nd} = \rho \frac{\partial e}{\partial \mathcal{X}_k} \quad (\text{D. 5})$$

Ces grandeurs contrôlent la part non dissipative des transformations que subissent les particules du système.

Le système suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} T = \frac{\partial e}{\partial s} \\ \underline{\underline{\sigma}}^{nd} = \rho \frac{\partial e}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} \\ \mathcal{A}^{nd} = \rho \frac{\partial e}{\partial \mathcal{X}_k} \end{array} \right. \quad (\text{D. 6})$$

donne les trois lois d'état du système.

La connaissance de l'énergie interne  $e(s, \underline{\underline{\varepsilon}}, \mathcal{X}_k)$  permet de déterminer la part non dissipative de l'évolution du système et d'en déduire ses grandeurs physiques caractéristiques. L'énergie interne est un potentiel thermodynamique

### D.2.2.ii Énergie libre et lois d'état

Au lieu de l'entropie, on préfère utiliser la température comme variable de contrôle. En effet, cette variable est une grandeur plus facilement observable et de plus, la plupart des transformations que l'on considère sont supposées isothermes. La température, qui est le dual de l'entropie, devient alors la variable de commande. Pour échanger les rôles de l'entropie et de la température, en conservant leur dualité, on utilise la transformée mathématique de Legendre<sup>1</sup> qui nous permet d'introduire un nouveau potentiel thermodynamique  $w(T, \underline{\underline{\varepsilon}}, \mathcal{X}_k)$  qui est une grandeur spécifique et qui est appelé énergie libre de Helmholtz :

$$w(T, \underline{\underline{\varepsilon}}, \mathcal{X}_k) = e(s, \underline{\underline{\varepsilon}}, \mathcal{X}_k) - T s \quad (\text{D. 7})$$

$w$  est une fonction des variables d'état  $T$ ,  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  et  $\mathcal{X}_k$ . Son utilisation est très utile dans les processus quasi-statiques isothermes car elle représente l'énergie qui est récupérable par le travail.

Les lois d'état peuvent se réécrire en fonction de l'énergie libre de Helmholtz. Elles vérifient le système :

$$\left\{ \begin{array}{l} s = -\frac{\partial w}{\partial T} \\ \underline{\underline{\sigma}}^{nd} = \rho \frac{\partial w}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} \\ \mathcal{A}^{nd} = \rho \frac{\partial w}{\partial \mathcal{X}_k} \end{array} \right. \quad (\text{D. 8})$$

Par conséquent, si l'on connaît  $w$ , on peut accéder à toutes les grandeurs qui caractérisent la part réversible de la transformation du système, soit  $s$ ,  $e$ ,  $\underline{\underline{\sigma}}^{nd}$  et  $\mathcal{A}^{nd}$ .

1. La transformée classique de Legendre  $L(f)$  d'une fonction  $f$  convexe et différentiable est définie par :

$$L(f)(x) = x \frac{df(x)}{dx} - f(x)$$

### D.2.2.iii Énergie dissipée - Forces irréversibles - Lois d'évolution

D'après l'équation (D. 4), la dissipation intrinsèque, qui représente la part de la puissance mécanique qui est convertie en chaleur interne vérifie :

$$d_1 = (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{\sigma}}^{nd}) : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} - \mathcal{A}^{nd} \cdot \dot{\mathcal{X}}_k \quad (\text{D. 9})$$

Il s'agit du produit des forces thermodynamiques dissipatives  $\underline{\underline{\sigma}}^d$  et  $\mathcal{A}^d$  par les taux  $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}$  et  $\dot{\mathcal{X}}_k$  :

$$d_1 = \underline{\underline{\sigma}}^d : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \mathcal{A}^d \cdot \dot{\mathcal{X}}_k \quad (\text{D. 10})$$

avec

$$\underline{\underline{\sigma}}^d = \underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{\sigma}}^{nd} \quad \text{et} \quad \mathcal{A}^d = -\mathcal{A}^{nd} = \mathcal{A} \quad (\text{D. 11})$$

Finalement, la dissipation intrinsèque s'écrit :

$$d_1 = \underline{\underline{\sigma}}^d : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \mathcal{A}^d \cdot \dot{\mathcal{X}}_k = (\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{\sigma}}^{nd}) : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \mathcal{A} \cdot \dot{\mathcal{X}}_k \quad (\text{D. 12})$$

La dissipation thermique peut de même se mettre sous la forme d'un produit d'une force thermodynamique par le taux  $-\frac{q}{T}$  :

$$d_2 = \underline{f}_q^d \cdot \frac{-q}{T} \quad \text{avec} \quad \underline{f}_q^d = \underline{\nabla T} \quad (\text{D. 13})$$

Par conséquent,  $\underline{\underline{\sigma}}^d$ ,  $\mathcal{A}$  et  $\underline{f}_q^d$  sont les forces thermodynamiques irréversibles ou dissipatives associées aux taux  $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}$ ,  $\dot{\mathcal{X}}_k$  et  $-\frac{q}{T}$ . L'inégalité de Clausius-Duhem devient alors :

$$d = \underline{\underline{\sigma}}^d : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \mathcal{A}^d \cdot \dot{\mathcal{X}}_k + \underline{f}_q^d \cdot \frac{-q}{T} \geq 0 \quad (\text{D. 14})$$

Le découplage des dissipations introduit dans la section D.1.2 conduit à

$$d_1 = \underline{\underline{\sigma}}^d : \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}} + \mathcal{A}^d \cdot \dot{\mathcal{X}}_k \geq 0 \quad \text{et} \quad d_2 = \frac{-q}{T} \cdot \underline{\nabla T}$$

Les trois équations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \underline{\underline{\sigma}}^d = \underline{\underline{\sigma}} - \rho \frac{\partial e}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}} \\ \mathcal{A} = -\rho \frac{\partial e}{\partial \mathcal{X}_k} \\ \underline{f}_q^d = \underline{\nabla T} \end{array} \right. \quad (\text{D. 15})$$

définissent les forces thermodynamiques irréversibles.

Dans le cas de transformations irréversibles, l'évolution des variables internes doit être déterminée. L'introduction de potentiels thermodynamiques tels que l'énergie interne  $e$  ou l'énergie libre  $w$  introduisent directement les forces thermodynamiques associées aux variables internes mais ils ne décrivent pas leur taux d'évolution. Pour ce faire, il est nécessaire d'in-

introduire un formalisme supplémentaire afin de décrire les processus dissipatifs ou irréversibles. Ainsi, en nous inspirant de ce que nous avons fait pour l'énergie libre, nous pouvons introduire un nouveau potentiel thermodynamique, dit potentiel de dissipation  $\varphi$ , qui décrit les lois d'évolutions des variables internes. Il est fonction de la température et des taux d'évolution des variables dissipatives :

$$\varphi = \varphi(\underline{\dot{\underline{x}}}, T, \dot{\underline{\mathcal{X}}}_k) \quad (\text{D. 16})$$

Afin de garantir l'admissibilité thermodynamique (positivité de la dissipation), le potentiel  $\varphi$  doit être convexe différentiable, positif et nul en l'origine dans l'espace des variables dissipatives  $(\underline{\dot{\underline{x}}}, T, \dot{\underline{\mathcal{X}}}_k)$ . Les lois d'évolution s'expriment alors par la condition dite de normalité :

$$\underline{\underline{\sigma}}^d = \frac{\partial \varphi(\underline{\dot{\underline{x}}}, T, \dot{\underline{\mathcal{X}}}_k)}{\partial \underline{\dot{\underline{x}}}} \quad \text{et} \quad \mathcal{A} = \frac{\partial \varphi(\underline{\dot{\underline{x}}}, T, \dot{\underline{\mathcal{X}}}_k)}{\partial \dot{\underline{\mathcal{X}}}_k} \quad (\text{D. 17})$$

Sous cette forme, ces lois ne sont pas très utiles. On leur préfère une loi explicite des taux des variables internes  $\dot{\mathcal{V}} = (\underline{\dot{\underline{x}}}, \dot{\underline{\mathcal{X}}})$  en fonction des forces thermodynamiques dissipatives qui leur sont associées  $\dot{\mathcal{F}}^d = (\underline{\underline{\sigma}}^d, \mathcal{A})$ . L'inversion des relations D. 17 est effectuée en utilisant la transformée de Legendre-Fenchel de  $\varphi$  qui est définie par  $\varphi^*(\dot{\mathcal{F}}^d) = \sup_{\dot{\mathcal{V}}} (\dot{\mathcal{F}}^d \cdot \dot{\mathcal{V}} - \varphi(\dot{\mathcal{V}}))$ .  $\varphi^* = \varphi^*(\underline{\underline{\sigma}}^d, \mathcal{A})$  est le potentiel dual de dissipation défini dans l'espace des forces thermodynamiques. Du fait que  $\varphi$  soit convexe, positif et nulle en l'origine,  $\varphi^*$  l'est aussi. Par conséquent l'admissibilité thermodynamique est vérifiée. On aboutit alors à un nouveau formalisme pour les lois d'évolution :

$$\underline{\dot{\underline{x}}} \in \partial \varphi^* \quad (\text{D. 18})$$

$$\dot{\underline{\mathcal{X}}} \in \partial \varphi^* \quad (\text{D. 19})$$

où  $\partial \varphi^*$  représente le sous gradient de  $\varphi^*$ . Dans le cas où  $\partial \varphi^*$  est différentiable, on obtient alors :

$$\underline{\dot{\underline{x}}} = \frac{\partial \varphi^*(\underline{\underline{\sigma}}^d, \mathcal{A})}{\partial \underline{\underline{\sigma}}^d} \quad (\text{D. 20})$$

$$\dot{\underline{\mathcal{X}}} = \frac{\partial \varphi^*(\underline{\underline{\sigma}}^d, \mathcal{A})}{\partial \mathcal{A}} \quad (\text{D. 21})$$

Les équations D. 20 et D. 21, qui définissent les taux de grandeurs dissipatives en fonction de leurs forces thermodynamiques associées, forment les lois d'évolution. Jointes aux lois d'état, elles permettent de déterminer la réponse d'un système à une histoire de sollicitations imposées par les variables de contrôle. Les matériaux qui vérifient la relation D. 20 sont qualifiés de matériaux standards. S'il vérifient également l'équation D. 21, ils sont dits standards généralisés.

## Annexe E

### ÉCRITURE ANALYTIQUE DE LA MATRICE JACOBIENNE DU SCHEMA D'INTÉGRATION IMPLICITE POUR LE MODÈLE SANS DIFFUSION

La présente annexe détaille le calcul de chacun des termes par bloc de la matrice jacobienne définie par l'expression 5.2.28 p. 216. On rappelle l'expression des différents résidus qui interviennent dans cette matrice :

$$\begin{aligned}\underline{R}_{el} &= \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e - (\Delta \underline{\underline{\varepsilon}} - \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) = \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e - (\Delta \underline{\underline{\varepsilon}} - \Delta p \underline{n}_{vp}) \\ R_p &= \Delta p - \dot{p} \Delta t \\ R_x &= \Delta x - \dot{x} \Delta t\end{aligned}$$

où  $\underline{R}_{el}$  est le résidu élastique,  $R_p$  le résidu viscoplastique et  $R_x$  le résidu du volume libre.

#### E.1 Termes issus du résidu sur la composante élastique de la déformation

$$* \frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} :$$

$$\frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \mathbb{I} + \Delta p \frac{\partial \underline{n}_{vp}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} + \frac{\partial \Delta p}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} \underline{n}_{vp}$$

Le terme  $\frac{\partial \Delta p}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e}$  s'annule car nous avons choisi  $\{\underline{\underline{\varepsilon}}^e, p, x\}$  comme variables d'intégration.

Par conséquent :

$$\frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \mathbb{I} + \Delta p \frac{\partial \underline{n}_{vp}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} \quad (\text{E. 1})$$

On cherche à calculer la forme du terme  $\frac{\partial \underline{n}_{vp}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e}$ . Celui-ci peut se décomposer selon la relation :

$$\frac{\partial \underline{n}_{vp}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \frac{\partial \underline{n}_{vp}}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} : \frac{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} \quad (\text{E. 2})$$

or, comme  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e(t + \theta\Delta t) = \underline{\underline{\varepsilon}}^e(t) + \theta\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^e$ , on a  $\frac{\partial\underline{\underline{\varepsilon}}^e}{\partial\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \theta$ . Pour le terme du milieu de la partie droite de l'égalité (E. 2), étant donnée la relation  $\underline{\underline{\sigma}} = \mathbb{C}^e : \underline{\underline{\varepsilon}}^e$ , on a  $\frac{\partial\underline{\underline{\sigma}}}{\partial\underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \mathbb{C}^e$ .

Il reste à calculer le premier terme du membre de droite de la relation (E. 2),  $\frac{\partial\underline{\underline{n}}_{vp}}{\partial\underline{\underline{\sigma}}}$ . Le vecteur normal à la surface d'écoulement viscoplastique s'écrit en  $t + \theta\Delta t$  :

$$\underline{\underline{n}}_{vp}(t + \theta\Delta t) = \frac{3}{2} \frac{\underline{\underline{s}}(t + \theta\Delta t)}{f(\underline{\underline{\sigma}}(t + \theta\Delta t))}$$

où  $f(\underline{\underline{\sigma}}(t + \theta\Delta t)) = \sigma_{\text{éq}}^{VM}(t + \theta\Delta t) = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{s}}(t + \theta\Delta t) : \underline{\underline{s}}(t + \theta\Delta t)}$

Or, comme  $\underline{\underline{s}} = \mathbb{I}_s : \underline{\underline{\sigma}}$ , on a  $\underline{\underline{n}}_{vp}(t + \theta\Delta t) = \frac{3}{2} \frac{\mathbb{I}_s : \underline{\underline{\sigma}}(t + \theta\Delta t)}{f(\underline{\underline{\sigma}}(t + \theta\Delta t))}$  et donc en  $t + \theta\Delta t$  :

$$\frac{\partial\underline{\underline{n}}_{vp}}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} = \frac{3}{2} \frac{\mathbb{I}_s}{f(\underline{\underline{\sigma}})} + \frac{3}{2} \underline{\underline{s}} \otimes \frac{\partial(1/f(\underline{\underline{\sigma}}))}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} = \frac{3}{2} \frac{\mathbb{I}_s}{f(\underline{\underline{\sigma}})} - \frac{3}{2} \underline{\underline{s}} \otimes \frac{1}{f(\underline{\underline{\sigma}})^2} \frac{\partial(f(\underline{\underline{\sigma}}))}{\partial\underline{\underline{\sigma}}}$$

On cherche à déterminer la dérivée partielle à droite du produit tensoriel du dernier membre de l'égalité en  $t + \theta\Delta t$  :

$$\frac{\partial(f(\underline{\underline{\sigma}}))}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} = \frac{\partial}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} \left( \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}} \right) = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{1}{2\sqrt{\underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}}} \frac{\partial(\underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}})}{\partial\underline{\underline{\sigma}}}$$

or  $\frac{\partial\underline{\underline{s}}}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} = \mathbb{I}_s$ , d'où  $\frac{\partial(\underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}})}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} = 2\underline{\underline{s}} : \frac{\partial\underline{\underline{s}}}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} = 2\underline{\underline{s}} : \mathbb{I}_s = 2\underline{\underline{s}}$  car  $\underline{\underline{s}}$  est déviatorique. De ce fait :

$$\frac{\partial(f(\underline{\underline{\sigma}}))}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} = \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{1}{2\sqrt{\underline{\underline{s}} : \underline{\underline{s}}}} 2\underline{\underline{s}} = \frac{3}{2} \frac{\underline{\underline{s}}}{f(\underline{\underline{\sigma}})} = \underline{\underline{n}}_{vp} \quad (\text{E. 3})$$

Pour le terme  $\frac{\partial\underline{\underline{n}}_{vp}}{\partial\underline{\underline{\sigma}}}$ , on a donc :

$$\begin{aligned} \frac{\partial\underline{\underline{n}}_{vp}}{\partial\underline{\underline{\sigma}}} &= \frac{3}{2} \frac{\mathbb{I}_s}{f(\underline{\underline{\sigma}})} - \frac{3}{2} \underline{\underline{s}} \otimes \frac{1}{f(\underline{\underline{\sigma}})^2} \underline{\underline{n}}_{vp} \\ &= \frac{3}{2} \frac{\mathbb{I}_s}{f(\underline{\underline{\sigma}})} - \frac{1}{f(\underline{\underline{\sigma}})} (\underline{\underline{n}}_{vp} \otimes \underline{\underline{n}}_{vp}) \\ &= \frac{1}{f(\underline{\underline{\sigma}})} \left( \frac{3}{2} \mathbb{I}_s - \underline{\underline{n}}_{vp} \otimes \underline{\underline{n}}_{vp} \right) \end{aligned} \quad (\text{E. 4})$$

Finalement, pour la dérivée du résidu élastique par rapport à l'incrément élastique, on a :

$$\frac{\partial\underline{\underline{R}}_{el}}{\partial\Delta\underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \mathbb{I} + \frac{\theta\Delta p}{f(\underline{\underline{\sigma}})} \left( \frac{3}{2} \mathbb{I}_s - \underline{\underline{n}}_{vp} \otimes \underline{\underline{n}}_{vp} \right) : \mathbb{C}^e \quad (\text{E. 5})$$

où les grandeurs  $f(\underline{\sigma})$ ,  $\underline{n}_{vp}$  et  $\mathbb{I}_s$  sont exprimées en  $t + \theta\Delta t$ .

$$* \frac{\partial \underline{\mathbf{R}}_{el}}{\partial \underline{\Delta \mathbf{p}}} :$$

Comme  $\underline{R}_{el} = \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e - (\Delta \underline{\underline{\varepsilon}} - \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) = \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e - (\Delta \underline{\underline{\varepsilon}} - \Delta p \underline{n}_{vp})$ , alors on a :

$$\frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta p} = \underline{n}_{vp} \quad (\text{E. 6})$$

où la normal  $\underline{n}_{vp}$  est exprimée en  $t + \theta\Delta t$ .

$$* \frac{\partial \underline{\mathbf{R}}_{el}}{\partial \underline{\Delta \mathbf{x}}} :$$

$\underline{R}_{el} = \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e - (\Delta \underline{\underline{\varepsilon}} - \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}) = \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e - (\Delta \underline{\underline{\varepsilon}} - \Delta p \underline{n}_{vp})$ . Or nous avons choisi  $\Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e$ ,  $\Delta p$  et  $\Delta x$  comme variables d'intégration donc :

$$\frac{\partial \underline{R}_{el}}{\partial \Delta x} = \underline{0} \quad (\text{E. 7})$$

## E.2 Termes issus du résidu sur la déformation viscoplastique cumulée

$$* \frac{\partial \underline{\mathbf{R}}_p}{\partial \underline{\Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e}} :$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial R_p}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} &= \frac{\partial}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} (\Delta p - \dot{p} \Delta t) \\ &= -\Delta t \frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} \\ &= -\Delta t \frac{\dot{\varepsilon}_{0e} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right) \frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} \end{aligned} \quad (\text{E. 1})$$

On cherche à calculer la dérivée particulière  $\frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e}$  du membre de droite de la dernière égalité.

Ce terme peut se décomposer sous la forme d'un produit doublement contracté de trois termes :

$$\frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta \underline{\underline{\sigma}}} : \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} : \frac{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e}$$

Tous les termes ont été calculés précédemment :

$$\frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta \underline{\underline{\sigma}}} = \underline{n}_{vp}, \quad \frac{\partial \underline{\underline{\sigma}}}{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \mathbb{C}^e, \quad \frac{\partial \underline{\underline{\varepsilon}}^e}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = \theta$$

On a donc en  $t + \theta\Delta t$  :

$$\frac{\partial R_p}{\partial \Delta \underline{\underline{\varepsilon}}^e} = -\theta \Delta t \frac{\dot{\varepsilon}_{0e} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right) \underline{n}_{vp} : \mathbb{C}^e \quad (\text{E. 2})$$

$$* \frac{\partial \mathbf{R}_p}{\partial \Delta p} :$$

$$\frac{\partial R_p}{\partial \Delta p} = \frac{\partial}{\partial \Delta p} (\Delta p - \dot{p} \Delta t) = 1 - \Delta t \frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta p}$$

Le terme  $\frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta p}$  doit être déterminé. Il est égal à :

$$\frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta p} = \frac{\dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right) \frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta p}$$

Or,  $\frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta p} = 0$ , par conséquent

$$\frac{\partial R_p}{\partial \Delta p} = 1 \quad (\text{E. 3})$$

$$* \frac{\partial \mathbf{R}_p}{\partial \Delta x} :$$

$$\frac{\partial R_p}{\partial \Delta x} = \frac{\partial}{\partial \Delta x} (\Delta p - \dot{p} \Delta t) = -\Delta t \frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta x}$$

On cherche à calculer le terme  $\frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta x}$ . On a en  $t + \theta \Delta t$  :

$$\begin{aligned} \frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta x} &= \frac{\partial}{\partial \Delta x} \left( \dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x} \sinh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right) \right) \\ &= \dot{\varepsilon}_{0c} \left( \frac{\partial e^{-1/x}}{\partial \Delta x} \sinh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right) + \frac{e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right) \frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta x} \right) \end{aligned} \quad (\text{E. 4})$$

avec  $x(t + \theta \Delta t) = x(t) + \theta \Delta x$ . Or  $f(\underline{\sigma}) = \sigma_{\dot{\varepsilon}_{\text{eq}}}^{VM} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{s} : \underline{s}}$  et  $\underline{s} = \underline{s}(\Delta \underline{\varepsilon}^e)$ , d'où  $\frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta x} = 0$ .

De plus,  $\frac{\partial e^{-1/x}}{\partial \Delta x} = \frac{\theta}{x^2} e^{-1/x}$ , par conséquent :

$$\frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta x} = \dot{\varepsilon}_{0c} \frac{\theta}{x^2} e^{-1/x} \sinh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right)$$

On reconnaît  $\dot{p}(t + \theta \Delta t) = \dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x} \sinh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right)$ . Finalement, pour le résidu viscoplastique on a :

$$\frac{\partial R_p}{\partial \Delta x} = -\frac{\theta}{x^2} \dot{p} \Delta t \quad (\text{E. 5})$$



### E.3 Termes issus du résidu sur la quantité de volume libre

$$* \frac{\partial \mathbf{R}_x}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} :$$

On a :

$$\begin{aligned} \frac{\partial R_x}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} &= \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} (\Delta x - \dot{x} \Delta t) \\ &= -\Delta t \frac{\partial \dot{x}}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} \\ &= -\Delta t \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} \left( a_x \dot{p} - k_r x^2 \left( e^{-1/x} - c_{f_{\dot{e}q}} \right) \right) \end{aligned} \quad (\text{E. 1})$$

Or, le terme  $k_r x^2 \left( e^{-1/x} - c_{f_{\dot{e}q}} \right)$  ne dépend que de  $x$  donc sa dérivée par rapport à l'incrément de déformation élastique est nulle. Par conséquent,

$$\frac{\partial \dot{x}}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} = a_x \frac{\partial \dot{p}}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}}$$

Le terme  $\frac{\partial \dot{p}}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}}$  a déjà été déterminé plus tôt dans le calcul analytique de  $\frac{\partial R_p}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}}$  (cf équations (E. 1) et (E. 2)). Il vaut :

$$\frac{\partial \dot{p}}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} = \theta \frac{\dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f \left( \frac{\underline{\underline{\sigma}}}{\sigma_a} \right)}{\sigma_a} \right) \underline{\underline{n}}_{vp} : \mathbb{C}^e$$

Par conséquent, on a :

$$\frac{\partial R_x}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} = -\theta \Delta t a_x \frac{\dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f \left( \frac{\underline{\underline{\sigma}}}{\sigma_a} \right)}{\sigma_a} \right) \underline{\underline{n}}_{vp} : \mathbb{C}^e \quad (\text{E. 2})$$

On reconnaît :

$$\frac{\partial R_p}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} = -\theta \Delta t \frac{\dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f \left( \frac{\underline{\underline{\sigma}}}{\sigma_a} \right)}{\sigma_a} \right) \underline{\underline{n}}_{vp} : \mathbb{C}^e$$

Finalement, on arrive à :

$$\frac{\partial R_x}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} = a_x \frac{\partial R_p}{\partial \underline{\underline{\Delta \varepsilon^e}}} \quad (\text{E. 3})$$

$$* \frac{\partial \mathbf{R}_x}{\partial \underline{\underline{\Delta p}}} :$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial R_x}{\partial \underline{\underline{\Delta p}}} &= \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\Delta p}}} (\Delta x - \dot{x} \Delta t) \\ &= -\Delta t \frac{\partial \dot{x}}{\partial \underline{\underline{\Delta p}}} \\ &= -\Delta t \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\Delta p}}} \left( a_x \dot{p} - k_r x^2 \left( e^{-1/x} - c_{f_{\dot{e}q}} \right) \right) \end{aligned} \quad (\text{E. 4})$$

Or, le terme  $k_r x^2 (e^{-1/x} - c_{f_{\text{éq}}})$  ne dépend que de  $x$  donc sa dérivée par rapport à l'incrément de déformation viscoplastique cumulée est nulle. Par conséquent,

$$\frac{\partial \dot{x}}{\partial \Delta p} = a_x \frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta p} = a_x \frac{\dot{\varepsilon}_{0c} e^{-1/x}}{\sigma_a} \cosh \left( \frac{f(\underline{\sigma})}{\sigma_a} \right) \frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta p}$$

Or  $f(\underline{\sigma}) = \sigma_{\text{éq}}^{VM} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{s} : \underline{s}}$  et  $\underline{s} = \underline{s}(\Delta \underline{\varepsilon}^e)$ , d'où  $\frac{\partial f(\underline{\sigma})}{\partial \Delta p} = 0$ . Donc, finalement :

$$\frac{\partial R_x}{\partial \Delta p} = 0 \quad (\text{E. 5})$$

$$* \frac{\partial \mathbf{R}_x}{\partial \Delta \mathbf{x}} :$$

D'après l'expression du résidu  $R_x$ , on a :

$$\frac{\partial R_x}{\partial \Delta x} = 1 - \Delta t \frac{\partial \dot{x}}{\partial \Delta x}$$

Il nous faut déterminer  $\frac{\partial \dot{x}}{\partial \Delta x}$  qui se décompose en trois termes :

$$\frac{\partial \dot{x}}{\partial \Delta x} = a_x \underbrace{\frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta x}}_{(a)} - k_r \left[ \underbrace{\left( e^{-1/x} - c_{f_{\text{éq}}} \right)}_{(b)} \frac{\partial x^2}{\partial \Delta x} + \underbrace{x^2 \frac{\partial e^{-1/x}}{\partial \Delta x}}_{(c)} \right] \quad (\text{E. 6})$$

Le terme (a),  $\frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta x}$ , a déjà été déterminé dans le calcul de  $\frac{\partial R_p}{\partial \Delta x}$  (cf équation (E.2)). Il vaut en  $t + \theta \Delta t$  :

$$\frac{\partial \dot{p}}{\partial \Delta x} = \frac{\theta}{x^2} \dot{p}$$

Pour le terme (b), étant donné que  $x(t + \theta \Delta t) = x(t) + \theta \Delta x$ , on a :

$$\frac{\partial x^2}{\partial \Delta x} = 2\theta x$$

Enfin pour le terme (c),  $x^2 \frac{\partial e^{-1/x}}{\partial \Delta x}$ , on a :

$$x^2 \frac{\partial e^{-1/x}}{\partial \Delta x} = x^2 \frac{\theta}{x^2} e^{-1/x} = \theta e^{-1/x}$$

Par conséquent, pour le terme  $\frac{\partial \dot{x}}{\partial \Delta x}$ , on a :

$$\frac{\partial \dot{x}}{\partial \Delta x} = a_x \frac{\theta}{x^2} \dot{p} - k_r \left[ 2\theta x \left( e^{-1/x} - c_{f_{\text{éq}}} \right) + \theta e^{-1/x} \right]$$

Finalement,

$$\frac{\partial R_x}{\partial \Delta x} = 1 - \theta \Delta t \left[ \frac{a_x}{x^2} \dot{p} - k_r \left( 2x \left( e^{-1/x} - c_{f_{\text{éq}}} \right) + e^{-1/x} \right) \right] \quad (\text{E. 7})$$

## Annexe F

### INFLUENCE DES PARAMÈTRES DU MODÈLE SUR LE COMPORTEMENT HOMOGENÈME DES VERRS MÉTALLIQUES

Cette annexe présente une discussion sur l'influence des divers paramètres du modèle sans diffusion sur le comportement élasto-viscoplastique des verres métalliques dans le mode homogène. Nous nous intéressons notamment à l'effet de leur variation sur l'apparition et l'importance du phénomène d'overshoot représenté sur la figure 5.3 en sous-section 5.2.2.i. Le raisonnement est mené sur les équations du modèle réécrites en un point de Gauss (cf. équations (5.2.54) et (5.2.55)) données en sous-section 5.2.2.i, où l'équation d'évolution du volume libre est reformulée en fonction du taux de défauts  $c_f$  :

$$\dot{c}_f = a_x \dot{\varepsilon}^{vp} c_f \ln^2 c_f - k_r c_f (c_f - c_{f_{\acute{e}q}}) \quad (\text{F. 1})$$

D'après l'équation 5.2.54, si le matériau se déforme à contrainte constante alors la déformation élastique s'annule. C'est donc le terme viscoplastique qui fixe la valeur de la contrainte  $\sigma_{pl}$  au niveau du plateau. Pour une vitesse de déformation et une température données, la valeur de la contrainte plateau dépend du taux de défauts  $c_{f_{pl}} = \exp\left(-\frac{1}{x_{pl}}\right)$  existant à l'état stationnaire, du facteur de fréquence  $\dot{\varepsilon}_{0_c}$  et du volume d'activation  $V_a$  : elle a une sensibilité négative à ces trois paramètres. Le taux de défauts stationnaire est lui égal à :

$$c_{f_{pl}} = \frac{a_x}{k_r} \dot{\varepsilon}^{vp} \ln^2 c_{f_{pl}} + c_{f_{\acute{e}q}} \quad (\text{F. 2})$$

Il dépend du rapport  $\frac{a_x}{k_r}$  et de la valeur de  $c_{f_{\acute{e}q}}$ . Si le matériau ne subit aucune déformation alors le matériau finira par atteindre un taux de défauts stationnaire  $c_{f_{pl}} = c_{f_{\acute{e}q}}$  sous l'effet des phénomènes de relaxation. La contrainte plateau  $\sigma_{pl}$  a une sensibilité négative à ce paramètre. En revanche, si le matériau est déformé à vitesse de déformation donnée, le rapport  $\frac{a_x}{k_r}$  est essentiel : il fixe le taux de défauts dans le régime permanent. Plus ce rapport est grand, plus la concentration de défauts à l'état stationnaire est grande et donc plus la contrainte plateau est faible. Les paramètres  $a_x$  et  $c_{f_{\acute{e}q}}$  d'un côté et  $k_r$  de l'autre ont donc des effets inverses sur la contrainte plateau.

Si les paramètres influent sur le comportement du matériau dans le régime stationnaire, il en est de même dans le régime transitoire :

- quand il diminue, le paramètre  $a_x$  a tendance à faire diminuer l'amplitude des overshoots.

En effet, dans ce cas,  $c_{f_{pl}}$  se rapproche de  $c_{f_{\acute{e}q}}$  et l'équilibre se fait plus rapidement. Une diminution de  $a_x$  entraîne donc une diminution de  $\Delta\sigma$  et une augmentation de  $\Delta\varepsilon$ .

- si le coefficient  $k_r$  intervient de façon opposée à  $a_x$  dans le régime stationnaire, ce n'est plus le cas dans le régime transitoire d'après l'équation F. 1. Lorsque ce coefficient diminue, la quantité de défauts à l'état stationnaire  $c_{f_{pl}}$  augmente et est atteinte moins rapidement. La diminution de  $k_r$  entraîne donc une hausse des valeurs de  $\Delta\sigma$  et  $\Delta\varepsilon$ .
- le taux de défauts à l'équilibre  $c_{f_{\acute{e}q}}$  intervient aussi dans la cinétique d'évolution du taux de défauts  $c_f$  (et du volume libre réduit  $x$ ). L'augmentation de ce paramètre engendre une disparition de l'overshoot. En effet, d'après l'équation F. 2, si  $c_{f_{\acute{e}q}}$  augmente alors la valeur du taux de défauts à l'état stationnaire  $c_{f_{pl}}$  est majoritairement pilotée par ce taux d'équilibre. La contribution du terme dépendant de la vitesse de déformation devient négligeable.
- le facteur de fréquence  $\dot{\varepsilon}_{0c}$  influence l'amplitude des overshoots : celle-ci a une sensibilité positive au terme  $\dot{\varepsilon}_{0c}$ . En revanche, la dépendance du paramètre  $\Delta\varepsilon$  suit la tendance inverse puisque le régime stationnaire est atteint plus rapidement quand  $\dot{\varepsilon}_{0c}$  augmente.

Le module d'Young  $E$  de même que le taux initial de défauts  $c_{f_0}$  (ou la quantité initiale de volume libre  $x_0$ ) n'ont pas d'influence dans le régime stationnaire mais ils en ont une sur l'amplitude des overshoots. Une hausse du module d'Young entraîne donc une augmentation de  $\Delta\sigma$  puisque la contrainte pic  $\sigma_{max}$  augmente alors que la contrainte plateau reste inchangée. A contrario, une augmentation de  $c_{f_0}$  (ou de  $x_0$ ) entraîne une diminution de l'amplitude de l'overshoot<sup>1</sup> car le taux de défauts s'approche de sa valeur à l'état stationnaire qui est ainsi atteinte plus rapidement.

---

1. Il est possible cependant d'observer un overshoot à des valeurs de  $c_{f_0}$  très élevées à condition que la vitesse de déformation soit très grande et que le coefficient  $k_r$  de relaxation soit grand. Dans ce cas, l'annihilation de défauts se fait essentiellement dans le régime élastique ce qui diminue le taux de défauts à un taux inférieure à  $c_{f_{pl}}$  et fait apparaître un overshoot

## Annexe G

### ÉTUDE DE LA CONVERGENCE EN ESPACE ET EN TEMPS DU MODÈLE NUMÉRIQUE SANS DIFFUSION

Cette annexe présente l'étude de convergence numérique en espace et en temps du modèle de localisation sans diffusion dont les équations sont présentées au chapitre 5 sous-section 5.2.3 p.227 (relations 5.2.56 à 5.2.60).

#### G.1 Étude de la dépendance au maillage de la localisation

##### G.1.1 Mise en place des simulations

Les paramètres du modèle utilisé pour cette étude sont ceux déterminés en sous-section 5.2.3 qui ont été ré-exprimés dans un nouveau système d'unités où les distances sont en millimètres et les contraintes en MPa (cf. tableau 5.3 p. 229).

Le calcul numérique est réalisé sur la même géométrie présentée en section 5.2.3.i, une éprouvette parallélépipédique de dimension  $2 \times 0,4 \times 3,2 \text{ mm}^3$  (cf. figure G.1).

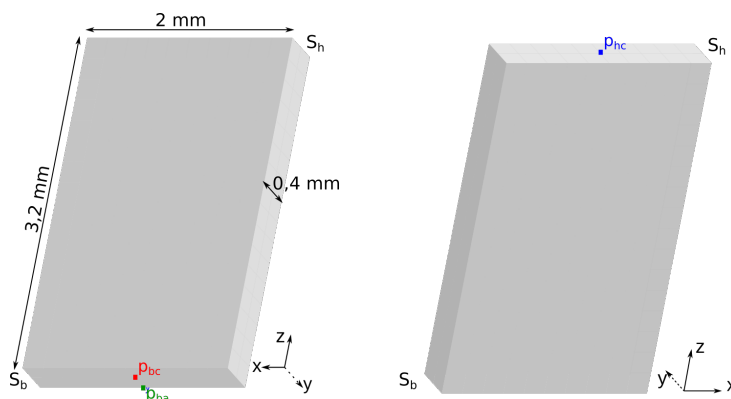


FIG. G.1 Géométrie de l'éprouvette sur laquelle est réalisée l'étude de la dépendance au maillage pour le modèle sans diffusion. Les indices h et b correspondent respectivement au haut et au bas, les indices c au centre et l'indice a à l'arête.

Cette éprouvette est discrétisée à l'aide d'éléments C3D20. Trois maillages sont réalisés (cf. figure G.2) :

- un maillage grossier caractérisé par une taille de maille de 0,2 mm appelé h02
- un maillage fin caractérisé par une taille de maille de 0,1 mm appelé h01
- un maillage très fin caractérisé par une taille de maille de 0,05 mm appelé h005

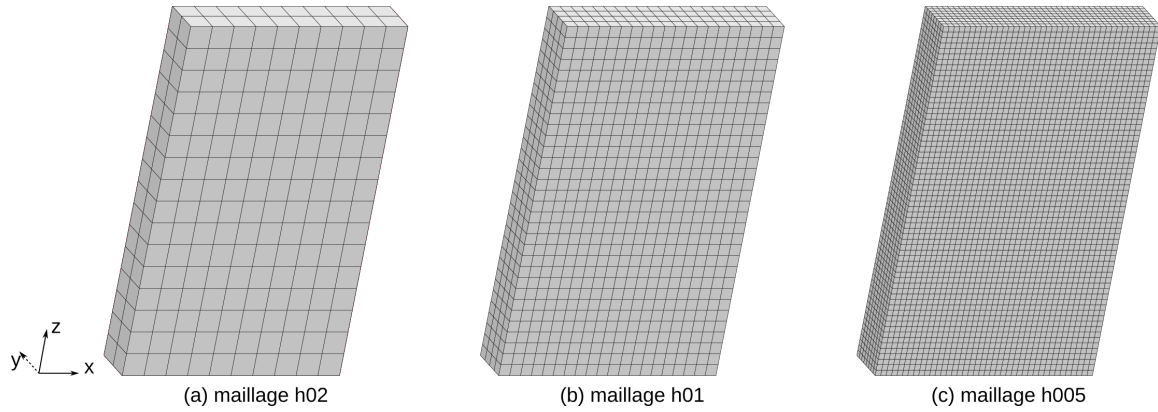


FIG. G.2 Les trois maillages choisis pour l'étude de la convergence en maillage du modèle sans diffusion.

L'éprouvette est comprimée selon la direction  $z$ . Les surfaces verticales latérales sont laissées libres de tout effort et aucun déplacement n'y est imposé. La condition limite retenue pour les surfaces haut  $S_h$  et bas  $S_b$  est le glissement parfait. Aussi, avec les notations de la figure G.1 sur la surface  $S_b$  le point  $p_{bc}$  au centre de la surface est encastré, le point  $p_{ba}$  au centre de l'arête ne peut se déplacer en  $x$  et tous les nœuds de  $S_b$  ont leur déplacement en  $z$  bloqué. Sur la surface  $S_h$ , tous les nœuds ont un déplacement  $U_3 = -10t$  imposé où  $t$  représente le temps.

Le champ initial de répartition du volume libre est légèrement perturbé. Sur l'éprouvette avec le maillage le plus grossier, le champ initial de volume libre est majoritairement homogène, c'est à dire que l'essentiel des points de Gauss ont une valeur initiale  $x_0 = 0,0305$ . Seul un certain nombre de points de Gauss, localisés dans la même région de l'éprouvette, ont un taux de volume libre légèrement supérieur. Ainsi, tous les points de Gauss dont les coordonnées  $(x, y, z)$  vérifient  $\forall y -0,1 < x < 0,5$  et  $1,3 < z < 1,9$  ont une valeur  $x_0$  supérieure et égale à  $0,0325$  (cf. figure G.3). Cette condition initiale en volume libre a été imposée sur le maillage h02.

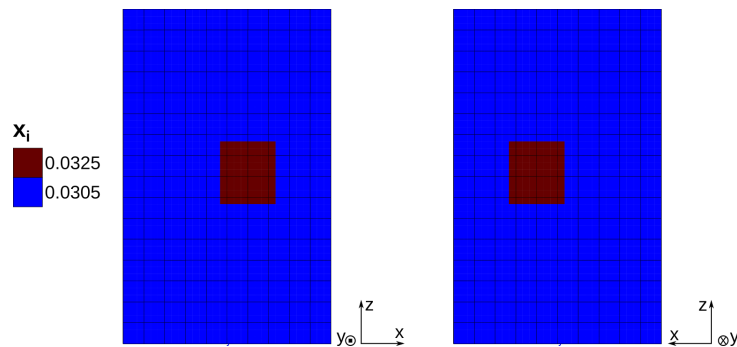


FIG. G.3 Condition initiale de répartition du volume libre sur le maillage h02

Pour les maillages h01 et h005, l'initialisation des valeurs de volume libre aux points de Gauss s'est faite par transfert depuis le maillage h02 (cf. figure G.4). La variable  $x_0$  a été transférée au temps  $t = 0$  des points de Gauss du maillage h02 aux points de Gauss des maillages raffinés par la méthode d'interpolation *nearest\_gp* définie dans ZÉBULON<sup>®</sup> et qui consiste, pour chaque point d'intégration du nouveau maillage, à localiser le point d'intégration le plus près de l'ancien maillage et à affecter au nouveau point de Gauss la variable initiale de l'ancien.

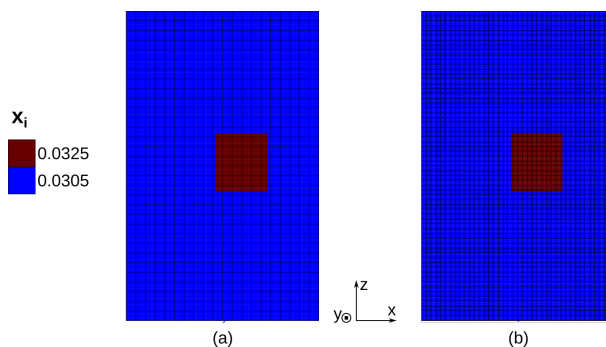


FIG. G.4 Condition initiale de répartition du volume libre sur les maillages (a) h01 et (b) h005 après transfert

### G.1.2 Résultats obtenus

Dans un premier temps, les courbes d'évolution moyenne du volume libre  $x$ , du taux de défauts  $c_f$  et de la contrainte  $\sigma_{33}$  ont été tracées en fonction de la déformation moyenne. Le calcul des grandeurs moyennées sur l'éprouvette est réalisé selon la démarche présentée au paragraphe 5.2.3.i. Dans un second temps, l'évolution des grandeurs  $x$ ,  $c_f$  et  $\varepsilon_{33}$  au sein de l'éprouvette est observée dans la fenêtre graphique du logiciel ZÉBULON<sup>®</sup>. On s'intéresse davantage à l'évolution des variables  $c_f$  et  $\varepsilon_{33}$  qui permettent de contrôler l'apparition des bandes de cisaillement.

Les courbes données en figure G.5 présentent, pour les trois maillages, les courbes d'évolutions des variables  $\sigma_{33}$ , de  $x$  et de  $c_f$ , moyennées sur l'éprouvette, en fonction de la déformation moyenne. Ces courbes montrent déjà que le modèle n'a pas convergé en maillage puisque qu'aucune des courbes ne se superposent pour chacune des grandeurs. Les courbes qui tracent l'évolution du volume libre  $x$  voient leur amplitude décroître avec le raffinement du maillage. La tendance pour les courbes du taux de défauts  $c_f$  est la même puisque  $c_f = \exp\left(-\frac{1}{x}\right)$  à la différence que l'effet de l'exponentielle écarte les courbes entre elles en amplitude. On voit ainsi qu'une petite variation de  $x$  engendre une variation de  $c_f$  plus importante. L'effet du maillage sur l'évolution de la contrainte est moindre par rapport aux deux autres variables. Les contraintes maximale et plateau définies, pour une vitesse de déformation donnée, par les paramètres du modèle et la répartition initiale de volume libre sont les mêmes pour toute les courbes. L'overshoot voit, en revanche, son étendue en déformation décroître avec le raffinement du maillage. Avec la diminution de la quantité de défauts, la vitesse de déformation viscoplastique moyenne diminue d'après les équations 5.2.58 et 5.2.59 p. 227. Par conséquent, en intégrant cette variable par rapport au temps de simulation, la déformation plastique moyenne  $\varepsilon^{vp}$  diminue. Étant donné que  $\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{vp}$  avec  $\varepsilon^e$  inchangée,  $\varepsilon$  diminue aussi, ce qui peut expliquer que l'étendue  $\Delta\varepsilon$  de l'overshoot diminue. En revanche, la contribution de  $c_f$  restant dans le même ordre de grandeur ( $10^{-13}$ ), la diminution de  $\Delta\varepsilon$  est moindre.

Les figures G.6, G.7 et G.8 présentent les résultats après simulation éléments finis avec la perturbation du champ initial de volume libre. On voit qu'à partir de cette zone (zone de croisement des bandes de cisaillement) deux bandes diagonales faisant entre elle un angle d'environ  $100^\circ$  se sont développées. La comparaison des trois figures entre elles montrent que quelle que soit la variable observée, la zone de localisation dépend de la taille de maille. Et notamment, on remarque que plus la maille est petite et plus la zone de localisation est fine.

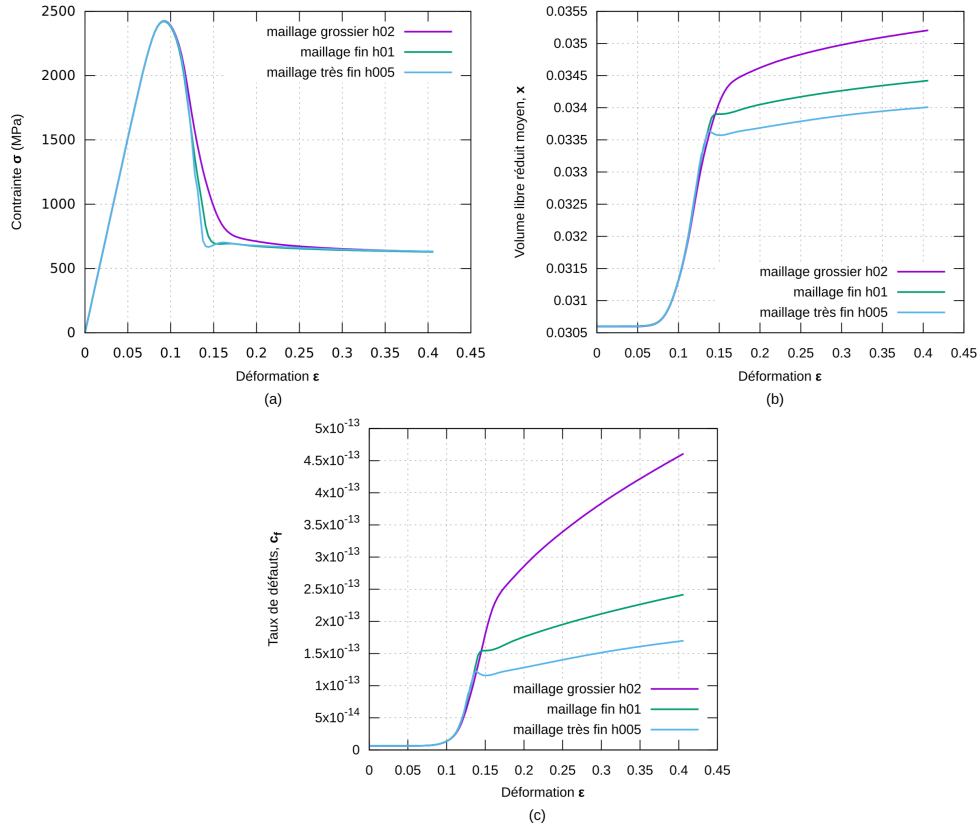


FIG. G.5 Courbes d'évolution des grandeurs d'intérêt moyennées sur l'éprouvette en fonction de la déformation moyenne pour l'étude de dépendance au maillage : (a)  $\sigma_{33}$ , (b)  $x$  et (c)  $c_f$ .

Les observations faites sur les éprouvettes après essais peuvent expliquer les observations faites sur les courbes macroscopiques moyennes. Avec l'affinement de la bande de localisation avec la taille de maille, la zone où chacune des trois grandeurs  $\epsilon_{33}$ ,  $x$  et  $c_f$  est réduite et la zone homogène (en bleu sur les figures) est augmentée. Ceci implique que lorsqu'on réalise les moyennes volumiques, l'impact de localisation s'amointrit et les courbes d'évolution (cf. figure G.5) montrent une amplitude décroissante (pour  $x$  et  $c_f$ ) ou un overshoot plus fin (pour  $\sigma_{33}$ ) avec l'affinement de la zone de localisation

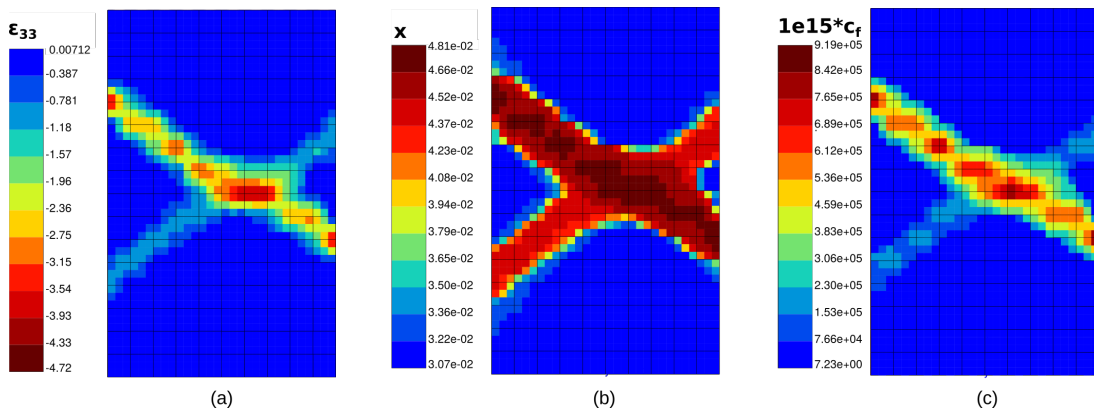


FIG. G.6 Résultats des simulations éléments finis pour le maillage grossier h02 : (a)  $\epsilon_{33}$ , (b)  $x$  et (c)  $10^{15} c_f$ .



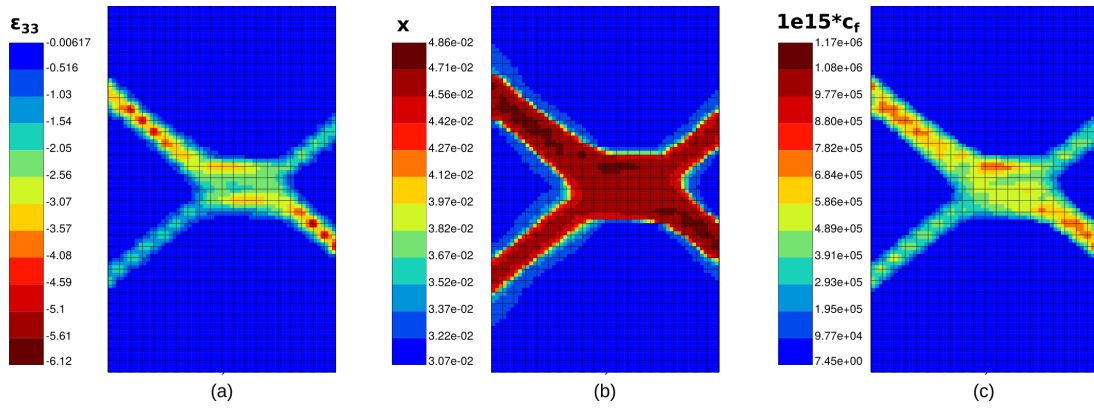


FIG. G.7 Résultats des simulations éléments finis pour le maillage fin h01 : (a)  $\varepsilon_{33}$ , (b)  $x$  et (c)  $10^{15}c_f$ .

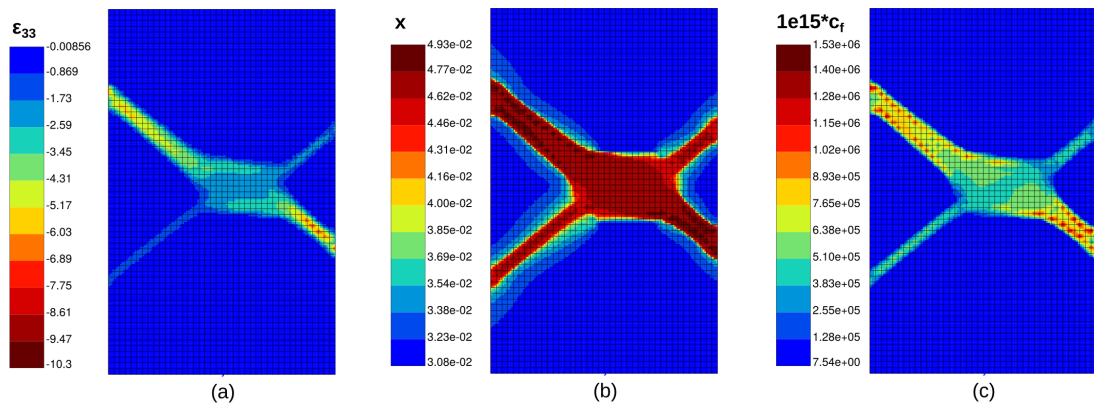


FIG. G.8 Résultats des simulations éléments finis pour le maillage très fin h005 : (a)  $\varepsilon_{33}$ , (b)  $x$  et (c)  $10^{15}c_f$ .

## G.2 Étude de la convergence en temps du modèle sans diffusion

L'étude de la dépendance en temps du modèle localisant sans diffusion a été réalisée sur la même géométrie (cf figure G.1) que l'étude de convergence en maillage, avec le maillage grossier h02 (cf. figure G.2.a). Celui-ci donne en effet un bon compromis sur la pertinence des résultats avec la possibilité d'observation de la localisation et un temps de calcul raisonnable. La répartition de volume libre initiale est identique à celle présentée en figure G.3. Le même test de compression que précédemment est réalisé avec un déplacement  $U_3 = -10t$  imposé sur la face supérieure. Une première simulation avec un pas de temps de  $\Delta t_1 = 10^{-4} \text{s}^{-1}$  est réalisée suivie d'une seconde avec un pas de temps  $\Delta t_1/2$ .

Les courbes données en figure G.5 présentent de gauche à droite, pour les trois maillages, les courbes d'évolution des variables  $\sigma_{33}$ ,  $x$  et  $c_f$ , moyennées sur l'éprouvette, en fonction de la déformation moyenne. Les calculs des quantités moyennées sont effectués comme précédemment. Ces courbes couplées aux images obtenues en fin de simulation pour la déformation  $\varepsilon_{33}$  (cf. figure G.10), par exemple, montrent la convergence en temps du modèle sans diffusion élaboré.

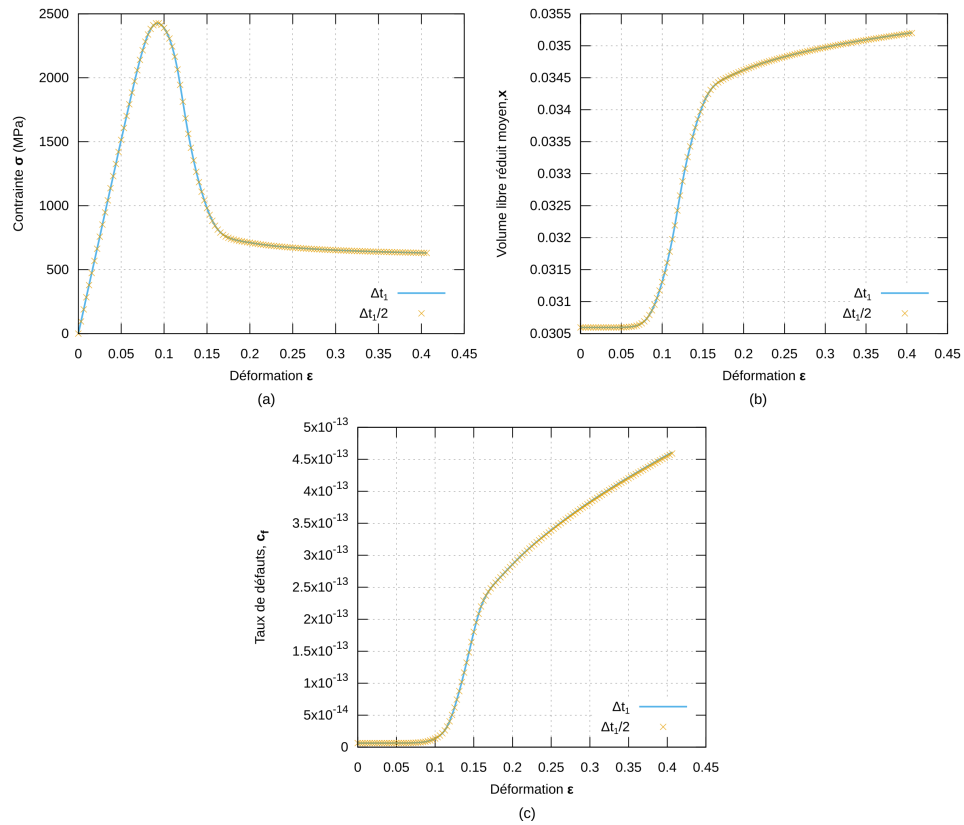


FIG. G.9 Courbes d'évolution des grandeurs d'intérêt moyennées sur l'éprouvette en fonction de la déformation moyenne pour l'étude de la convergence en temps : (a)  $\sigma_{33}$ , (b)  $x$  et (c)  $c_f$ .

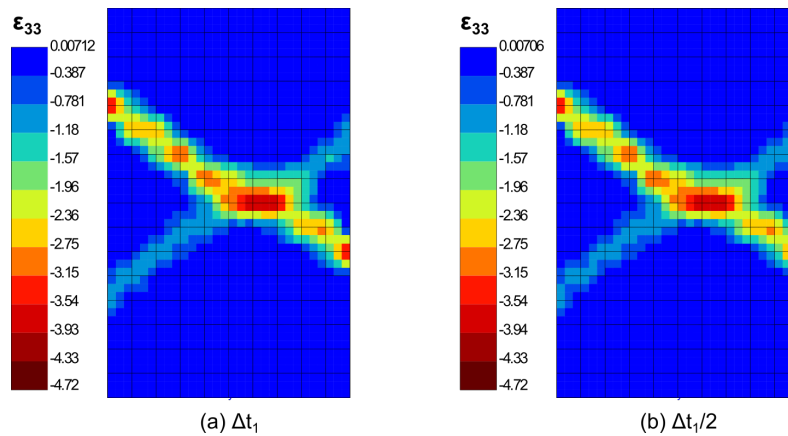


FIG. G.10 Résultats des simulations éléments finis obtenues pour  $\epsilon_{33}$  lors de l'étude de convergence en temps du modèle : (a)  $\Delta t_1 = 10^{-4}$ , (b)  $\Delta t_1/2$ .

## Annexe H

### ÉTUDE DE LA CONVERGENCE EN ESPACE ET EN TEMPS DU MODÈLE NUMÉRIQUE AVEC DIFFUSION

Cette annexe présente l'étude de convergence numérique en espace et en temps du modèle de localisation avec diffusion dont les équations sont présentées au chapitre 5 section 5.3 p.251 (relations 5.3.1 à 5.3.5).

#### H.1 Étude de la dépendance au maillage de la localisation

##### H.1.1 Mise en place des simulations

Les paramètres du modèle utilisés pour cette étude sont ceux déterminés en sous-section 5.3.2 qui ont été ré-exprimés dans un nouveau système d'unités où les distances sont en micromètres et les contraintes en MPa (cf. tableau 5.4 p. 255).

Le calcul numérique est réalisé sur la même géométrie présentée en sous-section 5.3.2, une éprouvette parallélépipédique de dimension  $0,02 \times 0,004 \times 0,032 \mu\text{m}^3$  (cf. figure H.1).

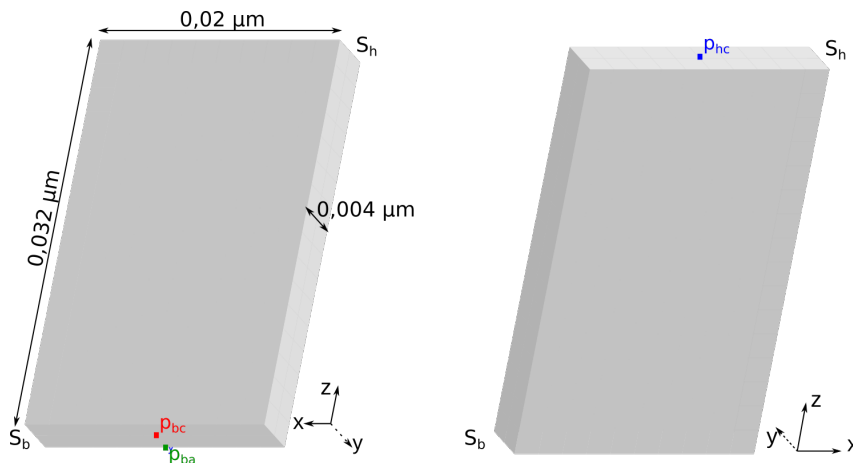


FIG. H.1 Géométrie de l'éprouvette sur laquelle est réalisée l'étude de la dépendance au maillage pour le modèle avec diffusion. Les indices h et b correspondent respectivement au haut et au bas, les indices c au centre et l'indice a à l'arrête.

Cette éprouvette est discrétisée à l'aide d'éléments C3D20. Deux maillages sont réalisés (cf. figure H.2) :

- un maillage grossier caractérisé par une taille de maille de  $0,002 \mu\text{m}$  appelé h002
- un maillage fin caractérisé par une taille de maille de  $0,001 \mu\text{m}$  appelé h001

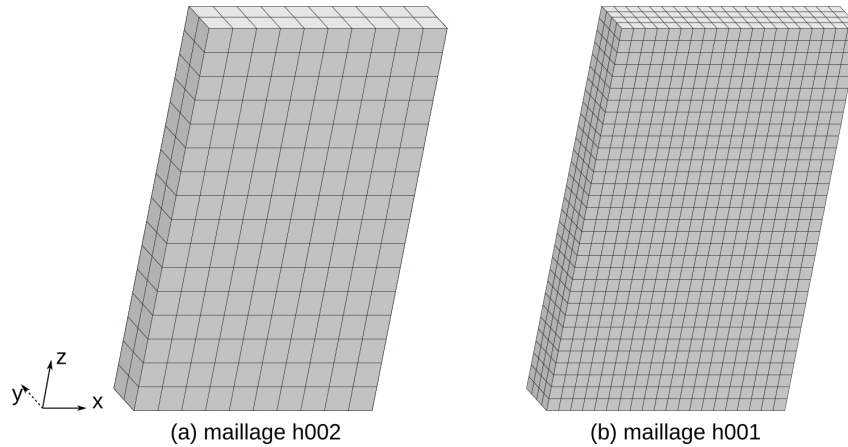


FIG. H.2 Les deux maillages choisis pour l'étude de la convergence en maillage du modèle avec diffusion.

L'éprouvette est comprimée, sur sa surface haute  $S_h$ , selon la direction  $z$ . Tous les nœuds de  $S_h$  ont un déplacement imposé  $U_3 = -0,1t$ , où  $t$  représente le temps. Les autres conditions aux limites retenues sont les mêmes que celles présentées dans l'étude de la convergence en espace et en temps du modèle sans diffusion. Elles sont données en sous-section G.1.1 de l'annexe G.

Le champ initial de répartition du volume libre, défini aux nœuds est légèrement perturbé. Sur l'éprouvette avec le maillage grossier, le champ initial de volume libre est majoritairement homogène, c'est à dire que l'essentiel des nœuds ont une valeur initiale  $x_0 = 0,0305$ . Seul un certain nombre de nœuds, localisés dans la même région de l'éprouvette, ont un taux de volume libre légèrement supérieur. Ainsi, tous les nœuds dont les coordonnées  $(x, y, z)$  vérifient  $\forall y$ ,  $-0,001 < x < 0,005$  et  $0,013 < z < 0,019$ , ont une valeur  $x_0$  supérieure et égale à  $0,0325$  (cf. figure H.3). Cette condition initiale en volume libre a été imposée aux nœuds du maillage h002 et a été interpolée sur ceux du maillage h001.

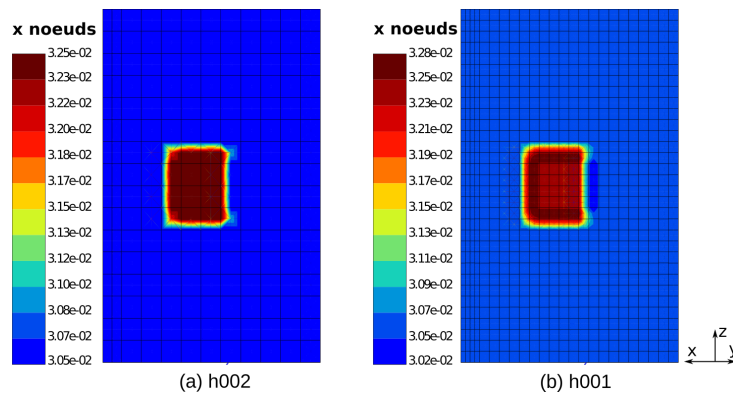


FIG. H.3 Condition initiale de répartition du volume libre sur les maillages (a) h002 et (b) h001

### H.1.2 Résultats obtenus

Dans un premier temps, les courbes d'évolution moyenne du volume libre  $x$ , du taux de défauts  $c_f$  et de la contrainte  $\sigma_{33}$  ont été tracées en fonction de la déformation moyenne. Le calcul des grandeurs moyennées sur l'éprouvette est réalisé selon la démarche présentée au paragraphe 5.2.3.i. Dans un second temps, l'évolution des champs  $x$ ,  $c_f$  et  $p$  au sein de l'éprouvette est observée dans la fenêtre graphique du logiciel ZÉBU-LON<sup>®</sup>. On s'intéresse davantage à l'évolution des variables  $c_f$  et  $p$  qui permettent de contrôler l'apparition des bandes de cisaillement.

Les courbes données en figure H.4 présentent, pour les deux maillages, les courbes d'évolution des variables  $\sigma_{33}$ ,  $x$  et  $c_f$ , moyennées sur l'éprouvette, en fonction de la déformation moyenne. Ces courbes montrent que, quelle que soit la finesse du maillage choisi, la réponse macroscopique du matériau est la même. Il semble donc que le modèle ait convergé en espace. L'ajout d'une longueur caractéristique par le terme de diffusion  $D\Delta(x)$  a permis de lever les problèmes numériques de dépendance au maillage de la réponse des éprouvettes simulées.

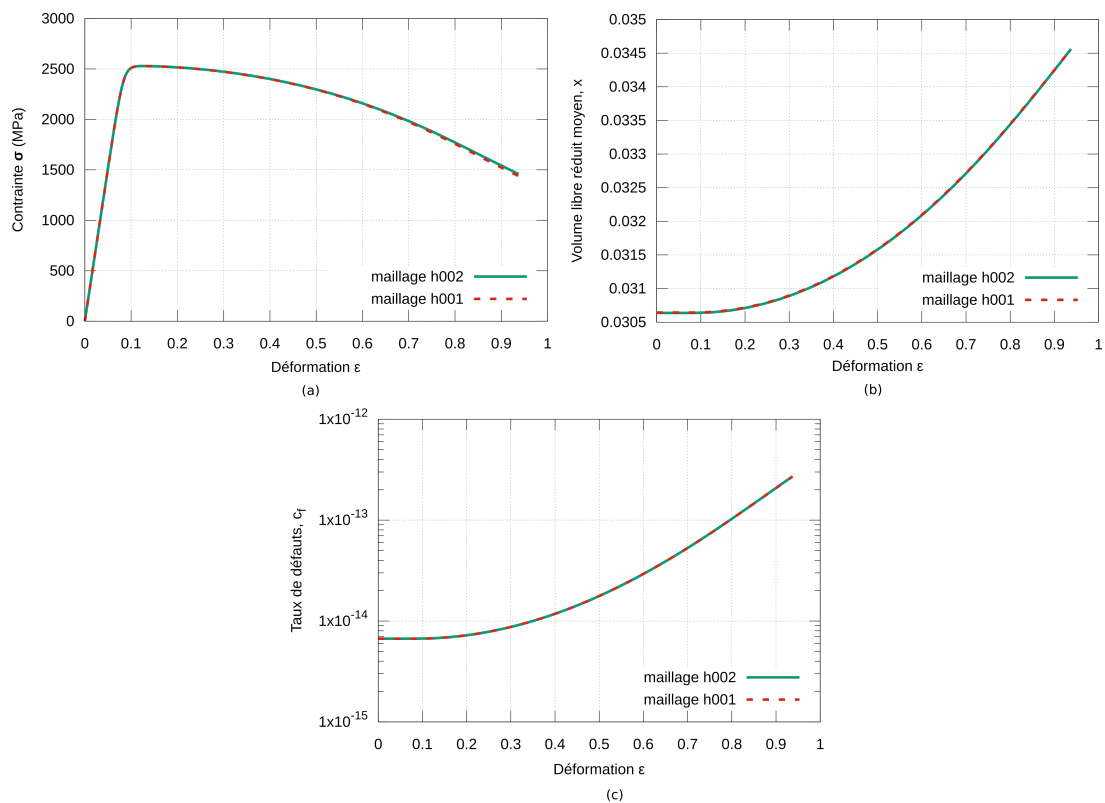


FIG. H.4 Courbes d'évolution des grandeurs d'intérêt moyennées sur l'éprouvette en fonction de la déformation moyenne pour l'étude de dépendance au maillage du modèle avec diffusion : (a)  $\sigma_{33}$ , (b)  $x$  et (c)  $c_f$ .

La figure H.5 présente les champs  $x$ ,  $c_f$  et  $p$  obtenus après simulation, avec la perturbation du champ initial de volume libre. Les images confirment la convergence en espace du modèle avec diffusion

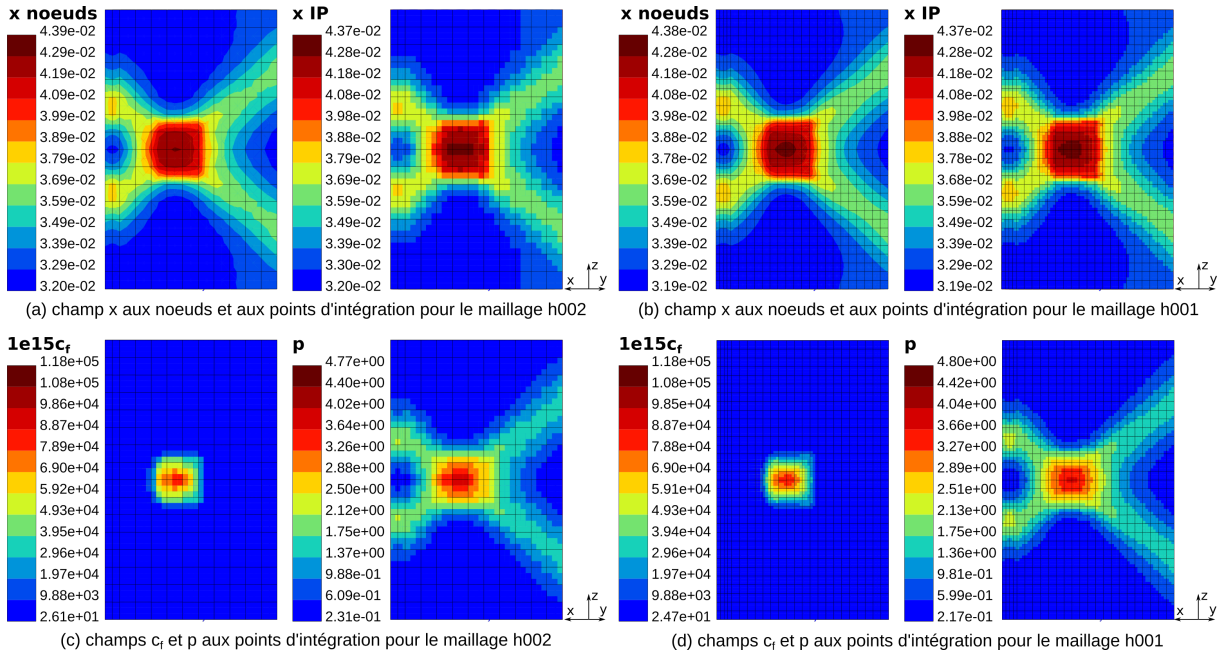


FIG. H.5 Résultats des simulations éléments finis pour les maillages grossier h002 et fin h001 :  $x$  aux nœuds et aux points de Gauss (a) pour la maillage h002 et (b) pour le maillage h001 ;  $c_f \cdot 10^{15}$  et  $p$  (c) pour le maillage h002 et (d) pour le maillage h001.

## H.2 Étude de la convergence en temps du modèle sans diffusion

L'étude de la dépendance en temps du modèle avec diffusion a été réalisée sur la même géométrie (cf figure H.1) que l'étude de convergence en maillage, avec le maillage grossier h002 (cf. figure H.2.a). Celui-ci donne en effet un bon compromis sur la pertinence des résultats avec la possibilité d'observation de la localisation et un temps de calcul raisonnable. La répartition de volume libre initiale est identique à celle présentée en figure H.3. Le même test de compression que précédemment est réalisé avec un déplacement  $U_3 = -0,1t$  imposé sur la face supérieure. Une première simulation avec un pas de temps de  $\Delta t_1 = 2.5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  est réalisée suivie d'une seconde avec un pas de temps  $\Delta t_1/2$ .

Les courbes données en figure H.6 présentent, pour les trois maillages, les courbes d'évolution des variables  $\sigma_{33}$ ,  $x$  et  $c_f$ , moyennées sur l'éprouvette, en fonction de la déformation moyenne. Les calculs des quantités moyennées sont effectués comme précédemment. Ces courbes couplées aux images obtenues en fin de simulation (cf. figure H.7) montrent la convergence en temps du modèle avec diffusion.

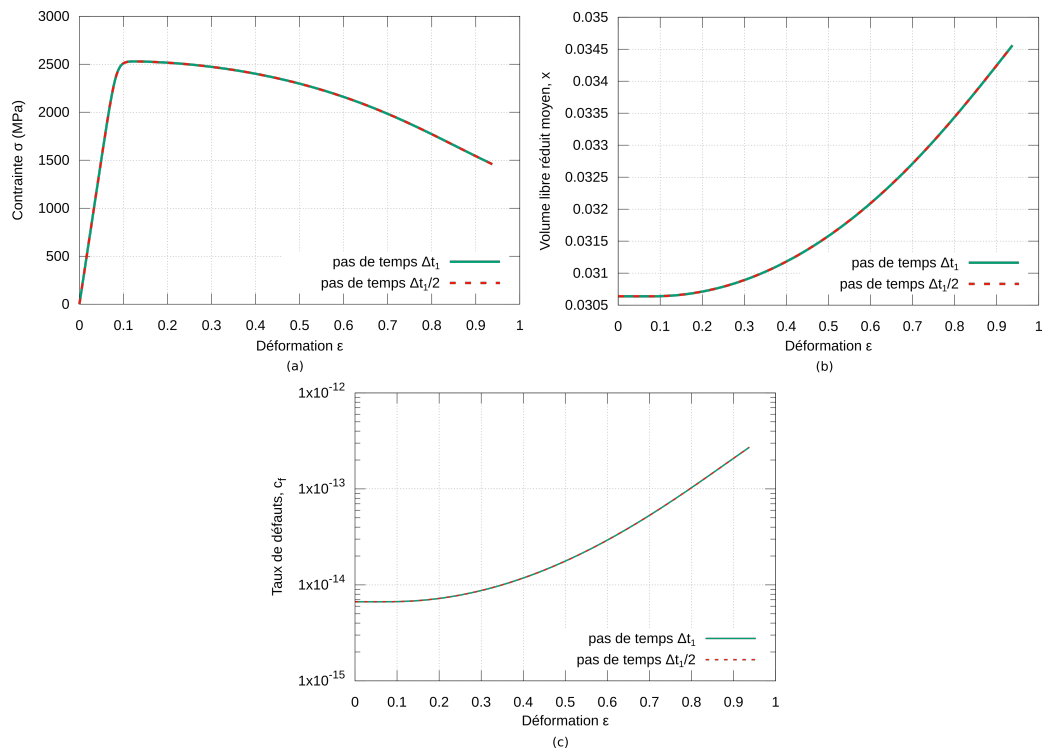


FIG. H.6 Courbes d'évolution des grandeurs d'intérêt moyennées sur l'éprouvette en fonction de la déformation moyenne pour l'étude de la convergence en temps du modèle avec diffusion : (a)  $\sigma_{33}$ , (b)  $x$  et (c)  $c_f$ .

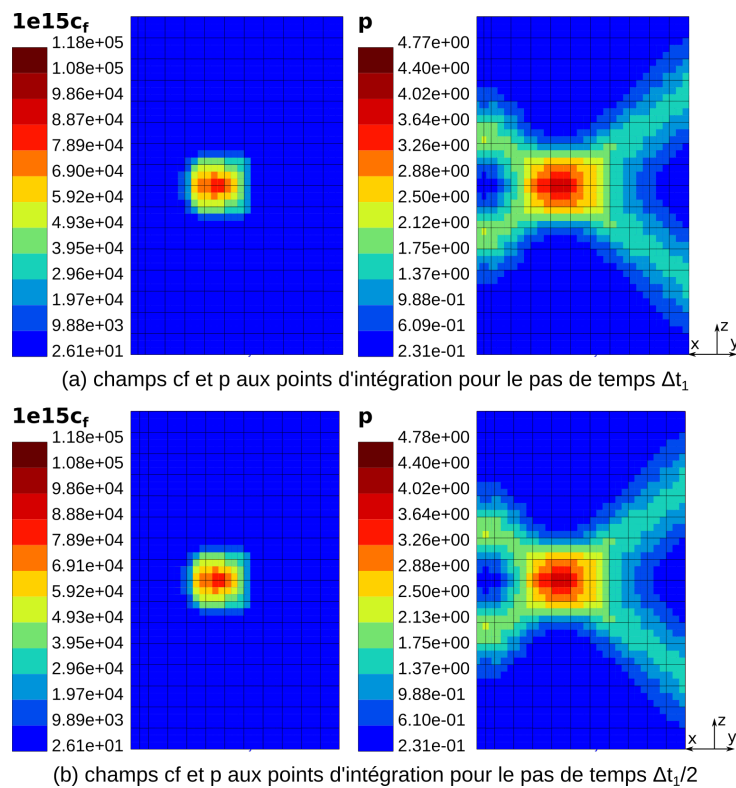


FIG. H.7 Résultats des simulations éléments finis obtenus pour les champs  $c_f$  et  $p$  lors de l'étude de convergence en temps du modèle avec diffusion : (a)  $\Delta t_1 = 2.5 \cdot 10^{-5}$ , (b)  $\Delta t_1/2$ .





# BIBLIOGRAPHIE

- [Adam and Gibbs, 1965] Adam, G. and Gibbs, J. H. (1965). On the temperature dependence of cooperative relaxation properties in glass-forming liquids. *J. Chem. Phys.*, 43(1) :139–146.
- [Aljerf, 2011] Aljerf, M. (2011). *Propriétés mécaniques des verres métalliques. Mise en forme et applications*. PhD thesis, Université de Grenoble.
- [Anand and Su, 2005] Anand, L. and Su, C. (2005). A theory for amorphous viscoplastic materials undergoing finite deformations, with application to metallic glasses. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53(6) :1362–1396.
- [Argon, 1979] Argon, A. S. (1979). Plastic deformation in metallic glasses. *Acta Metallurgica*, 27(1) :47–58.
- [Ashby and Greer, 2006] Ashby, M. F. and Greer, A. L. (2006). Metallic glasses as structural materials. *Scripta Materialia*, 54(3) :321–326.
- [Bagley and DiSalvo, 1973] Bagley, B. G. and DiSalvo, F. J. (1973). The Low Temperature Magnetic Properties of Glassy and Crystalline  $\text{Pd}_{0.775}\text{Cu}_{0.06}\text{Si}_{0.165}$ . In Plenum, editor, *Amorphous Magnetism*, pages 143–148, New York.
- [Bancroft, 1941] Bancroft, D. (1941). The velocity of longitudinal waves in cylindrical bars. *Physical Review*, 59 :588–593.
- [Basu and Ranganathan, 2003] Basu, J. and Ranganathan, S. (2003). Bulk metallic glasses : A new class of engineering materials. *Sadhana*, 28(3-4) :783–798.
- [Bernal, 1959] Bernal, J. D. (1959). A Geometrical Approach to the Structure Of Liquids. *Nature*, 183 :141.
- [Bertholf and Karnes, 1975] Bertholf, L. D. and Karnes, C. H. (1975). Two-dimensional analysis of the Split Hopkinson Pressure Bar system. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 23(1) :1–19.
- [Besson et al., 2009] Besson, J., Cailletaud, G., Chaboche, J.-L., and Forest, S. (2009). *Non-Linear Mechanics of Materials*. Springer Science & Business Media.
- [Bian et al., 2000] Bian, Z., He, G., and Chen, G. (2000). Microstructure and mechanical properties of as-cast  $\text{Zr}_{52.5}\text{Cu}_{17.9}\text{Ni}_{14.6}\text{Al}_{10}\text{Ti}_5$  bulky glass alloy. *Scripta Materialia*, 43 :1003–1008.
- [Bian et al., 2002] Bian, Z., He, G., and Chen, G. L. (2002). Investigation of shear bands under compressive testing for Zr-based bulk metallic glasses containing nanocrystals. *Scripta Materialia*, 46(6) :407–412.
- [Blétry, 2004] Blétry, M. (2004). *Déformation dans l'intervalle de transition vitreuse de verres métalliques massifs base Zirconium*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [Blétry et al., 2006] Blétry, M., Guyot, P., Blandin, J., and Soubeyroux, J. (2006). Free volume model : High-temperature deformation of a Zr-based bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 54(5) :1257–1263.

- [Blétry et al., 2004] Blétry, M., Guyot, P., Bréchet, Y., Blandin, J., and Soubeyroux, J. (2004). Homogeneous deformation of Zr-Ti-Al-Cu-Ni bulk metallic glass. *Intermetallics*, 12 :1051–1055.
- [Blétry et al., 2007] Blétry, M., Guyot, P., Bréchet, Y., Blandin, J., and Soubeyroux, J. (2007). Transient regimes during high-temperature deformation of a bulk metallic glass : A free volume approach. *Acta Materialia*, 55(18) :6331–6337.
- [Blétry et al., 2014] Blétry, M., Thai, M. T., Champion, Y., Perrière, L., and Ochin, P. (2014). Consistency of the free-volume approach to the homogeneous deformation of metallic glasses. *Comptes Rendus Mécanique*, 342(5) :311–314.
- [Bobrov et al., 2006] Bobrov, O. P., Csach, K., Khonik, V. A., Kitagawa, K., Laptev, S. N., and Yazvitsky, M. Y. (2006). Stress relaxation of bulk and ribbon glassy Pd<sub>40</sub>Cu<sub>30</sub>Ni<sub>10</sub>P<sub>20</sub>. *Scripta Materialia*, 54(3) :369–373.
- [Bonnet, 2005] Bonnet, M. (2005). Analyse des structures mécaniques par la methode des éléments finis. Cours de l'École Polytechnique.
- [Brest, 2013] Brest, J.-S. (2013). *Étude et modélisation du comportement mécanique de verres métalliques massifs*. PhD thesis, Université de Bretagne-Sud.
- [Brest et al., 2014] Brest, J. S., Keryvin, V., Longère, P., and Yokoyama, Y. (2014). Insight into plasticity mechanisms in metallic glasses by means of a brazilian test and numerical simulation. *Journal of Alloys and Compounds*, 586 :S236–S241.
- [Bruck et al., 1996] Bruck, H. A., Rosakis, A. J., and Johnson, W. L. (1996). The dynamic compressive behavior of beryllium bearing bulk metallic glasses. *Journal of Materials Research*, 11(2) :503–511.
- [Brun, 1990] Brun, L. (1990). *Introduction à la thermodynamique des matériaux*. École polytechnique, Département de mécanique.
- [Budke et al., 1997] Budke, E., Fielitz, P., Macht, M., Naundorf, V., and Frohberg, G. (1997). Impurity diffusion in Zr-Ti-Cu-Ni-Be bulk glasses. *Defect and Diffusion Forum*, 143 :825–830.
- [Burgess and Ferry, 2009] Burgess, T. and Ferry, M. (2009). Nanoindentation of metallic glasses. *Materials Today*, 12(1) :24–32.
- [Busch, 2000] Busch, R. (2000). The thermophysical properties of bulk metallic glass-forming liquids. *JOM*, 52(7) :39–42.
- [Busch et al., 1998] Busch, R., Bakke, E., and Johnson, W. L. (1998). Viscosity of the supercooled liquid and relaxation at the glass transition of the Zr-Ti-Cu-Ni-Be bulk metallic glass forming alloy. *Acta Materialia*, 46(13) :4725–4732.
- [Busch et al., 1995] Busch, R., Schneider, S., Peker, A., and Johnson, W. (1995). Decomposition and primary crystallization in undercooled Zr<sub>41.2</sub>Ti<sub>13.8</sub>Cu<sub>12.5</sub>Ni<sub>10.0</sub>Be<sub>22.5</sub> melts. *Applied Physics Letters*, 67 :1544 – 1546.
- [Bussac et al., 2002] Bussac, M.-N., Collet, P., Gary, G., and 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(2) :321–349.

- [Capra and Davidovici, 1982] Capra, A. and Davidovici, V. (1982). *Calcul dynamique des structures en zone sismique*. Eyrolles. Google-Books-ID : p6ZTAAAAYAAJ.
- [Carneiro, 1943] Carneiro, F. L. L. B. (1943). A new method to determine the tensile strength of concrete. In *5th meeting of the Brazilian Association for Technical Rules*, volume 3d. section, pages 126–129. “Associação Brasileira de Normas Técnicas—ABNT”.
- [Champion, 2011] Champion, Y. (2011). Alliages métalliques amorphes. *Techniques de l'Ingénieur*. Ref M4025 V1.
- [Champion, 2015] Champion, Y. (2015). Verres métalliques base magnésium pour protection balistique. Projet ANR - Programme ASTRID 2012.
- [Champion and Blétry, 2009] Champion, Y. and Blétry, M. (2009). Propriétés mécaniques des verres métalliques. *Techniques de l'Ingénieur*. "Matériaux fonctionnels" - Ref N2720 V1.
- [Chen, 1973] Chen, H. S. (1973). Plastic flow in metallic glasses under compression. *Scripta Metallurgica*, 7(9) :931–935.
- [Chen, 1974] Chen, H. S. (1974). Thermodynamic considerations on the formation and stability of metallic glasses. *Acta Metallurgica*, 22(12) :1505–1511.
- [Chen et al., 2000] Chen, H.-S., Kato, H., and Inoue, A. (2000). A fictive stress model calculation of stress-overshoot : A nonlinear viscoelastic behavior in metallic glass. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 39(4) :1808.
- [Chen et al., 2016] Chen, Z. Q., Huang, L., Huang, P., Xu, K. W., Wang, F., and Lu, T. J. (2016). Clarification on shear transformation zone size and its correlation with plasticity for Zr-based bulk metallic glass in different structural states. *Materials Science and Engineering : A*, 677 :349–355.
- [Cheng et al., 2009] Cheng, Y., Ma, E., and Sheng, H. (2009). Atomic Level Structure in Multicomponent Bulk Metallic Glass. *Physical review letters*, 102 :245501.
- [Cohen and Turnbull, 1959] Cohen, M. H. and Turnbull, D. (1959). Molecular transport in liquids and glasses. *The Journal of Chemicals Physics*, pages 1164–1169.
- [Conner et al., 2003] Conner, R. D., Johnson, W. L., Paton, N. E., and Nix, W. D. (2003). Shear bands and cracking of metallic glass plates in bending. *Journal of Applied Physics*, 94(2) :904–911.
- [Conner et al., 2004] Conner, R. D., Li, Y., Nix, W. D., and Johnson, W. L. (2004). Shear band spacing under bending of Zr-based metallic glass plates. *Acta Materialia*, 52(8) :2429–2434.
- [Couque et al., 2009] Couque, H., Champion, Y., and Nowak, S. (2009). Effect of the dynamic loading rate on the failure of bulk metallic glasses. In *DYMAT 2009 - 9th International Conferences on the Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading*, volume 2, pages 985–991. EDP Sciences.
- [Davies and Hunter, 1963] Davies, E. D. H. and Hunter, S. C. (1963). The dynamic compression testing of solids by the method of the Split Hopkinson Pressure Bar. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(3) :155–179.
- [Davies and Taylor, 1948] Davies, R. M. and 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.

- [de Hey et al., 1998] de Hey, P., Sietsma, J., and van den Beukel, A. (1998). Structural disordering in amorphous  $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$  induced by high temperature deformation. *Acta Materialia*, 46(16) :5873–5882.
- [Deng and Argon, 1986] Deng, D. and Argon, A. S. (1986). Structural relaxation and embrittlement of  $\text{Cu}_{59}\text{Zr}_{41}$  and  $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$  glasses. *Acta Metallurgica*, 34(10) :2011–2023.
- [Dodd and Bai, 2013] Dodd, B. and Bai, Y. (2013). *Adiabatic shear localization : frontiers and advances*. Elsevier. OCLC : 824663369.
- [Donovan, 1989] Donovan, P. E. (1989). A yield criterion for  $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$  metallic glass. *Acta Metallurgica*, 37(2) :445–456.
- [Dougherty et al., 1994] Dougherty, G. M., Shiflet, G. J., and Poon, S. J. (1994). Synthesis and microstructural evolution of Al-Ni-Fe-Gd metallic glass by mechanical alloying. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(7) :2275–2283.
- [Duine et al., 1993] Duine, P. A., Sietsma, J., and van den Beukel, A. (1993). Atomic transport in amorphous  $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$  near the glass-transition temperature : Au diffusivity and viscosity. *Phys. Rev. B*, 48(10) :6957–6965.
- [Eckert et al., 2001] Eckert, J., Kühn, U., Mattern, N., Reger-Leonhard, A., and Heilmaier, M. (2001). Bulk nanostructured Zr-based multiphase alloys with high strength and good ductility. *Scripta Materialia*, 44 :1587–1590.
- [Ehmler et al., 1998] Ehmler, H., Heesemann, A., Raetzke, K., Faupel, F., and Geyer, U. (1998). Mass dependence of diffusion in a supercooled metallic melt. *Physical Review Letters*, 80 :4919–4922.
- [Evenson and Busch, 2011] Evenson, Z. and Busch, R. (2011). Equilibrium viscosity, enthalpy recovery and free volume relaxation in a  $\text{Zr}_{44}\text{Ti}_{11}\text{Ni}_{10}\text{Cu}_{10}\text{Be}_{25}$  bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 59(11) :4404–4415.
- [Falk and Langer, 1998] Falk, M. L. and Langer, J. S. (1998). Dynamics of viscoplastic deformation in amorphous solids. *Phys. Rev. E*, 57(6) :7192–7205.
- [Fan et al., 2001] Fan, C., Li, C., Inoue, A., and Haas, V. (2001). Effects of Nb addition on icosahedral quasicrystalline phase formation and glass-forming ability of Zr-Ni-Cu-Al metallic glasses. *Appl. Phys. Lett.*, 79(7) :1024–1026.
- [Fan et al., 1999] Fan, C., Louzguine, D. V., Li, C., and Inoue, A. (1999). Nanocrystalline composites with high strength obtained in Zr-Ti-Ni-Cu-Al bulk amorphous alloys. *Appl. Phys. Lett.*, 75(3) :340–342.
- [Fan, 2017] Fan, J. (2017). High-rate squeezing process of bulk metallic glasses. *Sci Rep*, 7(1) :45051.
- [Faupel et al., 1990] Faupel, F., Hüppe, P., and Rätzke, K. (1990). Pressure dependence and isotope effect of self-diffusion in a metallic glass. *Phys. Rev. Lett.*, 65(10) :1219–1222.
- [Fielitz et al., 1999] Fielitz, P., Macht, M. P., Naundorf, V., and Frohberg, G. (1999). Diffusion in ZrTiCuNiBe bulk glasses at temperatures around the glass transition. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 250-252 :674–678.

- [Flores and Dauskardt, 2001] Flores, K. M. and Dauskardt, R. H. (2001). Mean stress effects on flow localization and failure in a bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 49(13) :2527–2537.
- [Follansbee and Frantz, 1983] Follansbee, P. S. and Frantz, C. (1983). Wave propagation in the split Hopkinson pressure bar. *J. Eng. Mater. Technol*, 105(1) :61–66.
- [Forquin, 2017] Forquin, P. (2017). Brittle materials at high-loading rates : an open area of research. *Phil. Trans. R. Soc. A.*, 375(2085) :20160436.
- [Fressengeas and Molinari, 1985] Fressengeas, C. and Molinari, A. (1985). Formation des bandes de cisaillement : une analyse de stabilité relative. *J. Phys. Colloques*, 46 :283–289.
- [Fursova and Khonik, 2002a] Fursova, Y. and Khonik, V. (2002a). Amplitude dependent viscoelastic internal friction of metallic glass. *Scripta Materialia*, 46 :519–523.
- [Fursova and Khonik, 2002b] Fursova, Y. and Khonik, V. (2002b). The kinetics of infralow-frequency viscoelastic internal friction induced by irreversible structural relaxation of a metallic glass. *Philosophical Magazine Letters*, 82 :567–573.
- [Gangopadhyay et al., 2000] Gangopadhyay, A. K., Croat, T. K., and Kelton, K. F. (2000). The effect of phase separation on subsequent crystallization in  $\text{Al}_{88}\text{Gd}_6\text{La}_2\text{Ni}_4$ . *Acta Materialia*, 48(16) :4035–4043.
- [Gao, 2006] Gao, Y. F. (2006). An implicit finite element method for simulating inhomogeneous deformation and shear bands of amorphous alloys based on the free-volume model. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 14(8) :1329.
- [Gao et al., 2003] Gao, Y.-L., Shen, J., Sun, J.-F., Wang, G., Xing, D.-W., Xian, H.-Z., and Zhou, B.-D. (2003). Crystallization behavior of  $\text{ZrAlNiCu}$  bulk metallic glass with wide supercooled liquid region. *Materials Letters*, 57(13) :1894–1898.
- [Gary, 2002] Gary, G. (2002). Comportement des métaux à grande vitesse de déformation : modélisation. *Techniques de l'Ingénieur*. Ref M3036 V1.
- [Gary, 2014a] Gary, G. (2014a). Implications of the available technology on the data processing of dynamic measurements based on the use of bars. Hopkinson Centenary Conference - "From Kolsky bars to modern SHPB systems".
- [Gary, 2014b] Gary, G. (2014b). Testing with bars from dynamic to quasi-static. In *Constitutive Relations under Impact Loadings*, CISM International Centre for Mechanical Sciences, pages 1–58. Springer, Vienna.
- [Gary, 2018a] Gary, G. (2018a). *DAVID Instruction Manual, Labview Version*.
- [Gary, 2018b] Gary, G. (2018b). *EMILIE - Instruction Manual*.
- [Gary, 2018c] Gary, G. (2018c). *LINDA Preprocessing software for SHPB test data - Instruction Manual*.
- [Gary and De Greef, 2018a] Gary, G. and De Greef, V. (2018a). David SHPB tests analysis software.
- [Gary and De Greef, 2018b] Gary, G. and De Greef, V. (2018b). Emilie long duration tests analysis software.
- [Gary and De Greef, 2018c] Gary, G. and De Greef, V. (2018c). Linda tests management software.

- [Gary et al., 1991] Gary, G., Klepaczko, J. R., and Zhao, H. (1991). Correction de dispersion pour l'analyse des petites déformations aux barres d'Hopkinson. *J. Phys. IV France*, 01(C3) :403–410.
- [Gauthier et al., 1997] Gauthier, C., David, L., Ladouce, L., Quinson, R., and Perez, J. (1997). Nonlinear mechanical response of amorphous polymers below and through glass transition temperature. *Journal of Applied Polymer Science*, 65(12) :2517–2528.
- [Ge et al., 2016] Ge, T. P., Wang, W. H., and Bai, H. Y. (2016). Revealing flow behaviors of metallic glass based on activation of flow units. *Journal of Applied Physics*, 119(20) :204905.
- [Gerling et al., 1987] Gerling, R., Schimansky, F. P., and Wagner, R. (1987). Restoration of the ductility of thermally embrittled amorphous alloys under neutron-irradiation. *Acta Metallurgica*, 35(5) :1001–1006.
- [Geyer et al., 1996] Geyer, U., Schneider, S., Qiu, Y., Macht, M.-P., Tombrello, T. A., and Johnson, W. L. (1996). Small Atom Diffusion and Breakdown on Stokes-Einstein Relation in the Supercooled Liquid State of Zr-Ti-Cu-Ni-Be Alloys. *MRS Proceedings*, 455.
- [Gilbert et al., 1999] Gilbert, C. J., Ager, J. W., Schroeder, V., Ritchie, R. O., Lloyd, J. P., and Graham, J. R. (1999). Light emission during fracture of a Zr-Ti-Ni-Cu-Be bulk metallic glass. *Applied Physics Letters*, 74(25) :3809–3811.
- [Gloriant et al., 2000] Gloriant, T., Gich, M., Suriñach, S., Baró, M. D., and Greer, A. L. (2000). Evaluation of the volume fraction crystallised during devitrification of Al-based amorphous alloys. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, 8 :365–370.
- [Granato, 2011] Granato, A. V. (2011). A derivation of the Vogel-Fulcher-Tammann relation for supercooled liquids. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357(2) :334–338.
- [Gravier, 2007] Gravier, S. (2007). *Comportement mécanique des verres métalliques massifs - Effet d'une cristallisation partielle*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [Gravier et al., 2010] Gravier, S., Donnadiou, P., Lay, S., Doisneau, B., Bley, F., Salvo, L., and Blandin, J. J. (2010). Evaluation of the crystal volume fraction in a partially nanocrystallized bulk metallic glass. *Journal of Alloys and Compounds*, 504 :S226–S229.
- [Greer, 1999] Greer, A. L. (1999). Condensed matter : Through a glass, lightly. *Natur*, 402(6758) :132–133.
- [Greer, 2001] Greer, A. L. (2001). Partially or fully devitrified alloys for mechanical properties. *Materials Science and Engineering : A*, 304-306 :68–72.
- [Greer, 2009] Greer, A. L. (2009). Metallic glasses...on the threshold. *Materials Today*, 12(1) :14–22.
- [Greer et al., 2013] Greer, A. L., Cheng, Y. Q., and Ma, E. (2013). Shear bands in metallic glasses. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 74(4) :71–132.
- [Gu et al., 2003] Gu, X., Jiao, T., Keckes, L. J., Woodman, R. H., Fan, C., Ramesh, K. T., and Hufnagel, T. C. (2003). Crystallization and mechanical behavior of (Hf, Zr)-Ti-Cu-Ni-Al metallic glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 317(1) :112–117.
- [Guenec et al., 2018] Guenec, B., Nobori, T., Kuwahara, H., and Ueno, A. (2018). Effect of the stress ratio on the fatigue behavior of Zr<sub>55</sub>Al<sub>10</sub>Ni<sub>5</sub>Cu<sub>30</sub> bulk metallic glass part i — Analysis of the fatigue resistance. *Intermetallics*, 92 :72–78.

- [Guo et al., 2007] Guo, H., Yan, P. F., Wang, Y. B., Tan, J., Zhang, Z. F., Sui, M. L., and Ma, E. (2007). Tensile ductility and necking of metallic glass. *Nature Mater*, 6(10) :735–739.
- [Gurson, 1977] Gurson, A. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I—Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Nuclear Engineering and Design*, 99 :2–15.
- [Halphen and Nguyen, 1975] Halphen, B. and Nguyen, Q. S. (1975). Sur les Matériaux Standard Généralisés. *Journal de Mécanique*, 14 :39–63.
- [Harms et al., 2003] Harms, U., Jin, O., and Schwarz, R. B. (2003). Effects of plastic deformation on the elastic modulus and density of bulk amorphous Pd<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub>Cu<sub>30</sub>P<sub>20</sub>. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 317(1) :200–205.
- [Haruyama et al., 2010] Haruyama, O., Nakayama, Y., Wada, R., Tokunaga, H., Okada, J., Ishikawa, T., and Yokoyama, Y. (2010). Volume and enthalpy relaxation in Zr<sub>55</sub>Cu<sub>30</sub>Al<sub>10</sub>Ni<sub>5</sub> bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 58 :1829–1836.
- [He et al., 1999] He, G., Bian, Z., and Chen, G. L. (1999). Structures and properties of a Zr-based bulk glass alloy after annealing. *Materials Science and Engineering : A*, 270(2) :291–298.
- [Henann and Anand, 2008] Henann, D. and Anand, L. (2008). A constitutive theory for the mechanical response of amorphous metals at high temperatures spanning the glass transition temperature : Application to microscale thermoplastic forming. *Acta Materialia*, 56(13) :3290–3305.
- [Herold and Koster, 1978] Herold, U. and Koster, H. (1978). The influence of metal or metalloïd exchange on crystallisation of amorphous Fe–B alloys. In Cantor, B., editor, *Rapidly Quenched Metals III*, volume 1, page 281. London Metals Society.
- [Hin, 2016] Hin, S. (2016). *Contribution à l'étude des mécanismes de plasticité et de fissuration de verres métalliques massifs*. PhD thesis, Institut de Recherche Dupuy de Lôme.
- [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.
- [Huang et al., 2002] Huang, R., Suo, Z., Prevost, J. H., and Nix, W. D. (2002). Inhomogeneous deformation in metallic glasses. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(5) :1011–1027.
- [Hufnagel et al., 2002a] Hufnagel, T., Fan, C., Ott, R., Li, J., and Brennan, S. (2002a). Controlling shear band behavior in metallic glasses through microstructural design. *Intermetallics*, 10 :1163–1166.
- [Hufnagel et al., 2002b] Hufnagel, T. C., Jiao, T., Li, Y., Xing, L.-Q., and Ramesh, K. T. (2002b). Deformation and failure of Zr<sub>57</sub>Ti<sub>5</sub>Cu<sub>20</sub>Ni<sub>8</sub>Al<sub>10</sub> bulk metallic glass under quasi-static and dynamic compression. *Journal of Materials Research*, 17(6) :1441–1445.
- [Inoue, 1999] Inoue, A. (1999). Stabilization and high strain-rate superplasticity of metallic supercooled liquid. *Materials Science and Engineering : A*, 267(2) :171–183.

- [Inoue, 2000a] Inoue, A. (2000a). Mechanical properties of Zr-based bulk glassy alloys containing nanoscale compound particles. *Intermetallics*, 8(5) :455–468.
- [Inoue, 2000b] Inoue, A. (2000b). Stabilization of metallic supercooled liquid and bulk amorphous alloys. *Acta Materialia*, 48(1) :279–306.
- [Inoue et al., 1998] Inoue, A., Koshihara, H., Itoi, T., and Makino, A. (1998). Ferromagnetic Co-Fe-Zr-B amorphous alloys with glass transition and good high-frequency permeability. *Applied Physics Letters*, 73 :744.
- [Inoue et al., 1997a] Inoue, A., Nishiyama, N., and Kimura, H. (1997a). Preparation and Thermal Stability of Bulk Amorphous Pd<sub>40</sub>Cu<sub>30</sub>Ni<sub>10</sub>P<sub>20</sub> Alloy Cylinder of 72 mm in Diameter. *Materials Transactions, JIM*, 38 :179–183.
- [Inoue et al., 1988] Inoue, A., Ohtera, K., Kita, K., and Masumoto, T. (1988). New Amorphous Mg-Ce-Ni Alloys with High Strength and Good Ductility. *Japanese Journal of Applied Physics*, 27 :L2248.
- [Inoue and Zhang, 1995] Inoue, A. and Zhang, T. (1995). Fabrication of Bulky Zr-Based Glassy Alloys by Suction Casting into Copper Mold. *Materials Transactions, JIM*, 36 :1184–1187.
- [Inoue and Zhang, 1996] Inoue, A. and Zhang, T. (1996). Fabrication of bulk glassy Zr<sub>55</sub>Cu<sub>30</sub>Al<sub>10</sub>Ni<sub>5</sub> alloy of 30 mm in diameter by a suction casting method. *Materials Transactions, JIM*, 37(2) :185–187.
- [Inoue et al., 1997b] Inoue, A., Zhang, T., Itoi, T., and Takeuchi, A. (1997b). New Fe-Co-Ni-Zr-B Amorphous Alloys with Wide Supercooled Liquid Regions and Good Soft Magnetic Properties. *Materials Transactions, JIM*, 38(4) :359–362.
- [Inoue et al., 1990] Inoue, A., Zhang, T., and Masumoto, T. (1990). Zr-Al-Ni Amorphous Alloys with High Glass Transition Temperature and Significant Supercooled Liquid Region. *Materials Transactions, JIM*, 31(3) :177–183.
- [Inoue et al., 1993] Inoue, A., Zhang, T., and Masumoto, T. (1993). Reductilization of embrittled La-Al-Ni amorphous alloys by viscous flow deformation in a supercooled liquid region. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 156-158 :598–602.
- [ISRM, 1978] ISRM (1978). International society for rock mechanics commission on standardization of laboratory and field tests. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*, 15(6) :319–368.
- [Jiang et al., 2012] Jiang, Q. K., Liu, P., Ma, Y., Cao, Q. P., Wang, X. D., Zhang, D. X., Han, X. D., Zhang, Z., and Jiang, J. Z. (2012). Super elastic strain limit in metallic glass films. *Scientific Reports*, 2(1) :1–6.
- [Jiang et al., 2006] Jiang, W. H., Fan, G. J., Liu, F. X., Wang, G. Y., Choo, H., and Liaw, P. K. (2006). Rate dependence of shear banding and serrated flows in a bulk metallic glass. *Journal of Materials Research*, 21(9) :2164–2167.
- [Jiao et al., 2013] Jiao, W., Wen, P., Peng, H. L., Bai, H. Y., Sun, B. A., and Wang, W. H. (2013). Evolution of structural and dynamic heterogeneities and activation energy distribution of deformation units in metallic glass. *Appl. Phys. Lett.*, 102(10) :101903.



- [Jodar, 2018] Jodar, B. (2018). *Étude du comportement dynamique sous choc des verres métalliques massifs*. PhD thesis, Université de Rennes.
- [Johnson, 1996] Johnson, W. (1996). Fundamental Aspects of Bulk Metallic Glass Formation in Multicomponent Alloys. *Materials Science Forum*, 225-227 :35–50.
- [Johnson, 1999] Johnson, W. (1999). Bulk glass-forming metallic alloys : Science and technology. *MRS Bulletin*, 24 :42–56.
- [Johnson et al., 2002] Johnson, W. L., Lu, J., and Demetriou, M. D. (2002). Deformation and flow in bulk metallic glasses and deeply undercooled glass forming liquids — a self consistent dynamic free volume model. *Intermetallics*, 10(11) :1039–1046.
- [Johnson and Samwer, 2005] Johnson, W. L. and Samwer, K. (2005). A universal criterion for plastic yielding of metallic glasses with a  $(T/T_g)^{2/3}$  temperature dependence. *Phys. Rev. Lett.*, 95(19) :195501.
- [Kanungo et al., 2004] Kanungo, B. P., Glade, S. C., Asoka-Kumar, P., and Flores, K. M. (2004). Characterization of free volume changes associated with shear band formation in Zr- and Cu-based bulk metallic glasses. *Intermetallics*, 12(10) :1073–1080.
- [Kato et al., 2000] Kato, H., Kawamura, Y., Chen, H.-S., and Inoue, A. (2000). A fictive stress model calculation of nonlinear viscoelastic behaviors in a Zr-based glassy alloy : Stress growth and relaxation. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 39(9) :5184.
- [Kato et al., 1998] Kato, H., Kawamura, Y., Inoue, A., and Chen, H. S. (1998). Newtonian to non-newtonian master flow curves of a bulk glass alloy Pd<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub>Cu<sub>30</sub>P<sub>20</sub>. *Appl. Phys. Lett.*, 73(25) :3665–3667.
- [Kawamura et al., 2001] Kawamura, Y., Nakamura, T., Kato, H., Mano, H., and Inoue, A. (2001). Newtonian and non-newtonian viscosity of supercooled liquid in metallic glasses. *Materials Science and Engineering : A*, 304-306 :674–678.
- [Kawamura et al., 1999] Kawamura, Y., Shibata, T., Inoue, A., and Masumoto, T. (1999). Stress overshoot in stress-strain curves of Zr<sub>65</sub>Al<sub>10</sub>Ni<sub>10</sub>Cu<sub>15</sub> metallic glass. *Mater. trans. - JIM*, 40(4) :335–342.
- [Kelton and Spaepen, 1985] Kelton, K. F. and Spaepen, F. (1985). A study of the devitrification of Pd<sub>82</sub>Si<sub>18</sub> over a wide temperature range. *Acta Metallurgica*, 33(3) :455–464.
- [Keryvin et al., 2006] Keryvin, V., Bernard, C., Sangleboeuf, J.-C., Yokoyama, Y., and Rouxel, T. (2006). Toughness of Zr<sub>55</sub>Cu<sub>30</sub>Al<sub>10</sub>Ni<sub>5</sub> bulk metallic glass for two oxygen levels . *Journal of Non-Crystalline Solids*, 352(26-27) :2863–2868.
- [Keryvin et al., 2008a] Keryvin, V., Crosnier, R., Laniel, R., Hoang, V. H., and Sangleboeuf, J.-C. (2008a). Indentation and scratching mechanisms of a ZrCuAlNi bulk metallic glass. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 41(7).
- [Keryvin et al., 2008b] Keryvin, V., Rouxel, T., Huger, M., and Charleux, L. (2008b). Elastic moduli of a ZrCuAlNi bulk metallic glass from room temperature to complete crystallisation by in situ pulse-echo ultrasonic echography. *J. Ceram. Soc. Japan*, 116(1356) :851–854.
- [Khonik, 2001] Khonik, V. A. (2001). The kinetics of irreversible structural relaxation and rheological behavior of metallic glasses under quasi-static loading. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 296(3) :147–157.

- [Khonik et al., 1998] Khonik, V. A., Kosilov, A. T., Mikhailov, V. A., and Sviridov, V. V. (1998). Isothermal creep of metallic glasses : a new approach and its experimental verification. *Acta Materialia*, 46(10) :3399–3408.
- [Khonik et al., 2015] Khonik, V. A., Mitrofanov, Y. P., Makarov, A. S., Konchakov, R. A., Afonin, G. V., and Tsyplakov, A. N. (2015). Structural relaxation and shear softening of Pd- and Zr-based bulk metallic glasses near the glass transition. *Journal of Alloys and Compounds*, 628 :27–31.
- [Kim et al., 2009] Kim, C., Suh, J.-Y., Wiest, A., Lind, M., Conner, R., and Johnson, W. (2009). Fracture toughness study of new Zr-based Be-bearing bulk metallic glasses. *Scripta Materialia*, 60.
- [Kim, 2004] Kim, H. S. (2004). Fictive stress model based finite element analysis for bulk metallic glasses at an elevated temperature. *Met. Mater. Int.*, 10(5) :461–466.
- [Kim et al., 2003] Kim, W. J., Ma, D. S., and Jeong, H. G. (2003). Superplastic flow in a  $Zr_{65}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}$  metallic glass crystallized during deformation in a supercooled liquid region. *Scripta Materialia*, 49(11) :1067–1073.
- [Klement et al., 1960] Klement, W., Willens, R. H., and Duwez, P. (1960). Non-crystalline Structure in Solidified Gold-Silicon Alloys. *Nature*, 187 :869.
- [Knuyt et al., 1986] Knuyt, G., Schepper, L. D., and Stals, L. M. (1986). Calculation of elastic constants for an amorphous metal and the influence of relaxation. *J. Phys. F : Met. Phys.*, 16(12) :1989–2006.
- [Kolsky, 1949] Kolsky, H. (1949). An investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading. *Proc. Phys. Soc. B*, 62(11) :676–700.
- [Kolsky, 1964] Kolsky, H. (1964). Stress waves in solids. *Journal of Sound and Vibration*, 1(1) :88–110.
- [Kruzic, 2016] Kruzic, J. (2016). Bulk metallic glasses as structural materials : A review. *Advanced Engineering Materials*, 18 :1308–1331.
- [Kursumović et al., 1980] Kursumović, A., Scott, M. G., Girt, E., and Cahn, R. W. (1980). Changes in the Young's modulus during structural relaxation of a metallic glass. *Scripta Metallurgica*, 14(12) :1303–1308.
- [Langer, 2006] Langer, J. S. (2006). Shear-transformation-zone theory of deformation in metallic glasses. *Scripta Materialia*, 54(3) :375–379.
- [Lankford et al., 1998] Lankford, J., Predebon, W. W., Staehler, J. M., Subhash, G., Pletka, B. J., and Anderson, C. E. (1998). The role of plasticity as a limiting factor in the compressive failure of high strength ceramics. *Mechanics of Materials*, 29(3) :205–218.
- [Lee et al., 2008] Lee, G. W., Gangopadhyay, A. K., Hyers, R. W., Rathz, T. J., Rogers, J. R., Robinson, D. S., Goldman, A. I., and Kelton, K. F. (2008). Local structure of equilibrium and supercooled Ti-Zr-Ni liquids. *Physical Review B*, 77(18).
- [Lee et al., 2004] Lee, G. W., Gangopadhyay, A. K., Kelton, K. F., Hyers, R. W., Rathz, T. J., Rogers, J. R., and Robinson, D. (2004). Difference in Icosahedral Short-Range Order in Early and Late Transition Metal Liquids. *Physical Review Letters*, 93(3).

- [Lee et al., 2003] Lee, K., Ha, T., Ahn, S., and Chang, Y. (2003). High temperature deformation behavior of the  $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$  bulk metallic glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 317 :193–199.
- [Leonhard et al., 1998] Leonhard, A., Xing, L. Q., Heilmaier, M., Gebert, A., Eckert, J., and Schultz, L. (1998). Effect of crystalline precipitations on the mechanical behavior of bulk glass forming Zr-based alloys. *Nanostructured Materials*, 10(5) :805–817.
- [Lewandowski and Greer, 2005] Lewandowski, J. and Greer, A. (2005). Intrinsic Plasticity or Brittleness of Metallic Glasses. *Philosophical Magazine Letters*, 85 :77–87.
- [Lewandowski and Lowhaphandu, 2002] Lewandowski, J. and Lowhaphandu, P. (2002). Effects of hydrostatic pressure on the flow and fracture of a bulk amorphous metal. *Philosophical Magazine, Part A*, 82 :3427–3441.
- [Lewandowski and Greer, 2006] Lewandowski, J. J. and Greer, A. L. (2006). Temperature rise at shear bands in metallic glasses. *Nature Mater*, 5(1) :15–18.
- [Löffler et al., 2000] Löffler, J., Johnson, W., Wagner, W., and Thiyagarajan, P. (2000). Comparison of the decomposition and crystallization behavior of Zr- and Pd-based bulk amorphous alloys. *Materials Science Forum*, 8 :179–184.
- [Li et al., 2003] Li, H., Subhash, G., Gao, X.-L., Kecskes, L. J., and Dowding, R. J. (2003). Negative strain rate sensitivity and compositional dependence of fracture strength in Zr/Hf based bulk metallic glasses. *Scripta Materialia*, 49(11) :1087–1092.
- [Li et al., 2014] Li, J. C., Wei, Q., Chen, X. W., and Huang, F. L. (2014). On the mechanism of deformation and failure in bulk metallic glasses. *Materials Science and Engineering : A*, 610 :91–105.
- [Li et al., 2017] Li, M. C., Jiang, M. Q., Yang, S., Jiang, F., He, L., and Sun, J. (2017). Effect of strain rate on yielding strength of a Zr-based bulk metallic glass. *Materials Science and Engineering : A*, 680 :21–26.
- [Li et al., 2013] Li, X. P., Yan, M., Imai, H., Kondoh, K., Schaffer, G. B., and Qian, M. (2013). The critical role of heating rate in enabling the removal of surface oxide films during spark plasma sintering of Al-based bulk metallic glass powder. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 375 :95–98.
- [Lifshitz and Leber, 1994] Lifshitz, J. M. and Leber, H. (1994). Data processing in the Split Hopkinson Pressure Bar tests. *International Journal of Impact Engineering*, 15(6) :723–733.
- [Limoge, 1997] Limoge, Y. (1997). Microscopic and macroscopic properties of diffusion in metallic glasses. *Materials Science and Engineering : A*, 226-228 :228–236.
- [Liu et al., 2002] Liu, L., Wu, Z. F., and Zhang, J. (2002). Crystallization kinetics of  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  bulk amorphous alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 339(1-2) :90–95.
- [Liu et al., 2018] Liu, L., Zhang, T., Liu, Z., Yu, C., Dong, X., He, L., Gao, K., Zhu, X., Li, W., Wang, C., Li, P., Zhang, L., and Li, L. (2018). Near-Net Forming Complex Shaped Zr-Based Bulk Metallic Glasses by High Pressure Die Casting. *Materials*, 11(11) :2338.
- [Liu et al., 2005a] Liu, L. F., Dai, L. H., Bai, Y. L., and Wei, B. C. (2005a). Initiation and propagation of shear bands in Zr-based bulk metallic glass under quasi-static and dynamic shear loadings. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351(40) :3259–3270.

- [Liu et al., 2005b] Liu, L. F., Dai, L. H., Bai, Y. L., Wei, B. C., and Yu, G. S. (2005b). Strain rate-dependent compressive deformation behavior of Nd-based bulk metallic glass. *Intermetallics*, 13(8) :827–832.
- [Liu et al., 2010] Liu, W.-D., Liu, K.-X., Xia, X.-X., and Wang, W.-H. (2010). The failure stress of bulk metallic glasses under very high strain rate. *Journal of Materials Research*, 25(7) :1230–1234.
- [Longère and Dragon, 2013] Longère, P. and Dragon, A. (2013). Description of shear failure in ductile metals via back stress concept linked to damage-microporosity softening. *Engineering Fracture Mechanics*, 98 :92–108.
- [Lowhaphandu et al., 1999] Lowhaphandu, P., Montgomery, S., and Lewandowski, J. (1999). Effects of superimposed hydrostatic pressure on flow and fracture of a Zr-Ti-Ni-Cu-Be bulk amorphous alloy. *Scripta Materialia*, 41.
- [Lu and Ravichandran, 2003] Lu, J. and Ravichandran, G. (2003). Pressure-dependent flow behavior of  $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$  bulk metallic glass. *Journal of Materials Research*, 18(9) :2039–2049.
- [Lu et al., 2003] Lu, J., Ravichandran, G., and Johnson, W. L. (2003). Deformation behavior of the  $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$  bulk metallic glass over a wide range of strain-rates and temperatures. *Acta Materialia*, 51(12) :3429–3443.
- [Lu et al., 2018] Lu, Y., Huang, Y., and Wu, J. (2018). Laser additive manufacturing of structural-graded bulk metallic glass. *Journal of Alloys and Compounds*, 766 :506–510.
- [Lund and Schuh, 2003] Lund, A. C. and Schuh, C. A. (2003). Yield surface of a simulated metallic glass. *Acta Materialia*, 51(18) :5399–5411.
- [Lund and Schuh, 2004] Lund, A. C. and Schuh, C. A. (2004). The Mohr–Coulomb criterion from unit shear processes in metallic glass. *Intermetallics*, 12(10) :1159–1165.
- [Mahbooba et al., 2018] Mahbooba, Z., Thorsson, L., Unosson, M., Skoglund, P., West, H., Horn, T., Rock, C., Vogli, E., and Harrysson, O. (2018). Additive manufacturing of an iron-based bulk metallic glass larger than the critical casting thickness. *Applied Materials Today*, 11 :264–269.
- [Maitournam, 2016] Maitournam, H. (2016). *Matériaux et structures anélastiques*. Les éditions de l’Ecole Polytechnique.
- [Makino et al., 2007] Makino, A., Kubota, T., Makabe, M., Chang, C. T., and Inoue, A. (2007). Fe-Metalloid Metallic Glasses with High Magnetic Flux Density and High Glass-Forming Ability.
- [Malinowski and Klepaczko, 1986] Malinowski, J. Z. and Klepaczko, J. R. (1986). A unified analytic and numerical approach to specimen behaviour in the Split Hopkinson Pressure Bar. *International Journal of Mechanical Sciences*, 28(6) :381–391.
- [Mao et al., 1995] Mao, M., Altounian, Z., and Brüning, R. (1995). X-ray-diffraction study of structural relaxation in metallic glasses. *Physical Review. B, Condensed Matter*, 51(5) :2798–2804.
- [Meyers, 1994] Meyers, M. (1994). *Dynamic behavior of materials*. John Wiley and Sons, Inc.

- [Mitrofanov et al., 2016] Mitrofanov, Y. P., Wang, D. P., Wang, W. H., and Khonik, V. A. (2016). Interrelationship between heat release and shear modulus change due to structural relaxation of bulk metallic glasses. *Journal of Alloys and Compounds*, 677 :80–86.
- [Morito and Egami, 1984] Morito, N. and Egami, T. (1984). Internal friction and reversible structural relaxation in the metallic glass  $\text{Fe}_{32}\text{Ni}_{36}\text{Cr}_{14}\text{P}_{12}\text{B}_6$ . *Acta Metallurgica*, 32(4) :603–613.
- [Mouro, 2002] Mouro, P. (2002). *Etude du comportement dynamique des tôles d'acier pour le calcul de crash*. PhD thesis, Ecole Polytechnique.
- [Mukai et al., 2002] Mukai, T., Nieh, T. G., Kawamura, Y., Inoue, A., and Higashi, K. (2002). Effect of strain rate on compressive behavior of a  $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$  bulk metallic glass. *Intermetallics*, 10(11) :1071–1077.
- [Nagendra et al., 2000] Nagendra, N., Ramamurty, U., Goh, T. T., and Li, Y. (2000). Effect of crystallinity on the impact toughness of a La-based bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 48(10) :2603–2615.
- [Nair and Geetha Priyadarshini, 2016] Nair, B. and Geetha Priyadarshini, B. (2016). Process, structure, property and applications of metallic glasses. *AIMS Materials Science*, 3(3) :1022–1053.
- [Nedjar, 1995] Nedjar, B. (1995). *Mécanique de l'endommagement. Théorie du premier gradient et application au béton*. PhD thesis, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- [Negreanu et al., 2009] Negreanu, I., Gary, G., and Mohr, D. (2009). Enhanced infrared radiation method for temperature measurement in dynamic experiments. *Society for Experimental Mechanics - SEM Annual Conference and Exposition on Experimental and Applied Mechanics 2009*, 1 :3.
- [Nemat-Nasser et al., 1991] Nemat-Nasser, S., Isaacs, J. B., and Starrett, J. E. (1991). Hopkinson techniques for dynamic recovery experiments. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A : Mathematical and Physical Sciences*, 435(1894) :371–391.
- [Nieh and Wadsworth, 2006] Nieh, T. and Wadsworth, J. (2006). Homogeneous deformation of bulk metallic glasses. *Scripta Materialia*, 54 :387–392.
- [Nowak, 2009] Nowak, S. (2009). *Effet de la composition et de la technique d'élaboration sur le comportement mécanique des verres métalliques base Zirconium*. PhD thesis, Université Paris-Est.
- [Nowak et al., 2008] Nowak, S., Ochin, P., Pasko, A., Guérin, S., and Champion, Y. (2008). Mechanical behavior of Zr-based bulk metallic glasses. *Strength of Materials*, 40(1) :154–157.
- [Nowak et al., 2011] Nowak, S., Perrière, L., Dembinski, L., Tusseau-Nenez, S., and Champion, Y. (2011). Approach of the spark plasma sintering mechanism in  $\text{Zr}_{57}\text{Cu}_{20}\text{Al}_{10}\text{Ni}_8\text{Ti}_5$  metallic glass. *Journal of Alloys and Compounds*, 509(3) :1011–1019.
- [Orehotsky, 1979] Orehotsky, J. (1979). Isothermal crystallization kinetics of amorphous  $\text{Fe}_{80}(\text{B}_{1-x}\text{P}_x)_{20}$  alloys. *Journal of Applied Physics*, 50 :7612.
- [Pampillo, 1972] Pampillo, C. A. (1972). Localized shear deformation in a glassy metal. *Scripta Metallurgica*, 6(10) :915–917.

- [Park et al., 2005] Park, J. S., Lim, H., Kim, J.-H., Park, J. M., Kim, W., and Kim, D.-H. (2005). Shear band formation and mechanical properties of cold-rolled bulk metallic glass and metallic glass matrix composite. *Journal of Materials Science*, 40 :1937–1941.
- [Pasko et al., 2009] Pasko, A., Ochinnikov, P., Nowak, S., and Champion, Y. (2009). Synthesis and characterization of amorphous Zr-based alloys with Ta and W additions. *Journal of Alloys and Compounds*, 483(1) :120–124.
- [Peker and Johnson, 1993] Peker, A. and Johnson, W. L. (1993). A highly processable metallic glass :  $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ . *Applied Physics Letters*, 63(17) :2342–2344.
- [Pelletier et al., 2000] Pelletier, J. M., Perez, J., and Soubeyroux, J. L. (2000). Physical properties of bulk amorphous glasses : influence of physical aging and onset of crystallisation. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 274(1) :301–306.
- [Perrière et al., 2019] Perrière, L., Champion, Y., and Bernard, F. (2019). *Spark Plasma Sintering of Metallic Glasses : Advances in Processing and Applications*, pages 291–335.
- [Pineau et al., 2016] Pineau, A., Benzerga, A. A., and Pardoën, T. (2016). Failure of metals I : Brittle and ductile fracture. *Acta Materialia*, 107 :424–483.
- [Polk and Turnbull, 1972] Polk, D. E. and Turnbull, D. (1972). Flow of melt and glass forms of metallic alloys. *Acta Metallurgica*, 20(4) :493–498.
- [Pradell et al., 1999] Pradell, T., Crespo, D., Clavaguera, N., and Mora, M. T. (1999). Diffusion controlled grain growth in primary crystallization : Avrami exponents revisited. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 10 :3833.
- [Puech et al., 2007] Puech, S., Blandin, J., and Soubeyroux, J. (2007). Mg Based Bulk Metallic Glasses with high Mechanical Strength and Large Viscoplastic Forming Capacity. *Advanced Engineering Materials*, 9 :764–768.
- [Puech et al., 2008] Puech, S., Blandin, J. J., and Soubeyroux, J. L. (2008). High temperature deformation of a Mg-Cu-Gd bulk metallic glass : impact of partial crystallization. *Reviews on Advanced Materials Science*, page 6.
- [Qiao and Pelletier, 2011] Qiao, J. and Pelletier, J.-M. (2011). Enthalpy relaxation in  $Cu_{46}Zr_{45}Al_7Y_2$  and  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  bulk metallic glasses by differential scanning calorimetry (DSC). *Intermetallics*, 19 :9–18.
- [Qiao and Pelletier, 2014] Qiao, J. and Pelletier, J.-M. (2014). Dynamic universal characteristic of the main ( $\alpha$ ) relaxation in bulk metallic glasses. *Journal of Alloys and Compounds*, 589 :263–270.
- [Qiao et al., 2016] Qiao, J. C., Casalini, R., Pelletier, J. M., and Yao, Y. (2016). Dynamics of the strong metallic glass  $Zn_{38}Mg_{12}Ca_{32}Yb_{18}$ . *Journal of Non-Crystalline Solids*, 447 :85–90.
- [Raghavan et al., 2008] Raghavan, R., Palla, M., and Ramamurty, U. (2008). Influence of Cooling Rate on the Enthalpy Relaxation and Fragility of a Metallic Glass. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39 :1573–1577.
- [Ramamurty et al., 2002] Ramamurty, U., Lee, M. L., Basu, J., and Li, Y. (2002). Embrittlement of a bulk metallic glass due to low-temperature annealing. *Scripta Materialia*, 47(2) :107–111.

- [Reger-Leonhard et al., 2000] Reger-Leonhard, A., Heilmaier, M., and Eckert, J. (2000). Newtonian flow of  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  bulk metallic glassy alloys. *Scripta Materialia*, 43 :459–464.
- [Rehmet et al., 2001] Rehmet, A., Raetzke, K., Faupel, F., Eversheim, D., Freitag, K., Geyer, U., and Schneider, S. (2001).  $^7Be$  tracer diffusion in a deeply supercooled  $Zr_{46.7}Ti_{8.3}Cu_{7.5}Ni_{10}Be_{27.5}$  melt. *Applied Physics Letters*, 79 :2892–2894.
- [Rittel, 1999] Rittel, D. (1999). On the conversion of plastic work to heat during high strain rate deformation of glassy polymers. *Mechanics of Materials*, 31(2) :131–139.
- [Rota, 1997] Rota, L. (1997). *Application de méthodes inverses au dépouillement de l'essai aux barres de Hopkinson*. phdthesis, Ecole Polytechnique X.
- [Rousselier, 1987] Rousselier, G. (1987). Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture. *Nuclear Engineering and Design*, 105 :97–111.
- [Rouxel et al., 2008] Rouxel, T., Ji, H., Hammouda, T., and Moréac, A. (2008). Poisson's ratio and the densification of glass under high pressure. *Phys. Rev. Lett.*, 100(22) :225501.
- [Russew and Sommer, 2003] Russew, K. and Sommer, F. (2003). Length and density changes of amorphous  $Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$  alloys due to structural relaxation. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 319(3) :289–296.
- [Safa, 2008] Safa, K. (2008). *Mise au point d'un essai de compaction dynamique. Application au béton*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, Laboratoire des Matériaux.
- [Safa and Gary, 2010] Safa, K. and Gary, G. (2010). Displacement correction for punching at a dynamically loaded bar end. *International Journal of Impact Engineering*, 37(4) :371–384.
- [Sahoo et al., 2004] Sahoo, K. L., Panda, A. K., Das, S., and Rao, V. (2004). Crystallization study of amorphous  $Al_{87.5}Ni_7Mm_5Fe_{0.5}$  alloy by electrical resistivity measurement. *Materials Letters*, 58(3) :316–320.
- [Schuh et al., 2007] Schuh, C. A., Hufnagel, T. C., and Ramamurty, U. (2007). Mechanical behavior of amorphous alloys. *Acta Materialia*, 55(12) :4067–4109.
- [Schuh et al., 2004] Schuh, C. A., Lund, A. C., and Nieh, T. G. (2004). New regime of homogeneous flow in the deformation map of metallic glasses : elevated temperature nanoindentation experiments and mechanistic modeling. *Acta Materialia*, 52(20) :5879–5891.
- [Semblat et al., 1999] Semblat, J., Luong, M. P., and Gary, G. (1999). 3D-Hopkinson bar : New experiments for dynamic testing on soils. *Soils and foundations*, 39(1) :1–10.
- [Semblat, 1995] Semblat, J.-F. (1995). *Sols sous sollicitations dynamiques et transitoires : réponse dynamique aux barres de Hopkinson, propagation d'ondes en milieu centrifugé*. Laboratoire central des Ponts et Chaussées.
- [Sergueeva et al., 2004] Sergueeva, A. V., Mara, N. A., Branagan, D. J., and Mukherjee, A. K. (2004). Strain rate effect on metallic glass ductility. *Scripta Materialia*, 50(10) :1303–1307.
- [Sheng et al., 2006] Sheng, H. W., Luo, W. K., Alamgir, F. M., Bai, J. M., and Ma, E. (2006). Atomic packing and short-to-medium-range order in metallic glasses. *Nature*, 439(7075) :419–425.
- [Shi et al., 2000] Shi, F. G., Nieh, T. G., and Chou, Y. T. (2000). A Free Volume Approach for Self-Diffusion. *Scripta Materialia*, 43(2) :265–267.

- [Shi and Xu, 2011] Shi, L.-l. and Xu, J. (2011). Mg based bulk metallic glasses : Glass transition temperature and elastic properties versus toughness. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 357(15) :2926–2933.
- [Slipenyuk and Eckert, 2004] Slipenyuk, A. and Eckert, J. (2004). Correlation between enthalpy change and free volume reduction during structural relaxation of  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  metallic glass. *Scripta Materialia*, 50(1) :39–44.
- [Song et al., 2008] Song, S., Bei, H., Wadsworth, J., and Nieh, T. (2008). Flow serration in a Zr-based bulk metallic glass in compression at low strain rates. *Intermetallics*, 16 :813–818.
- [Sorour et al., 2018] Sorour, A., Adeniyi, A., Hussein, M., Kim, C., and Al-Aqeeli, N. (2018). Densification and Microstructure of Fe-Cr-Mo-B-C Alloy Fabricated by Spark Plasma Sintering.
- [Spaepen, 1977] Spaepen, F. (1977). A microscopic mechanism for steady state inhomogeneous flow in metallic glasses. *Acta Metallurgica*, 25(4) :407–415.
- [Spaepen, 2006] Spaepen, F. (2006). Homogeneous flow of metallic glasses : A free volume perspective. *Scripta Materialia*, 54(3) :363–367.
- [Spaepen and Turnbull, 1974] Spaepen, F. and Turnbull, D. (1974). A mechanism for the flow and fracture of metallic glasses. *Scripta Metallurgica*, 8(5) :563–568.
- [Srolovitz et al., 1983] Srolovitz, D., Vitek, V., and Egami, T. (1983). An atomistic study of deformation of amorphous metals. *Acta Metallurgica*, 31(2) :335–352.
- [Subhash et al., 2002] Subhash, G., Dowding, R. J., and Kecskes, L. J. (2002). Characterization of uniaxial compressive response of bulk amorphous Zr–Ti–Cu–Ni–Be alloy. *Materials Science and Engineering : A*, 334(1) :33–40.
- [Subhash and Ravichandran, 2000] Subhash, G. and Ravichandran, G. (2000). *Split Hopkinson Pressure Bar Testing of Ceramics*, pages 497–504. ASM International.
- [Tang et al., 1999] Tang, X.-P., Geyer, U., Busch, R., Johnson, W. L., and Wu, Y. (1999). Diffusion mechanisms in metallic supercooled liquids and glasses. *Nature*, 402(6758) :160–162.
- [Taub and Spaepen, 1980] Taub, A. I. and Spaepen, F. (1980). The kinetics of structural relaxation of a metallic glass. *Acta Metallurgica*, 28(12) :1781–1788.
- [Telford, 2004] Telford, M. (2004). The case for bulk metallic glass. *Materials Today*, 7(3) :36–43.
- [Thamburaja and Ekambaram, 2007] Thamburaja, T. P. G. and Ekambaram, R. (2007). Coupled thermo-mechanical modelling of bulk-metallic glasses : Theory, finite-element simulations and experimental verification. *J Mech Phys Solids*, 55(6) :1236–1273.
- [Tiwari et al., 2001] Tiwari, G., Ramanujan, R., Gonal, M., Prasad, R., Raj, P., Badgujar, B., and Goswami, G. (2001). Structural relaxation in metallic glasses. *Materials Science and Engineering A304–306* :499–504.
- [Tsao and Spaepen, 1985] Tsao, S. S. and Spaepen, F. (1985). Structural relaxation of a metallic glass near equilibrium. *Acta Metallurgica*, 33(5) :881–889.
- [Turnbull, 1969] Turnbull, D. (1969). Under what conditions can a glass be formed? *Contemporary Physics*, 10(5) :473–488.



- [Tvergaard, 1982] Tvergaard, V. (1982). On localization in ductile materials containing spherical voids. *International Journal of Fracture*, 18 :237–252.
- [Tvergaard and Needleman, 1984] Tvergaard, V. and Needleman, A. (1984). Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Metallurgica*, 32 :157–169.
- [Vaillant et al., 2003] Vaillant, M. L., Gloriant, T., Thibon, I., Guillou, A., Keryvin, V., Rouxel, T., and Ansel, D. (2003). Partial crystallization of as-quenched  $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$  bulk metallic glass induced by oxygen. *Scripta Materialia*, 49(12) :1139 – 1143.
- [Van de Moortele, 2002] Van de Moortele, B. (2002). *Etude par spectroscopie mécanique et microscopie électronique en transmission de la stabilité thermique de verres métalliques massifs : effets de la décomposition et de la nanocristallisation*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées.
- [van den Beukel, 1988] van den Beukel, A. (1988). Flow defects and diffusion defects in amorphous materials. *Scripta Metallurgica*, 22(6) :877–880.
- [van den Beukel and Sietsma, 1990] van den Beukel, A. and Sietsma, J. (1990). The glass transition as a free volume related kinetic phenomenon. *Acta Metallurgica et Materialia*, 38(3) :383–389.
- [Wada et al., 2005] Wada, T., Inoue, A., and Greer, A. (2005). Enhancement of room-temperature plasticity in a bulk metallic glass by finely dispersed porosity. *Applied Physics Letters*, 86 :251907 – 251907.
- [Wanderka et al., 1999] Wanderka, N., Czubyko, U., Schubert-Bischoff, P., and Macht, M. P. (1999). Primary crystals in  $ZrTiCuNiBe$  bulk glasses. *Materials Science and Engineering : A*, 270(1) :44–47.
- [Wang et al., 2013] Wang, D. P., Zhu, Z. G., Xue, R. J., Ding, D. W., Bai, H. Y., and Wang, W. H. (2013). Structural perspectives on the elastic and mechanical properties of metallic glasses. *Journal of Applied Physics*, 114(17) :173505.
- [Wang et al., 2003a] Wang, H.-R., Gao, Y.-L., Hui, X.-D., Chen, Y., Min, G.-H., and Ye, Y.-F. (2003a). Effect of cooling rate on crystallization of metallic  $Zr-Cu-Ni$  glass. *Journal of Alloys and Compounds*, 350(1) :178–183.
- [Wang et al., 2001] Wang, L., Wang, R., Zhan, Z., Dai, D., Sun, L., and Wang, W. (2001). Ultrasonic investigation of  $Pd_{39}Ni_{10}Cu_{30}P_{21}$  bulk metallic glass upon crystallization. *Applied Physics Letters*, 77 :1147.
- [Wang, 2005] Wang, W. H. (2005). Elastic moduli and behaviors of metallic glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 351(16).
- [Wang et al., 1999] Wang, W. H., He, D. W., Zhao, D. Q., Yao, Y. S., and He, M. (1999). Nanocrystallization of  $ZrTiCuNiBeC$  bulk metallic glass under high pressure. *Appl. Phys. Lett.*, 75(18) :2770–2772.
- [Wang et al., 2003b] Wang, W. H., Wen, P., Zhao, D. Q., Pan, M. X., and Wang, R. J. (2003b). Relationship between glass transition temperature and Debye temperature in bulk metallic glasses. *Journal of Materials Research*, 18(12) :2747–2751.

- [Wang et al., 2015] Wang, W. H., Yang, Y., Nieh, T. G., and Liu, C. T. (2015). On the source of plastic flow in metallic glasses : Concepts and models. *Intermetallics*, 67 :81–86.
- [Wang et al., 2014] Wang, Z., Sun, B. A., Bai, H. Y., and Wang, W. H. (2014). Evolution of hidden localized flow during glass-to-liquid transition in metallic glass. *Nat Commun*, 5(1) :5823.
- [Wang et al., 2012] Wang, Z., Wen, P., Huo, L. S., Bai, H. Y., and Wang, W. H. (2012). Signature of viscous flow units in apparent elastic regime of metallic glasses. *Appl. Phys. Lett.*, 101(12) :121906.
- [Waniuk et al., 1998] Waniuk, T. A., Busch, R., Masuhr, A., and Johnson, W. L. (1998). Equilibrium viscosity of the  $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$  bulk metallic glass-forming liquid and viscous flow during relaxation, phase separation, and primary crystallization. *Acta Materialia*, 46(15) :5229–5236.
- [Warren, 1990] Warren, B. E. (1990). *X-Ray Diffraction*. Dover Publications, Inc.
- [Weaire et al., 1971] Weaire, D., Ashby, M. F., Logan, J., and Weins, M. J. (1971). On the use of pair potentials to calculate the properties of amorphous metals. *Acta Metallurgica*, 19(8) :779–788.
- [Wesseling et al., 2003] Wesseling, P., Ko, B. C., and Lewandowski, J. J. (2003). Quantitative evaluation of  $\alpha$ -Al nano-particles in amorphous  $Al_{87}Ni_7Gd_6$  – comparison of XRD, DSC, and TEM. *Scripta Materialia*, 48(11) :1537–1541.
- [Wolff et al., 2004] Wolff, U., Pryds, N., Johnson, E., and Wert, J. A. (2004). The effect of partial crystallization on elevated temperature flow stress and room temperature hardness of a bulk amorphous  $Mg_{60}Cu_{30}Y_{10}$  alloy. *Acta Materialia*, 52(7) :1989–1995.
- [Wright et al., 2001] Wright, W. J., Saha, R., and Nix, W. D. (2001). Deformation mechanisms of the  $Zr_{40}Ti_{14}Ni_{10}Cu_{12}Be_{24}$  bulk metallic glass. *Materials Transactions*, 42(4) :642–649.
- [Wright et al., 001 ] Wright, W. J., Schwarz, R. B., and Nix, W. D. (2001-). Localized heating during serrated plastic flow in bulk metallic glasses. *Materials Science and Engineering : A*, 319-321 :229–232.
- [Xie et al., 2006] Xie, G., Zhang, W., Louzguine-Luzgin, D. V., Kimura, H., and Inoue, A. (2006). Fabrication of porous Zr–Cu–Al–Ni bulk metallic glass by spark plasma sintering process. *Scripta Materialia*, 55(8) :687–690.
- [Xing et al., 1998] Xing, L. Q., Bertrand, C., Dallas, J.-P., and Cornet, M. (1998). Nanocrystal evolution in bulk amorphous  $Zr_{57}Cu_{20}Al_{10}Ni_8Ti_5$  alloy and its mechanical properties. *Materials Science and Engineering. A, Structural Materials : Properties, Microstructure and Processing*, 241(1) :216–225.
- [Xue et al., 2008] Xue, Y. F., Cai, H. N., Wang, L., Wang, F. C., and Zhang, H. F. (2008). Effect of loading rate on failure in Zr-based bulk metallic glass. *Materials Science and Engineering : A*, 473(1) :105–110.
- [Yamasaki et al., 2010] Yamasaki, T., Yamada, M., Mori, T., Kikuchi, T., Yoshihiko, Y., Inoue, A., and Kim, D. H. (2010). Viscous flow behaviour of supercooled liquids and mechanical properties in Zr-Cu-Ni-Al bulk metallic glasses. 654-656 :1046–1049.

- [Yang et al., 2006a] Yang, B., Liu, C. T., Nieh, T. G., Morrison, M. L., Liaw, P. K., and Buchanan, R. A. (2006a). Localized heating and fracture criterion for bulk metallic glasses. *Journal of Materials Research*, 21 :915–922.
- [Yang et al., 2015] Yang, F., Ma, H., Jing, L., Zhao, L., and Wang, Z. (2015). Dynamic compressive and splitting tensile tests on mortar using Split Hopkinson Pressure Bar technique. *Lat. Am. j. solids struct.*, 12(4) :730–746.
- [Yang and Shim, 2005] Yang, L. M. and Shim, V. P. W. (2005). An analysis of stress uniformity in split Hopkinson bar test specimens. *International Journal of Impact Engineering*, 31(2) :129–150.
- [Yang et al., 2006b] Yang, Q., Mota, A., and Ortiz, M. (2006b). A finite-deformation constitutive model of bulk metallic glass plasticity. *Comput Mech*, 37(2) :194–204.
- [Yokoyama, 2015] Yokoyama, Y. (2015). Development of an automatic fabrication system for cast glassy alloys. *Metall and Materi Trans B*, 46(2) :893–905.
- [Yokoyama et al., 2002] Yokoyama, Y., Kobayashi, A., Fukaura, K., and Inoue, A. (2002). Oxygen embrittlement and effect of the addition of Ni element in a bulk amorphous Zr-Cu-Al alloy. *Mater. Trans.*, 43(3) :571–574.
- [Yokoyama et al., 2004] Yokoyama, Y., Shinohara, T., Fukaura, K., and Inoue, A. (2004). Characterization of crystalline inclusions in cast bulk Zr–Cu–Ni–Al glassy alloy. *Materials Transactions*, 45 :1819–1823.
- [Yokoyama et al., 2008] Yokoyama, Y., Yamasaki, T., Liaw, P. K., and Inoue, A. (2008). Study of the structural relaxation-induced embrittlement of hypoeutectic Zr–Cu–Al ternary bulk glassy alloys. *Acta Materialia*, 56(20) :6097–6108.
- [Zhang et al., 2008] Zhang, H., Maiti, S., and Subhash, G. (2008). Evolution of shear bands in bulk metallic glasses under dynamic loading. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56(6).
- [Zhang et al., 2010] Zhang, Q. S., Zhang, W., Xie, G. Q., Louzguine-Luzgin, D. V., and Inoue, A. (2010). Stable flowing of localized shear bands in soft bulk metallic glasses. *Acta Materialia*, 58(3) :904–909.
- [Zhang, 2016] Zhang, Y. (2016). *Modélisation et simulation numérique robuste de l'endommagement ductile*. PhD thesis, Mines ParisTech.
- [Zhang et al., 2003a] Zhang, Z., Eckert, J., and Schultz, L. (2003a). Difference in compressive and tensile fracture mechanisms of  $Zr_{59}Cu_{20}Al_{10}Ni_8Ti_3$  bulk metallic glass. *Acta Materialia*, 51(4) :1167–1179.
- [Zhang et al., 2003b] Zhang, Z. F., He, G., Eckert, J., and Schultz, L. (2003b). Fracture mechanisms in bulk metallic glassy materials. *Phys. Rev. Lett.*, 91(4) :045505.
- [Zhao, 1992] Zhao, H. (1992). *Analyse de l'essai aux barres d'Hopkinson. Application à la mesure du comportement dynamique des matériaux*. PhD thesis, École nationale des ponts et chaussées (France).
- [Zhao and Gary, 1995] Zhao, H. and 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 and Zhao, 2012] Zhao, Y. and Zhao, X. (2012). Structural relaxation and its influence on the elastic properties and notch toughness of Mg–Zn–Ca bulk metallic glass. *Journal of Alloys and Compounds*, 515 :154–160.
- [Zhu et al., 2008a] Zhu, A., Shiflet, G. J., and Poon, S. J. (2008a). Atomic bond deficiency as a structural defect in amorphous metals : Relevance to glass transitions. *Acta Materialia*, 56(3) :593–601.
- [Zhu et al., 2008b] Zhu, A., Shiflet, G. J., and Poon, S. J. (2008b). Diffusion in metallic glasses : Analysis from the atomic bond defect perspective. *Acta Materialia*, 56(14) :3550–3557.
- [Zhu et al., 2010] Zhu, A., Shiflet, G. J., and Poon, S. J. (2010). Unified approach to atomic transport phenomena in metallic glasses from the bond deficiency perspective. *Phys. Rev. B*, 81 :224209.
- [Zhu et al., 2013] Zhu, Z. G., Wen, P., Wang, D. P., Xue, R. J., Zhao, D. Q., and Wang, W. H. (2013). Characterization of flow units in metallic glass through structural relaxations. *Journal of Applied Physics*, 114(8) :083512.
- [Zumkley et al., 2001] Zumkley, T., Naundorf, V., Macht, P., and Frohberg, G. (2001). Effect of reversible structural relaxation on diffusion in a ZrTiCuNiBe bulk glass. *Scripta Materialia*, 45 :471–477.



**Titre :** Caractérisation et modélisation du comportement dynamique des verres métalliques

**Mots clés :** verres métalliques, caractérisation structurale, essais dynamiques, modélisation par éléments finis, cristallisation partielle, comportement hétérogène

**Résumé :** Depuis leur découverte dans les années 1960, les verres métalliques ont suscité un intérêt grandissant pour leurs propriétés mécaniques exceptionnelles telles que leur résistance mécanique, leur dureté et une grande déformation élastique. Parmi les différents systèmes amorphisables existants, ceux à base zirconium ont fait l'objet de nombreux développements allant jusqu'à l'exploitation industrielle. Les phénomènes de déformation et de changements structuraux qui se produisent au sein des verres métalliques ne sont pas encore complètement compris. Pour des applications futures (transports, défense...), il est nécessaire d'appréhender et de comprendre les mécanismes de déformation et de rupture de ces matériaux soumis à différents types de chargements.

Le travail présenté dans ce manuscrit vise à étudier le comportement hétérogène de ces matériaux dans une large gamme de sollicitations. Une approche

expérimentale, basée sur des essais aux barres d'Hopkinson dans différentes configurations et des caractérisations DRX, DSC et MEB des éprouvettes avant et après essais, a été mise en place. Elle a permis d'identifier les mécanismes physiques en jeu dans la réponse mécanique en régime dynamique de ces matériaux, à l'état amorphe, pur et partiellement cristallisé.

Le phénomène de localisation qui se produit dans les verres métalliques a été étudié par une modélisation par éléments finis. Une formulation élastoviscoplastique en multiaxial, basée sur la théorie des volumes libres, a été proposée dans ce travail pour modéliser les processus d'initiation des bandes de cisaillement qui contribuent à la plasticité macroscopique. Les trois phénomènes (diffusion, création du fait de la déformation et relaxation structurale) susceptibles de modifier la concentration locale de volume libre ont été analysés.

**Title :** Characterisation and modelling of the dynamical behaviour of metallic glasses

**Keywords :** metallic glasses, structural characterization, dynamical tests, finite element modeling, partial crystallization, heterogeneous behaviour

**Abstract :** Since their discovery in the 1960s, metallic glasses have attracted substantial interest for exhibiting outstanding mechanical properties such as high strength, hardness and large elastic deformation. Among the existing different metallic glasses, the zirconium based alloys have been subjected to numerous developments up to their use in the industrial scale. Mechanical and structural phenomena in metallic glasses are not yet completely understood. For future applications (transport, defense, etc.), the mechanisms of deformation and failure under different loading conditions must be fully identified.

The present work aims at studying the heterogeneous behaviour of these materials under a wide range of loading conditions. An experimental approach, based on Hopkinson bar tests with different configurations

and XRD, DSC and SEM characterizations of the specimens before and after testing, has been set up. It made it possible to identify the physical mechanisms at stake in the mechanical response in dynamic regime of these materials, in the pure amorphous and partially crystallized states.

The localization phenomenon has been studied by finite element modeling. Based on the free-volume theory, a multiaxial elastoviscoplastic formulation has been proposed in this work to model the processes of shear band initiation that contribute to macroscopic plasticity. The three processes (diffusion, stress-driven creation and structural relaxation) that can change the local free volume concentration have been analysed.