



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

UNIVERSITÉ HENRI POINCARÉ, NANCY 1
École doctorale d'Énergie, Mécanique et Matériaux (EMMA), ED 409

THÈSE

présentée en vue d'obtenir le grade de Docteur, spécialité « Mécanique et
énergétique »

par

Boris Piotrowski

ANALYSE NUMÉRIQUE ET EXPÉRIMENTALE DU COMPORTEMENT D'UN ALLIAGE À MÉMOIRE DE FORME AVEC PRÉCIPITÉS ($\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$) : APPLICATION À LA CONNECTIQUE

Composition du jury :

Pr.	AKRUM ABDUL-LATIF	Université Paris 8	Rapporteur
Pr.	ABEL CHEROUAT	Université de Technologie de Troyes	Rapporteur
Pr	GEORGES CAILLETAUD	Mines Paris, ParisTech	Examineur
Pr.	TARAK BEN ZINEB	Université Henri Poincaré (Nancy I)	Directeur
Pr.	ÉTIENNE PATOOR	Arts et Métiers ParisTech	Co-Directeur
Pr.	ANDRÉ ÉBERHARDT	ENIM	Co-Encadrant
M.	FRÉDÉRIC PAUCHET	Schlumberger	Invité
M.	JEAN-LUC GARCIA	Schlumberger	Invité

Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique Appliquée - UMR CNRS 7563
Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux - UMR CNRS 3236

À Christelle, mon épouse

"Je pourrais être capable de parler toutes les langues des hommes et celles des anges, mais si je n'ai pas d'amour, mes discours ne sont rien de plus qu'un tambour bruyant ou qu'une cloche qui résonne. Je pourrais avoir le don d'annoncer des messages reçus de Dieu ; je pourrais posséder toute la connaissance et comprendre tous les secrets ; je pourrais avoir toute la foi pour déplacer les montagnes, mais si je n'ai pas d'amour, je ne suis rien..."
(Épître aux Corinthiens de Saint Paul)

À Simon, mon fils

"Que ce soit un baiser, un sourire ou un simple regard, l'amour nous lave de toute désespérance."
(Ariane Angeloglou)

À ma mère

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé dans le cadre d'un partenariat entre la société SCHLUMBERGER et les laboratoires de recherches LPMM de Metz et LEMTA de Nancy. De nombreuses personnes se sont impliquées dans ce projet, à différents niveaux.

Je tiens à remercier Messieurs Abdul-Latif et Cherouat d'avoir accepté de rapporter cette thèse, et pour le sérieux avec lequel ils ont étudié mon mémoire. Je remercie également Monsieur Cailletaud d'avoir présidé mon jury.

Un grand merci à l'entreprise SCHLUMBERGER pour sa participation dans ce projet, par l'intermédiaire de Frédéric Pauchet, Jean-Luc Garcia et Olivier Amsellem. Leur grande confiance, leurs encouragements et leur sympathie tout au long de ce projet m'ont permis de travailler dans d'excellentes conditions.

J'exprime mes profonds remerciements à André Eberhardt, Étienne Patoor et Tarak Ben Zineb pour avoir encadré ce travail et m'avoir dirigé tout au long de cette thèse. Leur passion pour leur domaine de recherche est une source infinie de motivation, et leurs nombreuses remarques constructives et conseils ont été très importants. Je remercie particulièrement Tarak de m'avoir encadré au quotidien, et pour son optimisme à toute épreuve qui pousse à aller toujours plus loin.

Je tiens à remercier l'ensemble des personnes qui ont apporté leur savoir ainsi que leur savoir-faire lors de ce projet : Marc Wary, Denis Bouscaud, Abderrahim Nachit et Christophe Collard des Arts et Métiers ParisTech de Metz, Nicole Fabregue du centre des matériaux de l'ENSMP, Christian Ruby et Mustapha Abdelmoula du LCPME, Marc Doerler et Sylvain de la société DOERLER MESURES, Jean-Paul Gobert de l'ESSTIN. Je remercie également Marie-Luce Boulet et Dominique Vincent pour leur patience et leur disponibilité.

Un clin d'oeil à mes collègues thésards qui ont commencé leur doctorat en même temps que moi : Arnaud Duval, Loïc Girod, Wajdi Zouari et Yves Chemisky. Ce fut un plaisir de travailler avec eux, dans une ambiance conviviale et très agréable. Une partie de ce projet est commune avec les sujets de thèse de Arnaud et Yves, ce qui nous a amené à travailler ensemble. Cette collaboration a été pour moi très enrichissante et j'en garde d'excellents souvenirs.

Je remercie également le reste de l'équipe de recherche "MS" de l'ESSTIN, Céline Bouby, Valérie Berry-Kromer, Patrice Bacher, Alain Mikolajczak, Jean-Marie Génin, Walid Khalil, Sébastien Naille, Frédéric Thiébaud et également Vincent Mollimard, qui ont contribué à rendre l'équipe dynamique et agréable. Merci pour leur soutien permanent et leur humour au quotidien.

Je remercie également mon ami Patrice Dubs pour toute son aide au cours de ce projet, et en

dehors.

Merci à ma famille pour sa confiance et ses encouragements pour mes études, merci d'avoir donné tout ce que vous avez donné pour me permettre d'être aujourd'hui là où je suis. Merci notamment à ma soeur Gaëlle et ma mère Nicole pour les corrections d'orthographe et de grammaire de ce mémoire.

Enfin, je ne saurais terminer sans remercier comme il se doit ma tendre épouse, Christelle, qui a participé à chacune des étapes de ce projet. Elle a su me relaxer dans les moments difficiles, et me changer les idées. Merci également pour les nombreuses corrections de documents en anglais et français. Surtout, merci d'avoir fait grandir et mis au monde notre fils Simon, qui a su me garder éveillé lors des longues soirées de rédaction de ce document !

Table des matières

Table des matières	vii
Liste des figures	x
Introduction	1
1 Le NiTiNb un alliage à mémoire de forme particulier	3
1.1 Introduction	5
1.2 Présentation des AMF	5
1.2.1 La transformation martensitique	5
1.2.2 Comportement thermomécanique des AMF	8
1.3 Présentation des NiTi	14
1.3.1 Introduction	14
1.3.2 Les températures de transformation des NiTi	14
1.4 Le NiTi avec précipités de niobium (NiTiNb)	16
1.4.1 Les limites du NiTi	16
1.4.2 Composition et microstructure du NiTiNb	18
1.4.3 Stabilisation de la martensite dans le cas du NiTiNb	22
1.5 Modélisation du comportement thermomécanique des AMF	24
1.5.1 Bibliographie des modèles phénoménologiques 3D pour les AMF	24
1.5.2 Prise en compte de l'effet des précipités au niveau de la modélisation	26
Conclusion	28
2 Observations et mise en évidence des propriétés du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$	29
2.1 Introduction	31
2.2 Caractérisation métallurgique	32
2.2.1 Observations au MEB (Microscope Électronique à Balayage)	32
2.2.2 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC - Differential Scanning Calorimetry)	41
2.2.3 Analyse par Diffraction aux Rayons X (DRX)	43
2.3 Caractérisation thermo-mécanique	50
2.3.1 Essais de traction sur fils	50
2.3.2 Chauffage à déplacement constant	53
2.3.3 Nanoindentation	57

Conclusion	63
3 Modélisation du comportement thermomécanique effectif du NiTiNb	65
3.1 Introduction	67
3.2 Modèle de comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$	67
3.2.1 Modélisation du comportement de la phase de NiTi	68
3.2.2 Modélisation du comportement de l'inclusion riche en niobium	71
3.2.3 Schéma de Mori-Tanaka	72
3.3 Résolution numérique et implantation du modèle	74
3.3.1 Méthode de résolution adoptée	74
3.3.2 Schéma de résolution étagée	75
3.3.3 Implantation dans un code de calcul par éléments finis	80
3.4 Identification des paramètres du modèle	81
3.4.1 Paramètres liés à la matrice AMF	81
3.4.2 Paramètres liés aux inclusions élastoplastiques	82
3.5 Étude d'influence des paramètres sur un cycle de serrage	82
Conclusion	93
4 Validation du modèle et applications	95
4.1 Introduction	97
4.2 Démarche de validation	97
4.2.1 Dispositif étudié	97
4.2.2 Cycle de serrage	99
4.2.3 Mesure de la pression de serrage	99
4.3 Protocole expérimental	100
4.4 Résultats expérimentaux	103
4.4.1 Variation de la pression de serrage générée par la bague fine	103
4.4.2 Variation de la pression de serrage générée par la bague moyenne	106
4.4.3 Variation de la pression de serrage générée par la bague épaisse	107
4.4.4 Refroidissement dans l'azote liquide	108
4.5 Modélisation	111
4.5.1 Géométrie et maillage	111
4.5.2 Évolution de la pression de serrage	113
4.5.3 Évolution de la contrainte	116
4.6 Confrontation expérience-modèle	116
4.6.1 Simulations du cycle de serrage avec la bague moyenne	116
4.6.2 Simulations du cycle de serrage avec la bague fine	118
4.7 Discussion	118
4.7.1 Validité du modèle	118
4.7.2 Cas des bagues épaisses	120
4.7.3 Évolution de la pression au début du serrage	121
4.7.4 Influence des défauts géométriques	123

Conclusion	125
5 Influence du comportement des inclusions sur la réponse macroscopique des NiTi	127
5.1 Introduction	129
5.2 Application aux inclusions élastiques	129
5.3 Application aux inclusions élastoplastiques	130
5.4 Application aux AMF poreux	135
5.5 Comparaison cellule élémentaire - Transition d'échelle	136
5.5.1 Cas des inclusions élastiques	137
5.5.2 Cas des inclusions élastoplastiques	137
5.5.3 Conclusion	139
Conclusion	141
Conclusion générale	143
A Annexes	145
A.1 Résultats de nanoindentation	147
A.1.1 Nanoindentation sur $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$	147
A.1.2 Nanoindentation sur CuAlBe	148
A.2 Écriture de l'équation intégrale	150
A.3 Solution d'Eshelby	153
A.4 Expression des tenseurs d'Eshelby et de Hill pour une inclusion sphérique dans un milieu isotrope	154
A.5 Détail des calculs conduisant à la formulation des modules tangents effectifs .	156
A.6 Résolution directe	157
A.7 Résolution globale du système (Jacobien 12x12)	159
A.7.1 Détail des résidus	159
A.7.2 Dérivées du résidu de la déformation dans l'inclusion $R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}$	160
A.7.3 Dérivées du résidu de la déformation dans la matrice $R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}$	162
A.8 Expression de la pression de serrage en fonction de la déformation	163
A.8.1 Équilibre de la portion élémentaire	163
A.8.2 Expression de la déformation	163
A.8.3 Application dans le cas du tube instrumenté	164
A.9 Validation par éléments finis de la relation entre déformations principales et déformations axiales et tangentiels	166
A.10 Résultats expérimentaux sur bagues instrumentées	167
A.10.1 Variation de la pression de serrage générée par la bague moyenne	167
A.10.2 Variation de la pression de serrage générée par la bague épaisse	168
Bibliographie	171

Liste des figures

1.1	Évolution de l'énergie libre de la martensite et de l'austénite en fonction de la température et variation de la température d'équilibre selon la contrainte appliquée	7
1.2	Construction du diagramme de transformation général d'un AMF - Représentation des deux phases stables suivant l'état thermomécanique a), tenant compte de l'hystérésis de transformation b), du décalage entre les températures de début et de fin de transformation c) , de l'orientation des variantes de martensite d)	8
1.3	Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors d'un chargement superélastique et sa représentation dans le diagramme de transformation. . .	9
1.4	Exemples d'utilisation de la propriété superélastique des AMF dans le médical - a) Stent (Bosiers et al. 2008) ; b) Agrafes superélastiques (Mémométal) ; c) Agrafes superélastiques implantées	10
1.5	Exemple d'utilisation de la propriété superélastique des AMF dans l'habillement - Monture de lunettes superélastique (Aspex)	10
1.6	Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors de l'orientation de la martensite auto-accommodée et représentation sur le diagramme de transformation	11
1.7	Exemples d'utilisation de la propriété mémoire de forme des AMF - a) Bague de serrage (Kauffman et Mayo 1996) ; b) Valve de sécurité	11
1.8	Exemples d'utilisation de l'effet mémoire double sens des AMF - a) Thermo-marqueur Imago® (Raymond et Weynant 1991) ; b) Chevrons développés par Boeing® (Calkins et Butler 2004)	12
1.9	Renfort antisismique appliqué au tympan de la basilique Saint-François d'Assise (Castellano et al. 1999)	13
1.10	Influence de la teneur en nickel sur la température de début de transformation martensitique du NiTi - Données expérimentales de Harrison et Alto (1982), Hanlon et al. (1967), Kornilov et al. (1971), Tang et al. (1999)	15
1.11	Cycle thermomécanique appliqué sur la bague à mémoire de forme - Conditionnement (1-3), assemblage (4) et chauffage jusqu'à serrage (5)	17
1.12	Évolution de la pression de serrage durant le cycle - Comparaison entre le NiTi et le NiTiNb	18
1.13	Diagramme de phase ternaire du NiTiNb (Grummon et al. 2006)	19

1.14	Estimation du diagramme de phase binaire du [NiTi]équiatomique -Nb (Grummon et al. 2006)	19
1.15	Illustrations schématiques de la microstructure d'alliage de $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{100-x}\text{Nb}_x$: (a) $x(\text{Nb}) \leq 3\%$; (b) $3\% < x(\text{Nb}) < 20\%$; (c) $x(\text{Nb}) = 20\%$; (d) $x(\text{Nb}) > 20\%$ (He et al. 2006a)	20
1.16	Influence de la teneur en niobium sur les propriétés mécaniques du NiTiNb (Simpson et al. 1988). Zone H : ensemble des compositions répondant aux contraintes de l'application considérée	21
1.17	Caractérisation par DSC du $\text{Ti}_{44}\text{Ni}_{47}\text{Nb}_9$ sur des échantillons ayant subi différents niveaux de prédéformation, He et Rong (2004) - Mise en évidence de la stabilisation de la martensite	22
2.1	Synthèse des essais expérimentaux réalisés lors des travaux de thèse : essais de caractérisation métallurgique (DSC, MEB, DRX), essais de caractérisation thermomécanique (traction, chauffage à déplacement constant, nanoindentation) et essais sur le dispositif de serrage étudié	31
2.2	Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens longitudinal - Échelle $200\ \mu\text{m}$. . .	34
2.3	Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens longitudinal - Échelle $100\ \mu\text{m}$. . .	35
2.4	Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens longitudinal - Zoom sur une inclusion riche en titane - Échelle $50\ \mu\text{m}$	35
2.5	Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens transverse - Échelle $50\ \mu\text{m}$	36
2.6	Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens transverse - Échelle $20\ \mu\text{m}$	37
2.7	Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens transverse - Échelle $10\ \mu\text{m}$	37
2.8	Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ attaqué avec du réactif Kroll - Échelle $50\ \mu\text{m}$. .	38
2.9	Représentation de la microstructure étudiée	38
2.10	Structure du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ juste après la coulée (a) et après une déformation à chaud (b) (Melton et al. 1989)	39
2.11	Analyse d'images effectuée sur une micrographie de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ - a) Micrographie de base ; b) Inclusions riches en niobium ; c) Inclusions riches en titane ; d) Carbures de silicium induits durant le polissage	40
2.12	Cycle thermique imposé lors des analyses de DSC composé d'un refroidissement suivi d'un chauffage, à $5\ ^\circ\text{C}/\text{min}$	41
2.13	Résultats de l'analyse par DSC sur les échantillons recristallisés – a) Températures de transformation martensitique b) Températures de transformation inverse	42
2.14	Résultats de l'analyse par DSC sur les échantillons prédéformés – a) Températures de transformation martensitique b) Températures de transformation inverse	43
2.15	Diffractogramme obtenu lors de l'analyse par DRX d'un échantillon totalement austénitique	44
2.16	Comparaison de deux diffractogrammes obtenus sur deux zones différentes Z1 et Z2 appartenant au même échantillon martensitique	46

2.17	Zoom dans la région $2\theta = 42^\circ$ de la zone Z2	47
2.18	Comparaison de diffractogrammes d'un échantillon vierge (zone Z2) et d'un échantillon chauffé (zone Z3)	48
2.19	Disparition du pic de martensite en modifiant l'angle χ	49
2.20	Essai de traction sur un échantillon de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à 20°C	51
2.21	Essai de traction sur un échantillon de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à 32°C	52
2.22	Essai de traction sur un échantillon de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à 45°C	53
2.23	Essai de traction sur un échantillon de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à 60°C	54
2.24	Schéma du dispositif de l'essai permettant de chauffer les bagues en maintenant le déplacement de leur face intérieure nul	55
2.25	Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors du chauffage des bagues S1, en bloquant le déplacement de leur diamètre interne	56
2.26	Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors du chauffage d'une bague S2, en bloquant le déplacement de son diamètre interne	56
2.27	Résultats des essais de nanoindentation sur la matrice de NiTi	58
2.28	Résultats des essais de nanoindentation sur la phase riche en niobium	58
2.29	Résultats des essais de nanoindentation sur la phase riche en titane	59
2.30	Comparaison des résultats moyens pour les différentes phases étudiées	60
2.31	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ avec une charge appliquée de $1000 \mu\text{N}$ et une vitesse de 65 et $200 \mu\text{N/s}$	61
2.32	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe (une charge appliquée de $1000 \mu\text{N}$)	61
2.33	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe (charge appliquée de $3000 \mu\text{N}$)	62
2.34	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe (charge appliquée de $5000 \mu\text{N}$)	62
2.35	Synthèse des résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 2 : essais de caractérisation métallurgique (DSC, MEB, DRX) et essais de caractérisation thermomécanique (traction, chauffage à déplacement constant, nanoindentation)	64
3.1	Stratégie d'homogénéisation permettant d'obtenir une loi de comportement macrohomogène depuis une microstructure hétérogène composée d'une matrice polycristalline en AMF et d'inclusions élastoplastiques sphériques	68
3.2	Volume Élémentaire Représentatif de la microstructure du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ composé d'une matrice en AMF et d'inclusions élastoplastiques sphériques	69
3.3	Représentation 2D de la solution inélastique de Mori-Tanaka	72
3.4	Schéma de résolution étagée du système global permettant la modélisation d'une matrice de NiTi contenant des inclusions élastoplastiques avec la technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka	76

3.5	Comparaison entre un essai de traction sur du niobium pur et une simulation avec le modèle élastoplastique choisi - Recherche et identification des paramètres matériau.	83
3.6	Influence du module de Young de la matrice sur la pression de serrage - $E = 60 ; 70 ; 80 ; 90$ et 100 GPa	85
3.7	Influence du coefficient de dilatation sur la pression de serrage - $\alpha^{AMF} = 4, 6, 8, 10$ et $13 \mu\text{m}/(\text{m}.\text{°C})$ et $\alpha^{Inconel} = 13 \mu\text{m}/(\text{m}.\text{°C})$	86
3.8	Influence de la déformation maximale de transformation sur la pression de serrage - $\varepsilon_{max}^T = 0,01 ; 0,02$ et $0,03$	87
3.9	Influence de la température M_s sur la pression de serrage - $M_s = -120 ; -101$ et -80 °C	88
3.10	Influence de la température A_f sur la pression de serrage - $A_f = 50 ; 63$ et 76 °C	89
3.11	Influence du paramètre b sur la pression de serrage - $b = 5,9 ; 8$ et 10 MPa/°C	89
3.12	Influence du paramètre H_f sur la pression de serrage - $H_f = 1 ; 5$ et 10 MPa	90
3.13	Influence du paramètre H_ε sur la pression de serrage - $H_\varepsilon = 1000 ; 2100$ et 5000 MPa	91
3.14	Influence du paramètre H_{twin} sur la pression de serrage - $H_{twin} = 20 ; 40$ et 60 GPa	91
3.15	Influence de la limite élastique des inclusions sur la pression de serrage - $\sigma_Y = 10 ; 70$ et 300 MPa	92
3.16	Influence de l'écrouissage des inclusions sur la pression de serrage - $H_{iso} = 200 ; 450$ et 800 MPa	93
4.1	Dispositif de serrage d'une bague en NiTiNb sur une bague en Inconel 718 instrumentée de jauges d'extensométrie sur sa face intérieure	98
4.2	Photographie des 3 types de bagues utilisées. De gauche à droite : bague fine (épaisseur $0,89 \text{ mm}$), bague moyenne (épaisseur $3,58 \text{ mm}$), bague épaisse (épaisseur $8,99 \text{ mm}$)	98
4.3	Numérotation des rosettes	100
4.4	Photographie d'une rosette câblée en quart de pont	101
4.5	Photographie d'une bague instrumentée d'un thermocouple (à gauche) et de trois rosettes régulièrement collées à 120 °C	102
4.6	Photographie des trois dispositifs placés dans l'enceinte thermique avant le début de l'essai	102
4.7	Évolution des déformations tangentielles relevées sur les rosettes de la bague fine lors du cycle A2	104
4.8	Évolution des déformations axiales relevées sur les rosettes de la bague fine lors du cycle A2	104
4.9	Évolution de la pression de serrage obtenue via les trois rosettes sur la bague fine lors du cycle A2	105
4.10	Évolution de la pression de serrage moyenne sur la bague fine lors des cycles A1, A2 et A3	106

4.11	Évolution de la pression de serrage moyenne sur la bague moyenne lors des cycles A1, A2 et A3	107
4.12	Évolution de la pression de serrage moyenne sur la bague épaisse lors des cycles A1, A2 et A3	108
4.13	Évolution de la pression de serrage dans la bague fine lors de la trempe dans l'azote liquide	109
4.14	Évolution de la pression de serrage dans la bague épaisse lors de la trempe dans l'azote liquide	110
4.15	Évolution de la pression de serrage dans la bague moyenne lors de la trempe dans l'azote liquide	111
4.16	Géométrie des trois configurations simulées avec une bague en NiTiNb fine, moyenne et épaisse	112
4.17	Maillage des trois configurations simulées avec une bague en NiTiNb fine, moyenne et épaisse - Éléments de longueur respective 0,22, 0,3 et 0,3 mm . . .	113
4.18	Simulation du dispositif avec une bague fine - Évolution de la pression de serrage en fonction de la température	114
4.19	Simulation du dispositif avec une bague moyenne - Évolution de la pression de serrage en fonction de la température	114
4.20	Simulation du dispositif avec une bague épaisse - Évolution de la pression de serrage en fonction de la température	115
4.21	Évolution de la pression de serrage en fonction de l'épaisseur de la bague à différentes températures : 60 et 120 °C (pendant le chauffage), 175 °C (fin du chauffage) et -55 °C (fin du refroidissement)	115
4.22	Évolution de la contrainte effective dans les bagues en NiTiNb pour les trois configurations : état initial, après ouverture, après chauffage à 175 °C, après refroidissement à - 55 °C	117
4.23	Comparaison expérimental/numérique de la simulation de la bague moyenne	118
4.24	Comparaison expérimental/numérique de la simulation de la bague fine . . .	119
4.25	Simulation du serrage avec un comportement thermoélastique de la bague extérieure, pour différentes valeurs de son coefficient de dilatation - Comparaison avec le modèle de comportement du NiTiNb (marques rondes pour bague épaisse, carrées pour bague moyenne et losanges pour bague fine) . . .	120
4.26	Évolution de la pression au début du serrage - Encadré : baisse de la variation de pression observée expérimentalement sur les bagues épaisses	121
4.27	Simulations du cycle de serrage en faisant varier la force critique d'orientation de 50 à 125 MPa par pas de 25 MPa.	122
4.28	Variation de la déformation maximale de transformation (a) et de la fraction volumique de martensite (b) en fonction de la température pour un cycle de serrage avec un matériau dont la force critique d'orientation des variantes vaut 75 MPa.	122

4.29	Introduction d'un défaut de circularité de 0,1 mm dans une bague de serrage d'épaisseur moyenne	123
4.30	Répartition hétérogène de la contrainte dans la bague de serrage due au défaut de circularité	124
4.31	Évolution des pressions de serrage maximale et minimale - Comparaison avec la pression moyenne	125
5.1	Simulation d'un composite avec une matrice de NiTi et des inclusions rigides ($E = 140$ GPa)	130
5.2	Simulation d'un composite avec une matrice de NiTi et des inclusions souples ($E = 10$ GPa)	131
5.3	Augmentation de la température A_s par prédéformation - Comparaison entre le $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ et deux composites avec la même matrice, le premier avec 10 % d'inclusions fragiles et le second avec 25 % d'inclusions de comportement analogue à celui du $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$	132
5.4	Évolution de la contrainte effective de chacune des phases lors de la prédéformation - Comparaison entre le $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ et deux composites avec la même matrice, le premier avec 10 % d'inclusions fragiles et le second avec 25 % d'inclusions de comportement analogue à celui du $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$	133
5.5	Comportement dans la matrice lors du cycle appliqué - Explication de l'augmentation de la température A_s	134
5.6	Évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un AMF poreux - a) Résultats de Entchev et Lagoudas (2002), b) Résultats avec le modèle présenté	135
5.7	Comparaison de la réponse à un chargement homogène isotherme à -20 (a), 30 (b) et 60 °C (c) d'un matériau de type NiTi avec des précipités Ni_4Ti_3 , pour trois fractions d'inclusion ($f = 2, 5$ et 10 %), entre deux types de simulations : cellule élémentaire ("CE", en pointillés) et schéma de Mori-Tanaka ("MT", en traits pleins).	138
5.8	a) Répartition de la fraction volumique de martensite à 60 °C pour une déformation de 3 % - b) Répartition de la déformation de transformation à -20 °C pour une déformation de 3 % (Chemisky et al. 2009b)	139
5.9	Comparaison de la réponse à un chargement homogène isotherme à -20 (a), 30 (b) et 60 °C (c) d'un matériau de type NiTiNb entre deux types de simulations : cellule élémentaire (pointillés) et schéma de Mori-Tanaka (traits pleins).	140
A.1	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ avec une charge appliquée de 1000 μN et une vitesse de 65 $\mu N/s$	147
A.2	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ avec une charge appliquée de 1000 μN et une vitesse de 200 $\mu N/s$	147
A.3	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ avec une charge appliquée de 6000 μN et une vitesse de 160 $\mu N/s$	148

A.4	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe avec une charge appliquée de $1000 \mu N$	148
A.5	Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe avec une charge appliquée de $3000 \mu N$	149
A.6	Représentation du comportement microhétérogène - macrohomogène	150
A.7	Portion élémentaire	163
A.8	Expression de la déformation	163
A.9	Résultat d'une simulation par éléments finis vérifiant que les déformations principales coïncident avec les déformations ε_θ et ε_z dans le cas axisymétrique - a) ε_θ b) ε_z c) ε_P	166
A.10	Évolution des déformations tangentielles relevées sur les rosettes de la bague moyenne lors du cycle A2	167
A.11	Évolution des déformations axiales relevées sur les rosettes de la bague moyenne lors du cycle A2	167
A.12	Évolution de la pression de serrage obtenue via les trois rosettes sur la bague moyenne lors du cycle A2	168
A.13	Évolution des déformations tangentielles relevées sur les rosettes de la bague épaisse lors du cycle A2	169
A.14	Évolution des déformations axiales relevées sur les rosettes de la bague épaisse lors du cycle A2	169
A.15	Évolution de la pression de serrage obtenue via les trois rosettes sur la bague épaisse lors du cycle A2	170

INTRODUCTION

Les travaux réalisés au cours de cette thèse s'inscrivent dans la cadre d'une collaboration entre une entreprise, Schlumberger (Études et Production), et deux laboratoires de recherche, le Laboratoire de Physique et de Mécanique des Matériaux (LPMM) de Metz et le Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique Appliquée (LEMTA) de Nancy. L'entreprise Schlumberger cherche à remplacer certains de leurs dispositifs de serrage par des bagues en Alliage à Mémoire de Forme (AMF), et souhaite optimiser et fiabiliser leur utilisation. Afin de comprendre les spécificités de l'alliage étudié, le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, des études bibliographiques et expérimentales sont à réaliser. Ceci permet d'établir un modèle de comportement dans le but de dimensionner des dispositifs. Le LPMM apporte son savoir faire et ses connaissances générales sur les AMF qu'il étudie depuis plusieurs décennies, tant au niveau de la caractérisation expérimentale que dans l'écriture d'un modèle de comportement. Le LEMTA apporte également ses connaissances générales sur les AMF, ainsi que son expérience dans l'écriture numérique d'un modèle et son implémentation de lois de comportement dans des logiciels de calcul par éléments finis.

Les bagues de serrage en AMF sont utilisées depuis les années 1970. Leur principe de fonctionnement est le suivant : depuis leur état austénitique stable à haute température, elles sont refroidies afin de former de la martensite auto-accommodée. Elles sont ensuite ouvertes en imposant un déplacement à leur surface interne, qui a pour effet d'orienter les variantes de martensite. La phase martensitique est stable à basse température, ce qui induit un maintien de la forme géométrique de la bague. Un chauffage permet le retour à la forme austénitique initiale. Lorsqu'un tube est inséré dans la bague avant le chauffage, et qu'il empêche le retour à la forme initiale, une pression de contact apparaît, pouvant permettre une étanchéité entre les deux éléments. Les applications les plus fréquentes nécessitent que la pression de serrage soit conservée dans un large domaine de température, ce qui signifie que l'hystérésis de transformation entre les phases austénitique et martensitique doit être la plus large possible. C'est cette condition qui rend les alliages $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ particulièrement attractifs car ils ont la capacité de stabiliser leur phase martensitique par un traitement mécanique spécifique. Cet effet est lié à la présence de précipités ductiles de niobium dans une matrice formée de NiTi.

Une étude expérimentale montre que l'alliage étudié est composé d'une matrice de NiTi qui contient des inclusions riches en niobium, dont le comportement est élastoplastique et ductile. Actuellement, aucun des modèles de comportement des AMF proposés ne permet de simuler ce type d'alliage. L'objectif est alors de prendre en compte l'influence des inclusions ductiles dans une matrice modélisée par un modèle général de comportement des

AMF, via la technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka. Ce modèle est ensuite traduit sous forme d'une routine afin d'être implémenté dans un code de calcul par éléments finis. Ainsi, notre partenaire industriel possède un outil de dimensionnement capable de simuler le comportement de bagues en $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$.

Le *chapitre 1* présente les AMF de manière générale, en se focalisant progressivement sur la famille des NiTi puis sur le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. Le phénomène de stabilisation de la martensite est décrit. Ensuite, les principaux modèles généraux permettant de simuler le comportement 3D d'AMF sont présentés, ainsi que les techniques de transition d'échelle permettant de prendre en compte l'effet d'inclusions dans le comportement effectif d'une matrice en AMF.

Le *chapitre 2* décrit les études expérimentales permettant la caractérisation du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. Elles sont décomposées en deux catégories. Tout d'abord, la caractérisation du matériau où sont présentés des essais de DSC (Differential Scanning Calorimetry), des observations de la microstructure au MEB (Microscope Electronique à Balayage) et des analyses par DRX (Diffraction aux Rayons X). Le comportement mécanique des phases observées au MEB est étudié par des essais de nanoindentation. Ensuite, des essais de caractérisation de la structure sont présentés.

Le *chapitre 3* détaille le modèle du comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ proposé. La construction du Volume Élémentaire Représentatif (VER) est basée sur les observations expérimentales du précédent chapitre ainsi que sur la technique de transition d'échelle adoptée. Le modèle est ensuite implémenté dans un code de calcul par éléments finis sous forme d'une routine, puis l'identification des paramètres matériau est définie.

Le *chapitre 4* présente la validation du modèle. Trois assemblages sont étudiés expérimentalement et numériquement. Dans chaque cas, une bague en $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ se serre sur une bague élastique instrumentée de jauges d'extensométrie, qui permettent de déduire la pression de serrage. Ces essais sont simulés par éléments finis en utilisant la routine présentée au chapitre précédent, ce qui permet de juger la qualité du modèle et mettre en évidence ses limites.

Le *chapitre 5* fait état de simulations réalisables avec le modèle de comportement présenté. Au delà du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, d'autres alliages peuvent être simulés, à condition qu'ils puissent être considérés comme une matrice avec un comportement AMF comprenant une quantité limitée d'inclusions élastiques ou élastoplastiques.

Le NiTiNb un alliage à mémoire de forme particulier

1

Sommaire

1.1	Introduction	5
1.2	Présentation des AMF	5
1.2.1	La transformation martensitique	5
1.2.2	Comportement thermomécanique des AMF	8
1.3	Présentation des NiTi	14
1.3.1	Introduction	14
1.3.2	Les températures de transformation des NiTi	14
1.4	Le NiTi avec précipités de niobium (NiTiNb)	16
1.4.1	Les limites du NiTi	16
1.4.2	Composition et microstructure du NiTiNb	18
1.4.3	Stabilisation de la martensite dans le cas du NiTiNb	22
1.5	Modélisation du comportement thermomécanique des AMF	24
1.5.1	Bibliographie des modèles phénoménologiques 3D pour les AMF	24
1.5.2	Prise en compte de l'effet des précipités au niveau de la modélisation	26
	Conclusion	28

1.1 Introduction

Les alliages à mémoire de forme (AMF) ont la propriété de pouvoir retrouver leur forme initiale après une déformation pouvant aller jusqu'à 10 %, et la propriété de retrouver leur forme initiale par simple chauffage après avoir été déformés. Le premier de ces effets, la superélasticité, a été mis en évidence pour la première fois en 1932 par Ölander (Otsuka et Wayman 1998) sur un alliage or-cadmium. Ce comportement a, par la suite, été observé dans d'autres alliages tels que le laiton, les systèmes fer-platine, indium-cadmium, fer-nickel, nickel-aluminium et l'acier inoxydable par exemple, sans pour autant avoir été beaucoup utilisés de manière industrielle. Le second effet, l'effet mémoire de forme, a été observé et décrit pour la première fois par Chang et Read (1952). C'est à partir de 1962 que la Naval Ordnance Laboratory développe les alliages équiatomiques de nickel-titane et les commercialise sous le nom NITINOL[®], un acronyme de Nickel Titane Naval Ordnance Laboratory. Bien que d'autres familles d'AMF aient été mises en évidence par la suite, notamment les cuivreux avec le Cu-Al-Ni et Cu-Al-Zn, les alliages de type NiTi constituent la majeure partie des applications développées actuellement. En partant de la composition équiatomique, plusieurs alliages dérivés sont utilisés pour optimiser certaines des propriétés des NiTi selon les applications industrielles. Ils sont obtenus en s'écartant de la composition équiatomique, en réalisant un traitement thermomécanique particulier ou encore en ajoutant un ou plusieurs constituants. C'est d'ailleurs en combinant ces trois méthodes qu'est obtenu l'alliage composé de nickel, de titane et de niobium étudié dans ce mémoire, le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$.

Après une présentation générale des différentes propriétés et caractéristiques des AMF, celles des alliages de type NiTi sont plus particulièrement développées. Les limites d'utilisation de ce type d'alliage sont par la suite détaillées, justifiant l'ajout de niobium pour former le NiTiNb afin d'optimiser certaines propriétés. Les phénomènes permettant l'amélioration de la performance du matériau sont ensuite décrits et expliqués en se basant sur la microstructure : l'alliage se présente sous forme d'une matrice de NiTi dans laquelle se trouvent des précipités riches en niobium. Dans la partie suivante, les principaux modèles de comportement de NiTi sont introduits, suivis par une présentation des techniques d'homogénéisation permettant de prendre en compte les précipités de niobium dans la matrice de NiTi, l'objectif étant la modélisation du comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$.

1.2 Présentation des AMF

1.2.1 La transformation martensitique

Dans les aciers, la transformation martensitique correspond à la transformation d'une phase stable à haute température, l'austénite, en une phase métastable apparaissant lors d'une trempe, la martensite. Par extension pour de nombreux alliages, des transformations de phase sont appelées transformations martensitiques lorsqu'elles possèdent certaines caractéristiques semblables à celles de la martensite des aciers : une transformation displacive, une déformation du réseau cristallographique considérée homogène (Bhattacharya 2003)

obtenue par cisaillement, et enfin la croissance de la martensite sous forme de plaquettes pour minimiser l'énergie d'interface, appelées variantes. La transformation displacive signifie que les déplacements relatifs des atomes sont faibles par rapport à la distance inter-atomique. Olsen et Cohen (1975) ont défini la transformation de phase de la manière suivante :

"A martensitic transformation is a lattice-distortive, virtually diffusionless structural change having a dominant deviatoric component and associated shape change such that the strain energy dominates the kinetics and morphology during the transformation."

Dans le cas des AMF, les deux phases peuvent apparaître selon l'état thermomécanique de l'alliage. La force motrice pour l'apparition d'une nouvelle phase est la diminution de l'énergie libre de Gibbs G du système, la phase se formant est celle minimisant cette énergie. Son expression dans chacune des phases, en considérant la transformation isochore et quasi-statique, est donnée par l'équation 1.1 basée sur la définition de l'énergie de Helmholtz donnée entre autre par Leclercq et Lexcellant (1996).

$$G = U - \Sigma_{ij} E_{ij} - TS + C_v \left((T - T_0) - T \log \frac{T}{T_0} \right) \quad (1.1)$$

avec U l'énergie interne de la phase considérée, S son entropie, $-\Sigma_{ij} E_{ij}$ le chargement mécanique appliqué, C_v la capacité calorifique du système, T la température courante et T_0 la température à laquelle les énergies libres de Gibbs des deux phases sont en équilibre. La figure 1.1 schématise l'évolution de l'énergie libre de Gibbs selon la température pour un chargement thermique à contrainte constante. À basse température, l'état martensitique minimise l'énergie libre alors qu'à haute température il s'agit de l'état austénitique. La température d'équilibre entre les deux phases évolue selon l'état de contrainte Σ du matériau. La martensite est stable à gauche de la ligne tracée et l'austénite à sa droite. Ceci permet de représenter un diagramme de transformation selon l'état thermomécanique du matériau, comme le montre la figure 1.2a). Cependant, la création et la germination de la martensite lors de la transformation de phase consomme de l'énergie. Lorsque de la martensite est formée à une température T , le retour à la phase mère se produit à une température $T + \Delta T$, le ΔT étant dû à l'énergie dissipée par la transformation. Ce phénomène d'hystérésis permet la coexistence des deux phases dans un intervalle de température plus ou moins large selon l'alliage. L'énergie libre du système biphasé s'écrit, en tenant compte de la proportion d'énergie libre de Gibbs apportée par chacune des phases et de l'énergie élastique d'interaction G^{int} , et en considérant les capacités calorifiques des phases austénitique et martensitique égales, avec f la fraction volumique de martensite (équation 1.2) :

$$\begin{aligned} G^{biphase} &= (1 - f)G^A + fG^M + G^{int} \\ G^{biphase} &= (1 - f)(U^A - TS^A) + f(U^M - TS^M) \\ &\quad - \Sigma_{ij} E_{ij} + C_v \left((T - T_0) - T \log \frac{T}{T_0} \right) + G^{int} \end{aligned} \quad (1.2)$$

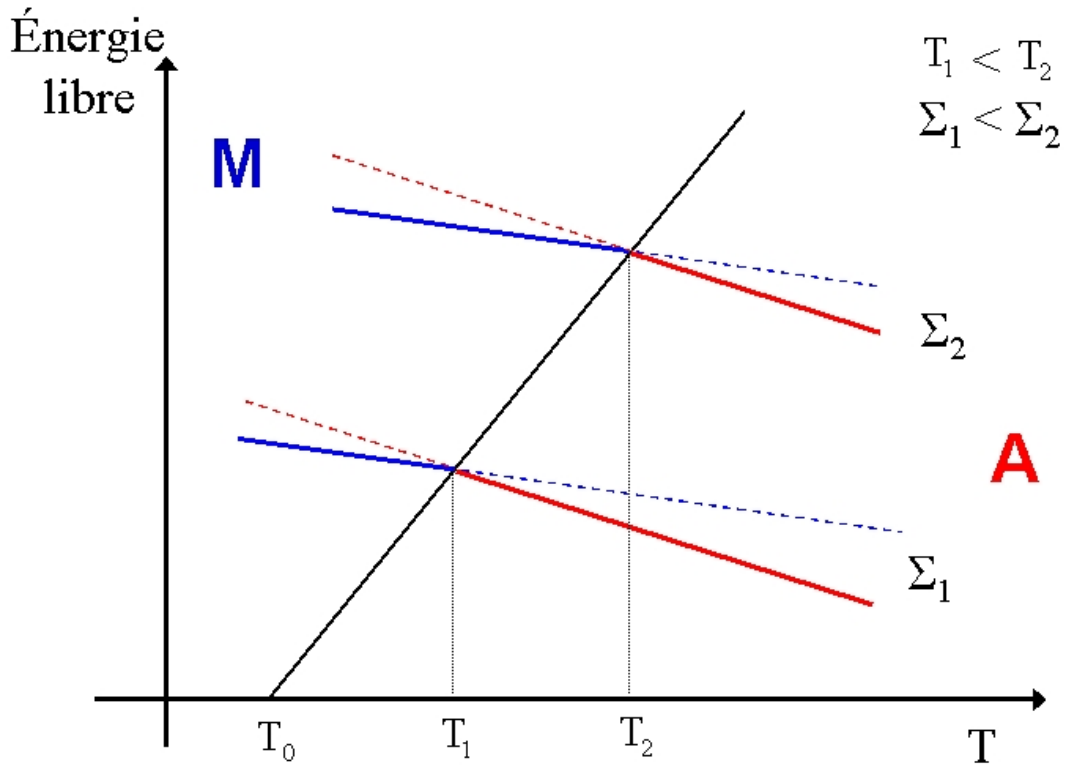


FIG. 1.1 – Évolution de l'énergie libre de la martensite et de l'austénite en fonction de la température et variation de la température d'équilibre selon la contrainte appliquée

L'énergie d'interaction G^{int} correspond à l'énergie élastique stockée due aux incompatibilités géométriques lors de la coexistence de deux phases. Le diagramme de transformation tenant compte de ce phénomène est représenté en figure 1.2b). La transformation de phase se déroule dans une plage de température, plus ou moins importante selon la structure des phases et les défauts qu'elles contiennent. Ainsi, la transformation de l'austénite en martensite débute à la température M_s et se termine à la température M_f , respectivement pour "martensite start" et "martensite finish". De même pour les températures de transformation inverse, A_s et A_f respectivement pour "austenite start" et "austenite finish" (figure 1.2c)).

Lors d'un refroidissement sous contrainte depuis un état austénitique, des contraintes internes apparaissent dans l'austénite entraînant la formation de variantes de martensite. Elles peuvent se former dans 24 plans d'habitats différents, et se regroupent par paquets de manière à minimiser la déformation globale de chacun d'eux. Il s'agit d'une auto-accommodation. La déformation totale induite sur l'ensemble du volume considéré par cette transformation est nulle (transformation $A \rightarrow M^T$ représentée sur la figure 1.2d, M^T étant la martensite "thermique" ou "auto-accommodée"). Sous l'application d'une contrainte, les variantes les moins bien orientées par rapport à celle-ci disparaissent, alors que celles bien orientées se développent dans sa direction. Dans ce cas, une déformation globale est constatée (transformation $M^T \rightarrow M^\sigma$, M^σ étant la martensite orientée par la contrainte). En appliquant une contrainte suffisamment élevée depuis la phase austénitique, des variantes de

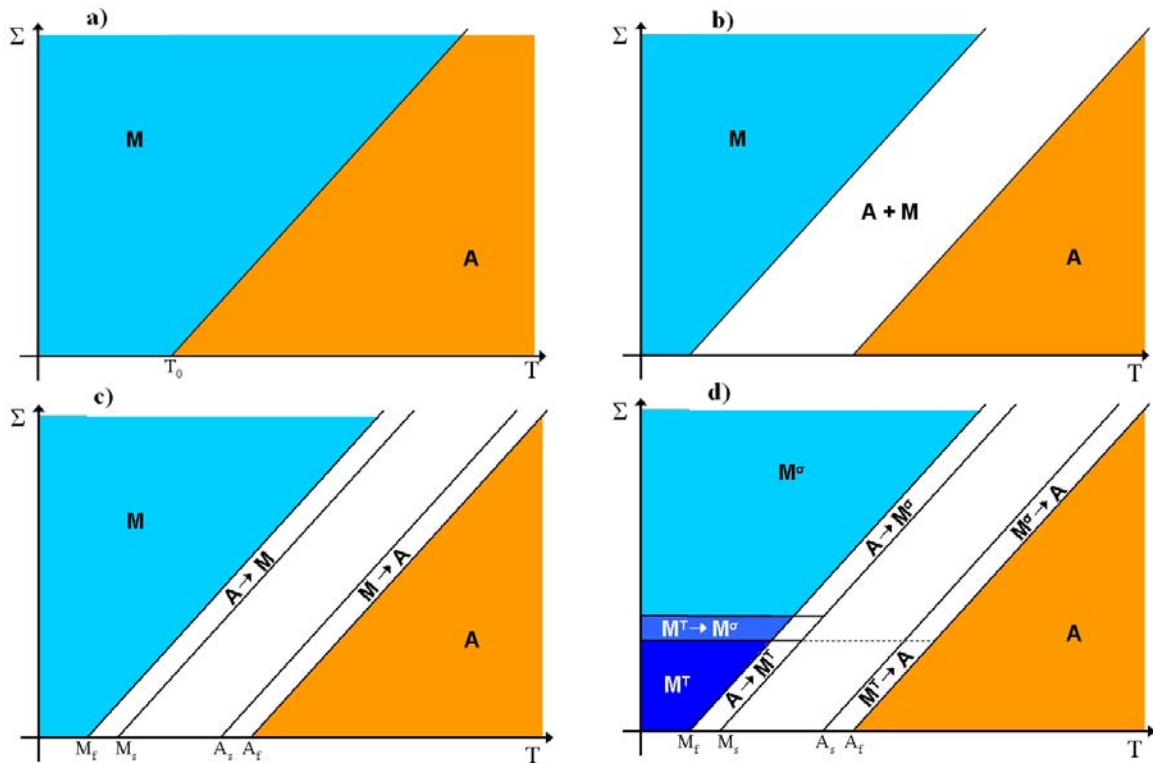


FIG. 1.2 – Construction du diagramme de transformation général d'un AMF - Représentation des deux phases stables suivant l'état thermomécanique a), tenant compte de l'hystérésis de transformation b), du décalage entre les températures de début et de fin de transformation c), de l'orientation des variantes de martensite d)

martensite se forment, directement orientées dans la direction de la contrainte. Ceci est représenté sur la figure 1.2d) par la transformation $A \rightarrow M^\sigma$.

L'intérêt de la transformation de phase martensitique, qui rend si attractifs les AMF, est que la croissance et la disparition des variantes n'induisent que des transformations thermoélastiques totalement réversibles : quelles que soient les orientations des variantes, une augmentation de la température suffisamment importante permet de retourner à l'état austénitique, et la forme macroscopique initiale est retrouvée.

1.2.2 Comportement thermomécanique des AMF

La transformation austénite-martensite dépend à la fois de la contrainte et de la température. La transformation martensitique induit quatre types de comportements différents. Il s'agit de la superélasticité, de l'effet mémoire simple et double sens, et de l'effet amortissant. Ils sont décrits dans la suite de cette section.

La superélasticité

Au dessus de la température A_f , les AMF ont un comportement superélastique. L'augmentation de la contrainte engendre la formation de martensite orientée qui se traduit macroscopiquement par une déformation réversible.

piquement par des déformations réversibles (élasticité réversible et transformation de phase renversible) pouvant aller jusqu'à 10 % dans le cas de monocristaux. Lorsque la contrainte est relâchée, la transformation inverse se produit, les variantes de martensite disparaissent au profit de l'austénite. La figure 1.3 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation à température constante, lors d'un chargement superélastique et le trajet correspondant dans le diagramme de transformation. Trois phases se distinguent durant la

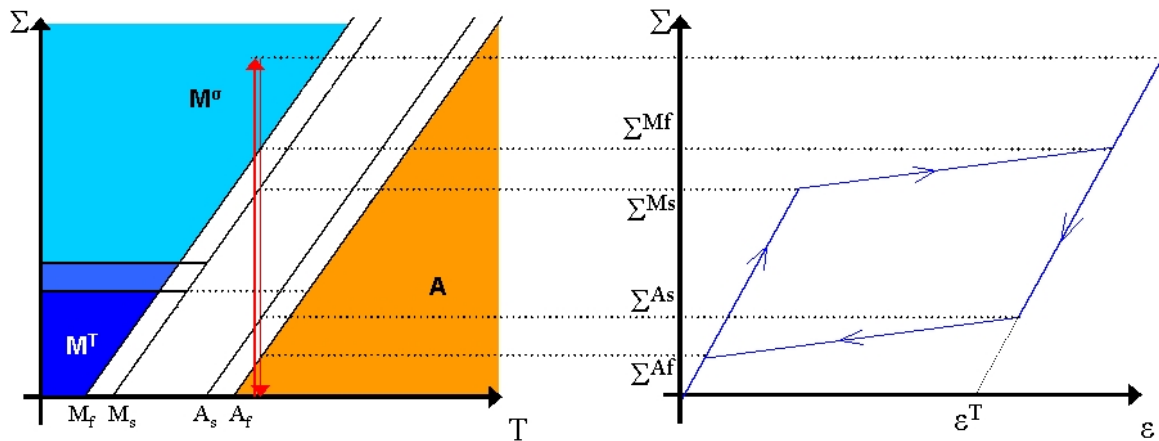


FIG. 1.3 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors d'un chargement superélastique et sa représentation dans le diagramme de transformation.

charge et la décharge : l'élasticité linéaire de l'austénite, la transformation martensitique et l'élasticité de la martensite orientée.

La capacité pour des métaux de pouvoir atteindre des déformations supérieures à 5 % totalement réversibles entraîne une multitude d'applications industrielles dans des domaines très variés, comme le médical, l'automobile ou encore l'habillement. La figure 1.4 décrit certaines utilisations dans le domaine médical. La partie (a) présente un stent en nitinol, le Zilver® PTX® de Cook Medical ¹, conçu pour traiter la maladie artérielle périphérique affectant le vaisseau sanguin principal de la cuisse, l'artère fémorale superficielle. Il permet la dilatation de l'artère et l'administration ciblée d'un médicament permettant de lutter contre le rétrécissement des artères dilatées (Bosiers et al. 2008). Les parties (b) et (c) présentent des agrafes d'ostéoporose conçues par Mémométal® utilisées dans les fractures pour accélérer le rétablissement de l'os ². La figure 1.5 présente une monture superélastique développée par Aspex® ³.

L'effet mémoire de forme

En refroidissant sans contrainte, l'austénite se transforme en martensite auto-accommodée qui minimise la déformation macroscopique. L'application d'une contrainte mécanique sur cette martensite permet de réorienter les variantes. Lorsque la contrainte est relâchée en

¹ www.cookmedical.com

² www.memometal.com

³ www.aspexeyewear.com

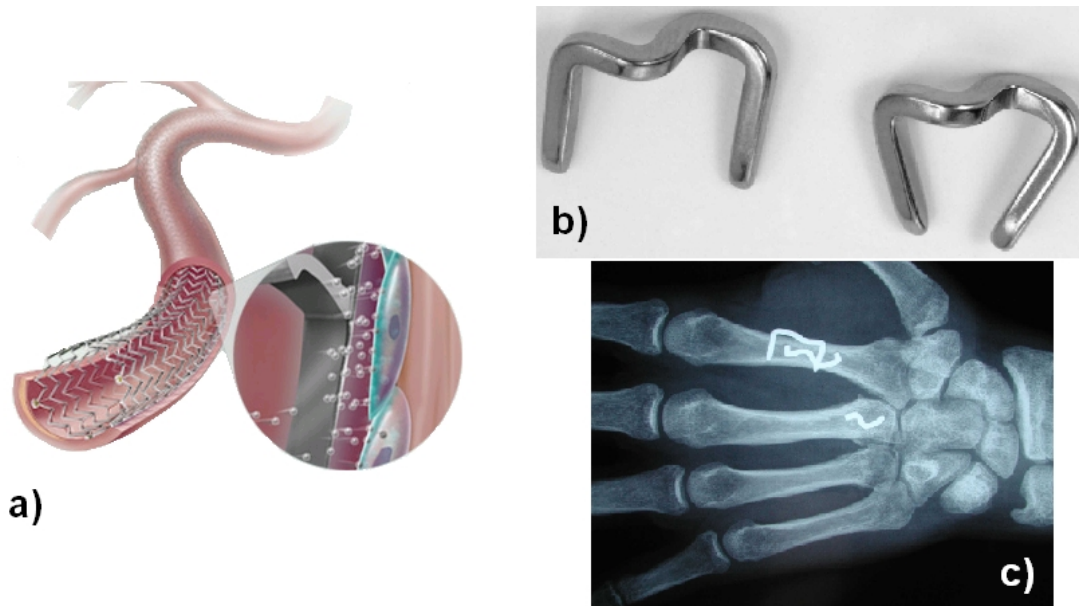


FIG. 1.4 – Exemples d'utilisation de la propriété superélastique des AMF dans le médical - a) Stent (Bosiers et al. 2008) ; b) Agrafes superélastiques (Mémométal) ; c) Agrafes superélastiques implantées

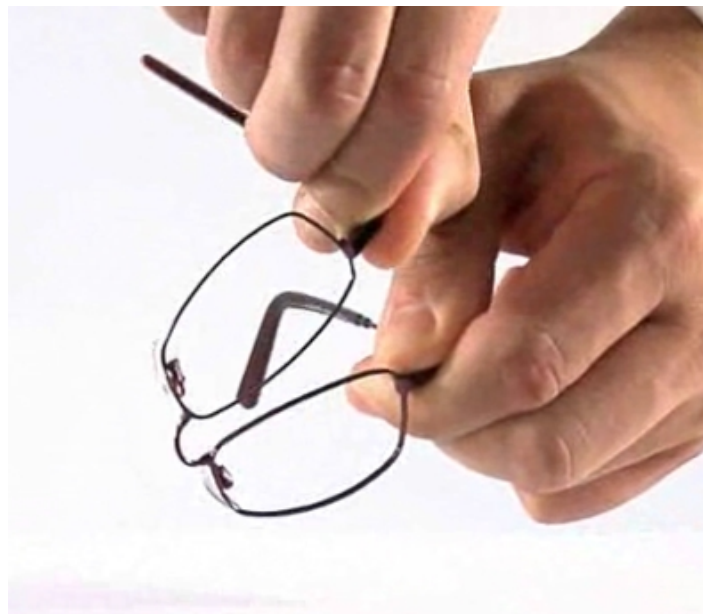


FIG. 1.5 – Exemple d'utilisation de la propriété superélastique des AMF dans l'habillement - Monture de lunettes superélastique (Aspex)

dessous de la température A_s de début de transformation inverse, l'état martensitique et l'orientation des variantes sont conservés. Pour retrouver la structure austénitique, et ainsi la forme initiale de l'alliage, il est nécessaire de fournir de l'énergie en augmentant la température au dessus de A_f . L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors de la réorientation des variantes de martensite est représentée sur la figure 1.6. Durant la charge, trois stades se distinguent correspondant à l'élasticité de la martensite auto-accommodée,

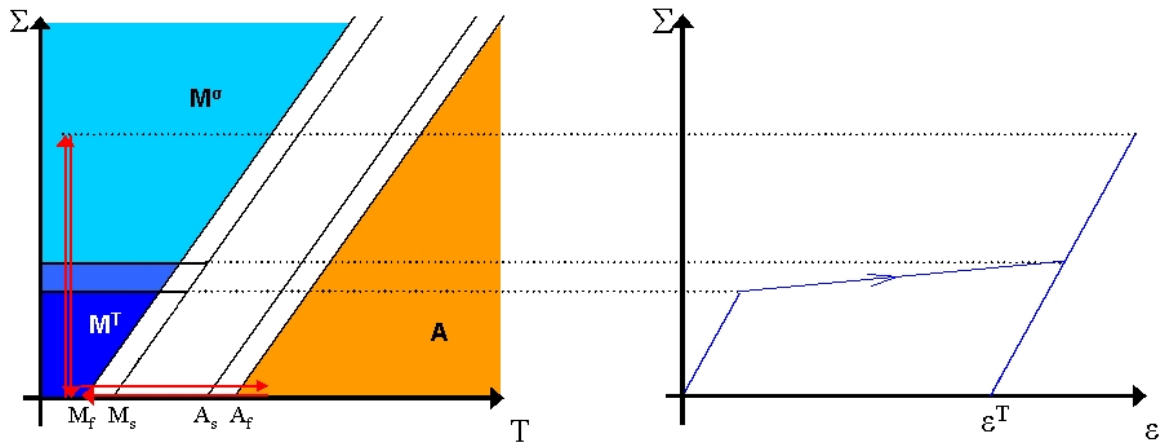


FIG. 1.6 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors de l'orientation de la martensite auto-accommodée et représentation sur le diagramme de transformation

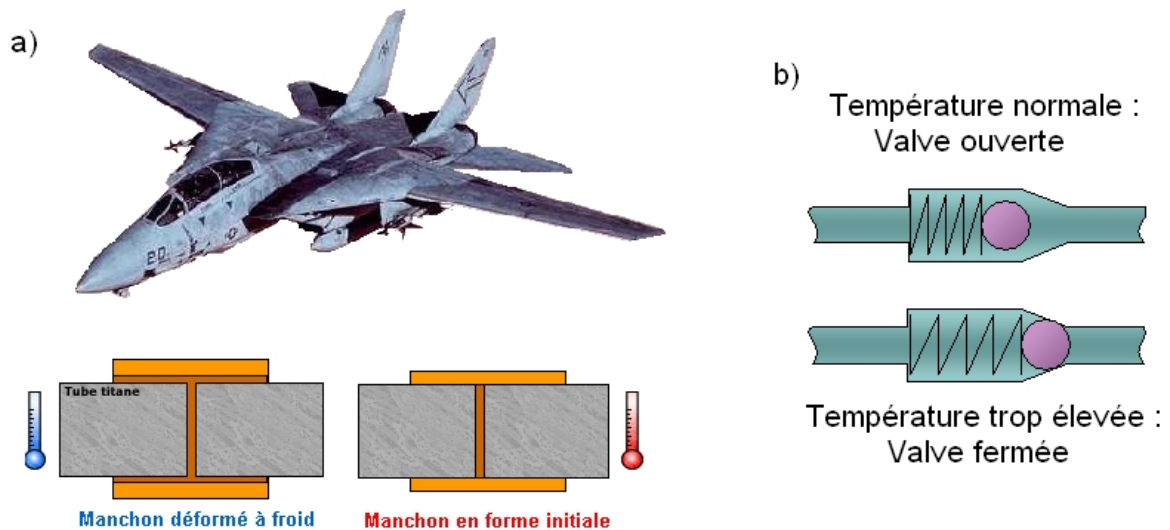


FIG. 1.7 – Exemples d'utilisation de la propriété mémoire de forme des AMF - a) Bague de serrage (Kauffman et Mayo 1996) ; b) Valve de sécurité

suivie par sa réorientation et enfin la déformation de la martensite orientée. Lors de la décharge, la martensite reste orientée ce qui se traduit par un comportement élastique. Un chauffage au-delà de A_f permet de faire disparaître cette déformation.

Les principales applications utilisant l'effet mémoire sont des actionneurs, mais aussi les bagues de serrage qui furent parmi les premières applications utilisant les AMF dans l'armée américaine. La figure 1.7 a) présente les bagues utilisées dans les avions de chasse F-14 (Kauffman et Mayo 1996) pour le couplage des tubes en titane (matériau difficile à souder)⁴. La figure 1.7 (b) présente un dispositif de sécurité comportant un ressort en AMF agissant en capteur/actionneur de température⁴. Lors d'une élévation de la température, le ressort

⁴<http://membres.lycos.fr/planeteamf/>

s'allonge et bloque la vanne. Il est notamment utilisé pour couper des arrivées de gaz lorsqu'une température anormalement élevée est détectée.

L'effet mémoire double sens

L'orientation à saturation des variantes de martensite depuis un état auto-accommodé s'accompagne principalement de phénomènes réversibles. Toutefois, plusieurs cycles répétés d'orientation de la martensite auto-accommodée dans la même direction engendrent des défauts dans le matériau. Ces derniers favorisent une orientation particulière des variantes auto-accommodées formées à contrainte nulle lors des cycles suivants. Ainsi, une forme "basse température" martensitique est mémorisée, l'alliage mémorise deux formes stables, une austénitique et l'autre martensitique.

Ce phénomène permet d'imaginer un très grand nombre d'applications. Néanmoins, la déformation de transformation autorisée ne peut dépasser les 2 % au risque d'effacer la forme martensitique (amnésie). Des systèmes mécaniques de rappel sont utilisés pour compenser cette faible déformation autorisée : une force externe est appliquée permettant de contrôler l'orientation des variantes de martensite formées. Cet effet mémoire double sens assisté (EMDSA) est utilisé notamment dans le cas des micropompes, des thermomarqueurs (figure 1.8 a)) développés par Imago[®] (Raymond et Weynant 1991) ou encore des chevrons étudiés par Boeing[®] limitant le bruit des réacteurs d'avions (Calkins et Butler 2004) (figure 1.8 b)).

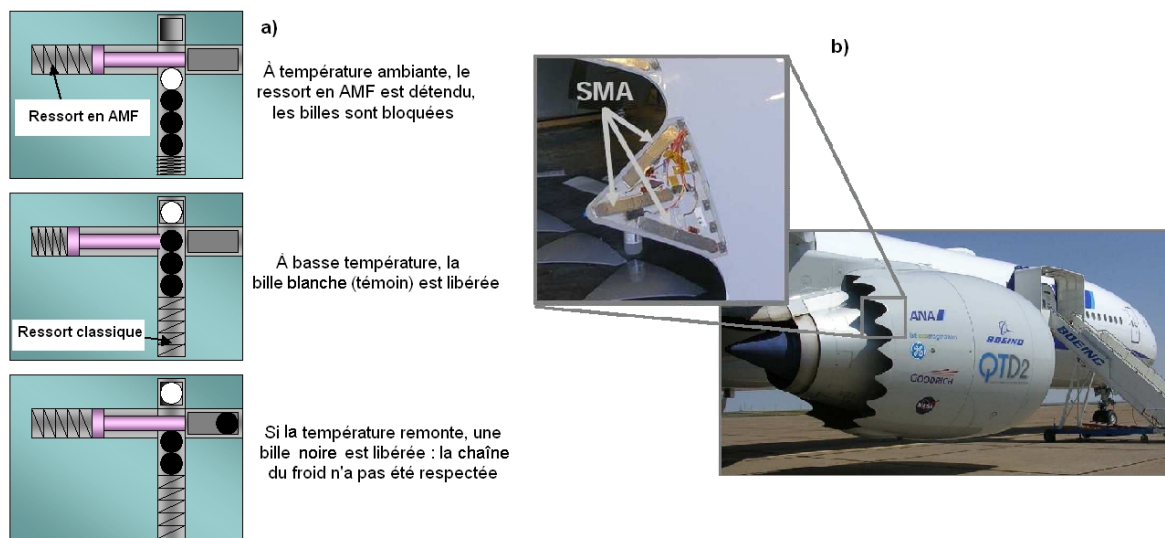


FIG. 1.8 – Exemples d'utilisation de l'effet mémoire double sens des AMF - a) Thermomarqueur Imago[®] (Raymond et Weynant 1991) ; b) Chevrons développés par Boeing[®] (Calkins et Butler 2004)

L'effet amortissant

La transformation de phase dissipe une quantité importante d'énergie lors de la germination et la croissance des variantes de martensite. La capacité des AMF à absorber de l'énergie, et surtout de manière cyclique, induit des applications permettant d'atténuer les vibrations

de structures notamment pour les protéger lors de séismes. Les exemples les plus connus sont les renforts antisismiques utilisés en Italie pour la basilique Saint-François d'Assise ou le clocher de l'église San Giorgio de San Martino in Rio. La société FIP-Industriale SpA⁵ fabrique ce genre de renforts, représentés à la figure 1.9. Ces dispositifs ont été développés au cours du projet ISTECH (Development of Innovative Techniques for the Improvement of Stability of Cultural Heritage, en particulier dans la protection sismique) (Castellano et al. 1999). Ils sont calibrés pour dissiper de l'énergie dans une certaine plage d'intensité sismique (filtre passe-bande), et assurent en dehors de cette plage la rigidité nécessaire apportée par des barres traditionnelles d'acier. Cette double garantie leur confère une fiabilité très élevée. Parmi toutes les applications citées, les AMF de la famille des NiTi sont les plus utilisés actuellement. Le paragraphe suivant décrit certaines de leurs caractéristiques.



FIG. 1.9 – Renfort antisismique appliqué au tympan de la basilique Saint-François d'Assise (Castellano et al. 1999)

⁵<http://www.fip-group.it/>

1.3 Présentation des NiTi

1.3.1 Introduction

En comparaison avec les AMF à base de cuivre ou à base de fer, les alliages de type NiTi sont de loin les plus utilisés dans le monde industriel. Une des principales raisons est leur biocompatibilité qui permet leur large exploitation dans le domaine biomédical sous forme d'implants (prothèses, agrafes, stents, ...) ou d'instruments de chirurgie. Leurs excellentes propriétés mécaniques et leur résistance à la corrosion leur confèrent des atouts supplémentaires par rapport aux alliages à base de cuivre et de fer. En effet, les alliages à base de cuivre sont très sensibles à la corrosion, et leur utilisation est limitée à des applications sous contraintes relativement faibles par rapport aux limites du NiTi en raison de leur forte anisotropie élastique, entraînant une faible tenue en fatigue. Ceux à base de fer sont quant à eux également sujets à d'importants problèmes de corrosion auxquels se rajoute la déformation plastique rendant impossible la superélasticité et limitant la déformation due à l'orientation des variantes de martensite à 4% dans le meilleur des cas, soit 50 % de la capacité maximale des NiTi. Cependant, les NiTi sont des alliages polycristallins dont la structure microscopique est très complexe. Leur comportement possède une grande sensibilité aux traitements thermomécaniques ce qui les rend parfois difficiles à mettre en oeuvre, et sont sujets à des phénomènes de précipitations qui peuvent avoir une influence importante sur leurs propriétés (Bataillard 1996). Par exemple, le fort écrouissage à froid nécessaire à l'apparition de l'effet superélastique dans le NiTi (Miyazaki et al. 1982) a d'une part une influence sur les températures de transformation, et d'autre part génère un fort taux de contraintes internes. Celles-ci peuvent être relaxées par un traitement thermique de revenu, qui peut entraîner simultanément la formation de précipités de Ni_4Ti_3 abaissant les températures de transformation.

De plus, outre les phases austénitique de structure B2 et martensitique monoclinique B19' se formant dans le NiTi, une troisième phase est possible appelée phase 'R' pour rhomboédrique. Elle se forme depuis l'austénite, généralement dans le cas de matériaux fortement écrouis, et précède l'apparition de martensite. Deux séquences de transformation sont ainsi possibles : $\text{B2} \rightarrow \text{B19}'$ et $\text{B2} \rightarrow \text{R} \rightarrow \text{B19}'$. Toutefois, la déformation maximale pouvant résulter lors de la formation de phase R depuis une phase austénitique est de 1 %. Le diagramme de transformation présenté à la figure 1.2 devient très approximatif dans le cas du NiTi. Pour le reste de ce chapitre, seules les températures de transformation et l'influence des traitements mécaniques sur ces dernières sont traitées.

1.3.2 Les températures de transformation des NiTi

Les températures de transformation des NiTi peuvent être influencées soit par la composition de l'alliage, soit par le traitement thermomécanique qui lui est appliqué, notamment pour les températures de transformation inverse. La figure 1.10 présente l'influence de la teneur en nickel sur la température de début de transformation martensitique. Ces données sont récoltées sur des essais expérimentaux de Harrison et Alto (1982), Hanlon et al. (1967),

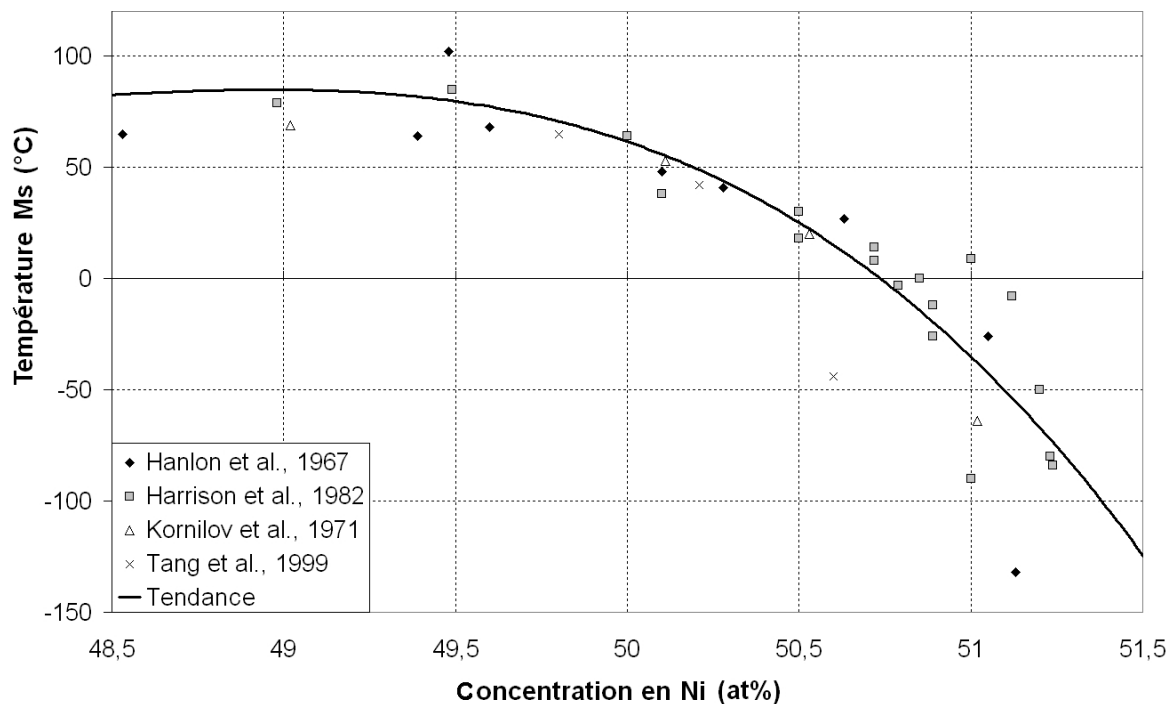


FIG. 1.10 – Influence de la teneur en nickel sur la température de début de transformation martensitique du NiTi - Données expérimentales de Harrison et Alto (1982), Hanlon et al. (1967), Kornilov et al. (1971), Tang et al. (1999)

Kornilov et al. (1971), Tang et al. (1999) effectués sur des échantillons à l'état totalement recuit et pour un matériau non déformé. À partir de ces données, une courbe de tendance est tracée. En passant d'une teneur en nickel de 50 % à 51 %, la température M_s diminue de près de 100 °C. Plus généralement, au-dessus d'une teneur en nickel de 49 %, la température de transformation martensitique est d'autant plus basse que la teneur en nickel est importante. Sans qu'aucun traitement mécanique ne soit appliqué, l'évolution des températures de transformation inverse suit la même allure en fonction de la composition. Toutefois, il a été montré qu'une déformation depuis l'état de martensite auto-accommodée permet d'augmenter les températures de transformation inverse (Lin et al. 1991), et que cet effet n'est valable que lors du premier chauffage. Dans le cas des monocristaux, ce phénomène est connu et bien expliqué, alors que plusieurs mécanismes ont été proposés dans le cas des polycristaux. Dans le cas des monocristaux, le phénomène est expliqué par la relaxation de l'énergie élastique interne stockée dans la martensite (Piao et al. 1993). Cette énergie provient des nombreuses incompatibilités au niveau des interfaces des groupes de variantes auto-accommodées lors de la formation de la martensite, et elle favorise un retour à l'état austénitique lors du chauffage. Une déformation imposée à l'état martensitique dissipe cette énergie, et davantage d'énergie doit être apportée sous forme de chaleur pour permettre un retour à l'état austénitique. Par conséquent, une augmentation des températures A_s et A_f est observée et la martensite est stabilisée.

Dans le cas des polycristaux, l'accroissement des températures de transformation inverse est plus important, mais son origine n'est pas clairement définie. Deux mécanismes fonda-

mentaux ont été proposés. Lin et al. (1991) ont proposé que la déformation plastique induite lors de l'orientation de la martensite est responsable de la stabilisation, cette déformation induisant un ancrage des défauts au niveau des interfaces de transformation, ce qui augmente la force motrice nécessaire à la transformation inverse. Toutefois, cette explication ne paraît pas adaptée dans les cas où une faible déformation est induite par la réorientation de la martensite lors d'un chargement uni-axial, pour lesquels l'effet de stabilisation de la martensite a été observé à des faibles niveaux de déformation (Piao et al. 1993, Liu et al. 1999, Liu et Tan 2000). Piao et al. (1993) ont proposé que l'effet de stabilisation serait dû aux variations d'énergie élastique interne comme dans le cas des monocristaux, mais que davantage d'énergie serait stockée dans le cas des polycristaux : à l'énergie élastique stockée au niveau des variantes de martensite s'ajoute celle stockée entre certaines variantes et les joints de grain. Toutefois, Liu et Tan (2000), Liu et Favier (2000) ont montré que l'augmentation du flux de chaleur endothermique à fournir pour conduire à la transformation inverse de la martensite réorientée est trop importante pour être uniquement due à la relaxation de l'énergie élastique stockée dans la martensite auto-accommodée. Ils ont proposé que l'orientation de la martensite ne fait pas que relaxer l'énergie élastique interne stockée dans la martensite auto-accommodée, mais crée une énergie interne dans la martensite réorientée qui s'oppose à la transformation inverse. Néanmoins, l'augmentation de la température A_s dans les NiTi est de l'ordre de 40 °C après 30 % de déformation en traction (Piao et al. 1993).

Nous venons de voir que certaines caractéristiques des NiTi dépendent de la composition et des traitements thermomécaniques appliqués. Cependant, l'influence de ces deux paramètres a des limites et il existe des applications où les besoins entraînent qu'un "simple" NiTi ne suffit pas. Un troisième élément est alors introduit. Dans la suite, nous allons nous intéresser à l'impact de l'ajout de niobium sur l'élargissement de la taille de l'hystérésis. Une telle caractéristique est particulièrement exigée pour des applications de connectique.

1.4 Le NiTi avec précipités de niobium (NiTiNb)

1.4.1 Les limites du NiTi

L'effet mémoire de forme dans les AMF de la famille des NiTi est souvent utilisé dans des applications de connectique où une pression de serrage doit être exercée entre une bague en AMF et un tube élastique ou élastoplastique, une étanchéité étant dans certains cas recherchée. Le cycle complet d'utilisation de la bague est décrit dans la figure 1.11. La bague de serrage, initialement dans sa forme austénitique, possède un diamètre interne inférieur au diamètre externe du tube sur lequel elle doit être serrée. Lors de la phase de conditionnement, la bague est refroidie afin de former de la martensite auto-accommodée, puis une pression est exercée à l'intérieur de cette bague afin de l'ouvrir en orientant les variantes de martensite. Lorsque la pression est relâchée, le diamètre interne de la bague de serrage est supérieur au diamètre externe du tube, autour duquel la bague peut désormais être introduite. En augmentant la température, la transformation inverse se produit permettant dans un premier temps de rattraper le jeu entre les deux éléments jusqu'à obtenir un contact,

puis ensuite d'exercer une pression de serrage. La température est ensuite diminuée jusqu'à atteindre l'ambiante. Quatre températures caractéristiques sont à considérer dans ce cycle :

- La température T_1 à laquelle la bague est ouverte : l'ouverture de la bague doit être effectuée à partir de la martensite auto-accommodée. Cela signifie que T_1 doit être inférieure aux températures de transformation martensitique, $T_1 < M_s$.
- La température T_2 à laquelle le mécanisme de transformation inverse commence durant le chauffage.
- La température T_3 jusqu'à laquelle le dispositif doit être chauffé pour permettre le serrage et l'étanchéité, en retrouvant une structure totalement austénitique.
- La température T_4 en dessous de laquelle la transformation martensitique se produit ce qui se traduit par une perte de la pression de serrage du dispositif.

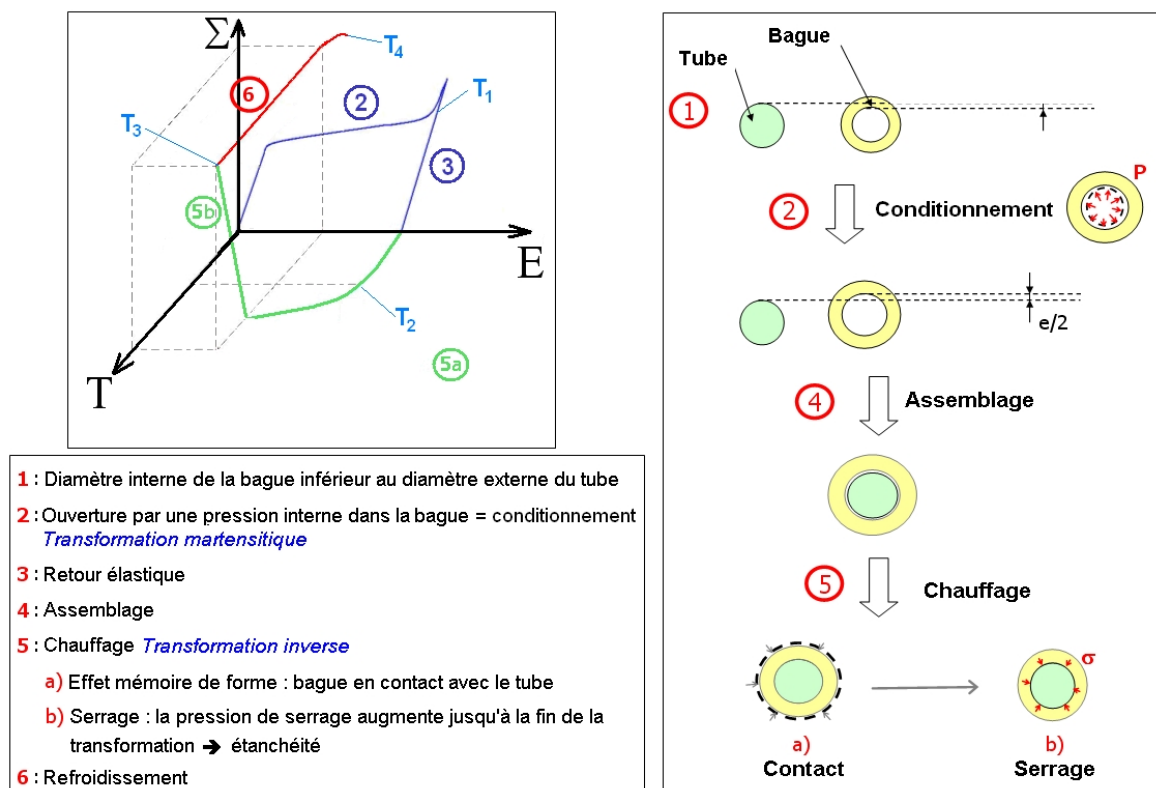


FIG. 1.11 – Cycle thermomécanique appliqué sur la bague à mémoire de forme - Conditionnement (1-3), assemblage (4) et chauffage jusqu'à serrage (5)

Le principal inconvénient des NiTi classiques est que la plage entre les températures de transformation martensitique et inverse est petite, généralement inférieure à 50 °C. En effet, certaines applications nécessitent d'une part que la température T_2 soit supérieure à la température ambiante pour éviter que la transformation inverse ne se produise lors du transport ou du stockage des bagues déjà éduquées à température élevée, et d'autre part que la température T_4 soit inférieure à -55 °C pour éviter qu'un dispositif, une fois serré, ne perde sa pression de serrage lors de transports aériens. La figure 1.12 met en évidence la perte prématurée de pression de serrage lors de la diminution de la température après serrage.

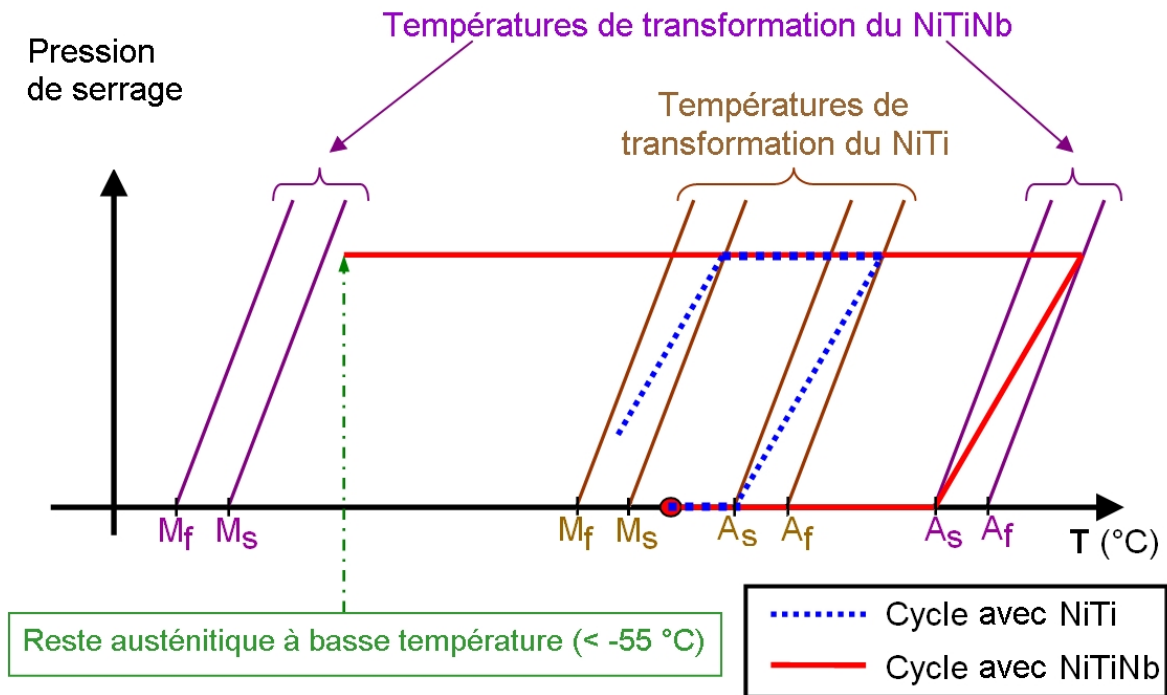


FIG. 1.12 – Évolution de la pression de serrage durant le cycle - Comparaison entre le NiTi et le NiTiNb

Le NiTiNb permet de répondre à ces contraintes lorsqu'il possède à la fois une composition bien spécifique, mais aussi un traitement thermomécanique permettant d'élargir l'hystérésis de transformation.

1.4.2 Composition et microstructure du NiTiNb

L'alliage ternaire NiTiNb possède des propriétés remarquables en terme d'hystérésis et de températures de transformation, ce qui explique son utilisation pour les systèmes de serrage. Le dimensionnement d'applications basées sur de tels alliages nécessite de disposer d'une loi de comportement représentative aussi bien de l'effet de la transformation de phase au niveau de la matrice que celui de la plasticité au niveau des inclusions. Afin de rendre le modèle le plus fidèle possible, il est important de bien comprendre et connaître la microstructure de l'alliage à modéliser. Pour cela, trois travaux réalisés sur le NiTiNb sont présentés : Grummon et al. (2006) ont établi le diagramme ternaire du NiTiNb, He et al. (2006a) ont observé la microstructure par Microscopie Électronique à Balayage des alliages de type $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{100-x}\text{Nb}_x$ et Simpson et al. (1988) ont étudié les propriétés mécaniques d'une multitude de compositions de NiTiNb. La figure 1.13 présente le diagramme ternaire du NiTiNb à 900 °C. De ce diagramme peut être extrait celui de phase binaire du [NiTi]-Nb présenté à la figure 1.14.

Les domaines monophasés sont représentés en gris. Comme l'effet mémoire de forme provient du NiTi, seules les compositions contenant une proportion importante de cette phase sont intéressantes. La zone ne comprenant qu'une phase de NiTi est relativement petite, et proche de la composition équiatomique. Les alliages étudiés sont ceux présentant une phase

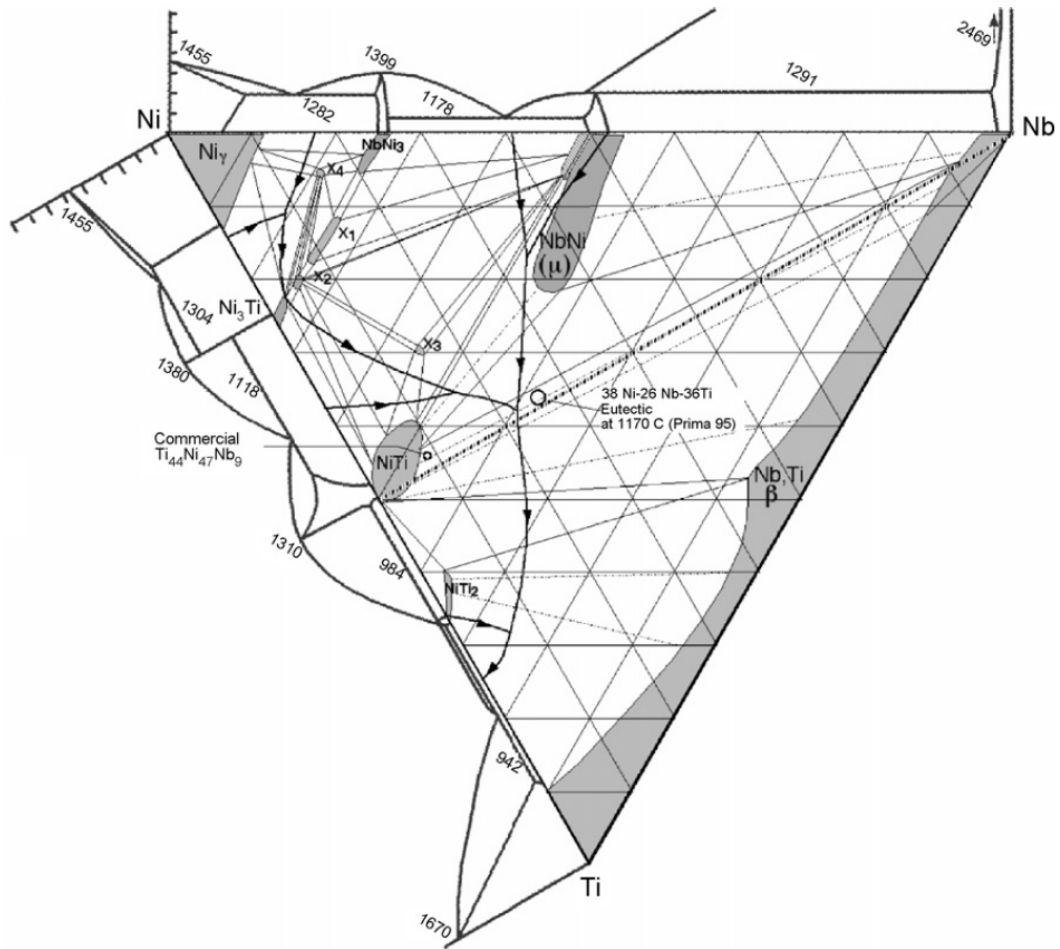


FIG. 1.13 – Diagramme de phase ternaire du NiTiNb (Grummon et al. 2006)

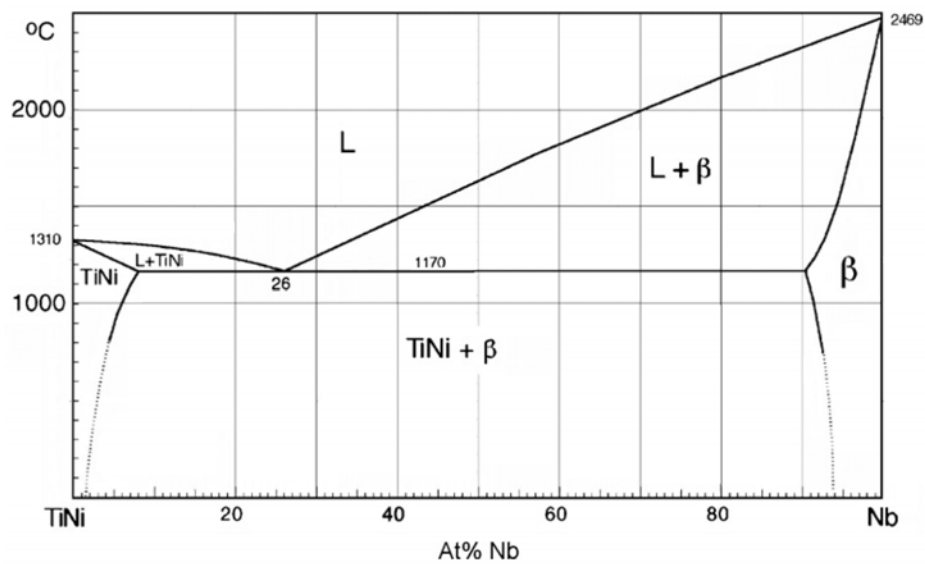


FIG. 1.14 – Estimation du diagramme de phase binaire du [NiTi]équiatomique-Nb (Grummon et al. 2006)

de NiTi avec des précipités de niobium. Il est ainsi possible de se servir qualitativement de ce diagramme pour interpréter les observations d'alliages de $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{100-x}\text{Nb}_x$, ($x = 3, 9, 15, 20, 30$, fraction volumique en %) effectuées par He et al. (2006a) et représentées schématiquement sur la figure 1.15. Le $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{97}\text{Nb}_3$ présente une microstructure de solution

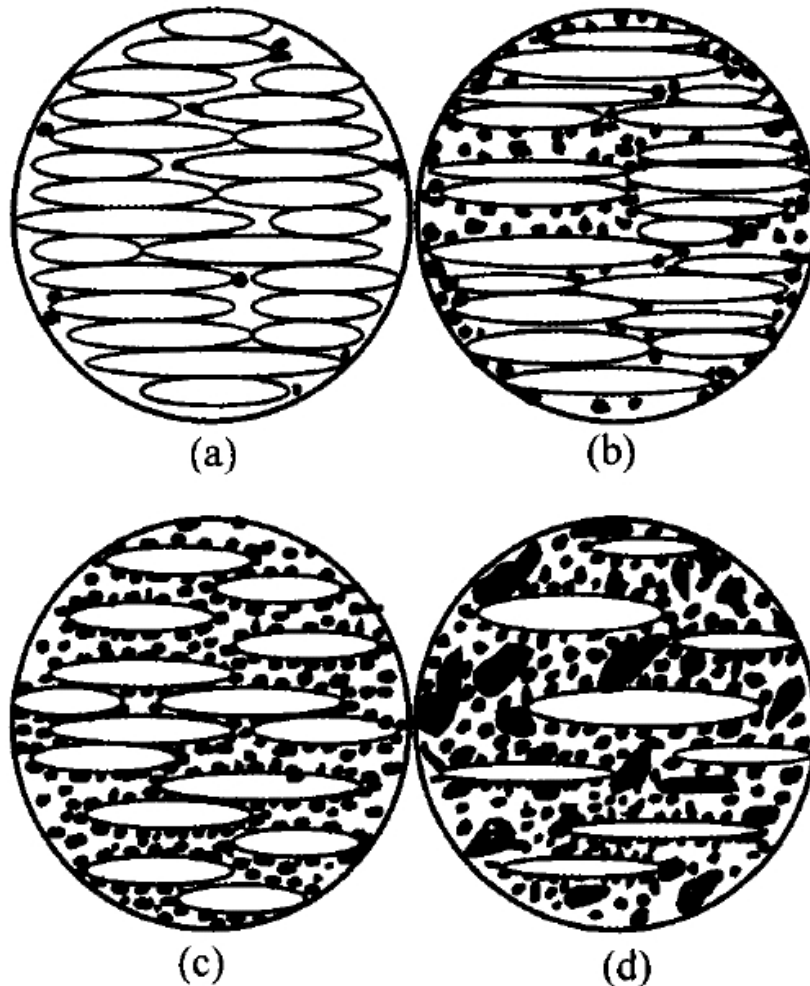


FIG. 1.15 – Illustrations schématiques de la microstructure d'alliage de $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{100-x}\text{Nb}_x$: (a) $x(\text{Nb}) \leq 3\%$; (b) $3\% < x(\text{Nb}) < 20\%$; (c) $x(\text{Nb}) = 20\%$; (d) $x(\text{Nb}) > 20\%$ (He et al. 2006a)

solide, avec une phase de NiTi dominante comprenant du niobium en solution, et très peu d'inclusions de $\beta\text{-Nb}$. Les alliages $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ et $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{85}\text{Nb}_{15}$ ont une microstructure du type hypoeutectoïde, en accord avec le diagramme de phase binaire. Cette microstructure est composée d'une matrice de NiTi accompagnée d'une structure de type eutectique entre le NiTi et le niobium. L'alliage $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{80}\text{Nb}_{20}$ possède une structure parfaitement eutectique, alors que selon le diagramme équivalent binaire estimé, le point eutectique devrait être atteint pour une proportion de niobium autour des 26 %. Cet écart peut s'expliquer par la différence de composition de la matrice, 26 % étant la composition eutectique pour une matrice NiTi équiatomique. L'alliage $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{70}\text{Nb}_{30}$ est composé d'une structure de type eutectique et d'une phase primaire de $\beta\text{-Nb}$. Pour répondre aux exigences rencontrées dans

l'industrie, la composition du NiTiNb doit être optimisée en tenant compte de 4 paramètres : l'amplitude de l'effet mémoire de forme, les températures de transformation, l'usinabilité de l'alliage et enfin la force de serrage. Simpson et al. (1988) ont étudié des alliages pour une teneur en niobium allant de 0 à 32 at.%, et pour une teneur en titane allant de 32 à 52 at.%. Ceci leur a permis de classer ces alliages en fonction de leur comportement dans un schéma représenté en figure 1.16. Des bornes minimales et maximales de teneur en niobium ont été

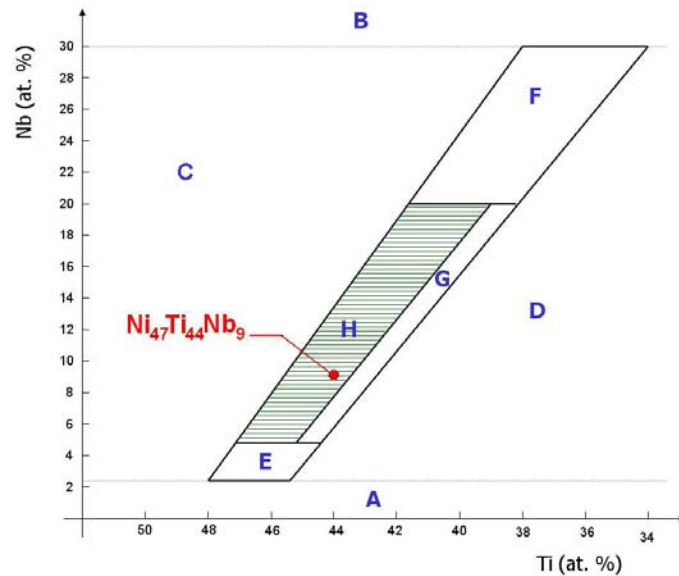


FIG. 1.16 – Influence de la teneur en niobium sur les propriétés mécaniques du NiTiNb (Simpson et al. 1988).
Zone H : ensemble des compositions répondant aux contraintes de l'application considérée

déterminées, respectivement (A) et (B). S'il y a moins de 2 % de niobium, ce qui est proche de la solubilité limite du niobium dans le NiTi, les inclusions de niobium ne sont pas assez nombreuses et l'hystérésis de transformation est insuffisante. De l'autre côté, s'il y a plus de 30 % de niobium, l'effet mémoire devient moins important et l'utilité de cet alliage pour des applications de serrage se trouve fortement diminuée. Afin de pouvoir exploiter au maximum le NiTiNb, la température de transformation M_s doit se situer dans un intervalle entre -196 °C (température la plus basse permettant la transformation martensitique avec de l'azote liquide) et 30 °C (la transformation martensitique ne doit pas se produire à température ambiante). La zone (C) où la température M_s est inférieure à -196 °C est ainsi déterminée, et la zone (D) où elle est supérieure à 30 °C. Afin d'avoir une usinabilité correcte, les zones (E) et (F) doivent être exclues. En effet, une structure composée d'une phase eutectique ajoutée à la phase mère permet une bonne usinabilité. Dans le cas (E), il n'y a pas de phase eutectique alors que dans le cas (F) le niobium devient la phase primaire, et l'usinabilité de cette phase est médiocre. La dernière contrainte est d'avoir une force de serrage importante, ce qui exclut les compositions situées dans la zone (G). Les alliages qui répondent le mieux aux contraintes imposées par l'industrie sont ceux situés dans la zone (H), où se trouve notamment le $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$.

Zhang et al. (1991b) ont montré que la microstructure du $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ est composée de trois

phases : une matrice de NiTi et deux phases présentes sous forme de précipités, l'une riche en niobium et l'autre en titane, le $\text{Ti}_3(\text{Ni}, \text{Nb})_2$. La matrice contient une faible part de niobium en solution solide comme le montre la figure 1.14. La phase riche en niobium a été identifiée comme étant une phase ductile, les inclusions de $\beta\text{-Nb}$ avec une structure cubique comprenant une faible quantité de nickel et de titane. Le $\text{Ti}_3(\text{Ni}, \text{Nb})_2$ quant à lui correspond à une phase dure et fragile. Après un travail à chaud, les inclusions de $\beta\text{-Nb}$ sont dispersées dans la matrice de NiTi. Elles jouent un rôle déterminant dans l'augmentation de l'hystérésis lorsqu'une prédéformation est imposée à l'état martensitique.

1.4.3 Stabilisation de la martensite dans le cas du NiTiNb

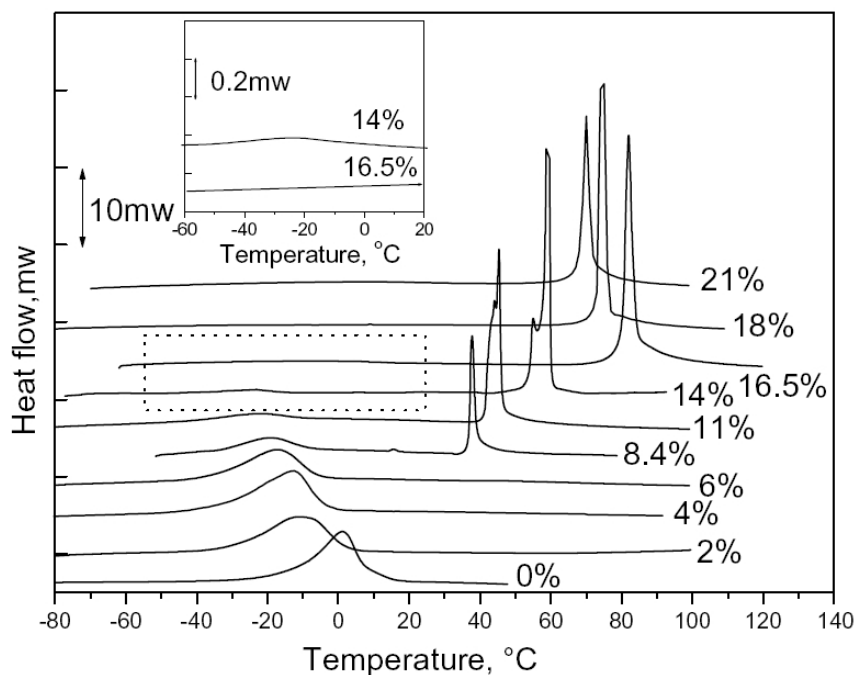


FIG. 1.17 – Caractérisation par DSC du $\text{Ti}_{44}\text{Ni}_{47}\text{Nb}_9$ sur des échantillons ayant subi différents niveaux de prédéformation, He et Rong (2004) - Mise en évidence de la stabilisation de la martensite

Nous avons vu qu'une prédéformation imposée à la martensite auto-accommodée du NiTi permet de décaler les températures de transformation inverse de quelques degrés. Dans le cas du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, ce phénomène est beaucoup plus prononcé, comme le montre les résultats expérimentaux de He et Rong (2004) à la figure 1.17. Ces derniers ont étudié les températures de transformation inverse après différentes déformations de la martensite. Ils ont montré que les températures de transformation inverse A_s et A_f d'un $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ recristallisé sont respectivement de -23°C et 8°C , et que ces températures augmentent de plus de 100°C suite à une déformation à l'état martensitique. Ce phénomène est attribué au niobium. Les inclusions ellipsoïdales de $\beta\text{-Nb}$ (Zhang et al. 1991b) ont un comportement élastoplastique très ductile (Zhao et al. 1990). Zhao et al. (1990) et Zhang et al. (1991a) ont fait l'hypothèse que l'énergie élastique de déformation stockée aux interfaces de martensite est facilement relaxée par la déformation plastique des inclusions de $\beta\text{-Nb}$ adjacentes. Comme pour le

NiTi, la perte de cette énergie doit être compensée par un chauffage plus important pour permettre la transformation inverse. Cette hypothèse est confirmée par Piao et al. (1993), et He et al. (2004) qui ont comparé l'hystérésis de transformation entre du $\text{Ni}_{50,1}\text{Ti}_{46,9}\text{Nb}_3$ et du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ après qu'ils aient subi la même prédéformation. Ils ont montré que l'hystérésis de transformation est plus faible dans le premier cas et ont attribué cette différence à la déformation plastique induite par les particules de $\beta\text{-Nb}$.

Toutefois, He et Rong (2004), en estimant l'énergie maximale pouvant être stockée dans la martensite thermoélastique du NiTiNb, ont supposé que même la relaxation de toute cette énergie ne peut expliquer la forte augmentation des températures de transformation inverse. Ils ont proposé qu'après 8 % de déformation du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, la déformation plastique apparaît à la fois dans les inclusions de $\beta\text{-Nb}$ et dans la matrice de NiTi. Malgré cela, He et al. (2004) ont mis en évidence que la déformation plastique des inclusions de $\beta\text{-Nb}$ est plus importante pour l'élargissement de l'hystérésis que celle de la phase de NiTi. En effet, la déformation plastique de la matrice de NiTi est supposée augmenter l'intervalle de température ($A_f - A_s$) parce qu'elle piège de la martensite. Après une prédéformation, l'intervalle ($A_f - A_s$) augmente dans le cas du $\text{Ni}_{50,1}\text{Ti}_{46,9}\text{Nb}_3$ alors qu'il reste faible et constant pour le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ pour lequel l'augmentation de A_s est plus importante. La contribution limitée de la déformation plastique du NiTi pour la stabilisation de la martensite est confirmée par He et al. (2006a) qui ont étudié l'effet de la prédéformation imposée à l'état martensitique dans des alliages $(\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44})_{100-x}\text{Nb}_x$, ($x = 3, 9, 15, 20, 30$, fraction molaire, %). Ils ont montré que pour les alliages hypoeutectiques avec 9 et 15 % de niobium, une grande quantité d'inclusions de $\beta\text{-Nb}$ apparaît au voisinage de la martensite, et ont déduit que le champ de contrainte élastique peut être suffisamment relaxé par ces inclusions durant la prédéformation. Ils ont proposé que la déformation plastique de la matrice pourrait avoir un effet mineur dans la relaxation de l'énergie interne, moins important que celui des inclusions de $\beta\text{-Nb}$.

Une autre hypothèse peut être formulée : Zhao et al. (2006) ont étudié un alliage de NiTiNb comportant peu de niobium (4,5 at.%). Ils ont montré qu'une quantité importante d'inclusions de $\beta\text{-Nb}$ n'est pas nécessaire afin d'élargir l'hystérésis par la prédéformation, mais que ce serait plutôt l'addition de niobium dans la matrice de NiTi qui aurait un aspect prédominant expliquant ce phénomène. Dans le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, 4,5 % du niobium est sous forme d'inclusions de $\beta\text{-Nb}$, les 4,5 % restant se trouvent en solution solide dans la matrice. Toutefois, la température M_s déterminée précédemment laisse à penser que la solubilité maximale du niobium dans la matrice de NiTi serait autour de 1%. Par conséquent, nous pouvons penser qu'une partie du niobium se présente sous la forme de très petites inclusions, non observables au MEB, mais qui joueraient un rôle majeur dans la stabilisation de la martensite. Toutefois, les inclusions de niobium les plus grosses ne sont pas à négliger car elles jouent un rôle très important dans le comportement thermomécanique du NiTiNb. Un modèle de comportement de cet alliage basé selon certaines de ces hypothèses apportera une quantité importante d'informations quantitatives et qualitatives, qui permettront d'évaluer leur influence sur l'effet de la prédéformation.

La modélisation de ce comportement nécessite au préalable des observations expérimentales complémentaires à celles trouvées dans la littérature et développées au chapitre 2. Cependant, la modélisation la plus adaptée pour l'alliage étudié semble devoir considérer cet alliage comme un composite dont la matrice possède un comportement AMF, et contenant des inclusions ductiles à comportement élastoplastique. De nombreux modèles de comportement AMF sont proposés dans la littérature, certains modélisant des composites dont les fibres sont en AMF. Les principaux d'entre eux sont présentés dans la section suivante.

1.5 Modélisation du comportement thermomécanique des AMF

1.5.1 Bibliographie des modèles phénoménologiques 3D pour les AMF

De nombreux modèles ont vu le jour ces dernières décennies, les comportements étant de mieux en mieux décrits. Dans un premier temps, seul le comportement superélastique est simulé à l'aide de modèles issus des travaux sur la plasticité. Deux catégories de modèles sont distinguées : les modèles micromécaniques et les modèles phénoménologiques. Les premiers permettent de prédire le comportement lié à la transformation martensitique avec une bonne précision. La transformation martensitique est décrite à l'échelle du réseau cristallin, chaque variante de martensite (direction de distorsion dans un plan d'habitat donné) est caractérisée par sa fraction volumique dans chaque grain, adoptée comme variable interne (Patoor et al. 2006, Gao et al. 2000, Huang et Brinson 1998). Une technique d'homogénéisation permet ensuite de modéliser le comportement global d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER). Des phénomènes comme la dissymétrie traction/compression peuvent être décrits, ainsi que les contraintes critiques de transformation dans les cas de chargements multiaxiaux. Toutefois, la précision de ce type de modèles induit un nombre de variables internes et un temps de calcul très importants, ce qui n'est pas compatible avec la demande industrielle. Dans le cas des modèles phénoménologiques, le nombre de variables internes est faible (seulement 2 à 3 variables). Ils sont basés sur le diagramme de transformation. La valeur moyenne de chaque variable interne est considérée sur un Volume Élémentaire Représentatif (VER), ce qui permet d'établir une relation directe entre les grandeurs macroscopiques et les variables internes. Considérer les grandeurs moyennes rend ces modèles moins physiques que ceux micromécaniques. Les modèles existants diffèrent suivant la définition du diagramme de transformation et selon les variables internes choisies. Un des premiers modèles est celui de Tanaka (1986) qui possède une seule variable interne, la fraction de martensite. Il simule le comportement superélastique dans le cas unidimensionnel. À partir de ce modèle, diverses évolutions sont proposées avec une à deux variables internes supplémentaires, permettant de simuler également la réorientation de la martensite. Les principaux modèles qui permettent de simuler à la fois la superélasticité et l'effet mémoire de forme pour des applications 3D peuvent être regroupés en familles selon les variables internes utilisées (un seul modèle est décrit par famille) :

La fraction volumique de martensite auto-accommodée f^t et la fraction volumique de martensite orientée f^o . Un des principaux modèles utilisant ces deux variables internes est celui de Brinson (Panico et Brinson 2007). La déformation totale ε^t est décomposée en trois déformations : élastique ε^e , de transformation ε^{tr} et de réorientation ε^{re} . La fraction volumique de martensite orientée est définie par le rapport entre la somme des déformations inélastiques et la déformation maximale de transformation uniaxiale (Andra et al. 2001).

L'évolution des deux variables internes permet la modélisation de l'orientation des variantes de martensite. Ainsi, l'effet mémoire de forme simple sens et l'effet mémoire double sens assisté sont modélisés, en plus de la superélasticité, et ce pour des chargements non-proportionnels. Par contre, la dissymétrie traction-compression n'est pas modélisée, ni le phénomène de boucle interne apparaissant lors de chargements partiels.

Les mêmes variables internes sont choisies dans les modèles de type Lexcelent (Leclercq et Lexcelent 1996, Thiebaud et al. 2007)

L'évolution de la fraction volumique de martensite auto-accommodée et l'évolution de la fraction volumique de martensite orientée. Un des principaux modèles est celui de Lagoudas (Popov et Lagoudas 2007). Comme pour le modèle de Brinson, les variables internes sont rattachées à la fraction volumique de martensite auto-accommodée ainsi qu'à la fraction volumique de martensite orientée, mais en considérant leur évolution. Grâce à ce choix de variables internes, l'histoire du chargement est ainsi conservée. La déformation totale est décomposée de la même manière que dans le modèle de Brinson.

La superélasticité et l'effet mémoire de forme sont considérés par ce modèle dans le cas de chargements non proportionnels. Par contre, le diagramme de transformation est plus complexe que celui présenté en figure 1.2. En effet, la force critique de transformation inverse de la martensite est différente selon que les variantes soient auto-accommodées ou orientées. Néanmoins, comme pour le modèle de Brinson, ni la dissymétrie traction-compression ni le phénomène de boucle interne ne sont pris en compte.

La fraction volumique de martensite f et la déformation maximale de transformation $\bar{\varepsilon}_{max}^T$

L'un des principaux modèles utilisant ces variables internes est celui de Peultier (Peultier et al. 2006). Contrairement aux deux modèles cités précédemment où les deux variables internes sont scalaires, la déformation moyenne de transformation est tensorielle et donne des informations supplémentaires sur l'orientation moyenne des variantes de martensite. La superélasticité et l'effet mémoire simple sens sont ainsi considérés pour des chargements non proportionnels, et le phénomène de boucle interne est pris en compte dans le cas de chargements partiels. De plus, la dissymétrie traction-compression est modélisée.

Ces mêmes variables internes sont utilisées dans le modèle de Zaki et Moumni (2007).

1.5.2 Prise en compte de l'effet des précipités au niveau de la modélisation

Techniques d'homogénéisation

Dans le but de décrire les propriétés effectives de milieux macrohomogènes et microhétérogènes, plusieurs approches ont été proposées au cours de ces dernières décennies. Elles dépendent de l'échelle à laquelle le problème est considéré et de la morphologie des hétérogénéités. Des méthodes micromécaniques ont été développées afin d'obtenir les propriétés globales des matériaux composites et des polycristaux d'alliages métalliques. Ces approches consistent à relier les grandeurs locales aux grandeurs macroscopiques. Alors que les premiers modèles proposés considèrent soit l'uniformité sur le VER des déformations (Voigt 1889), soit des contraintes (Reuss 1929) ou une moyenne géométrique des quantités calculées entre ces deux modèles (Hill 1952), la notion d'inclusion est introduite par Eshelby (1961). Elle est définie comme une hétérogénéité où les caractéristiques mécaniques sont différentes de celles de la matrice. La solution d'Eshelby permet de résoudre le problème d'une inclusion unique de forme ellipsoïdale placée dans un milieu homogène infini. Lorsque le comportement macrohomogène d'un matériau, présentant plusieurs hétérogénéités, est à modéliser, cette solution n'est pas suffisante et doit être moyennée selon le matériau étudié. En effet, afin de modéliser un matériau désordonné dans lequel aucune phase n'est prépondérante sur les autres, le schéma auto-cohérent est adopté (Hershey 1954, Kröner 1958, Hill 1965b). Il prend en compte l'interaction entre un grain et son environnement, le grain est considéré comme une inclusion dans un milieu homogène équivalent dont le comportement est celui du polycristal. Dans le cas où une phase se distingue clairement par rapport à une autre, sa rigidité est choisie comme celle du milieu de référence ce qui consiste au schéma de Mori-Tanaka (Mori et Tanaka 1973). Néanmoins, pour les matériaux avec un comportement non linéaire, le problème d'Eshelby ne possède pas une solution analytique exacte et une linéarisation est nécessaire. Une solution basée sur celle d'Eshelby est généralement utilisée, spécialement dans les cas élastoplastiques (Kröner 1961, Hill 1965a, Berveiller et Zaoui 1979) et viscoplastiques (Hutchinson 1976, Mercier et Molinari 2009). Ce type d'approximation doit être considéré dans le cas du NiTiNb.

Dans notre étude, le NiTiNb composé d'une matrice de NiTi et de précipités riches en niobium est considéré comme un composite. La matrice est constituée de NiTi et les précipités de niobium sont introduits comme des inclusions. Un modèle général de composite dont la matrice a un comportement à mémoire de forme et des inclusions élastoplastiques est proposé.

D'autres techniques sont utilisées afin de prédire le comportement d'un matériau microhétérogène. Quilici et Cailletaud (1999) ont modélisé par éléments finis un cube composé de plusieurs centaines de grains, dont le comportement viscoplastique local de chacun d'eux est représenté par un modèle monocristallin. Les résultats sont comparés à des simulations faisant appel à la technique de transition d'échelle auto-cohérente, et les comportements effectifs sont semblables. Les propriétés effectives d'un matériau microhétérogène à l'échelle macroscopique peuvent être simulées à travers l'analyse d'un VER périodique et le déve-

loppement d'une cellule élémentaire (Adams et Crane 1984, Allen et Boyd 1993). Ce type de modèle permet par exemple d'intégrer des processus d'usure en suivant la dégradation progressive des propriétés effectives. Toutefois, l'inconvénient majeur est le temps de calcul élevé pour les structures complexes, rendant ces modèles inappropriés pour des simulations par éléments finis.

Modélisation de composites AMF : synthèse des modèles existants

Deux catégories de composites AMF se distinguent, suivant que la matrice ou les inclusions aient un comportement à mémoire de forme. Les motivations entraînant la fabrication de composites dont les fibres sont en AMF (sous forme de fils, de rubans, d'ellipses ou de sphères) sont variées, le composite pouvant agir en tant que matériau actif ou passif selon l'application. Pour les applications actives, il a été montré que les fils d'AMF peuvent agir en tant que générateur de contraintes dans les composites à base de polymère (Bollas et al. 2007), et permettent ainsi une activation thermique. Ce comportement actif est simulé par des modèles pour contrôler la forme d'une structure (Oh et al. 2001, Armstrong et Lorentzen 2001, Burton et al. 2006, Chemisky et al. 2009a) ou le comportement en vibration (Brinson et Lammering 1993). Les composites sont ici simulés par éléments finis dans des cellules élémentaires, excepté pour le modèle d'Armstrong et Lorentzen (2001). Ces derniers étudient un composite où les fibres sont toutes orientées dans la même direction en considérant la contrainte du composite homogène dans les autres directions. Dans la direction des fibres, la contrainte est exprimée explicitement par une loi des mélanges. D'autres modèles simulent le comportement passif afin de contrôler les propriétés du composite comme la rigidité (Boyd et Lagoudas 1994), l'évolution des propriétés d'hystérésis avec le cyclage (Kawai 2000) ou l'ensemble des propriétés (Yamada et al. 1993, Cherkaoui et al. 2000). Dans les modèles de Boyd et Lagoudas (1994) et Yamada et al. (1993), le schéma de Mori-Tanaka est utilisé pour exprimer le comportement effectif des composites, alors que Cherkaoui et al. (2000) utilisent un schéma auto-cohérent et Kawai (2000) modélise son composite par éléments finis dans une cellule élémentaire. L'impact de la forme des inclusions sur les propriétés effectives des composites a été étudié par Lu et Weng (2000), le schéma d'homogénéisation adopté dépend de la forme étudiée (Mori-Tanaka ou auto-cohérent).

Toutefois, peu de modèles simulent le comportement d'un composite dont la matrice est à mémoire de forme. Seuls les AMF poreux, développés pour des applications médicales, ont des modèles de simulations proposés par Nemat-Nasser et al. (2005), Qidwai et al. (2000), Entchev et Lagoudas (2002) et Panico et Brinson (2008). Pour les trois premiers modèles, des techniques micromécaniques d'homogénéisation sont utilisées. Le matériau hétérogène poreux est considéré comme un composite dont la matrice possède un comportement et dont les pores sont des inclusions vides. Les schémas de Mori-Tanaka et auto-cohérent ont été utilisés pour exprimer le comportement effectif homogène. L'inconvénient de ces méthodes est l'interaction entre les pores qui n'est pas considérée. En considérant le matériau poreux comme périodique et présentant des symétries, Panico et Brinson (2008) ont réduit le problème à l'analyse numérique d'une cellule élémentaire, puis ont étendu cette solution

en considérant un Volume Élémentaire Représentatif d'AMF poreux, ce qui permet de tenir compte de l'interaction entre les pores.

Il n'existe cependant aucun modèle permettant la simulation d'un matériau composé d'une matrice avec un comportement AMF et d'inclusions avec un comportement élastoplastique.

Conclusion du chapitre

Le premier objectif de ce projet consistait à déterminer un matériau pouvant répondre aux contraintes spécifiques d'une application. Le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ semble être le matériau candidat le plus approprié, grâce à sa composition spécifique, sa microstructure et le traitement thermomécanique appliqué avant son utilisation. L'influence de ces trois paramètres a été expliquée et quantifiée.

Parmi les modèles de comportement des AMF et des composites à base d'AMF, aucun ne permet de modéliser les effets des précipités de niobium élastoplastiques sur une matrice de NiTi. Afin de pouvoir proposer un tel modèle, des observations micromécaniques sont menées, couplées avec des essais macroscopiques. L'amélioration de nos connaissances sur la microstructure hétérogène du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ permet d'établir une stratégie de modélisation, conduisant à la formulation d'une loi de comportement macrohomogène. Le chapitre suivant présente les essais réalisés afin de caractériser le VER à étudier.

Observations et mise en évidence des propriétés du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$

Sommaire

2.1	Introduction	31
2.2	Caractérisation métallurgique	32
2.2.1	Observations au MEB (Microscope Électronique à Balayage)	32
2.2.2	Analyse par calorimétrie différentielle (DSC - Differential Scanning Calorimetry)	41
2.2.3	Analyse par Diffraction aux Rayons X (DRX)	43
2.3	Caractérisation thermo-mécanique	50
2.3.1	Essais de traction sur fils	50
2.3.2	Chauffage à déplacement constant	53
2.3.3	Nanoindentation	57
	Conclusion	63

2.1 Introduction

Dans ce chapitre, les observations micrographiques et les essais mettant en évidence les propriétés du NiTiNb sont présentés. De nombreux essais ont déjà été réalisés par d'autres équipes de recherche, notamment des observations au MEB (Zhang et al. 1991b) et des analyses par DSC (He et Rong 2004). Toutefois, certaines propriétés du matériau n'ont pas été testées, ou pas dans les conditions intéressantes pour notre étude. L'objectif est d'obtenir des informations complémentaires à celles données dans la littérature sur l'alliage étudié, et dans certains cas des comparaisons peuvent être faites pour valider les méthodes expérimentales utilisées. Les essais se divisent en deux parties, d'une part des observations microscopiques et des analyses de la microstructure, et d'autre part des essais thermomécaniques macroscopiques. Les informations ainsi obtenues permettent de mieux comprendre les phénomènes physiques gérant le comportement du NiTiNb, et de proposer un modèle de comportement fidèle à la microstructure de l'alliage avec des paramètres identifiables aisément.

La figure 2.1 récapitule l'ensemble des essais expérimentaux effectués au cours des travaux de thèse, et les objectifs de chacun d'eux.

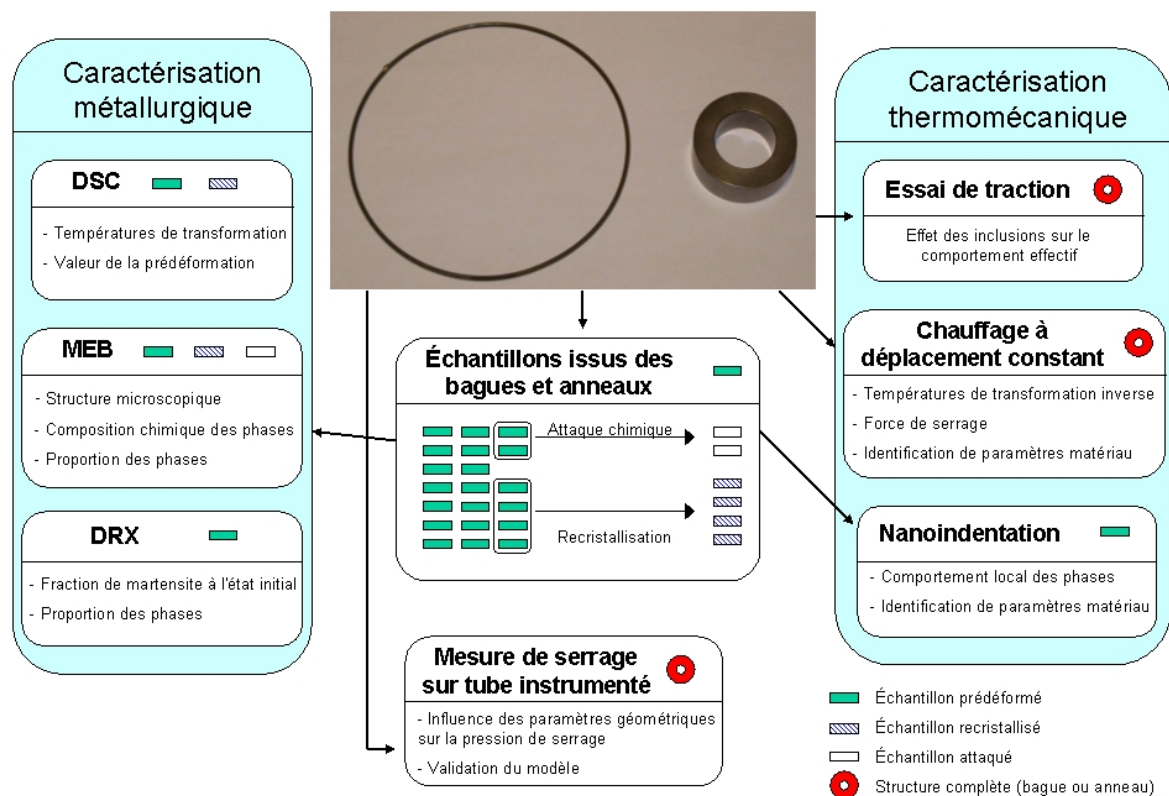


FIG. 2.1 – Synthèse des essais expérimentaux réalisés lors des travaux de thèse : essais de caractérisation métallurgique (DSC, MEB, DRX), essais de caractérisation thermomécanique (traction, chauffage à déplacement constant, nanoindentation) et essais sur le dispositif de serrage étudié

Matériel d'étude

Les échantillons de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ étudiés proviennent de la société Intrinsic Devices® et sont issus de deux types de bagues, l’une avec une section circulaire et l’autre avec une section rectangulaire. Le traitement mécanique (prédéformation) appliqué aux bagues pour les ouvrir est réalisé par le fournisseur, et n’est pas nécessairement le même selon les bagues. Cette prédéformation modifie les températures de transformation : en recherchant ces températures, la valeur de la prédéformation peut être estimée. Un traitement de recristallisation est appliqué à une partie des échantillons provenant de chacune des bagues, permettant d’annihiler l’effet de la prédéformation. Il consiste à chauffer les échantillons à 800 °C pendant une heure, puis à les tremper dans l’eau. Quatre types d’échantillons sont ainsi disponibles, répertoriés dans le tableau 2.1. Lorsque l’essai effectué ne nécessite qu’une partie d’une bague, l’échantillon est usiné avec une microtronceuse à disque de diamant refroidie à l’huile, afin d’éviter des transformations de phase ou des déformations plastiques non désirées. Lorsqu’un échantillon nécessite un polissage, des pâtes diamantées de grains de 6, 3, 1 et 0,5 μm sont successivement utilisées.

Nom	S1R	S1P	S2R	S2P
État	Recristallisé	Prédéformé	Recristallisé	Prédéformé
Forme	Bague avec section circulaire S1		Bague avec section rectangulaire S2	
Diamètre interne (mm)	120		19,25	
Section	Diamètre : 2 mm		Épaisseur-longueur : 2,16x10,6 mm^2	

TAB. 2.1 – Échantillons utilisés dans la procédure expérimentale

2.2 Caractérisation métallurgique

2.2.1 Observations au MEB (Microscope Électronique à Balayage)

Objectifs

Afin de modéliser le comportement thermomécanique de l’alliage, un Volume Élémentaire Représentatif (VER) doit être défini. Par définition, un VER doit être suffisamment petit pour prendre en compte la structure microscopique du matériau et suffisamment grand pour pouvoir décrire son comportement global. De plus, ses propriétés doivent être indépendantes de l’endroit du matériau d’où il est issu. Ce VER dépend à la fois de la microstructure du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ et des techniques d’homogénéisation utilisées. Des observations au MEB sont ainsi réalisées sur chaque type d’échantillon. Des analyses de composition chimique et des analyses d’image permettent ensuite d’identifier les phases de la microstructure. Ces observations ont été réalisées aux Arts et Métiers ParisTech de Metz (LPMM) avec la collaboration de Marc Wary.

Validité des mesures de composition chimique : observation de NiTi

La mesure de composition chimique par MEB peut être accompagnée d’une erreur plus ou moins grande selon le matériau étudié et la pureté des étalons. Avant des réaliser des

mesures sur du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, quatre alliages de NiTi sont étudiés afin de quantifier cette erreur et de s'assurer de la fiabilité de la méthode de mesure. La composition des quatre échantillons de NiTi fournis par Nimesis Technology[®] ¹ est donnée avec une incertitude. L'étalonnage de la diode est réalisé avec des échantillons de Ni et de Ti purs, et les mesures sont effectuées sur des zones de $60 \times 40 \mu\text{m}^2$. Le tableau 2.2 présente l'ensemble des alliages de NiTi étudiés.

N°	Type	Composition fournisseur		Composition mesurée		Différence (at.%)	Nombre de mesures	Écart type (at.%)
		Ni (at.%)	Ti (at.%)	Ni (at.%)	Ti (at.%)			
1	Superélastique	50,0	50,0	49,4	50,6	0,6	4	0,21
2	Superélastique	49,0	51,0	49,1	50,9	0,1	2	0,07
3	Effet mémoire	49,7	50,3	48,7	51,3	1,0	3	0,28
4	Effet mémoire	49,1	50,9	49,3	50,7	0,2	4	0,2

TAB. 2.2 – Comparaison des compositions mesurées au MEB avec les données fournisseurs pour 4 échantillons de NiTi

Alors que pour les échantillons 2 et 4 les écarts de composition mesurés sont respectivement 0,1 et 0,2 (pourcentage atomique), ils sont beaucoup plus importants pour les échantillons 1 et 3 avec respectivement une différence de 0,6 et 1,0. La question est de savoir à partir de quand une mesure est acceptable, et comment expliquer les écarts entre les échantillons. Dans le cas du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, les observations sont exploitées d'une part d'un point de vue qualitatif pour guider le schéma de modélisation de l'alliage, et d'autre part d'un point de vue quantitatif pour déterminer la composition des phases et leur fraction volumique. Lors de l'utilisation du modèle, de nombreux paramètres matériau étant identifiés sur des courbes expérimentales, une erreur maximale de 2 % sur la valeur des paramètres est tout à fait acceptable. Trois précisions sont toutefois à ajouter :

- Les températures de transformation inverse des 4 échantillons ont été fournies en même temps que les compositions. Pour les deux premiers échantillons, une analyse par DSC a été effectuée afin de vérifier les températures de transformation. Pour l'échantillon 1 annoncé avec $A_s = -14,5^\circ\text{C}$ et $A_f = -5,1^\circ\text{C}$, les températures $A_s = -8^\circ\text{C}$ et $A_f = 0,8^\circ\text{C}$ ont été trouvées. Pour l'échantillon 2 annoncé avec $A_s = -2,7^\circ\text{C}$ et $A_f = 3,4^\circ\text{C}$, les températures $A_s = -2,1^\circ\text{C}$ et $A_f = 4,4^\circ\text{C}$ ont été trouvées. Lorsque les données du fournisseur ne sont pas retrouvées pour la composition, les températures de transformation ne sont pas non plus retrouvées alors que c'est le cas lorsque les compositions sont proches. Cela permet d'émettre quelques doutes sur certaines des données du fournisseur.
- Les différentes mesures effectuées sur un même échantillon sont relativement répétables, l'écart type maximal étant de 0,28. Ceci signifie que si la mesure est erronée, l'erreur est systématique. Comme les mesures sur les échantillons 2 et 4 sont proches des données du fournisseur, l'erreur systématique semble minime. Cela conforte ainsi le doute sur les données du fournisseur concernant les échantillons 1 et 3.

¹<http://nimesistechnology.com/>

- Les échantillons pour lesquels les compositions mesurées sont les plus éloignées des compositions fournies sont ceux qui s'éloignent le plus de la composition équiatomique du NiTi, avec une proportion de nickel plus importante. Le nickel est connu pour favoriser la formation de certains précipités (notamment le Ni_4Ti_3) lorsqu'il est surabondant par rapport au titane. Les zones situées autour de ces précipités présentent alors une teneur en nickel inférieure à la teneur moyenne. Les mesures effectuées sur des alliages contenant ce type de précipités peuvent ainsi être perturbées.

Par conséquent, les mesures de composition chimique sur des alliages de type NiTi réalisées dans les mêmes conditions sont fiables. Ceci permet d'étudier le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$.

Observations du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$

Zhang et al. (1991b) ont montré que les inclusions de niobium sont présentes sous forme d'ellipses allongées parallèles. C'est pourquoi les observations réalisées dans cette étude sont faites dans un plan longitudinal et un plan transversal.

Plan longitudinal : Des observations ont été effectuées sur plusieurs zones des divers échantillons. Les figures 2.2, 2.3 et 2.4 montrent une micrographie représentative de la microstructure, avec une échelle de plus en plus fine (200, 100 et 50 μm).

Trois phases se distinguent, annotées sur la figure 2.4 :

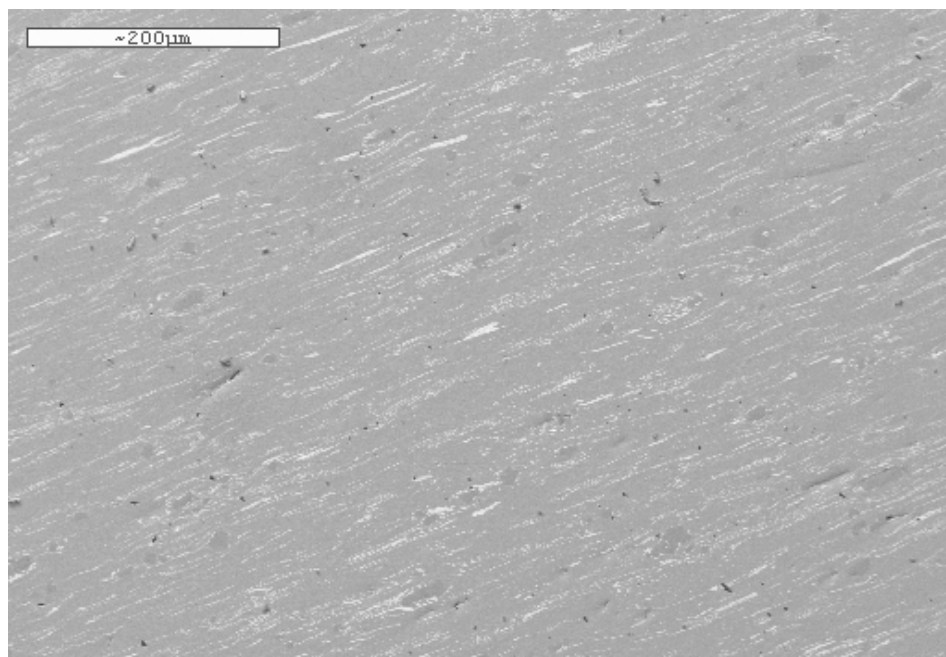


FIG. 2.2 – Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens longitudinal - Échelle 200 μm

1. Une matrice, apparaissant en gris clair. Une analyse chimique révèle que la matrice est composée de 51 % de nickel, 46 % de titane et 3% de niobium (pourcentage atomique). Il s'agit donc d'une matrice de NiTi comprenant soit un peu de niobium en solution solide, soit de très petites inclusions de niobium non observables au MEB.

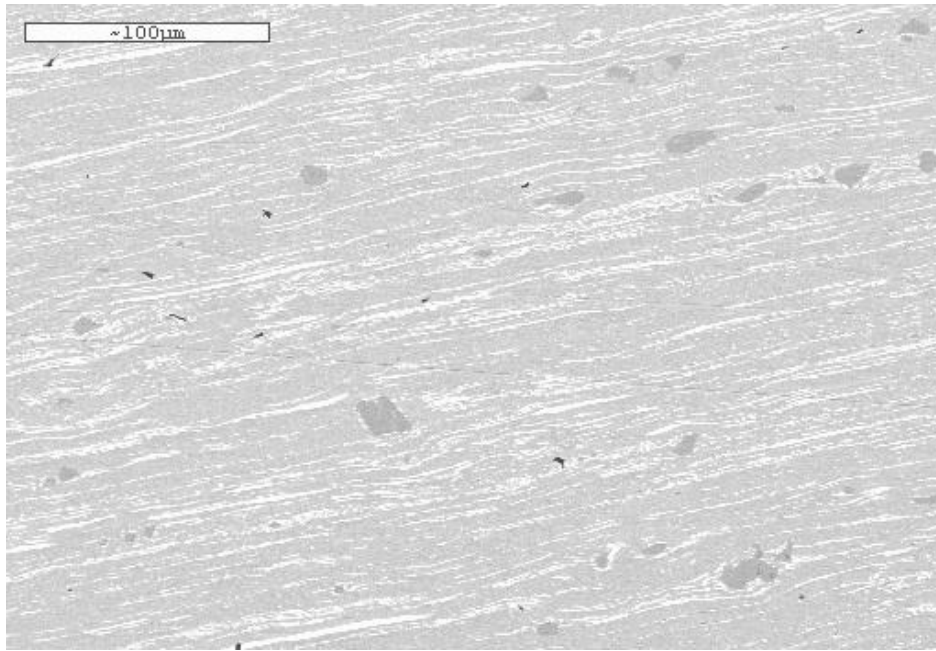


FIG. 2.3 – Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens longitudinal - Échelle $100\ \mu\text{m}$

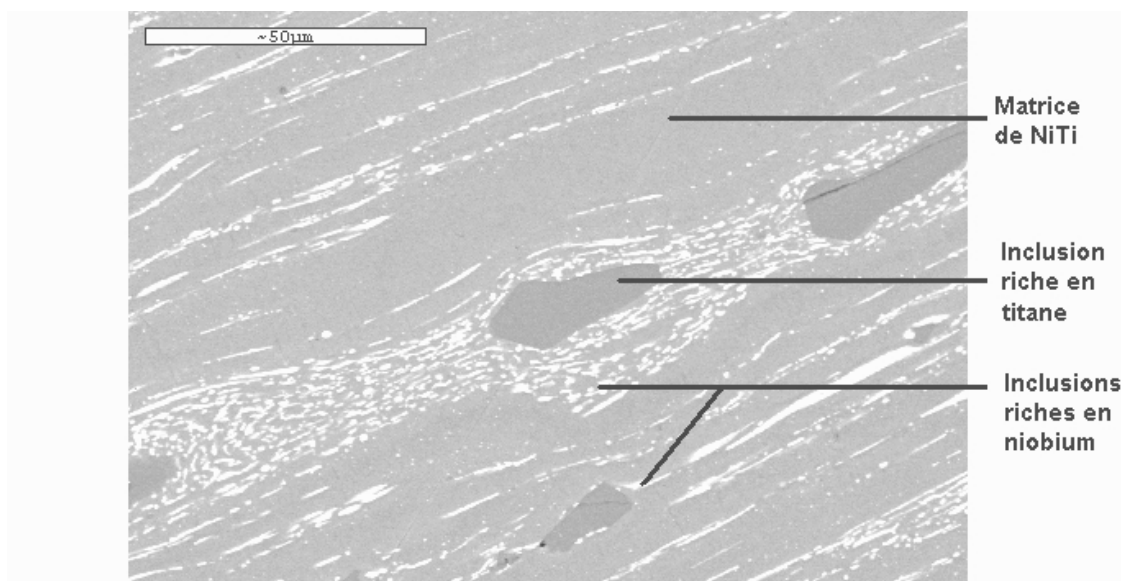


FIG. 2.4 – Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens longitudinal - Zoom sur une inclusion riche en titane - Échelle $50\ \mu\text{m}$

2. Des inclusions allongées apparaissant en blanc, composées de 80 % de niobium, 13 % de titane et 7 % de nickel (pourcentage atomique).
3. Des inclusions de forme rectangulaire dans le plan. Elles sont composées de 58 % de titane, 33 % de nickel et 9 % de niobium (pourcentage atomique). Leur longueur peut aller de 10 à $50\ \mu\text{m}$.

Les inclusions riches en titane sont généralement entourées d'inclusions riches en niobium. Ces dernières se présentent sous deux formes différentes : ellipses très allongées (figure

2.3), ou multitude de petites inclusions presque circulaires qui se regroupent sous forme d'une grande ellipse allongée (figure 2.4). À noter que les points noirs correspondent à des carbures de silicium situés au voisinage des inclusions riches en titane, et sont des artefacts provenant des opérations de polissage.

Plan transverse Dans ce plan, les observations effectuées sont présentées en figure 2.5, 2.6 et 2.7 à une échelle respective de 50, 20 et 10 μm . Sur cette dernière, les phases présentes sont annotées. Les inclusions riches en niobium apparaissent dans ce plan comme des

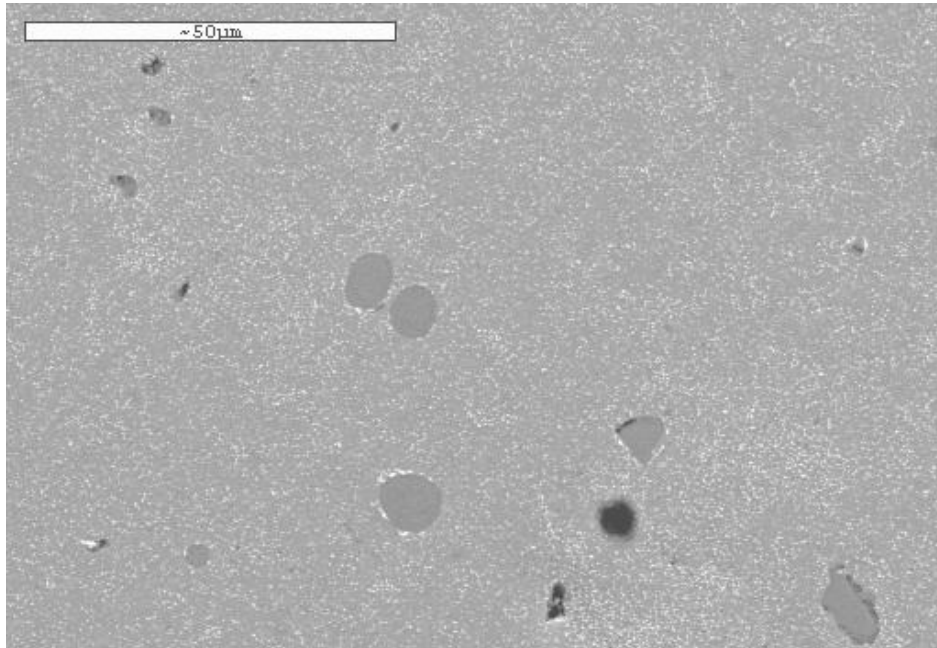


FIG. 2.5 – Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens transverse - Échelle 50 μm .

disques de diamètre inférieur au micron. Les inclusions riches en titane sont sous forme de polygones plus ou moins réguliers dont la longueur principale n'excède pas les 10 μm . Ceci permet de reconstituer la forme tridimensionnelle des inclusions. Celles riches en niobium sont des ellipsoïdes très allongées, de longueur allant de 4 à 50 μm et de diamètre 1 micron. Celles riches en titane sont des blocs dont les dimensions dans les trois directions vont de 10x10x10 μm^3 à 10x10x50 μm^3 .

Observations après attaque chimique

Dans le but de révéler les joints de grains, des observations ont été réalisées après attaque chimique avec une solution de réactif Kroll. Cette solution, composée d'acide fluorhydrique et d'acide nitrique (2-6% HF + 1-3% HNO_3), est la solution d'attaque la plus utilisée pour le titane. L'attaque se fait par tamponnage ou par immersion, pendant 3 à 10 secondes. Une image représentative de l'ensemble des observations réalisées est présentée en figure 2.8. Les joints de grains ne sont pas mis en évidence. Au contraire, l'attaque semble avoir lissé

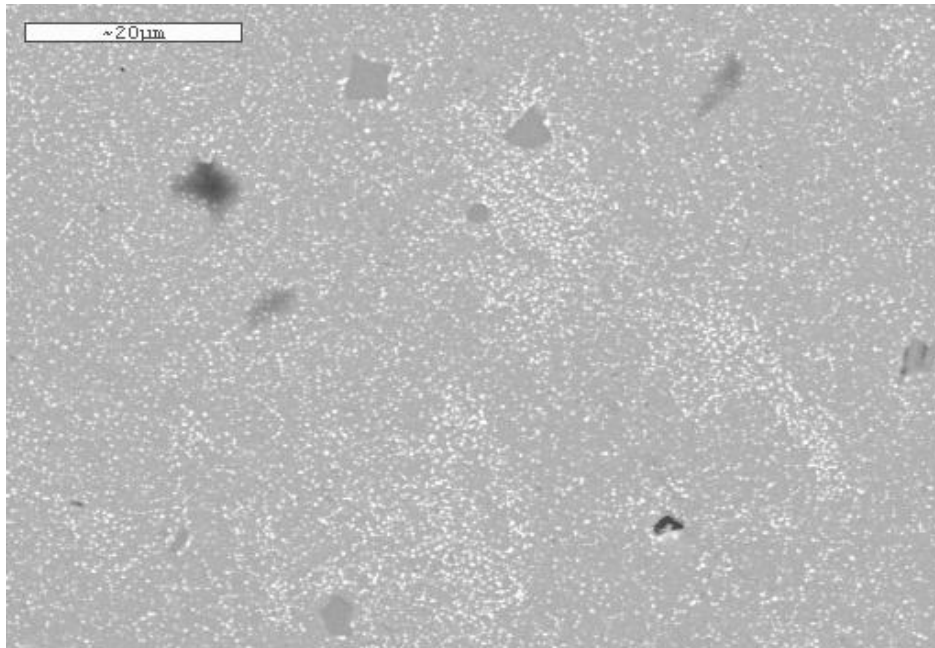


FIG. 2.6 – Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens transverse - Échelle 20 μm

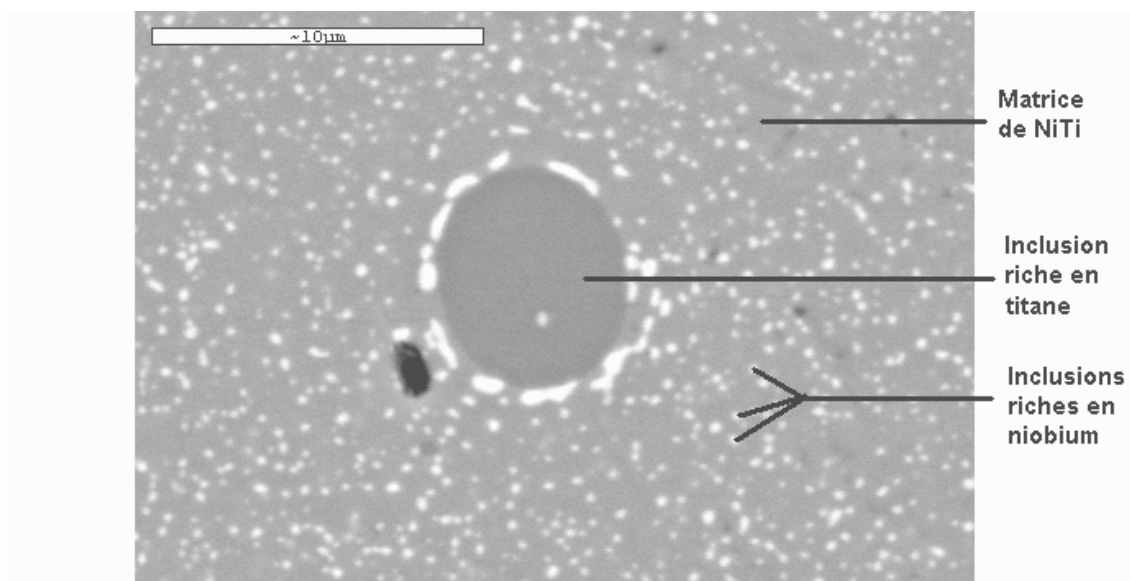


FIG. 2.7 – Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans le sens transverse - Échelle 10 μm

la matrice de NiTi ainsi que les inclusions riches en titane, ce qui conduit à penser que les grains sont ultra-fins, de taille inférieure ou égale au micron. La figure 2.9 représente en 3D la microstructure de l'alliage étudié.

Formation de la structure observée

Afin de mieux comprendre la microstructure de l'alliage et savoir comment la forme d'ellipses allongées des inclusions de niobium a été obtenue, ce paragraphe évoque la mise

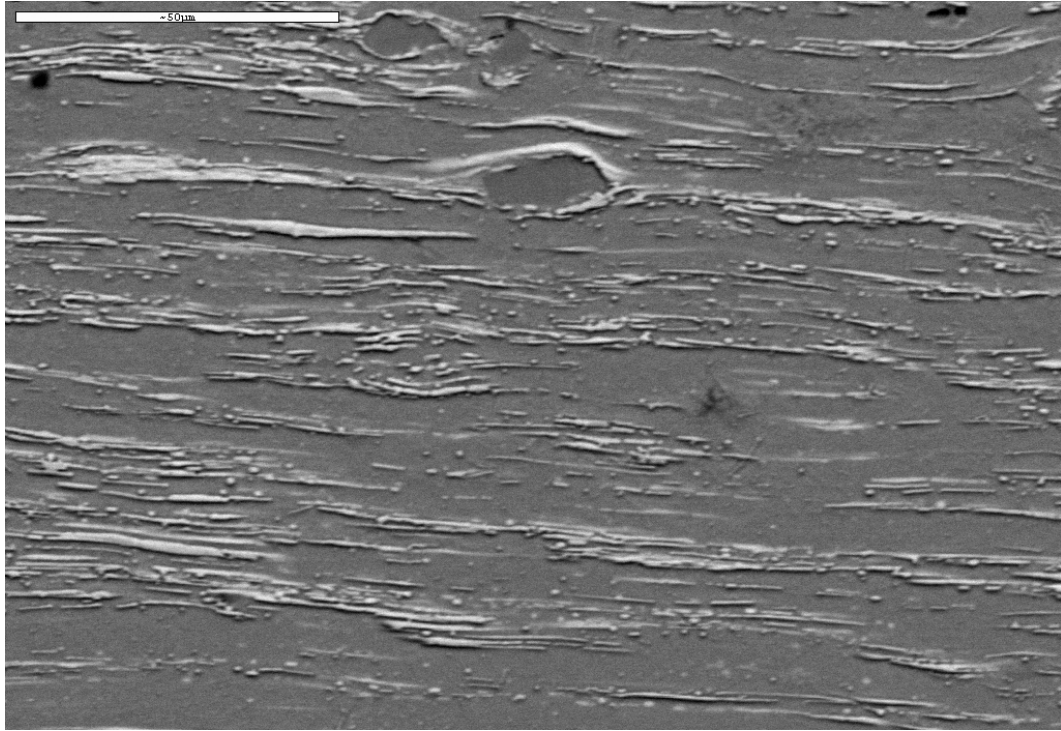


FIG. 2.8 – Micrographie du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ attaqué avec du réactif Kroll - Échelle 50 µm

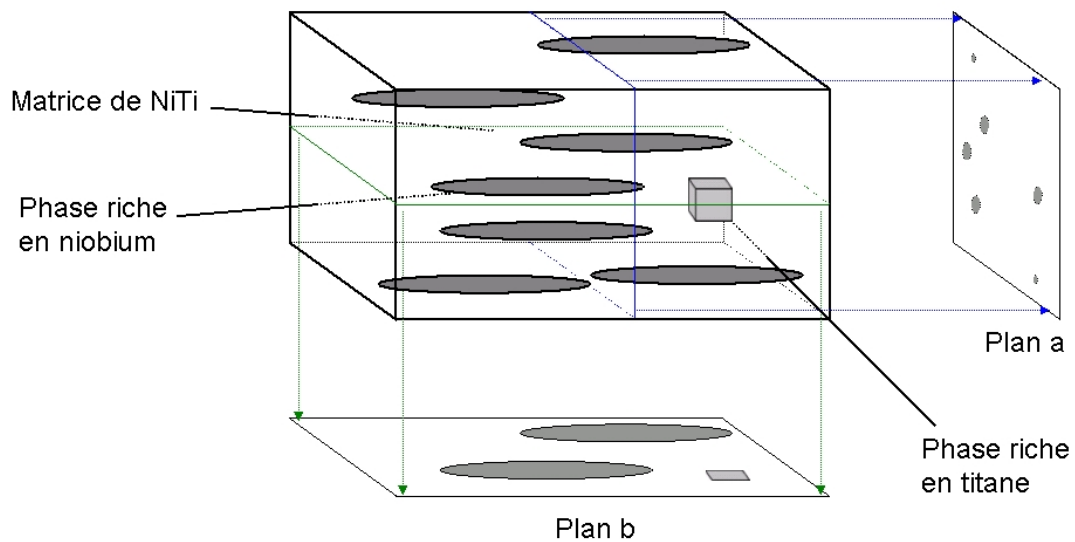


FIG. 2.9 – Représentation de la microstructure étudiée

en forme. Melton et al. (1989) et Zhang et al. (1991b) ont étudié la microstructure du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ brut de coulée, les observations effectuées sont présentées en figure 2.10. La microstructure consiste en une structure eutectique des dendrites primaires (2.10a). Après un travail à chaud consistant à appliquer une déformation à 850 °C, la structure présentée en 2.10b dans la figure est obtenue. Il s'agit de la microstructure étudiée dans les sections précédentes. L'allongement des inclusions de niobium est obtenue lors de ce travail à chaud

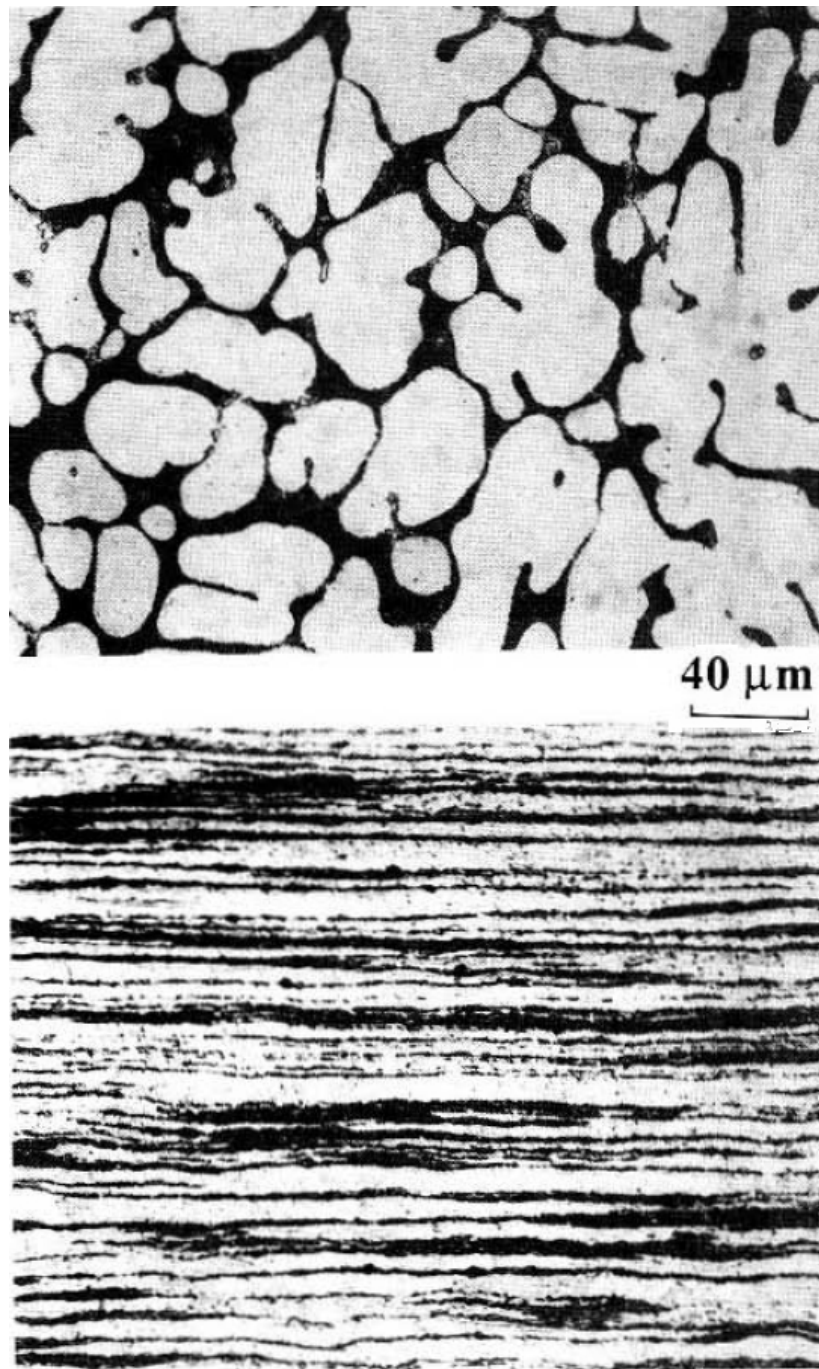


FIG. 2.10 – Structure du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ juste après la coulée (a) et après une déformation à chaud (b) (Melton et al. 1989)

qui est une étape essentielle dans l'élaboration du matériau étudié. En effet, c'est la répartition des inclusions de niobium qui permet d'avoir un comportement effectif à mémoire de forme avec une large hystérésis. La microstructure avant travail à chaud ne permettrait pas un tel comportement. Ceci explique aussi pourquoi les inclusions riches en titane sont systématiquement entourées d'inclusions riches en niobium. La phase riche en titane peut

être considérée comme un défaut lors de la coulée aisément contournable par les inclusions ductiles de niobium lors de la déformation à haute température.

Mesure de la fraction des phases du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ par analyses d'images

Afin de déterminer la fraction de chacune des phases, les micrographies avec des échelles supérieures ou égales à $100\ \mu\text{m}$ sont analysées à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images. Les images étant composées de nuances de gris, le logiciel filtre le nombre de pixels compris entre deux nuances, et effectue un rapport avec le nombre total de pixels de l'image. Un seul exemple est représenté, sur la figure 2.11. La partie a) correspond à la micrographie avant analyse. Les parties b) et c) représentent respectivement les inclusions riches en niobium et riches en titane. La partie d) enfin dénombre la fraction de carbures de silicium immiscés pendant le polissage. La moyenne des analyses sur l'ensemble des échantillons donne une proportion d'inclusions riches en niobium de 10,7 %, d'inclusions riches en titane de 1,5 %, et de carbures de silicium de 0,3 %.

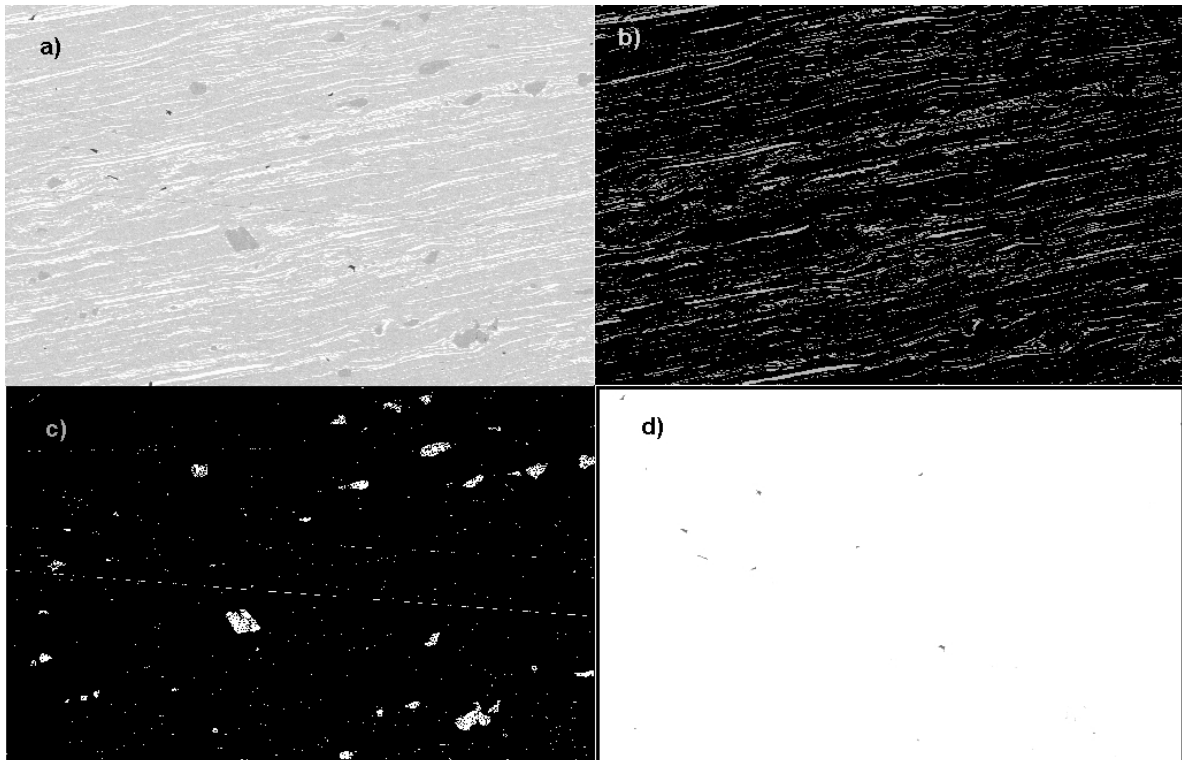


FIG. 2.11 – Analyse d'images effectuée sur une micrographie de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ - a) Micrographie de base ; b) Inclusions riches en niobium ; c) Inclusions riches en titane ; d) Carbures de silicium induits durant le polissage

2.2.2 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC - Differential Scanning Calorimetry)

Objectifs

La calorimétrie différentielle permet de déterminer à quelle température apparaît une transformation de phase exo ou endothermique. Il s'agit de chauffer simultanément deux creusets, l'un vide (ou contenant un matériau stable dans le domaine étudié) et l'autre contenant l'échantillon à étudier, en s'assurant que la vitesse de chauffage reste constante et identique pour les deux. Le creuset contenant l'échantillon nécessite une quantité de chaleur plus importante. L'écart est relevé et étudié en fonction de la température appliquée. Lors d'une transformation de phase, le flux de chaleur est modifié, suivant que la transformation de phase soit endo ou exothermique. Il est ainsi possible de déterminer précisément l'intervalle de température où la transformation a lieu.

Dans notre étude, deux types d'échantillons sont disponibles, S2R et S2P. Les échantillons recristallisés et ceux ayant subi une prédéformation jusqu'à un niveau inconnu. La valeur de A_s étant liée à la prédéformation, il est possible d'estimer cette valeur. La température varie avec une vitesse de 5 °C/min, selon le cycle présenté à la figure 2.12. Les essais sont réalisés aux Arts et Métiers ParisTech de Metz (LPMM) avec la collaboration de Marc Wary.

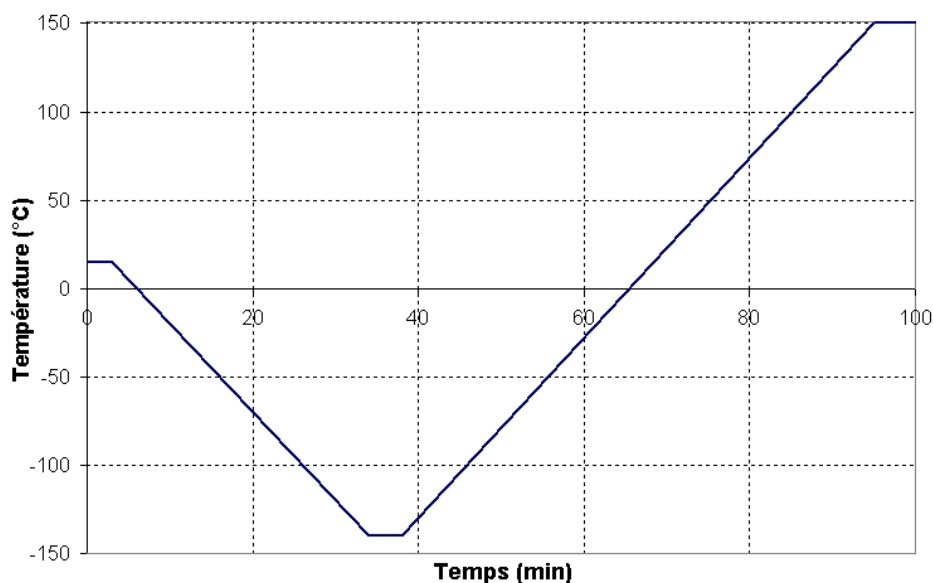


FIG. 2.12 – Cycle thermique imposé lors des analyses de DSC composé d'un refroidissement suivi d'un chauffage, à 5 °C/min

Échantillons recristallisés

Des échantillons ont été découpés sous forme d'un cube de 2 mm de côté, puis ont été chauffés jusqu'à 800 °C pendant une heure et trempés dans de l'eau. Le résultat de l'analyse est présenté à la figure 2.13. Les températures de transformation martensitique s'étalent sur un large intervalle de température, ce qui entraîne que la variation du flux de chaleur dégagé lors de la transformation de phase est difficilement détectable. Alors que la température M_s

apparaît clairement égale à $-57\text{ }^{\circ}\text{C}$, l'identification de M_f est moins aisée. L'intersection entre la pente durant la baisse du flux thermique et la pente qu'il y aurait eu sans transformation est considérée comme étant la température de fin de transformation martensitique, à savoir $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$. Plusieurs études ont été menées précédemment afin d'identifier les températures de transformation martensitique (He et Rong 2004, Simpson et al. 1988). Les températures M_s et M_f présentées sont comparées aux résultats obtenus sur nos échan-

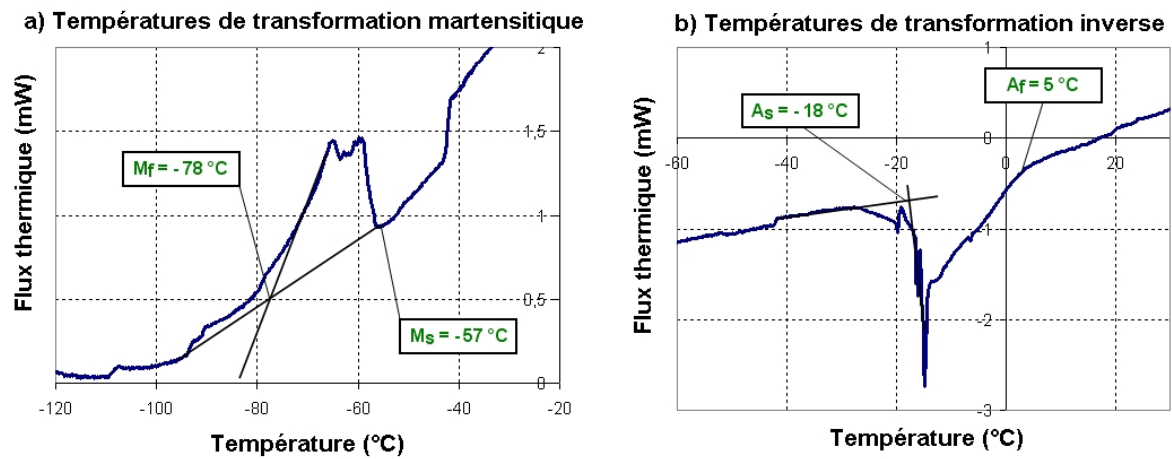


FIG. 2.13 – Résultats de l'analyse par DSC sur les échantillons recristallisés – a) Températures de transformation martensitique b) Températures de transformation inverse

tillons dans le tableau 2.3. Pour les températures de transformation inverse A_s et A_f , l'identification est plus simple, comme le montre la figure 2.13b). Les températures pour l'échantillon recristallisé sont $A_s = -18\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $A_f = 5\text{ }^{\circ}\text{C}$. L'ensemble des résultats est comparé avec ceux obtenus par He et Rong (2004), comme le montre le tableau 2.3. La principale différence pour la température de transformation M_f s'explique par l'interprétation des résultats de la DSC. En effet, des approximations graphiques ont été nécessaires et l'incertitude de lecture est d'environ $15\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Valeurs ($^{\circ}\text{C}$)	M_f	M_s	A_s	A_f
Expérimental	-78	-57	-18	5
He et Rong (2004)	-92	-64	-23	8

TAB. 2.3 – Résultats des analyses par DSC - Comparaisons entre les résultats expérimentaux et bibliographiques

Échantillons prédéformés

Les échantillons étudiés ont subi une prédéformation inconnue, qui peut être estimée en recherchant les températures de transformation inverse. La figure 2.14 présente les résultats pour les températures de transformation martensitique (a) et inverse (b). Pour les premières, la variation du flux de chaleur est relativement faible. Il semblerait que la prédéformation depuis l'état martensitique entraîne une baisse des températures de transformation M_s et M_f pour le cycle suivant, et élargit l'intervalle entre ces deux températures. Les valeurs

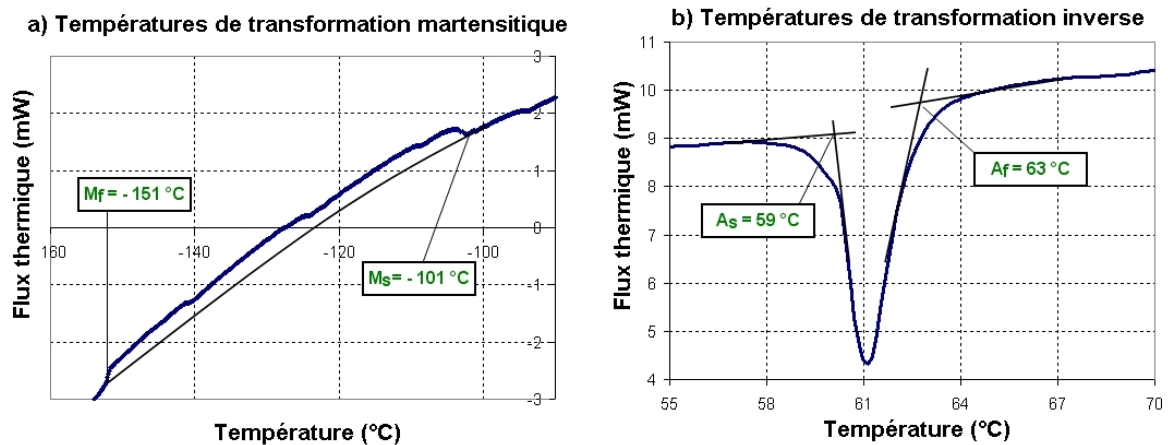


FIG. 2.14 – Résultats de l'analyse par DSC sur les échantillons prédéformés – a) Températures de transformation martensitique b) Températures de transformation inverse

identifiées pour M_s et M_f sont respectivement -101 °C et -151 °C . Pour les températures de transformation inverse, les résultats présentés à la figure 2.14b) montrent que les températures de transformation inverse de l'alliage prédéformé sont respectivement de 59 °C et 63 °C .

Estimation de la prédéformation

À partir de la figure 1.17 établie par He et Rong (2004), la prédéformation imposée depuis l'état martensitique est estimée à 14 % pour une température de transformation A_s de 59 °C .

2.2.3 Analyse par Diffraction aux Rayons X (DRX)

Objectifs

Les objectifs de l'analyse par DRX d'échantillons de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ sont de mesurer la fraction volumique de la martensite initiale des échantillons prédéformés et d'obtenir l'ensemble des pics de diffraction de l'alliage, notamment celui du $\text{Ti}_3(\text{Ni,Nb})_2$ qui n'est pas présent dans les tables de référence.

Pour un alliage de NiTi, la phase austénitique possède une structure cubique B2 (type CsCl), obtenue par un empilement des plans (1 1 0) déplacés d'une couche à l'autre par un vecteur d'une longueur égale à la demi-diagonale de la face de la maille élémentaire. La longueur de maille donnée dans la littérature est $a = 3,015\text{ Å}$

Dans la structure martensitique, ce déplacement vaut $\pm \frac{1}{3}$ de la même diagonale, mais ne suit pas exactement la même direction. La structure de la phase martensitique est monoclinique B19', les paramètres de maille étant les suivants :

- $a = 2,889\text{ Å}$
- $b = 4,120\text{ Å}$
- $c = 4,622\text{ Å}$
- $\beta = 96,8^\circ$

Les précipités de niobium ont une structure cubique centrée, et la phase R (pouvant apparaître dans certains cas) possède une structure rhomboédrique.

Dans un premier temps, un échantillon S2P totalement austénitique chauffé 1 heure à 200 °C a été analysé, ce qui permet l’identification des pics de diffraction liés à l’austénite et aux précipités de niobium. Ensuite, en comparant les diffractogrammes avec ceux des échantillons vierges contenant de la martensite, les pics liés à cette phase peuvent être identifiés. Il devient alors possible de caractériser complètement la diffraction du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$.

Les mesures de DRX ont été effectuées aux Arts et Métiers ParisTech de Metz (LPMM) avec la collaboration de Denis Bouscaud, sur un diffractomètre aux rayons X Bruker D8 Advance. La configuration (θ, θ) a été utilisée, dans laquelle l’échantillon est horizontal et immobile. Le tube et le détecteur de rayons X bougent de manière symétrique d’un angle θ . La déviation du faisceau vaut 2θ lorsque l’angle entre l’horizontale et le tube vaut θ . La vitesse de balayage est de $1^\circ/\text{min}$.

Échantillons totalement austénitiques

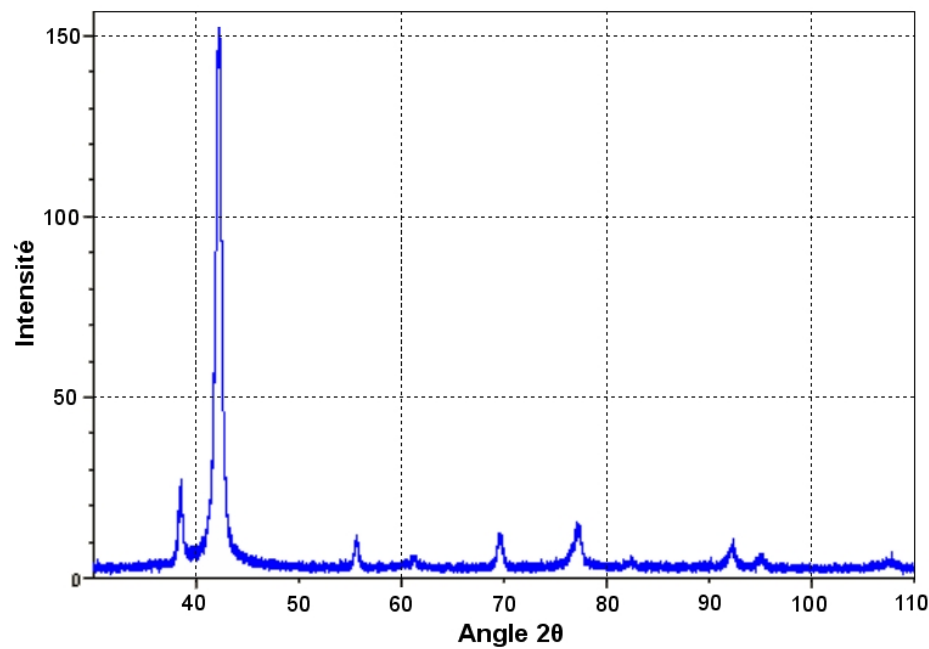


FIG. 2.15 – Diffractogramme obtenu lors de l’analyse par DRX d’un échantillon totalement austénitique

La figure 2.15 représente un diffractogramme obtenu en balayant un échantillon austénitique. Les pics de diffraction observés sont répertoriés dans le tableau 2.4. L’intensité est donnée dans une unité relative au plus intense d’entre eux.

$2\theta\ (^{\circ})$	38,49	40,70	42,14	44,84	49,44	55,42	69,50	77,18	92,30
Intensité	9	17	100	4	6	3	3	4	3

TAB. 2.4 – Ensemble des pics de diffraction obtenus en analysant un échantillon totalement austénitique

Plusieurs phases sont identifiées à l'aide des valeurs de référence données par les normes :

– Austénite

Les angles donnés par JCPDS-ICDD 18-899 pour l'austénite, et les intensités associées, sont répertoriés dans la première partie du tableau 2.5. La seconde partie du tableau contient les valeurs mesurées sur l'échantillon.

Norme	2θ (°)	42,801	78,151	93,332
	Intensité	100	60	10
Mesurées	2θ (°)	42,14	77,18	92,30
	Intensité	100	4	3

TAB. 2.5 – Valeurs de référence et mesurées des pics de diffraction pour l'austénite

– Niobium (bcc)

Les angles donnés par JCPDS-ICDD 35-789 pour le niobium, et les intensités associées, sont répertoriés dans la première partie du tableau 2.6. La seconde partie contient les résultats des mesures.

Norme	2θ (°)	38,474	55,540	69,585	82,451	94,900
	Intensité	100	16	20	5	4
Mesurées	2θ (°)	38,49	55,42	69,50		
	Intensité	100	29	31		

TAB. 2.6 – Valeurs de référence et mesurées des pics de diffraction pour le niobium

2θ (°)	Phase
38,49	Niobium
40,70	Non identifié
42,14	Austénite
49,44	Non identifié
55,42	Niobium
69,50	Niobium
77,18	Austénite
92,30	Austénite

TAB. 2.7 – Synthèse des pics de diffraction et des phases correspondantes - Échantillon austénitique

Le tableau 2.7 synthétise les résultats obtenus. Les pics à $2\theta = 40,70^\circ$ et $2\theta = 49,44^\circ$ ne sont pas identifiés. Ils ne correspondent ni à de l'oxyde de titane TiO_2 , ni à des précipités Ni_2Ti_4O (5-694 JCPDS-ICDD) ou Ni_4Ti_3 . Les pics de diffractions liés au $Ti_3(Ni,Nb)_2$ ne sont pas présents dans les tables de référence, il se pourrait alors que les pics à $2\theta = 40,7^\circ$ et $2\theta = 49,44^\circ$ soient liés à cette phase. Il peut également s'agir de martensite qui n'aurait pas été transformée en austénite lors de la préparation de l'échantillon. Les observations suivantes sur des échantillons contenant de la martensite facilitent l'identification.

Échantillons contenant de la martensite

Les échantillons vierges contiennent de la martensite et de l'austénite. L'objectif est d'identifier les pics de diffraction liés à la martensite, et d'identifier leur intensité pour la comparer à celle de l'austénite. Ceci permet d'estimer le pourcentage de chacune des phases à l'instant initial. La figure 2.16 présente deux diffractogrammes issus d'analyses sur deux zones d'un même échantillon vierge, nommées Z1 et Z2. Des différences sont observées au niveau de pics de diffractions, récapitulées dans le tableau 2.8. Certains d'entre eux sont identifiés à l'aide des diffractogrammes de l'austénite.

Cinq pics ne sont identifiés ni avec les valeurs de référence de l'austénite ni avec celles

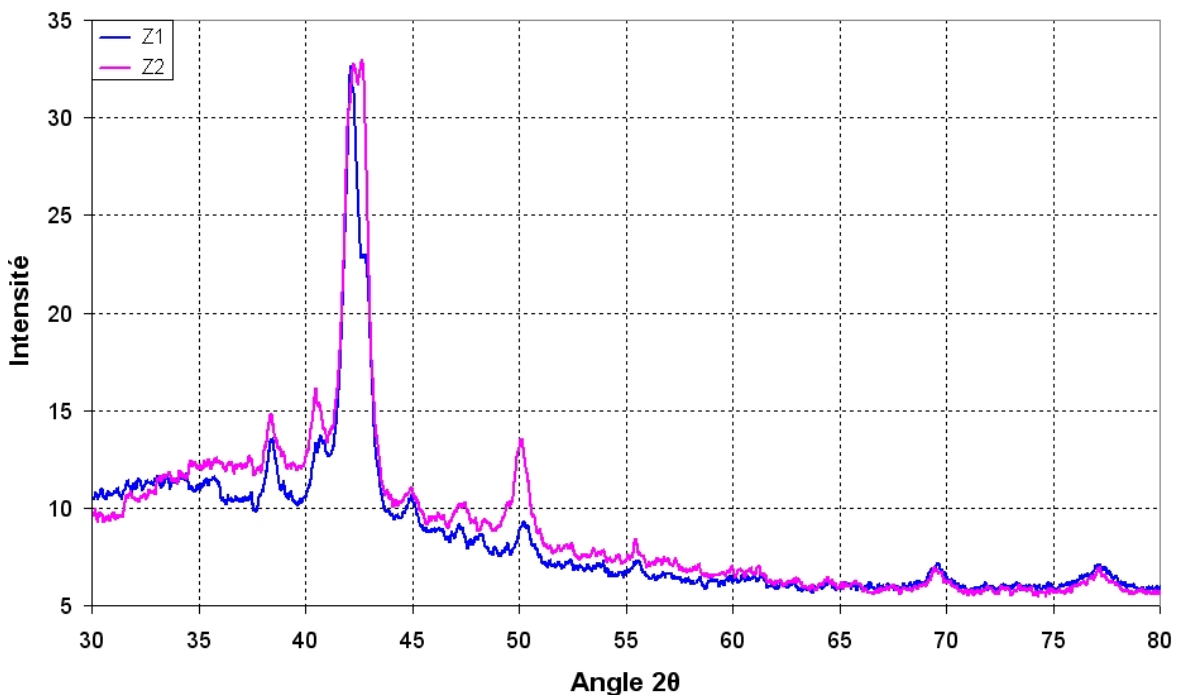


FIG. 2.16 – Comparaison de deux diffractogrammes obtenus sur deux zones différentes Z1 et Z2 appartenant au même échantillon martensitique

du niobium. Le tableau 2.9 présente les angles de diffraction de la martensite donnés par JCPDS-ICDD 35-1281.

Parmi les pics de forte intensité, il faut noter qu'aux alentours de 42° trois pics apparaissent, comme le montre la figure 2.17 sur la zone Z2. Le pic situé au milieu ($2\theta = 42,2^\circ$) est celui de la phase austénitique détectée, identifié précédemment. En se fondant sur les résultats de la figure 2.18 comparant la zone Z2 d'un échantillon martensitique et la zone Z3 d'un échantillon chauffé, les pics de gauche ($2\theta = 42,0^\circ$) et de droite ($2\theta = 42,6^\circ$) correspondent à de la martensite.

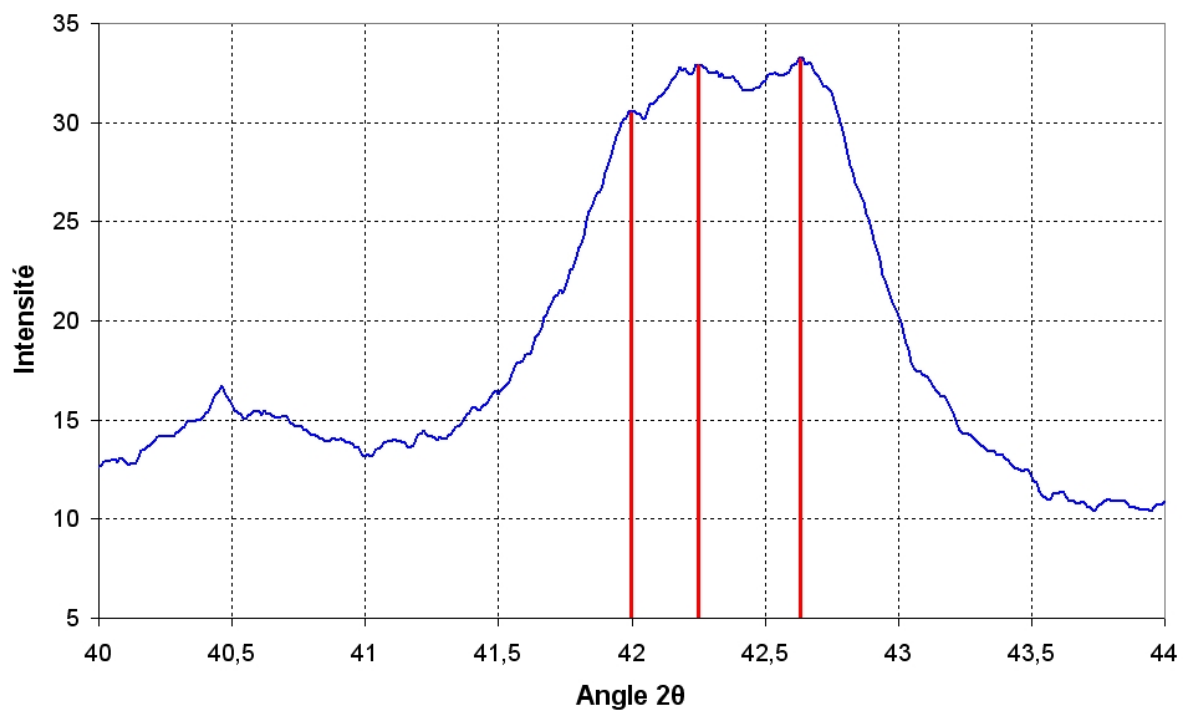
Les intensités des pics de diffractions relatifs à la martensite sont difficiles à exploiter. La figure 2.16 montre que deux zones d'un même échantillon présentent des pics de diffraction d'intensité différente. En balayant la même zone d'un échantillon, un pic de martensite peut disparaître en ne modifiant que l'angle χ , comme le montre la figure 2.19. Cet angle corres-

2θ (°)		Intensité		Phase
Z1	Z2	Z1	Z2	
38,35	38,35	19	16	Niobium
40,48	40,44	19	23	Non identifié
42,07	41,99	100	88	Non identifié
42,18	42,23	96	98	Austénite
42,66	42,60	58	100	Non identifié
44,82	44,90	9	7	Non identifié
50,24	50,05	8	24	Non identifié
55,58	55,37	3	7	Niobium
69,64	69,40	7	7	Niobium
76,95	77,12	7	8	Austénite

TAB. 2.8 – Récapitulatif des résultats obtenus lors des deux analyses

2θ (°)	19,322	34,882	38,234	39,222	41,364	43,915
Intensité	6	13	11	54	100	54
2θ (°)	44,926	45,186	52,944	57,283	60,327	
Intensité	94	26	8	5	26	

TAB. 2.9 – Valeurs de référence des pics de diffraction pour la martensite

FIG. 2.17 – Zoom dans la région $2\theta = 42^\circ$ de la zone Z2

pond à l'inclinaison latérale autour de l'axe défini par l'intersection entre le plan du faisceau et la surface de l'échantillon. La variation de cet angle permet d'avoir une plus grande amplitude de mesure. Des valeurs sont identifiées à de la martensite avec un léger décalage des angles des pics en comparaison avec ceux de référence comme le montre le tableau 2.10.

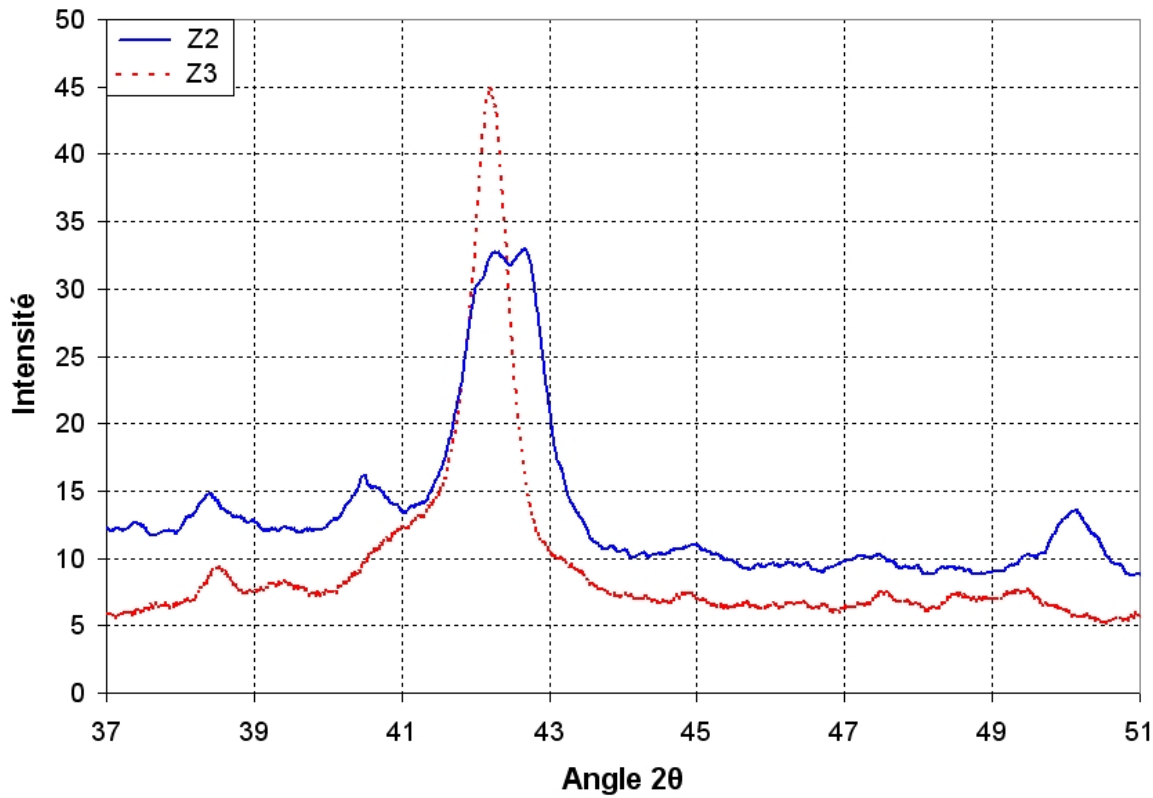


FIG. 2.18 – Comparaison de diffractogrammes d’un échantillon vierge (zone Z2) et d’un échantillon chauffé (zone Z3)

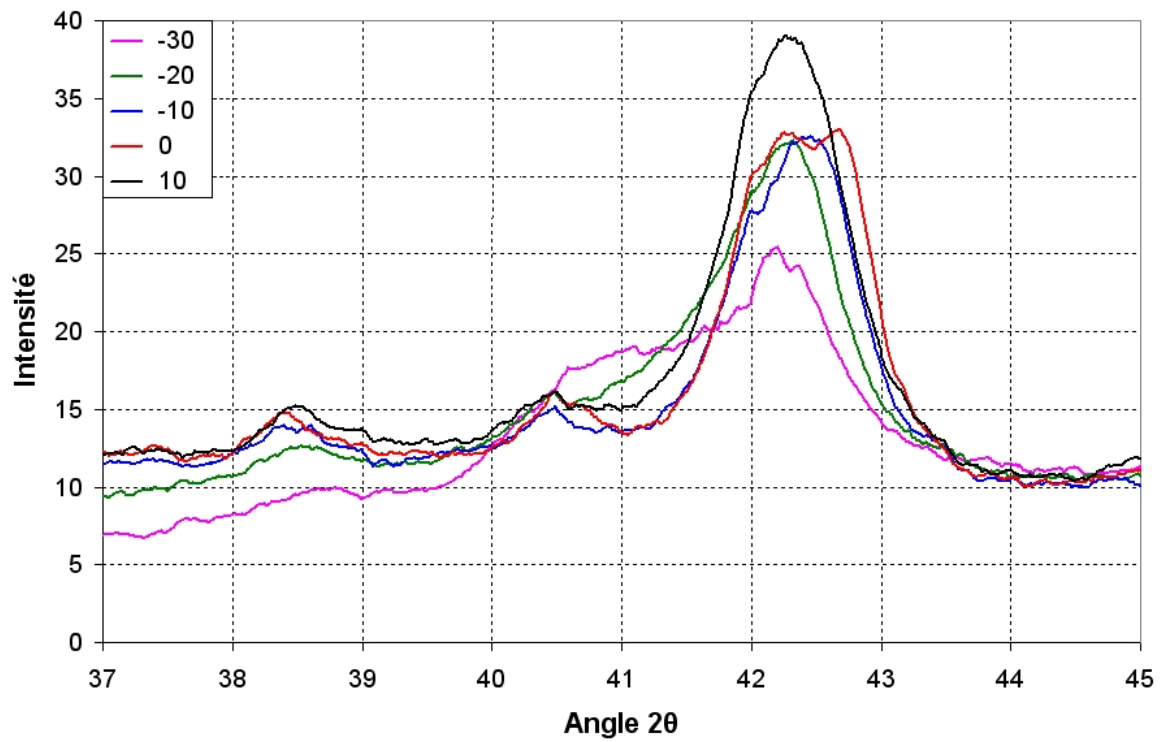
Comme pour les pics à 40,70° et 49,44° de l’échantillon austénitique, ceux à 40,4° et 50,2°

Référence		Mesuré	
2θ (°)	Intensité	2θ (°)	Intensité
39,222	54	38,96	11
41,364	100	42,03	100
43,915	54	42,63	82
44,926	94	44,86	9

TAB. 2.10 – Pics de diffraction de la martensite

de l’échantillon contenant de la martensite n’ont été identifiés ni à de l’austénite, ni à de la martensite, ni à du niobium. Ils correspondent bien aux pics de diffraction liés à la phase de $\text{Ti}_3(\text{Ni,Nb})_2$. Ainsi, la diffraction aux rayons X du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est complètement caractérisée, comme le montre le tableau 2.11.

Nous venons de voir que les pics de diffraction de la martensite sont difficiles à obtenir, la diffraction étant sensible à l’orientation du matériau et leur intensité est relativement faible. Par conséquent, il semble difficile d’estimer avec précision la fraction volumique de martensite initiale. De plus, les paramètres de maille déterminés ne sont pas exactement ceux attendus, ce qui peut être un signe de contrainte interne. Les pics du niobium et du NiTi cubique sont retrouvés, mais avec un paramètre de maille légèrement différent de celui de la fiche JCPDS (2,998 Å). Le paramètre serait plutôt égal à environ 3,025 Å.

FIG. 2.19 – Disparition du pic de martensite en modifiant l'angle χ

2θ (°)		Intensité		Phase
ch04	ch08	ch04	ch08	
38,35	38,35	19	16	Niobium
40,48	40,44	19	23	$Ti_3(Ni,Nb)_2$
42,07	41,99	100	88	Martensite
42,18	42,23	96	98	Austenite
42,66	42,60	58	100	Martensite
44,82	44,90	9	7	Martensite
50,24	50,05	8	24	$Ti_3(Ni,Nb)_2$
55,58	55,37	3	7	Niobium
69,64	69,40	7	7	Niobium
76,95	77,12	7	8	Austenite

TAB. 2.11 – Tableau récapitulatif de l'ensemble des angles 2θ auxquels des pics de diffraction ont été observés et identifiés

2.3 Caractérisation thermo-mécanique

2.3.1 Essais de traction sur fils

Descriptif des essais

Des essais de traction sur fils sont effectués afin de caractériser le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, et de mettre en évidence le couplage entre la transformation de phase et la déformation plastique. Les échantillons proviennent d'anneaux S1P. Ces anneaux ont été redressés afin de les mettre sous forme de fils, par déformations et chauffages successifs jusqu'à conserver une forme quasi-rectiligne. Cette opération entraîne des défauts dans la structure, et il apparaît impossible de redresser deux anneaux exactement de la même manière avec le protocole adopté. Ainsi, les résultats de cette section sont uniquement qualitatifs. À noter que l'échantillon sollicité à 20 °C n'a pas été redressé suivant le même protocole que les autres.

Une fois les échantillons redressés, ils ont été chauffés à 200 °C pendant une heure afin d'être certain qu'ils soient totalement austénitiques, puis des essais de traction ont été réalisés à différentes déformations et températures, récapitulés dans le tableau 2.12. La vitesse de déformation est de $3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Un cycle est composé d'une traction jusqu'à une déformation imposée, suivie d'une décharge jusqu'à atteindre une contrainte nulle, puis d'un chauffage jusqu'à 120 °C. Cette température est choisie car elle est supérieure à la température de transformation inverse maximale du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à contrainte nulle (He et Rong 2004). Le nombre d'échantillons étant limité, un seul échantillon est utilisé par température. Ces essais ont été réalisés aux Arts et Métiers ParisTech de Metz (LPMM) avec la collaboration de Abderrahim Nachit.

Essai	Température (°C)	Déformation maximale (%)	
		Premier cycle	Second cycle
T1	20	20	-
T2	32	5	-
T3	45	2	5
T4	60	2	5

TAB. 2.12 – Récapitulatif des quatre essais de traction réalisés

Résultats

Traction à 20 °C : la figure 2.20 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour l'échantillon sollicité à 20 °C. Plusieurs phases apparaissent : l'alliage présente une déformation uniquement élastique jusqu'à presque 500 MPa, le module d'élasticité étant voisin de 42 GPa en accord avec Young et al. (2010). La déformation élastique est ensuite progressivement accompagnée d'une déformation inélastique jusqu'à la fin du chargement. Cette déformation semble être liée à deux phénomènes distincts, le premier apparaissant vers 530 MPa engendrant 4,5 % de déformation inélastique, et le second apparaissant à 570 MPa. Pour le premier, la courbe contrainte-déformation est typique d'une

transformation de phase, alors que l'allure du second est caractéristique d'un écrouissage linéaire.

Lors de la décharge, le comportement est d'abord linéaire, puis un début de transformation inverse est observé jusqu'à atteindre une déformation rémanente de 15,4 %. Cette transformation inverse est faible car la martensite formée est directement orientée et ainsi stabilisée. Un chauffage appliqué ensuite jusqu'à 120 °C permet de recouvrer une partie de la déformation pour atteindre 12,5 %, soit presque 3%. Cette valeur conforte l'interprétation de la déformation inélastique lors du chargement qui suppose que les 4,5 % de déformation de la première partie sont liés à la transformation martensitique. La déformation inélastique observée après la décharge n'est pas liée uniquement aux inclusions mais aussi à la matrice. En effet, le faible pourcentage de niobium ne peut pas engendrer une telle déformation plastique effective. De plus, la déformation plastique de la matrice de NiTi a pour effet de diminuer la réversibilité de la déformation de transformation. La déformation plastique des inclusions est difficile à discerner sur le comportement effectif lors de tels essais.

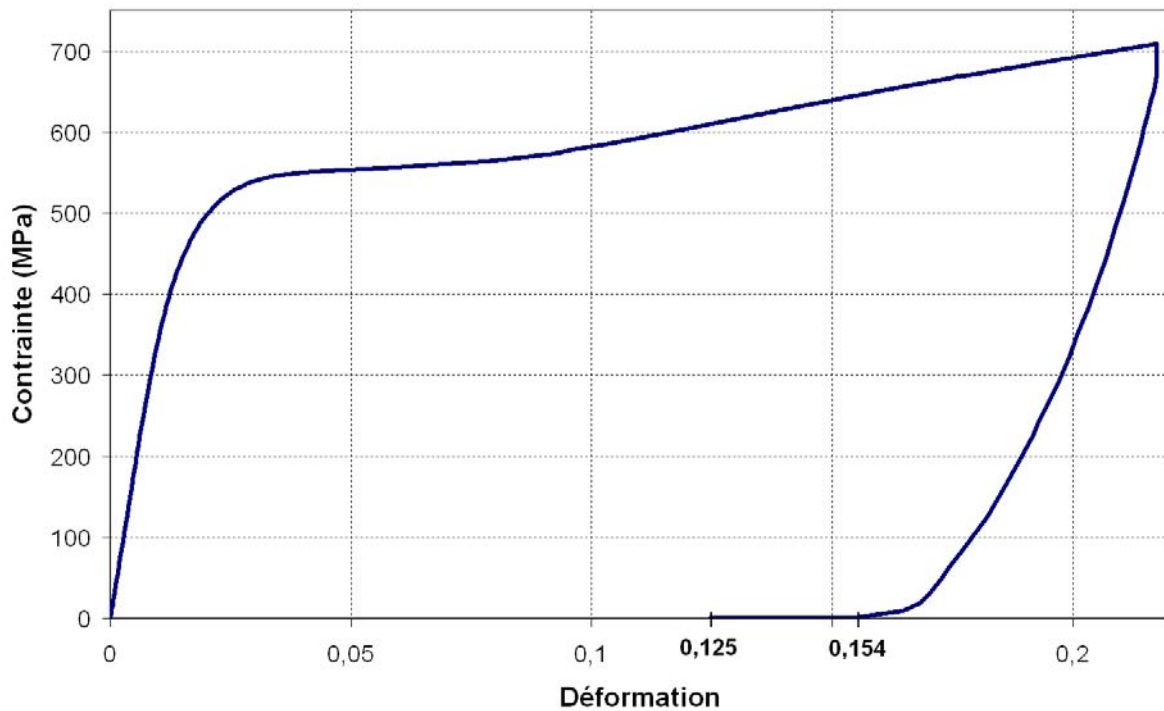


FIG. 2.20 – Essai de traction sur un échantillon de $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ à 20°C

Traction à 32 °C : dans ce cas, la déformation totale maximale est de 5 % afin de ne pas entrer dans le domaine plastique de la matrice. La contrainte maximale atteinte est 544 MPa, la transformation martensitique apparaît progressivement à partir de 300 MPa (figure 2.21). Après la décharge, la température est augmentée jusqu'à 120 °C, et la déformation due à la transformation de phase est recouvrée dans sa quasi totalité. Ceci laisse penser qu'une éventuelle déformation plastique des inclusions de niobium n'a pas ou peu d'influence sur la performance de la matrice pour l'effet mémoire de forme.

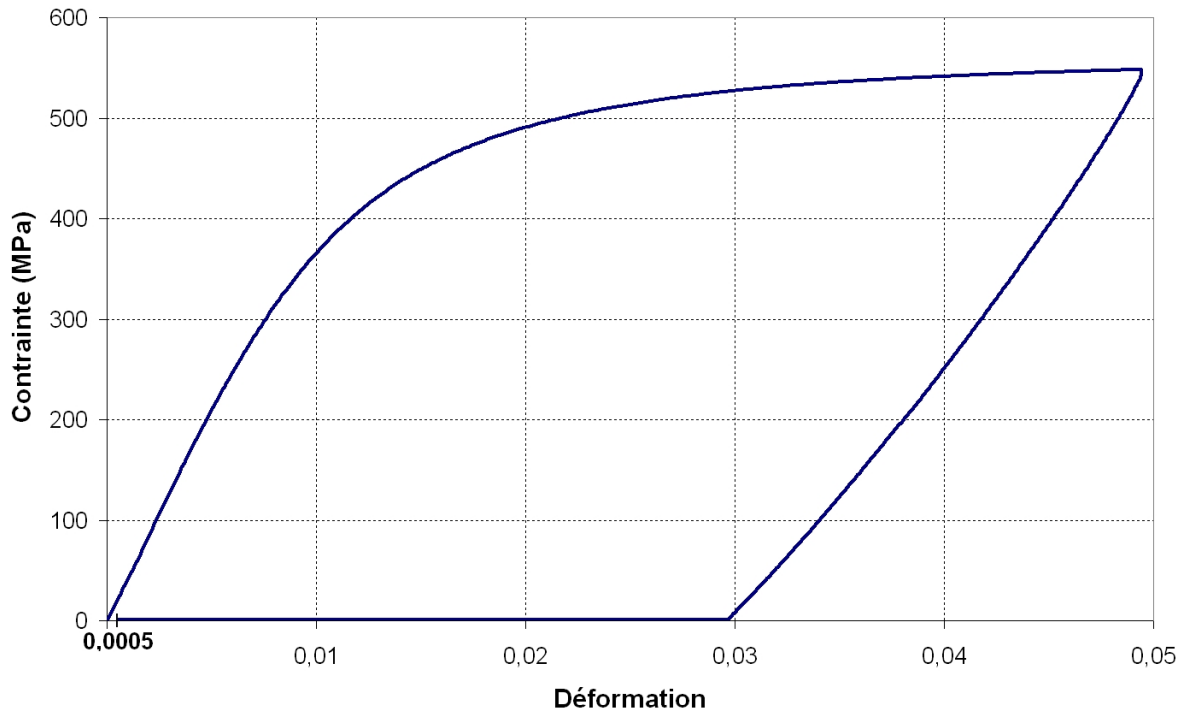


FIG. 2.21 – Essai de traction sur un échantillon de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à 32 °C

Traction à 45 °C : l'échantillon est sollicité en deux temps : une déformation jusqu'à 2%, suivie d'un relâchement jusqu'à atteindre une contrainte nulle et d'un chauffage jusqu'à 120 °C, puis le même cycle mais avec une déformation allant jusqu'à 5%. La figure 2.22 montre que la déformation inélastique générée lors de la première traction est totalement recouvrée lors du chauffage. Après le second cycle de chargement (jusqu'à 5%), seule 10 % de la transformation inélastique après décharge est recouvrée lors du chauffage. L'hypothèse selon laquelle le chargement aurait entraîné une déformation plastique de la matrice bloquant la transformation inverse de la martensite n'est pas valable, car la déformation lors de l'essai à 32 °C a été totalement recouvrée.

Un autre phénomène inattendu apparaît : lors de la seconde traction, l'austénite a un comportement différent de celui observé lors de la première traction. De plus, la formation de martensite commence à une contrainte supérieure à celle maximale atteinte lors du précédent chargement. Ceci signifie que davantage d'énergie doit être fournie à l'austénite pour se transformer. La plastification des inclusions de niobium permet d'expliquer ce phénomène. En effet, les inclusions sont petites et réparties dans l'ensemble du matériau. Leur écrouissage lors du premier chargement ne bloque pas la transformation inverse. La mesure de température étant imprécise, il n'est pas possible de dire à quelle température la transformation inverse a débuté lors du chauffage. Toutefois, une part de l'énergie fournie par chauffage dans le premier cycle a été utilisée pour contrer les incompatibilités liées à la déformation des inclusions, afin de permettre au cristal d'austénite de reprendre sa forme initiale. Lors du second chauffage jusqu'à 120 °C, la transformation inverse ne recouvre pas toute la déformation inélastique. Cela signifie qu'une part de la martensite est piégée par

des inclusions écrouies de niobium. Il aurait été intéressant de chauffer davantage afin de vérifier si la transformation inverse était complète ou non, et afin de mesurer l'influence de l'écrouissage des inclusions sur la réversibilité de la déformation de transformation.

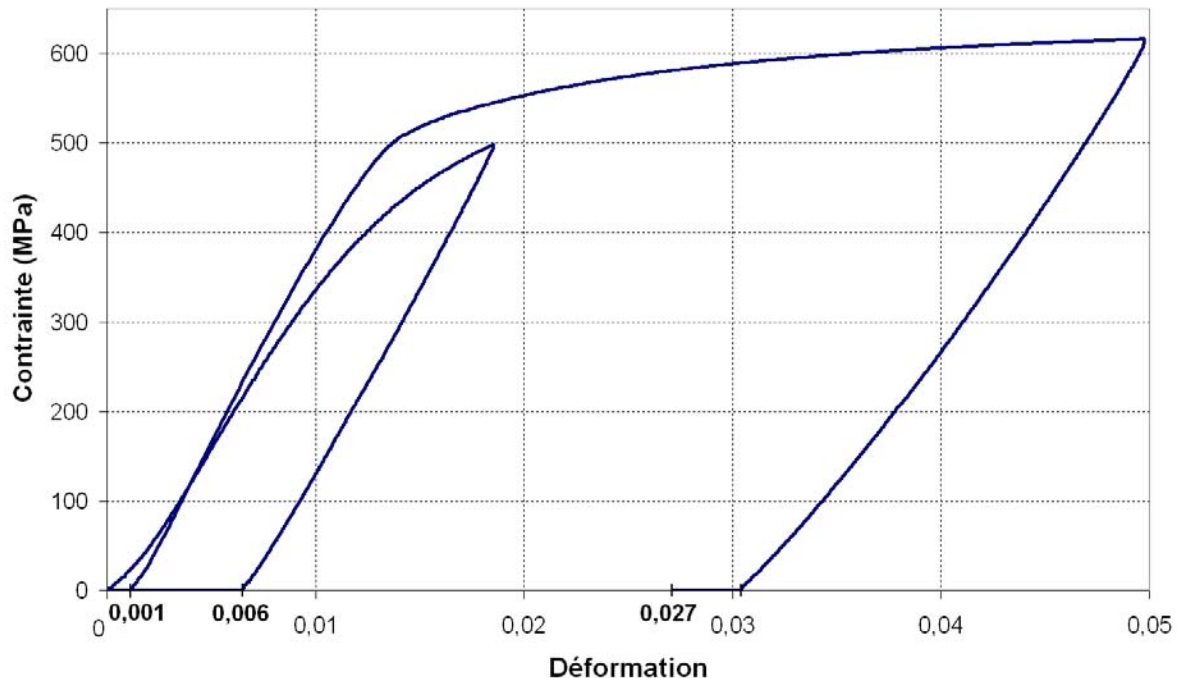


FIG. 2.22 – Essai de traction sur un échantillon de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à 45°C

Traction à 60°C : l'échantillon est sollicité suivant un cycle analogue à celui étudié à 45°C . La figure 2.23 montre que la tendance est la même qu'à 45°C . Toutefois, lors du premier chauffage toute la déformation n'est pas recouverte. Comme la transformation plastique n'a pas été activée (ou peu), cela confirme que la température imposée pour permettre la transformation inverse n'a pas été suffisamment élevée.

2.3.2 Chauffage à déplacement constant

L'objectif de ces essais est de tester le comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ lorsqu'il est utilisé pour une bague de serrage. L'influence du traitement thermomécanique sur la bague est également étudiée car deux géométries différentes de bagues sont utilisées, dont la mise en forme diffère. Cette étude a nécessité la conception d'un montage particulier. Les bagues sont placées dans ce dispositif qui est fixé à une machine de traction comme le montre la figure 2.24. Il est constitué de deux parties d'un cylindre découpé dans le sens longitudinal, chacune reliée à l'un des mors de la machine de traction. Le diamètre du cylindre initial est inférieur au diamètre interne de la bague, qui peut ainsi être placée autour. Une précharge écartant les deux cylindres est ensuite appliquée, jusqu'à ce que les bagues soient en contact avec les deux parties de l'anneau, ce qui minimise le jeu entre les différentes parties du dispositif. Le déplacement étant maintenu constant, la bague est chauffée jusqu'à 160°C et la force exercée

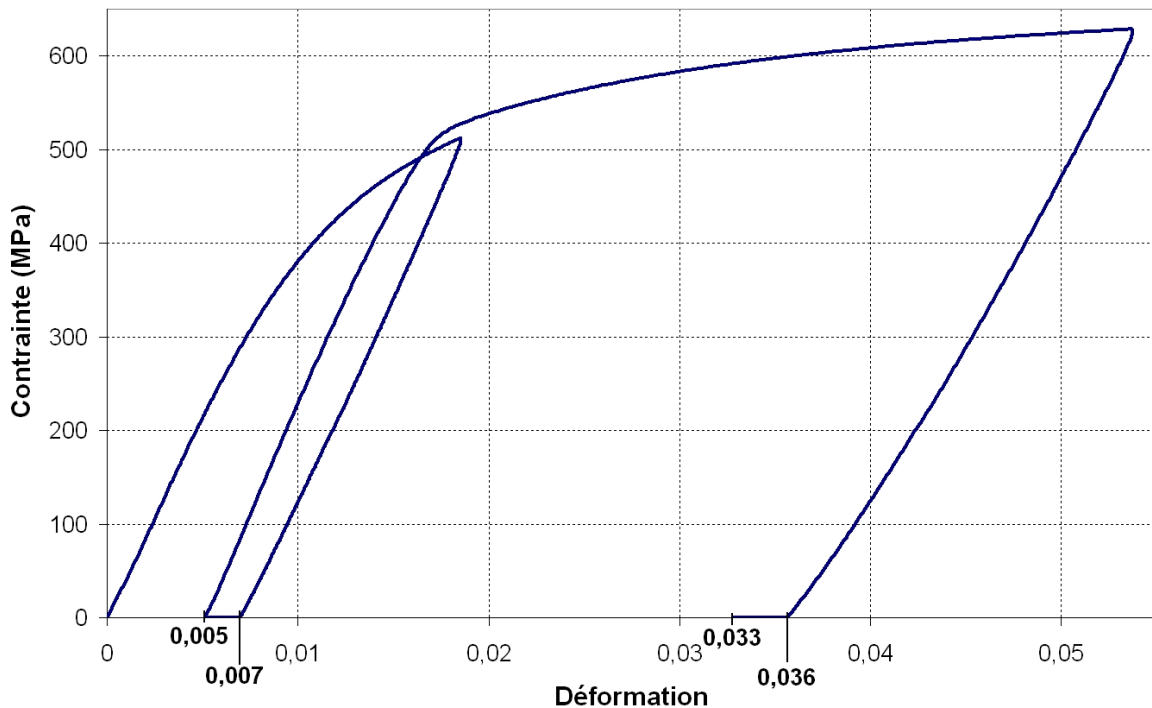


FIG. 2.23 – Essai de traction sur un échantillon de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à 60°C

sur la machine de traction lors de la rétraction de la bague est mesurée. Seules les deux parties qui ne sont pas en contact avec les demi cylindres sont supposées être contraintes.

Quatre essais ont été effectués : trois sur des bagues de type S1 et un sur une bague de type S2. Ces essais permettent d'identifier la température maximale à appliquer à la bague pour revenir totalement en état austénitique, la variation des températures de transformation selon la contrainte appliquée et le niveau de prédéformation des bagues.

Résultats des essais sur des bagues S1

Les résultats des trois essais sont représentés sur la figure 2.25. L'influence de la dilatation de la chaîne cinématique sur la contrainte a été préalablement mesurée et les résultats présentés sont corrigés. Le comportement des bagues lors du chauffage peut être décomposé en trois parties.

- En dessous de A_s , l'évolution de la température n'influe pas sur la contrainte mesurée.
- Entre les températures A_s et A_f , la bague se referme ce qui entraîne une évolution quasi linéaire de la contrainte. L'écart déterminé par DSC entre ces deux températures est de 4°C , mais elles évoluent selon la contrainte appliquée. Ainsi, la transformation inverse débute en dessous de 85°C et se termine entre 145 et 155°C . L'écart de 60°C entre le début et la fin de la transformation étant prépondérant devant l'écart de 4°C mesuré par DSC, le coefficient suivant lequel les températures de transformation évoluent en fonction de la contrainte, nommé b , peut être directement lu en mesurant le coefficient directeur moyen des résultats entre A_s et A_f . Les coefficients obtenus

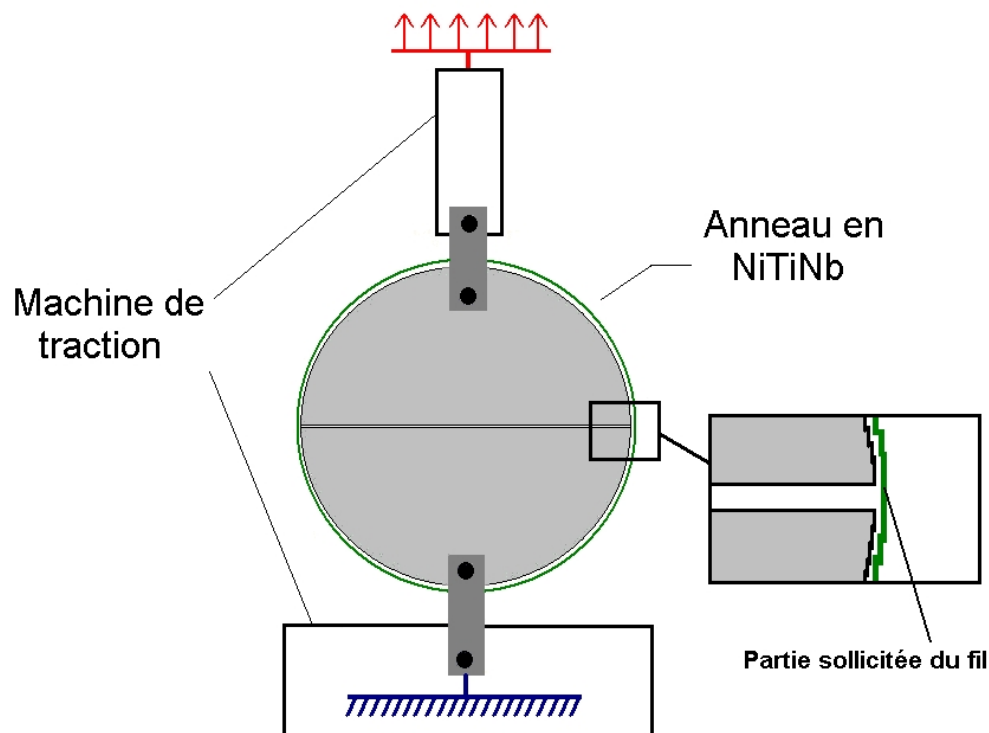


FIG. 2.24 – Schéma du dispositif de l'essai permettant de chauffer les bagues en maintenant le déplacement de leur face intérieure nul

pour les cycles C1, C2 et C3 valent respectivement 5,2 ; 8,8 et 7,2 MPa/°C, soit une moyenne de 7,1 MPa/°C.

– Au dessus de A_f qui vaut en moyenne 150 °C, la contrainte se stabilise.

La température A_s à contrainte nulle, pouvant être estimée à 85 °C, est supérieure de 26 °C à celle déterminée par DSC. Les différences de températures de transformation entre les mesures mécaniques et thermiques sont assez fréquentes, et expliquées par leur évolution en fonction de la contrainte qui est non linéaire à basse contrainte.

Résultats des essais sur des bagues S2

Le dispositif utilisé est du même type que celui présenté à la figure 2.24, adapté aux dimensions de la bague. La figure 2.26 présente l'évolution de la contrainte lorsque la bague S2 est chauffée. Bien que le comportement ait la même allure que pour les bagues S1, les valeurs des températures et des contraintes sont relativement différentes. La température de transformation inverse débute à 45 °C, cela signifie que la prédéformation appliquée à la bague S2 est inférieure à celle appliquée aux bagues S1. Concernant la contrainte, cela s'explique par la forme de la section de la bague. En effet, les bagues S1 ont une section circulaire, la surface en contact entre les bagues et le cylindre lors de l'essai est faible, ce qui minimise la résistance au glissement lorsque la bague se rétracte. Au contraire, la longueur de la bague S2 entraîne une surface de contact bien plus importante. Même si la pression de serrage est

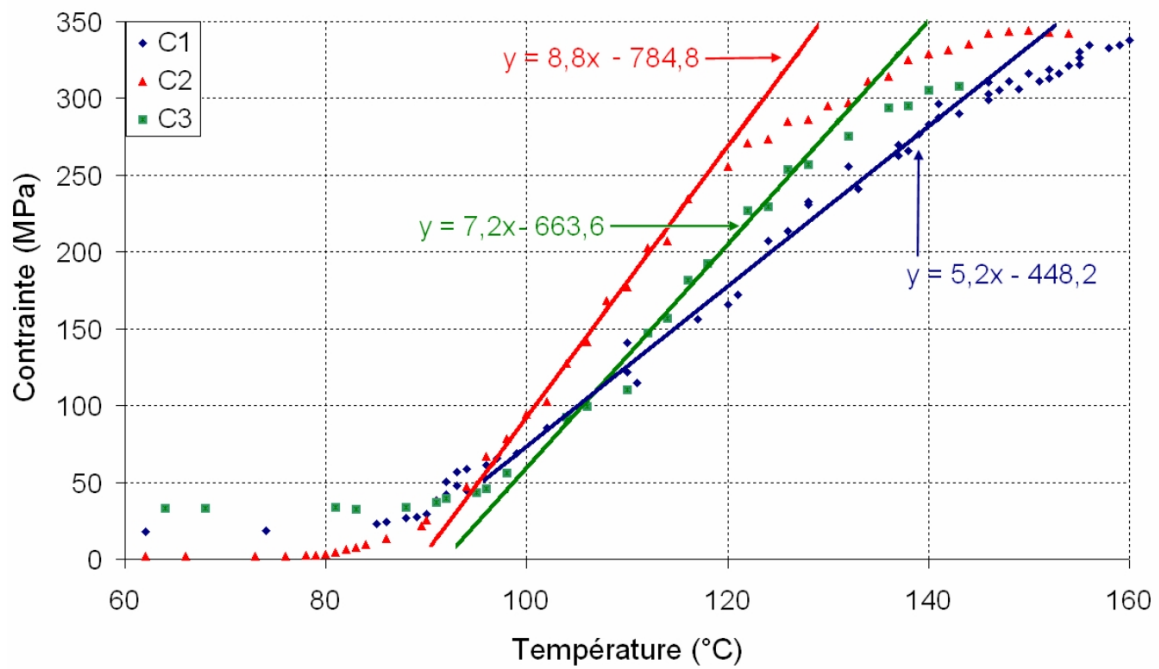


FIG. 2.25 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors du chauffage des bagues S1, en bloquant le déplacement de leur diamètre interne

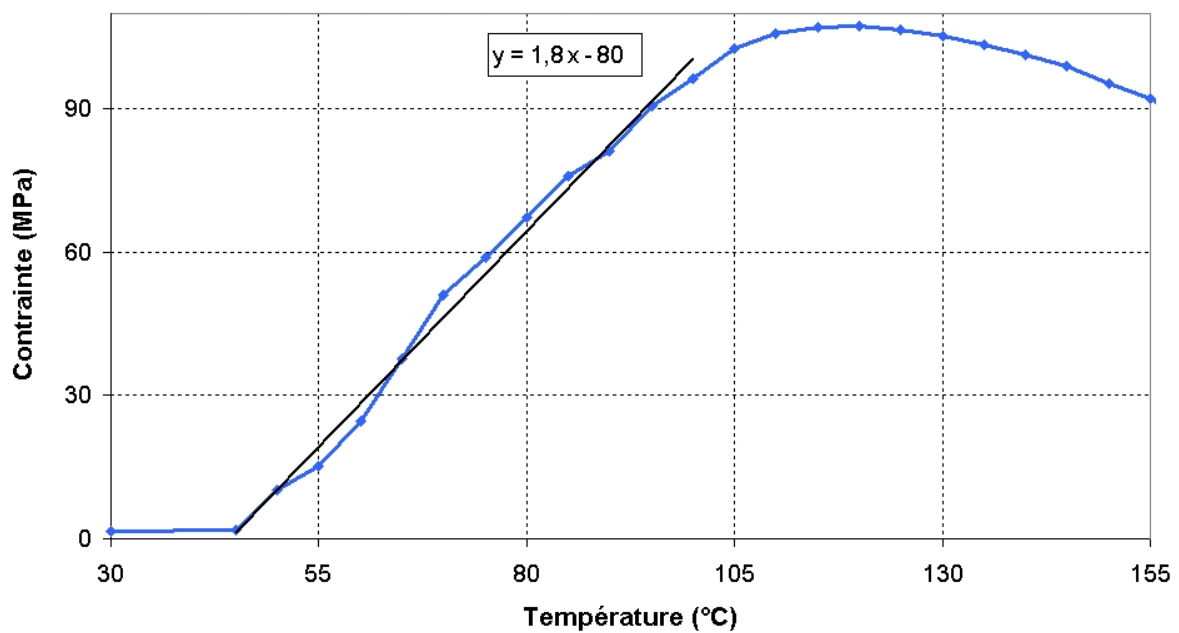


FIG. 2.26 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation lors du chauffage d'une bague S2, en bloquant le déplacement de son diamètre interne

plus faible, le serrage se fait dans la direction radiale et la contrainte mesurée ne tient pas compte de la contrainte de serrage sur le cylindre. Ceci a une incidence directe sur la valeur du coefficient d'évolution des températures de transformation selon la contrainte appliquée.

2.3.3 Nanoindentation

Les observations de l'alliage réalisées au MEB ont révélé une microstructure composée d'une matrice et de deux types d'inclusions de taille généralement inférieure à $10\ \mu\text{m}$. L'objectif des essais de nanoindentation est de caractériser directement le comportement de chacune de ces phases en mesurant le module de Young et la microdureté. Les échantillons étudiés sont issus des bagues S1P et S2P. Concernant la matrice de NiTi, la contrainte critique d'orientation de la martensite est également recherchée, ainsi que la déformation maximale générée par l'orientation. Ces essais sont réalisés avec le nanoindenteur de l'école des Mines de Paris avec la collaboration de Nicole Fabregue.

Résultats sur des échantillons de NiTiNb

L'ensemble des résultats présentés dans cette section ont été obtenus pour une charge appliquée de $800\ \mu\text{N}$ et une vitesse de $160\ \mu\text{N/s}$ avec un indenteur de type Berkovitch. Cinq essais ont été réalisés sur chacune des phases, dénommés N1 à N5 pour le NiTi, N6 à N10 pour la phase riche en niobium et N11 à N15 pour la phase riche en titane. L'échantillon étudié a été préparé dans un plan longitudinal.

Matrice : les résultats relatifs aux essais effectués sur la matrice sont présentés sur la figure 2.27. Les essais N2 à N5 ont un comportement semblable, typique d'une phase élastoplastique. Par contre, l'essai N1 se dissocie des autres : jusqu'à une charge de $150\ \mu\text{N}$, le comportement apparaît plus rigide que lors des autres essais, puis plus souple pour le reste du chargement. Il s'agit de l'allure qui serait obtenue en étudiant l'orientation de variantes de martensite. Lors du retour, la profondeur de l'empreinte vaut $63\ \text{nm}$ pour une profondeur d'indentation de $88\ \text{nm}$, la déformation rémanente est donc élevée, en comparaison avec le comportement élastoplastique observé lors des essais N2 à N5. Ceci s'apparente également à une déformation de transformation ce qui conforte l'hypothèse d'une réorientation de martensite.

Inclusions riches en niobium : les inclusions riches en niobium présentent un comportement élastoplastique comme le montre la figure 2.28. La profondeur moyenne de l'empreinte vaut $30\ \text{nm}$ pour une profondeur d'indentation moyenne de $70\ \text{nm}$.

Inclusions riches en titane : les résultats des essais de nanoindentation réalisés sur la phase riche en titane sont relativement proches les uns des autres, notamment les essais N13 et N14, ainsi que les essais N11 et N15. Pour des soucis de clarté au niveau de la présentation des résultats, seuls les essais N11, N12 et N13 sont représentés sur la figure 2.29. Cette phase présente un comportement élastique, la déformation appliquée par l'indenteur ne laisse presque pas de marque, la profondeur moyenne de l'empreinte étant de $4\ \text{nm}$ pour une profondeur d'indentation de $32\ \text{nm}$.

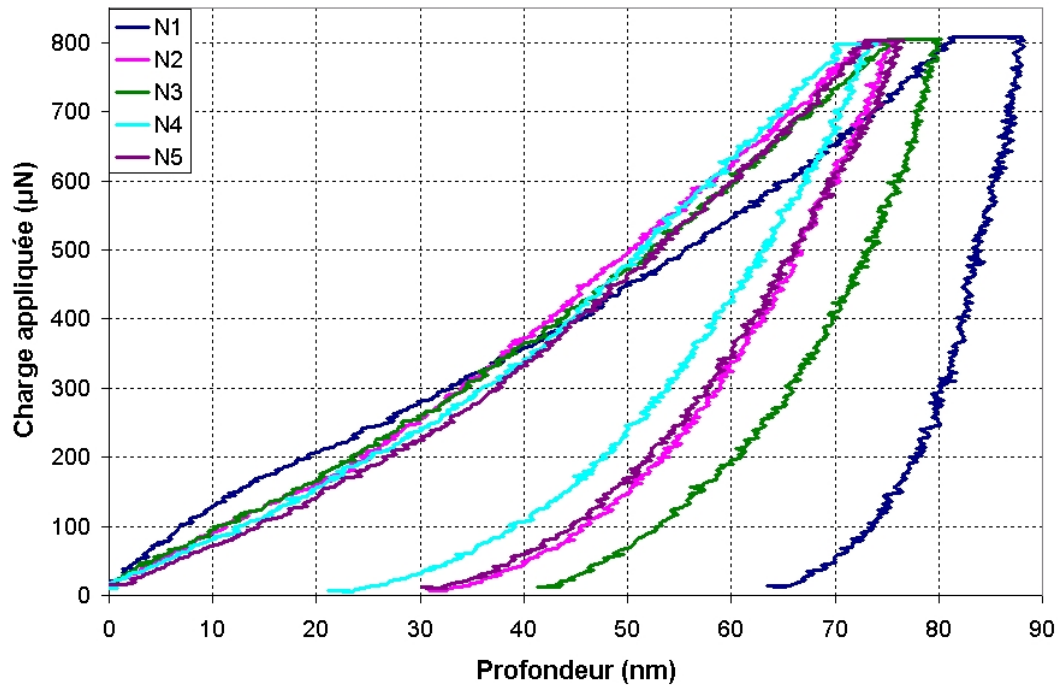


FIG. 2.27 – Résultats des essais de nanoindentation sur la matrice de NiTi

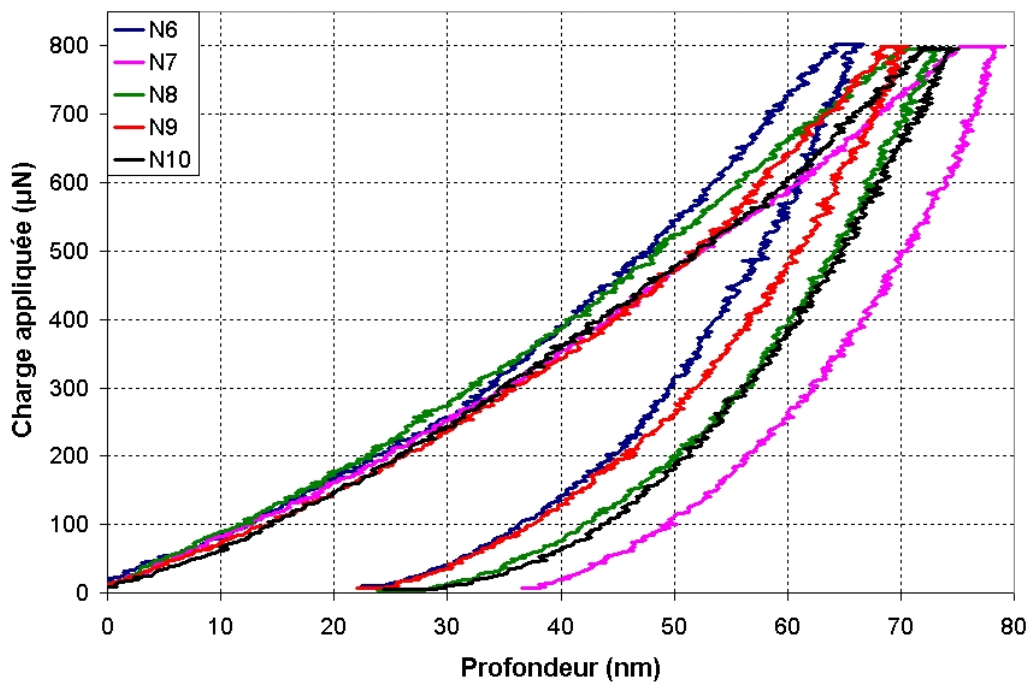


FIG. 2.28 – Résultats des essais de nanoindentation sur la phase riche en niobium

Comparaison et discussion : la figure 2.30 représente la comparaison des nanoindentations moyennes des trois phases étudiées. La phase riche en titane se différencie nettement des autres avec un comportement élastique plus rigide, ce qui signifie que les inclusions de $\text{Ti}_3(\text{Ni},\text{Nb})_2$ sont fragiles. En revanche, les inclusions riches en niobium ainsi que la matrice

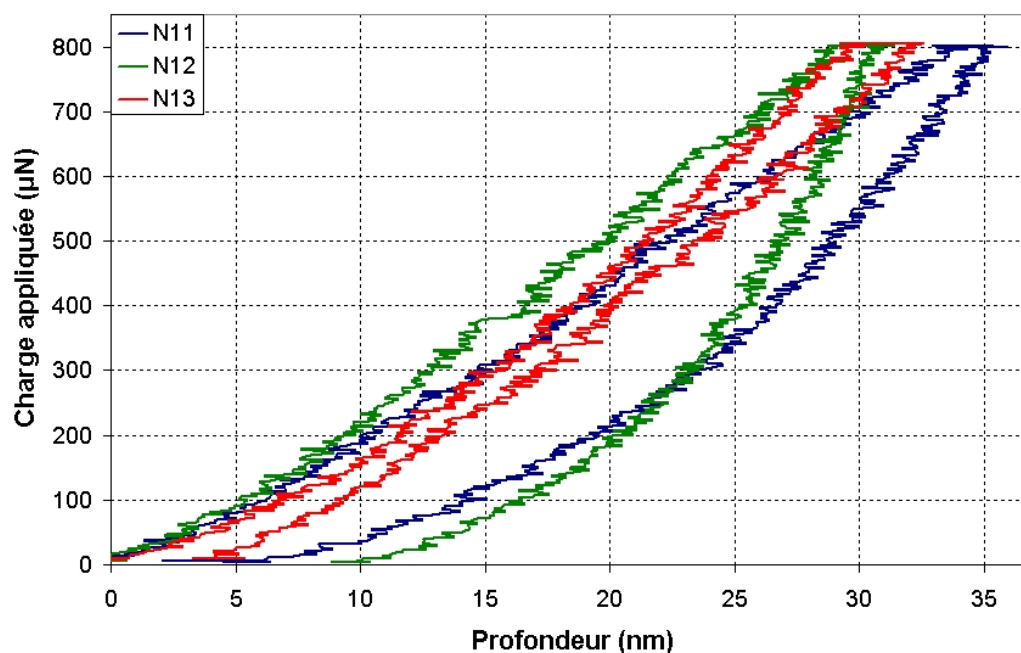


FIG. 2.29 – Résultats des essais de nanoindentation sur la phase riche en titane

de NiTi ont un comportement semblable, la matrice apparaissant légèrement plus souple mais avec un comportement moins ductile. Les mesures du module de Young et de la microdureté sont répertoriées dans le tableau 2.13. Toutefois, la microstructure de l'alliage d'une

	E (GPa)		H (GPa)	
	moyenne	écart type	moyenne	écart type
NiTi	80,7	9,3	5,08	0,65
Phase riche en niobium	86,0	7,2	5,47	0,64
Ti ₃ (Ni,Nb) ₂	196,4	27,4	15,08	2,24

TAB. 2.13 – Module de Young et microdureté des différentes phases du Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ étudiées par nanoindentation

part, et les différences constatées sur les mesures effectuées pour la matrice d'autre part conduisent à être critique envers ces résultats. En effet, les inclusions riches en titane ont des dimensions allant de $10 \times 10 \times 10 \mu\text{m}^3$ à $50 \times 10 \times 10 \mu\text{m}^3$ ce qui les rend facilement identifiables, et leur épaisseur est suffisamment grande pour être certain que le comportement observé soit entièrement dû aux inclusions sollicitées. Par contre, les inclusions de niobium sont relativement fines, la section des ellipsoïdes étant inférieure au micron. Lors d'une coupe longitudinale, l'épaisseur de l'inclusion est inconnue mais peut être faible, de quelques centaines de nanomètres, la matrice peut donc perturber les résultats. Cette remarque est également valable pour les mesures effectuées sur la matrice qui peuvent être perturbées par des inclusions de niobium voisines. Afin de limiter ce risque, des essais doivent être effectués sur des échantillons découpés dans le sens transverse. Ils permettent également de savoir si la réorientation des variantes de martensite observée avec l'échantillon N1 est visible de manière répétable, ou si ce résultat est dû à une erreur (erreur de mesure, voisinage d'un

précipité, défaut local du matériau, ...). Afin de vérifier cela, une seconde campagne d'essais de nanoindentation a été menée, d'une part sur du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ dans différents plans et en variant les conditions d'essai (vitesse, force appliquée), mais aussi sur un AMF monocristallin, le CuAlBe, afin d'essayer d'observer l'orientation des variantes de martensite. Le paragraphe suivant décrit ces essais.

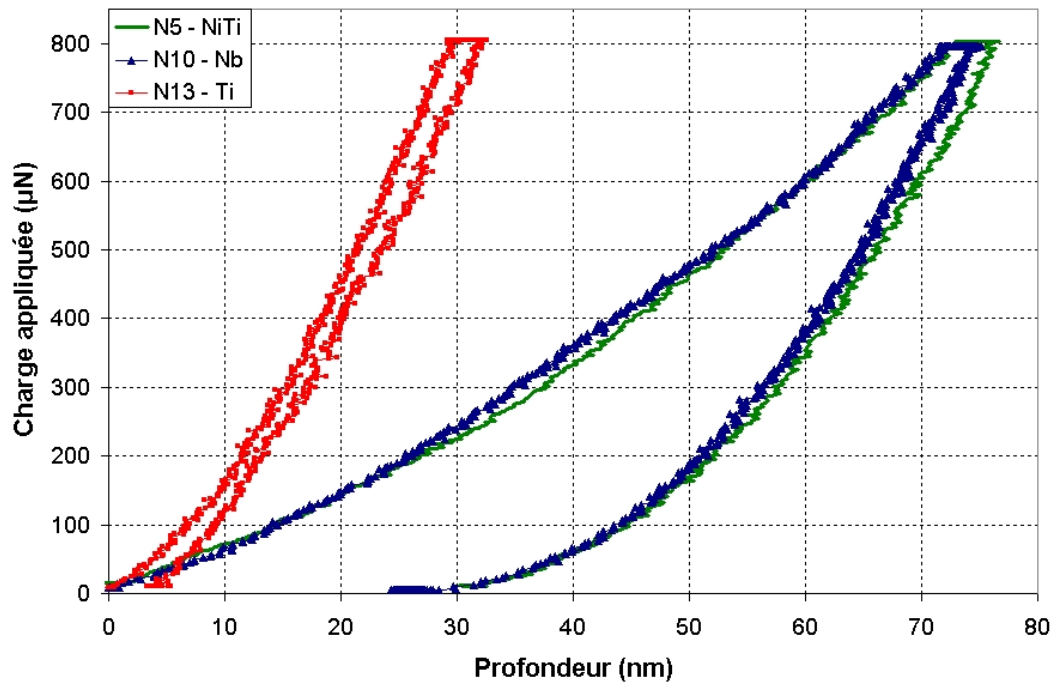


FIG. 2.30 – Comparaison des résultats moyens pour les différentes phases étudiées

Observations du comportement à mémoire de forme

Nanoindentation sur du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$: la charge de l'essai de nanoindentation N1 dont le comportement semble être celui de l'orientation des variantes de martensite est $800 \mu\text{N}$ et la vitesse est $160 \mu\text{N/s}$. De nombreux essais ont été réalisés à des charges allant de 1000 à $6000 \mu\text{N}$ et des vitesses allant de 65 à $200 \mu\text{N/s}$. Dans aucun cas un comportement pouvant s'identifier à de l'orientation martensitique n'a été observé, comme le montre la figure 2.31 pour deux charges à $1000 \mu\text{N}$ à deux vitesses différentes. L'ensemble des autres résultats est présenté dans l'annexe A.1.

Nanoindentation sur CuAlBe : sur les échantillons de CuAlBe, trois forces d'indentation ont été testées ($1000 \mu\text{N}$ sur neuf zones, $3000 \mu\text{N}$ sur onze zones et $5000 \mu\text{N}$ sur trois zones), ce qui équivaut à faire varier la profondeur d'indentation. L'influence de la vitesse d'indentation a également été testée (de 200 à $1000 \mu\text{N/s}$). Les figures 2.32, 2.33 et 2.34 ci-après montrent une partie représentative des résultats obtenus pour les forces à 1000 , 3000 et $5000 \mu\text{N}$, respectivement. L'ensemble des résultats sont présentés dans l'annexe A.1. De manière générale, quelle que soit la force appliquée, ni le comportement de type effet mémoire

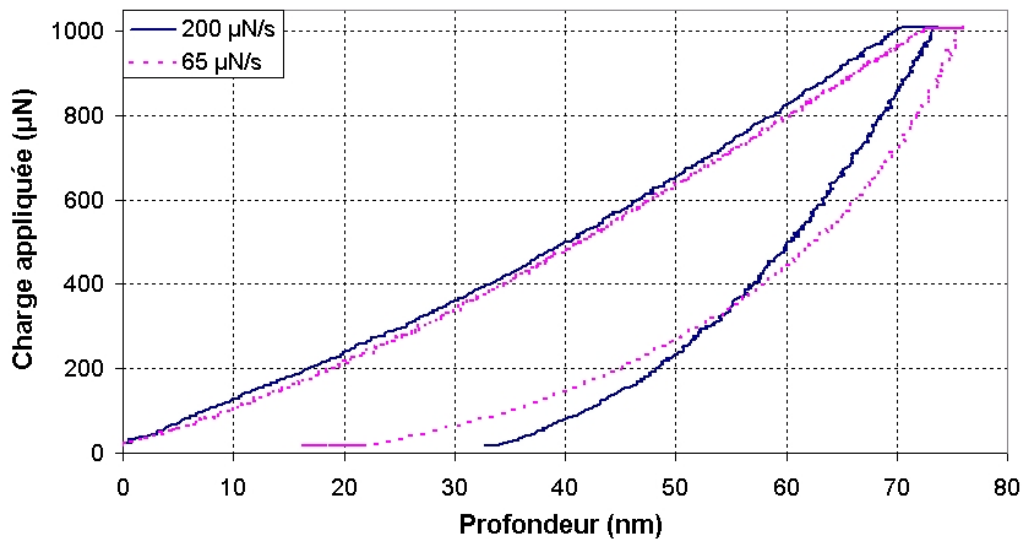


FIG. 2.31 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ avec une charge appliquée de 1000 μN et une vitesse de 65 et 200 $\mu\text{N/s}$

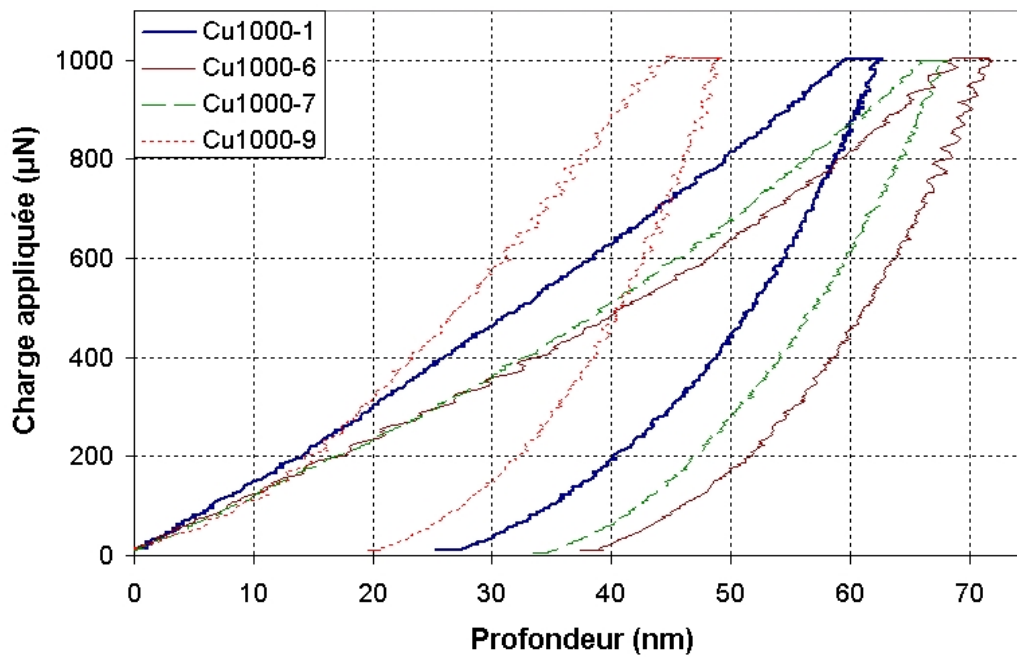


FIG. 2.32 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe (une charge appliquée de 1000 μN)

(qui aurait engendré une forte empreinte) ni le comportement superélastique (qui aurait engendré une faible empreinte) ne sont observés. De plus, la vitesse d'indentation n'a pas d'incidence sur les résultats obtenus. Le comportement est celui d'un matériau élastoplastique. Des différences sont remarquées au niveau de la profondeur d'indentation atteinte à une charge égale, elles s'expliquent par le caractère très texturé des AMF de type CuAlBe . Cette différence est d'autant moins prononcée que la charge appliquée est importante.

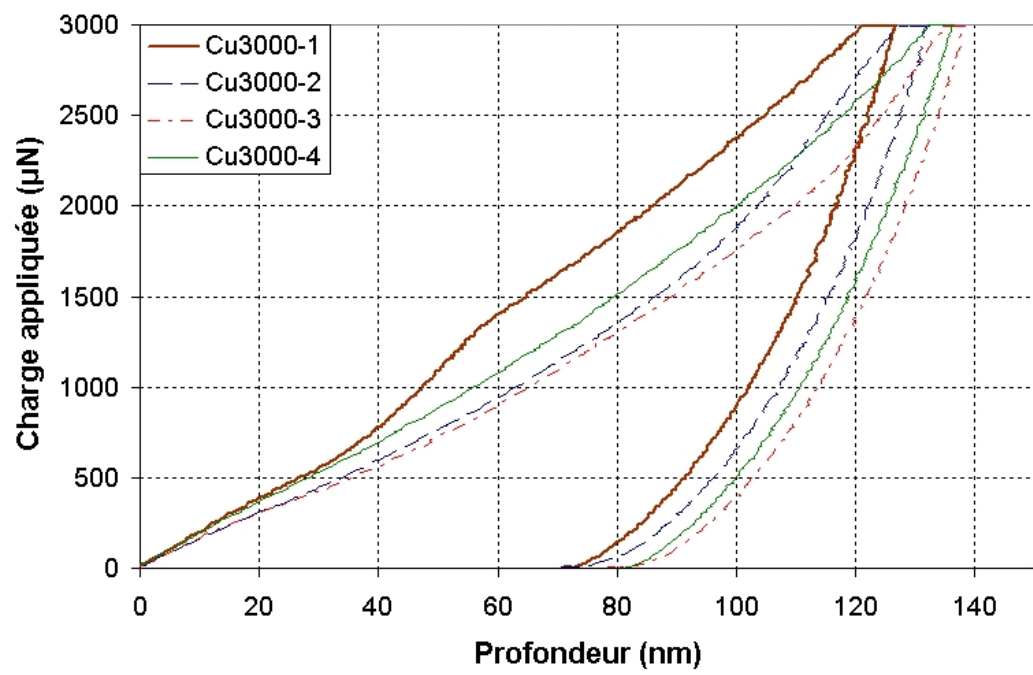


FIG. 2.33 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe (charge appliquée de 3000 µN)

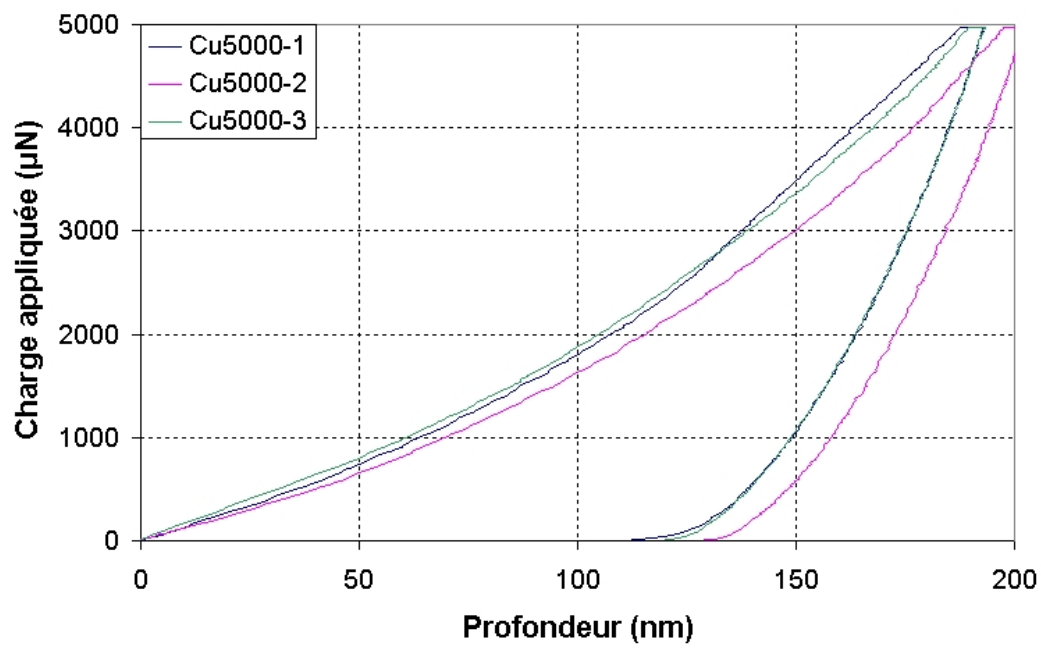


FIG. 2.34 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe (charge appliquée de 5000 µN)

Conclusion

Ces essais n’ont malheureusement pas permis d’identifier les paramètres liés à la matrice de NiTi. D’une manière générale, il semble relativement délicat de retrouver le comportement d’un alliage à mémoire de forme par des essais de nanoindentation. Un des paramètres

non testé mais qui pourrait avoir une grande importance est la forme de la pointe utilisée lors de l'essai. Tous les essais ont été effectués avec un indenteur de Berkovich (pyramide à base triangulaire). La pointe plastifie aisément la matière indentée. Il serait intéressant de réaliser le même type d'essai avec une pointe sphérique. Toutefois, le laboratoire dans lequel l'essai a été réalisé ne possède pas d'indenteur de ce type et n'est pas habitué à travailler avec (utilisation différente d'un indenteur de type Berkovich ou Vickers, exploitation des résultats, calcul de la surface de contact, ...). Cette étude pourra être poursuivie au LPMM qui est désormais équipé d'un nanoindenteur, avec différents types d'indenteurs dont des pointes sphériques.

Conclusion du chapitre

La figure 2.35 récapitule l'ensemble des résultats des essais expérimentaux présentés dans ce chapitre. La plupart des objectifs fixés sont atteints : les températures de transformation de l'alliage prédéformé ont permis de retrouver la valeur de la prédéformation, les observations microscopiques caractérisent la microstructure. Les essais de nanoindentation, de chauffage à déplacement imposé apportent des données quantitatives sur le comportement de l'alliage.

Néanmoins, les analyses par DRX n'ont pas révélé la fraction volumique de martensite initiale, ni l'évolution de cette fraction en fonction de la température. Malgré l'identification de l'ensemble des pics des diffractogrammes obtenus, la mauvaise diffraction de la phase de martensite ne permet pas d'obtenir des données quantitatives. De plus, le comportement local de la phase riche en NiTi n'a pas été obtenu lors des essais de nanoindentation.

Une partie des essais effectués est utilisée afin d'écrire le modèle de comportement de l'alliage présenté dans le chapitre suivant, l'autre partie permettant l'identification de certains paramètres matériau.

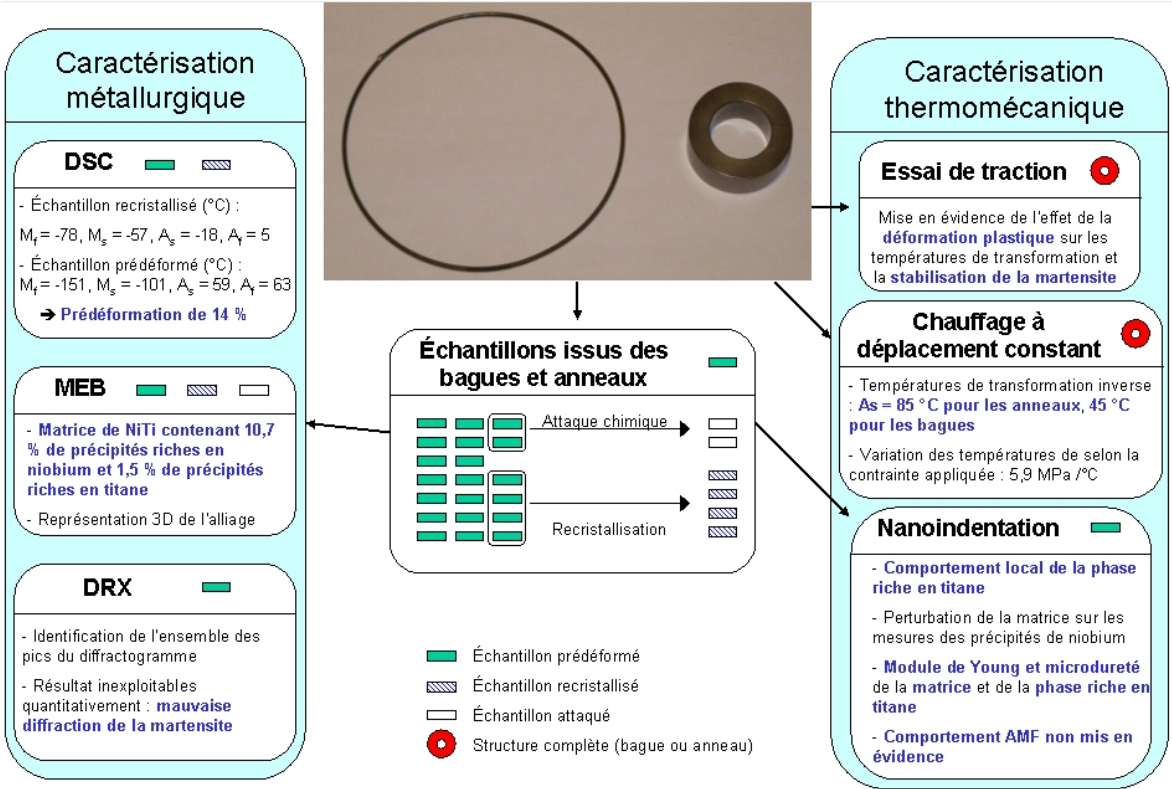


FIG. 2.35 – Synthèse des résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 2 : essais de caractérisation métallurgique (DSC, MEB, DRX) et essais de caractérisation thermomécanique (traction, chauffage à déplacement constant, nanoindentation)

Modélisation du comportement thermomécanique effectif du NiTiNb

Sommaire

3.1	Introduction	67
3.2	Modèle de comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$	67
3.2.1	Modélisation du comportement de la phase de NiTi	68
3.2.2	Modélisation du comportement de l'inclusion riche en niobium	71
3.2.3	Schéma de Mori-Tanaka	72
3.3	Résolution numérique et implantation du modèle	74
3.3.1	Méthode de résolution adoptée	74
3.3.2	Schéma de résolution étagée	75
3.3.3	Implantation dans un code de calcul par éléments finis	80
3.4	Identification des paramètres du modèle	81
3.4.1	Paramètres liés à la matrice AMF	81
3.4.2	Paramètres liés aux inclusions élastoplastiques	82
3.5	Étude d'influence des paramètres sur un cycle de serrage	82
	Conclusion	93

3.1 Introduction

Dans ce chapitre, la modélisation du comportement thermomécanique du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est présentée, et plus généralement celle du comportement d'un AMF contenant des inclusions élastoplastiques. Les observations expérimentales ont mis en évidence une microstructure hétérogène composée d'une matrice à mémoire de forme et d'inclusions principalement élastoplastiques. À partir de ces observations, une technique d'homogénéisation basée sur la solution de l'inclusion d'Eshelby est choisie afin de déterminer le comportement macro-homogène. L'influence de la matrice et des inclusions dans le comportement effectif est liée à la technique d'homogénéisation adoptée.

Le comportement AMF est représenté à l'aide du modèle général développé par Chemisky et Duval (Chemisky 2009, Duval 2009) au sein du LPMM et du LEMTA dans le cadre du projet ANR MAFESMA. L'algorithme du comportement élastoplastique des inclusions est celui proposé par Simo et Hughes (2000) basé sur la formulation de Wilkins (1964). La transition d'échelle est réalisée suivant le schéma de Mori-Tanaka inélastique.

La première partie de ce chapitre présente le schéma général permettant de formuler une loi de comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ à partir des observations expérimentales. Les différentes étapes sont ensuite détaillées, composées de la modélisation du comportement de chacune des phases et de l'homogénéisation. La seconde partie de ce chapitre expose l'implantation numérique du modèle. La méthode numérique adoptée pour la résolution des équations régissant le comportement effectif du modèle est celle de Newton-Raphson. L'outil numérique qui en résulte est utilisable avec de codes de calculs par éléments finis pour modéliser le comportement d'une matrice à mémoire de forme contenant des inclusions élastoplastiques. Une identification des paramètres du matériau étudié dans la troisième partie du chapitre permet la simulation du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. Une étude de sensibilité des paramètres matériau est ensuite effectuée sur un cycle de serrage.

3.2 Modèle de comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$

La figure 3.1 représente la stratégie d'homogénéisation adoptée pour modéliser le comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. Les observations expérimentales ont révélé une microstructure composée d'une matrice et de deux types de précipités : riches en niobium et riches en titane ($\text{Ti}_3(\text{Ni},\text{Nb})_2$). La matrice polycristalline est principalement constituée de NiTi. Les précipités riches en niobium sont répartis de manière homogène dans la matrice, et leur fraction massique est voisine de 10 %. Les précipités riches en titane ne sont pas pris en considération dans le modèle car leur fraction massique est trop faible pour représenter le comportement effectif du matériau. De plus, ces précipités fragiles sont enrobés par des précipités riches en niobium, bien plus souples. Ceci entraîne que leur influence est limitée lors d'un chargement mécanique car ils se comportent comme un corps rigide.

En accord avec les techniques de transition d'échelle présentées au chapitre 1, le schéma de Mori-Tanaka est adopté pour homogénéiser le comportement du VER composé d'une ma-

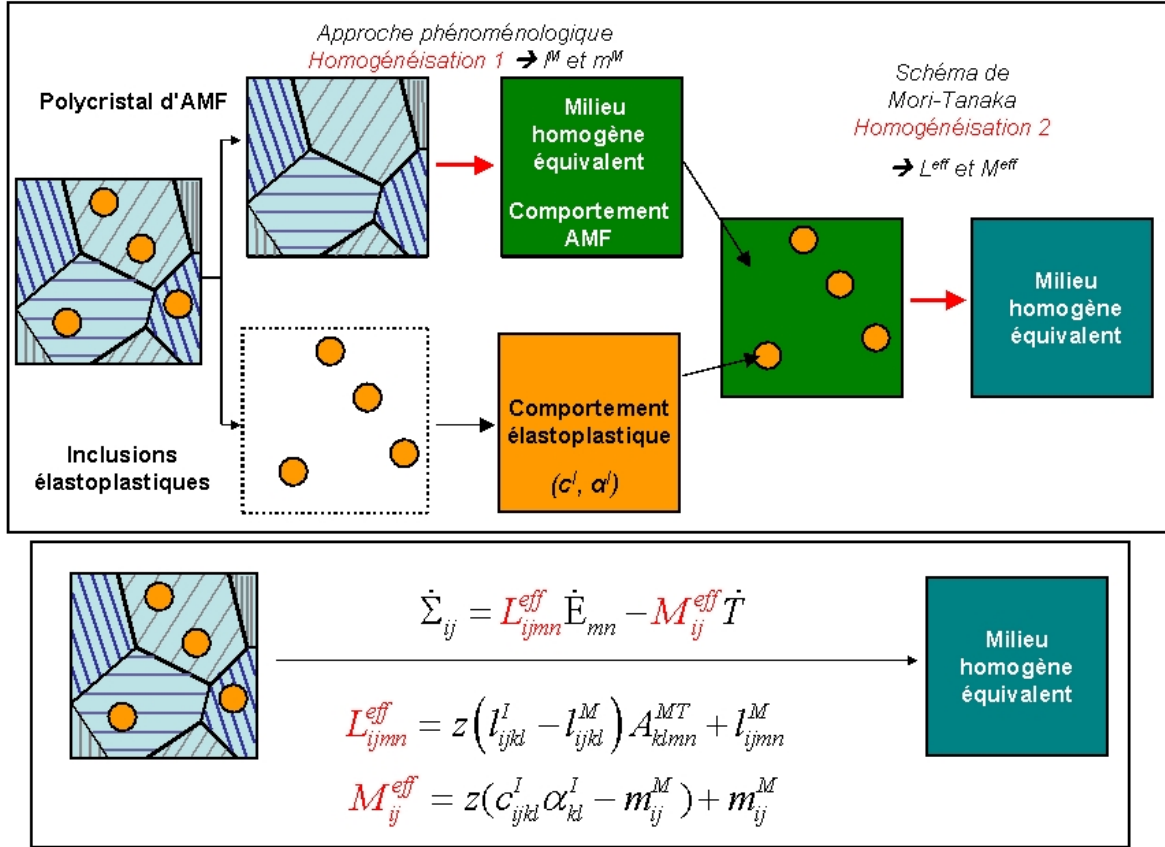


FIG. 3.1 – Stratégie d'homogénéisation permettant d'obtenir une loi de comportement macrohomogène depuis une microstructure hétérogène composée d'une matrice polycristalline en AMF et d'inclusions élastoplastiques sphériques

trice en AMF de NiTi au sein de laquelle les précipités de niobium sont considérés comme des inclusions élastoplastiques. Ce VER est décrit par la figure 3.2. Les inclusions sont modélisées avec une forme sphérique et la matrice de NiTi est choisie comme matériau de référence.

Comme le montre la figure 3.1, les deux phases sont dans un premier temps dissociées dans le but de modéliser le comportement de chacune d'elles. Un milieu homogène équivalent au polycristal d'AMF est considéré pour modéliser le comportement local de la matrice de NiTi, celui des inclusions étant traité avec un modèle élastoplastique. Les lois de comportement locales de chacune des phases sont définies avec les modules tangents mécaniques et thermiques, présentées dans les deux prochaines sections. Ensuite, la formulation effective du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est obtenue en utilisant le schéma de Mori-Tanaka.

3.2.1 Modélisation du comportement de la phase de NiTi

Parmi les modèles 3D de comportement des AMF présentés dans le chapitre 1, celui développé au LPMM et au LEMTA a été choisi. Les nombreux avantages qu'il présente et qui justifient son choix dans le présent travail sont la facilité d'identification des paramètres

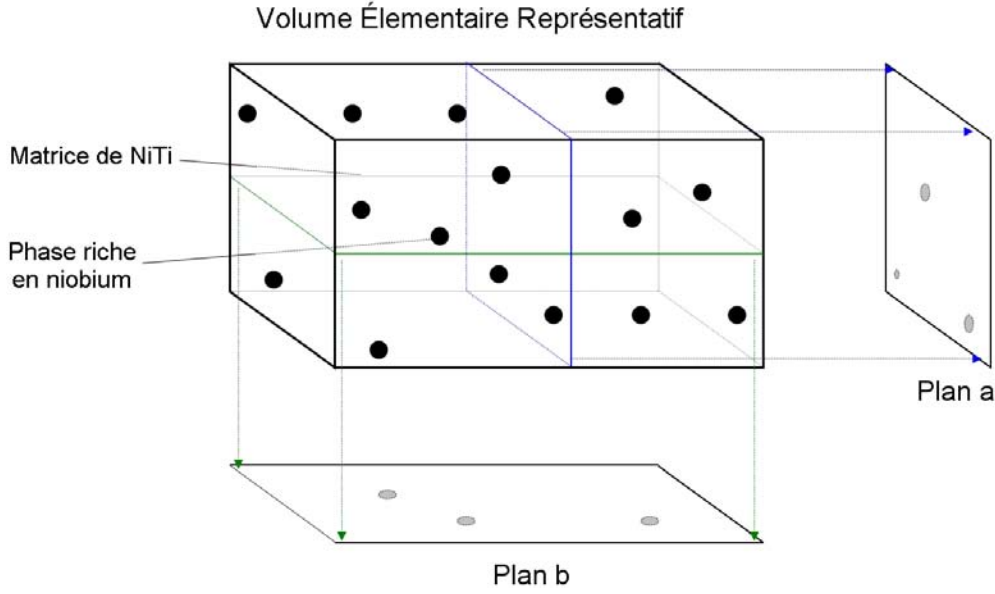


FIG. 3.2 – Volume Élémentaire Représentatif de la microstructure du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ composé d'une matrice en AMF et d'inclusions élastoplastiques sphériques

matériau, ainsi que la prise en compte des principaux comportements des AMF joint à une intégration numérique robuste, permettant l'utilisation de ce modèle dans des codes de calcul par éléments finis. Il est issu du travail de thèse de Bertrand Peultier (Peultier 2005) qui a été amélioré dans le cadre des thèses de Yves Chemisky (Chemisky 2009)) du LPMM, d'Arnaud Duval du LEMTA (Duval 2009)) et dans le cadre du travail de thèse présenté dans ce mémoire. Ce modèle est basé sur la thermodynamique des processus irréversibles, l'énergie libre de Gibbs étant définie dans l'équation 1.2. Différents types de mécanismes physiques sont à l'origine de la déformation macroscopique totale du VER :

$$E_{ij}^{tot} = E_{ij}^e + E_{ij}^{th} + E_{ij}^T + E_{ij}^{tw} \quad (3.1)$$

- la déformation élastique E_{ij}^e ,
- la déformation E_{ij}^{th} due à la dilatation thermique lors d'une variation de température de ΔT , $E_{ij}^{th} = \alpha \delta_{ij} \Delta T$,
- la déformation de transformation E_{ij}^T comme étant le produit entre la fraction volumique de martensite f et la déformation moyenne de transformation $\bar{\varepsilon}_{ij}^T$ (Peultier 2005).
- la déformation d'accommodation inélastique des macles E_{ij}^{tw} comme étant le produit entre la fraction volumique de martensite maclée f^{FA} et la déformation moyenne d'accommodation du volume de martensite maclée $\bar{\varepsilon}_{ij}^{tw}$ (Chemisky 2009).

Cette approche comporte 3 variables internes : f , $\bar{\varepsilon}_{ij}^T$ et $\bar{\varepsilon}_{ij}^{tw}$.

Définition du potentiel thermodynamique

Le potentiel thermodynamique est exprimé à partir de l'écriture de l'énergie libre de Gibbs du système considéré, dépendant des variables intensives T , Σ_{ij} et des trois variables internes. Ainsi, on a

$$\dot{G} = \frac{\delta G}{\delta \Sigma} : \dot{\Sigma} + \frac{\delta G}{\delta T} \cdot \dot{T} + \frac{\delta G}{\delta f} \cdot \dot{f} + \frac{\delta G}{\delta \bar{\varepsilon}^T} : \dot{\bar{\varepsilon}}^T + \frac{\delta G}{\delta \bar{\varepsilon}^{tw}} : \dot{\bar{\varepsilon}}^{tw} \quad (3.2)$$

Le second principe de la thermodynamique entraîne :

$$-\frac{\delta G}{\delta \Sigma} : \dot{\Sigma} - \frac{\delta G}{\delta T} \cdot \dot{T} - \frac{\delta G}{\delta f} \cdot \dot{f} - \frac{\delta G}{\delta \bar{\varepsilon}^T} : \dot{\bar{\varepsilon}}^T - \frac{\delta G}{\delta \bar{\varepsilon}^{tw}} : \dot{\bar{\varepsilon}}^{tw} - S \cdot \dot{T} - E : \dot{\Sigma} - \vec{q} \cdot \frac{\vec{\text{grad}} T}{T} \geq 0 \quad (3.3)$$

La variation de l'énergie libre de Gibbs est considérée entre un état biphasé et un état initial totalement austénitique. L'état initial est défini à $T = T_0$ et $\Sigma_{ij} E_{ij} = 0$. En partant des équations 1.1 et 1.2, la variation s'écrit :

$$\begin{aligned} \Delta G &= G^{biphase} - G^A \\ &= -\Delta T S^A + f(\Delta U - T \Delta S) - \Sigma_{ij} E_{ij} + C_v \left((T - T_0) - T \log \frac{T}{T_0} \right) + G^{int} \end{aligned} \quad (3.4)$$

L'énergie d'interaction traduit l'interaction entre les variantes de martensite, entre les grains ainsi que de l'interaction entre les macles. Peultier (2005), Chemisky (2009) et Duval (2009) ont défini cette énergie 3.5 :

$$\begin{aligned} G^{int} &= \frac{1}{2} \Sigma_{ij} S_{ijkl} \Sigma_{kl} - \Sigma_{ij} \alpha_{ij} \Delta T - \Sigma_{ij} f \bar{\varepsilon}_{ij}^T - \Sigma_{ij} f^{FA} \bar{\varepsilon}_{ij}^{tw} \\ &\quad + \frac{1}{2} f H_\varepsilon \bar{\varepsilon}_{ij}^T \bar{\varepsilon}_{ij}^T + \frac{1}{2} H_f f^2 + \frac{1}{2} f^{FA} H_{tw} \bar{\varepsilon}_{ij}^{tw} \bar{\varepsilon}_{ij}^{tw} \end{aligned} \quad (3.5)$$

En définissant la température d'équilibre de la transformation $T_0 = \frac{\Delta U}{\Delta S}$ et une variation B de l'entropie autour de T_0 ($B = \Delta S$), on obtient :

$$f(\Delta U - T \Delta S) = B(T - T_0)f \quad (3.6)$$

Ainsi, le potentiel thermodynamique du modèle considéré devient :

$$\begin{aligned} \Delta G(\Sigma_{ij}, T, f, \bar{\varepsilon}_{ij}^T, \bar{\varepsilon}_{ij}^{tw}) &= -\frac{1}{2} \Sigma_{ij} S_{ijkl} \Sigma_{kl} - \Sigma_{ij} \alpha_{ij} \Delta T - \Delta T S^A - \Sigma_{ij} f \bar{\varepsilon}_{ij}^T - \Sigma_{ij} f^{FA} \bar{\varepsilon}_{ij}^{tw} \\ &\quad + B(T - T_0)f + \frac{1}{2} f H_\varepsilon \bar{\varepsilon}_{ij}^T \bar{\varepsilon}_{ij}^T + \frac{1}{2} H_f f^2 + \frac{1}{2} f^{FA} H_{tw} \bar{\varepsilon}_{ij}^{tw} \bar{\varepsilon}_{ij}^{tw} \end{aligned} \quad (3.7)$$

Forces thermodynamiques

En partant du potentiel défini, des forces thermodynamiques (transformation, orientation, démasclage, entropique et élastique) régissant l'état du système sont associées à chacune des variables. Ces forces sont obtenues en dérivant le potentiel par rapport à leur variable

associée.

$$F_f = -\frac{\delta(\Delta G)}{\delta f} = \Sigma_{ij}\bar{\varepsilon}_{ij}^T - B(T - T_0) - h_f f - \frac{1}{2}H_\varepsilon\bar{\varepsilon}_{ij}^T\bar{\varepsilon}_{ij}^T \quad (3.8)$$

$$f.F_{\bar{\varepsilon}_{ij}^T} = -\frac{\delta(\Delta G)}{\delta\bar{\varepsilon}_{mn}^T} = f(\Sigma_{ij} - \delta_{ij}\frac{\Sigma_{kk}}{3} - H_\varepsilon\bar{\varepsilon}_{ij}^T) \quad (3.9)$$

$$f^{FA}F_{\bar{\varepsilon}_{ij}^{twin}} = -\frac{\delta(\Delta G)}{\delta\bar{\varepsilon}_{ij}^{twin}} = f^{FA}(\Sigma_{ij}^D - H_{twin}\bar{\varepsilon}_{ij}^{twin}) \quad (3.10)$$

$$F_T = -\frac{\delta(\Delta G)}{\delta T} = \Sigma_{ij}\alpha_{ij} + S^A - Bf \quad (3.11)$$

$$F_{\Sigma_{ij}} = -\frac{\delta(\Delta G)}{\delta\Sigma_{mn}} = S_{ijkl}\Sigma_{kl} + \alpha_{ij}\Delta T + f\bar{\varepsilon}_{ij}^T + f^{FA}\bar{\varepsilon}_{ij}^{twin} \quad (3.12)$$

Ces forces motrices sont comparées aux forces critiques dans le but de déterminer les mécanismes activés. Les forces critiques dépendent à la fois du matériau et de l'histoire du chargement (gestion des boucles internes). En tenant compte de la loi de cohérence, ($\dot{F}_x = \dot{F}_x^C$ avec $x = f, \bar{\varepsilon}^T, T, \Sigma_{ij}$), la loi de comportement est décrite de manière incrémentale :

$$\dot{\sigma}_{ij}^M(r) = l_{ijkl}^M(r)\dot{\varepsilon}_{kl}^M(r) - m_{ij}^M\dot{T} \quad (3.13)$$

avec l^M et m^M respectivement les modules tangents mécaniques et thermiques. Les aspects liés à la gestion des chargements partiels (boucles internes) et des saturations sont détaillés dans les thèses de Chemisky (2009) et Duval (2009).

3.2.2 Modélisation du comportement de l'inclusion riche en niobium

Les inclusions ont un comportement élastoplastique. Un algorithme de plasticité développé par Simo et Hughes (2000) basé sur la méthode du retour radial a été choisi pour modéliser le comportement des inclusions, originellement proposé par Wilkins (1964). Une loi d'écrouissage de Swift décrite par une fonction de Ludwick est considérée pour l'écrouissage isotrope :

$$\sigma_{eq} = \sigma_Y + H_{iso}p^{\frac{1}{n}} \quad (3.14)$$

avec σ_Y la limite élastique, p la déformation plastique cumulée, et H_{iso} et n deux paramètres d'écrouissage. La déformation totale s'écrit :

$$\varepsilon_{ij}^{tot} = \varepsilon_{ij}^e + \varepsilon_{ij}^{th} + \varepsilon_{ij}^p \quad (3.15)$$

avec :

- la déformation élastique ε_{ij}^e ,
- la déformation ε_{ij}^{th} due à la dilatation thermique lors d'une variation de température entre une température de référence T_{ref} et une température T , $\varepsilon_{ij}^{th} = \alpha\delta_{ij}(T_{ref} - T)$,
- la déformation plastique $\dot{\varepsilon}_{ij}^p = \sqrt{\frac{3}{2}}\dot{p}.n_{ij}$ avec n_{ij} la direction d'écoulement.

L'équation constitutive peut ainsi s'écrire :

$$\dot{\sigma}_{ij}^I = l_{ijkl}^I(r) \dot{\varepsilon}_{kl}^I - c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I \dot{T} \quad (3.16)$$

avec l^I et α^I étant respectivement les modules tangents mécaniques et la dilatation thermique, et c^I le tenseur d'élasticité.

3.2.3 Schéma de Mori-Tanaka

Le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est considéré comme un composite dont la matrice en AMF (NiTi) comporte des inclusions élastoplastiques sphériques (précipités de niobium). La technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka permet d'avoir une loi de comportement effective macrohomogène modélisant le comportement microhétérogène du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$.

De nombreux modèles d'homogénéisation sont développés à partir de la résolution de

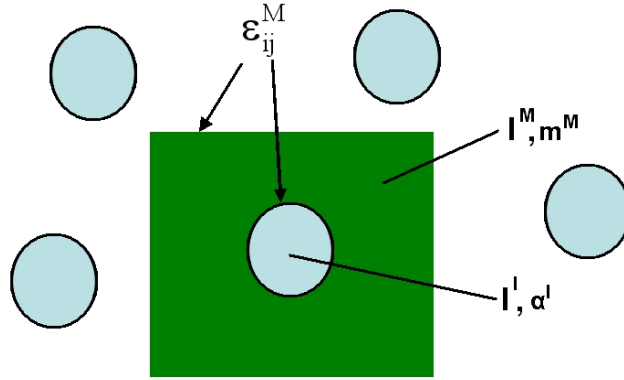


FIG. 3.3 – Représentation 2D de la solution inélastique de Mori-Tanaka

l'équation intégrale qui exprime la déformation locale dans un domaine hétérogène appartenant à un milieu infini. Cette équation dépend de la déformation imposée aux limites de ce domaine, des propriétés mécaniques des phases le constituant et de la forme géométrique des inclusions :

$$\varepsilon_{ij}(r) = \varepsilon_{ij}^0(r) - \int_V \Gamma_{ijkl}(r - r') \tau_{kl}(r) dV' \quad (3.17)$$

avec V le volume du milieu, Γ le tenseur de Green modifié d'ordre 4 et τ un tenseur d'ordre 2. Ces deux derniers sont définis ainsi, à partir du tenseur de Green G et du comportement élastique $c(r) = C^0 + \delta c(r)$ du domaine :

$$\Gamma_{mnij}(r - r') = \frac{1}{2} (G_{mi,nj'}(r - r') + G_{ni,mj'}(r - r')) \quad (3.18)$$

$$\tau_{ij}(r) = \delta c_{ijmn}(r) \varepsilon_{mn} - c_{ijmn}(r) \varepsilon_{mn}^{ine}(r) \quad (3.19)$$

Davantage de détails sur l'équation intégrale sont donnés dans l'annexe A.2. Cette équation est la base de la solution d'Eshelby qui considère le cas général d'une inclusion élastoplastique placée dans une matrice inélastique. La déformation ε_{mn}^I dans l'inclusion en fonction de la déformation macroscopique E_{ij} est exprimée :

$$\dot{\varepsilon}_{mn}^I = A_{mni j}^{esh} \dot{E}_{ij} \quad (3.20)$$

avec

$$A_{mni j}^{esh} = [I_{ijmn} - T_{ijkl}^{II} (l_{klmn}^M - l_{klmn}^I)]^{-1} \quad (3.21)$$

Le tenseur I est le tenseur identité d'ordre 4. Le tenseur d'interaction de Hill T^{II} dérivé de la théorie de l'inclusion d'Eshelby dépend de la forme de l'inclusion et du matériau constituant la matrice. Il s'écrit :

$$T_{ijkl}^{II} = \int_V \Gamma_{ijkl}(r - r') dV' \quad (3.22)$$

Dans la solution d'Eshelby, la déformation imposée sur le domaine considéré est supposée égale à la déformation macroscopique ($\dot{\varepsilon}_{ij}^0(r) = \dot{E}_{ij}$). La déformation dans l'inclusion est considérée uniforme ($\dot{\varepsilon}_{mn}^I(r) = \dot{\varepsilon}_{mn}^I$). Davantage de détails sur la solution d'Eshelby sont donnés dans l'annexe A.3.

Le schéma de Mori-Tanaka est une généralisation de la solution d'Eshelby dans le cas où les inclusions se distinguent clairement de la matrice et leur fraction est faible (inférieure à 20 %). De plus, l'interaction entre ces inclusions n'est pas considérée. La déformation à la limite des inclusions est supposée être égale à la déformation dans la matrice (Mori et Tanaka 1973).

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^I = \dot{\varepsilon}_{ij}^M + T_{ijkl}^{II} (l_{klmn}^M - l_{klmn}^I) \dot{\varepsilon}_{mn}^I \quad (3.23)$$

La déformation globale est égale à la somme entre celle dans l'inclusion et celle dans la matrice, chacune pondérée par sa fraction volumique (loi des mélanges). z représente la fraction volumique de l'inclusion et par conséquent celle de la matrice est $(1 - z)$ avec $(0 < z < 1)$.

$$\dot{E}_{ij} = z \dot{\varepsilon}_{ij}^I + (1 - z) \dot{\varepsilon}_{ij}^M \quad (3.24)$$

Le tenseur de localisation du quatrième ordre A^{MT} permet d'exprimer la déformation dans l'inclusion en fonction de la déformation macroscopique :

$$\begin{aligned} \dot{\varepsilon}_{mn}^I &= A_{mni j}^{MT} \dot{E}_{ij} \\ \dot{\varepsilon}_{mn}^M &= \frac{1}{1 - z} ((I_{mni j} - z A_{mni j}^{MT}) \dot{E}_{ij}) \end{aligned} \quad (3.25)$$

avec

$$A_{mni j}^{MT} = [I_{ijmn} - (1 - z) T_{ijkl}^{II} (l_{klmn}^M - l_{klmn}^I)]^{-1} \quad (3.26)$$

La technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka décrite précédemment permet d'avoir une loi de comportement effective macrohomogène modélisant de manière moyenne le comportement microhétérogène du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$.

Les déformations dans l'inclusion et dans la matrice dérivent de la déformation macroscopique (3.25). Ainsi, en prenant en compte les équations constitutives dans la matrice (3.13) et dans l'inclusion (3.16), la loi constitutive effective devient :

$$\begin{aligned}\dot{\Sigma}_{ij} &= z\dot{\sigma}_{ij}^I + (1-z)\dot{\sigma}_{ij}^M \\ &= z(l_{ijkl}^I \dot{\varepsilon}_{kl}^I - c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I \dot{T}) + (1-z)(l_{ijkl}^M \dot{\varepsilon}_{kl}^M - m_{ij}^M \dot{T}) \\ &= L_{ijmn}^{eff} \dot{E}_{mn} - M_{ij}^{eff} \dot{T}\end{aligned}\quad (3.27)$$

avec

$$\begin{aligned}L_{ijmn}^{eff} &= z(l_{ijkl}^I - l_{ijkl}^M)A_{klmn}^{MT} + l_{ijmn}^M \\ M_{ij}^{eff} &= m_{ij}^M + z(c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I - m_{ij}^M)\end{aligned}\quad (3.28)$$

Le détail des calculs est présenté dans l'annexe A.5.

3.3 Résolution numérique et implantation du modèle

Le système d'équations général comprend les équations liées à la matrice de NiTi, aux inclusions riches en niobium et à la technique d'homogénéisation. Il est déséquilibré par la déformation macroscopique effective, ce qui entraîne un déséquilibre dans chacune des phases. Deux stratégies de résolution implicite du système global ont été testées. La première est une résolution étagée qui consiste à déséquilibrer la déformation de chacune des phases par la déformation principale ($\varepsilon_{ij}^M = E_{ij}^{tot}$ et $\varepsilon_{ij}^I = E_{ij}^{tot}$), puis d'y résoudre le problème de manière indépendante. Lorsque les deux phases sont rééquilibrées, le tenseur de Mori-Tanaka est calculé et la distribution initiale de la déformation est vérifiée. Si cette déformation est conforme, le système global est en équilibre, sinon une correction est apportée sur les déformations dans chacune des phases via la technique de Newton-Raphson. Cette démarche est suivie jusqu'à l'équilibre du système. La seconde stratégie de résolution consiste à résoudre l'ensemble du problème dans un unique système d'équations. Le déséquilibre engendré par la déformation totale est directement réparti dans chacune des phases via le tenseur de Mori-Tanaka. Après une description du schéma de résolution de Newton-Raphson, le schéma de résolution étagée adopté pour le modèle est décrit. Une comparaison et discussion avec la méthode de résolution directe, présentées dans l'annexe A.6, sont proposées.

3.3.1 Méthode de résolution adoptée

Les équations sont regroupées dans un système sous une forme unique $F(X, Y) = 0$ en notant X les variables inconnues et Y les variables de pilotage. Le système initialement à l'équilibre et les variables de pilotage Y du système ont été modifiées d'un incrément ΔY :

$F(X, Y + \Delta Y) \neq 0$. L'objectif est alors de trouver la valeur des incréments ΔX permettant de rééquilibrer le système, de manière à avoir : $F(X + \Delta X, Y + \Delta Y) = 0$.

L'approche de Newton Raphson consiste à faire un développement limité au premier ordre du système. Il s'agit donc de dériver les différentes équations en fonction des variables inconnues. Par inversion du problème, une première estimation de ΔX est obtenue. Toutefois, le système étant non linéaire, un développement limité au premier ordre ne suffit pas à trouver la solution exacte et plusieurs itérations sont nécessaires pour converger vers la bonne solution $X^{n+1} = X^n + \Delta X^I$. Chaque correction calculée à chaque itération est notée $\delta\Delta X$.

Le schéma de Newton Raphson est le suivant :

1. À l'état initial, le système est en équilibre : $F(X, Y) = 0$.
2. Le système est déséquilibré par les variables de pilotage ΔY : $F(X, Y + \Delta Y) \neq 0$.
Il s'agit donc de trouver le ΔX tel que $F(X + \Delta X, Y + \Delta Y) = 0$.
3. Approximation de Newton-Raphson :

$$F(X + \Delta X^i, Y + \Delta Y) + J * \delta\Delta X \approx 0 \quad (3.29)$$

avec $J = \frac{\delta F}{\delta \Delta X}$ le Jacobien du système.

4. Calcul de la correction de Newton par inversion de la relation linéarisée :

$$\delta\Delta X = J^{-1}(-F(X + \Delta X^i, Y + \Delta Y)) \quad (3.30)$$

5. Amortissement de la correction pour que les variables internes A restent dans leurs bornes lors de leur évolution : recherche de α telle que $(|A + \Delta A + \alpha\delta\Delta A| < A^{limite})$.
6. Mise à jour de l'incrément :

$$\Delta X^{i+1} = \Delta X^i + \alpha\delta\Delta X \quad (3.31)$$

7. Retour à l'étape 2, tant que $F(X + \Delta X^{i+1}, Y + \Delta Y) \neq 0$, à un résidu numérique près.
8. Lorsque $F(X + \Delta X^{i+1}, Y + \Delta Y) = 0$, calcul des modules tangents $\frac{\Delta X}{\Delta Y}$.

3.3.2 Schéma de résolution étagée

Le schéma de résolution est présenté sur la figure 3.4. Les modèles de comportement des deux phases, AMF et élastoplastique, sont chacun implantés dans une routine (Module 1 et Module 2, respectivement). Ces routines contiennent des variables internes (nommées (IV) sur la figure) et sont pilotées en déformation et en température. Ainsi, les informations à donner en entrée sont la valeur des variables internes à l'instant (n-1) et les incréments de déformation et de température permettant le déséquilibre du système. En sortie sont données les valeurs des variables internes à l'instant (n), la contrainte calculée et les modules tangents. Dans chaque phase, la loi de comportement est résolue par un schéma d'Euler implicite faisant appel à la technique de Newton-Raphson.

Une troisième routine permettant la résolution globale du système est programmée, faisant appel aux deux routines précédentes et gérant la transition d'échelle. La technique de Newton-Raphson est également utilisée.

Les valeurs initiales des déformations dans les phases sont considérées égales à la déforma-

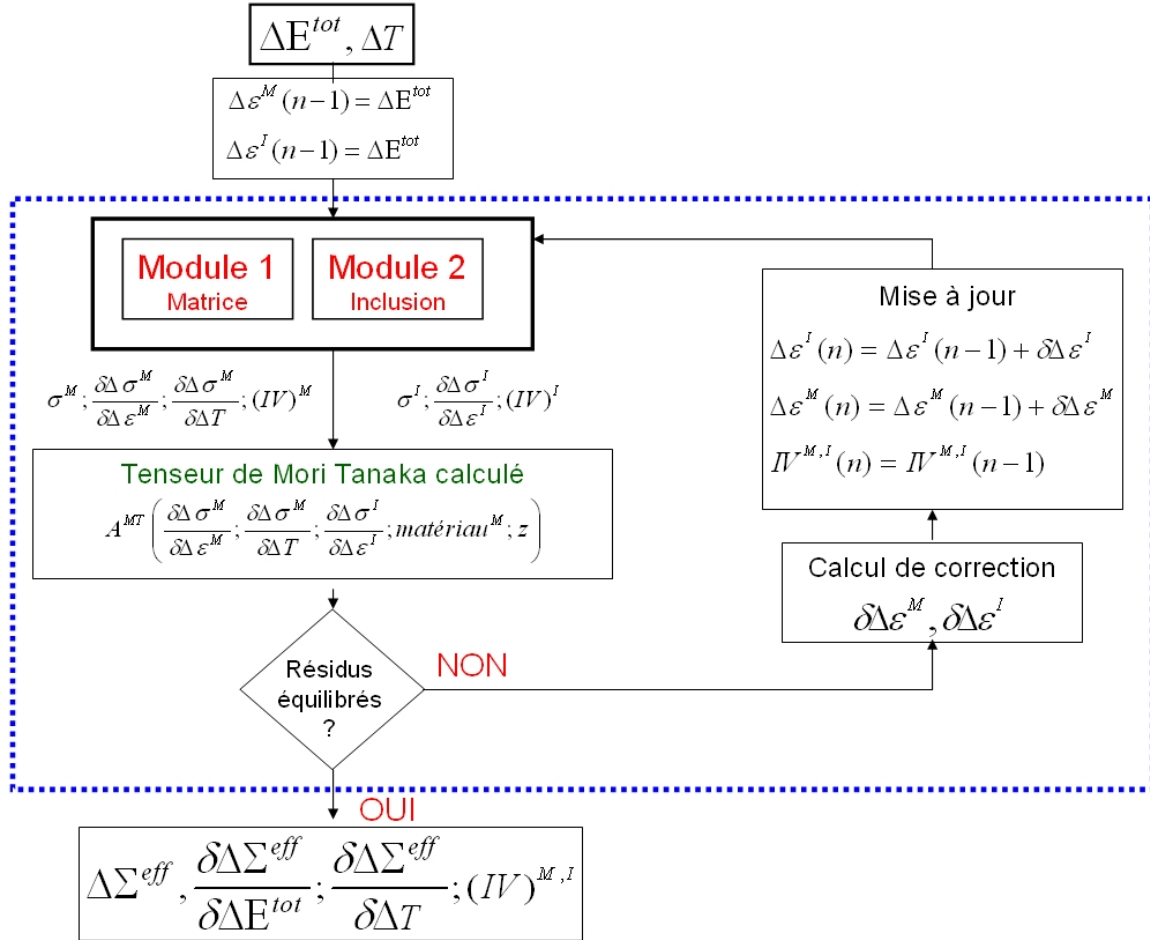


FIG. 3.4 – Schéma de résolution étagée du système global permettant la modélisation d'une matrice de NiTi contenant des inclusions élastoplastiques avec la technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka

tion macroscopique. Les systèmes d'équations de chacune des phases sont rééquilibrés par une augmentation de la contrainte. Le calcul du module tangent permet une première approximation du tenseur de Mori-Tanaka et les deux équations (3.32) sont équilibrées suivant le schéma de Newton-Raphson. Ce schéma apporte des corrections sur $\Delta \varepsilon_{ij}^I$ et $\Delta \varepsilon_{ij}^M$ jusqu'à ce que les résidus (3.33) soient annulés.

$$\begin{aligned}\Delta \varepsilon_{ij}^I &= A_{ijkl}^{MT} \Delta E_{kl}^{tot} \\ \Delta \varepsilon_{ij}^M &= \frac{1}{1-z} \left((I_{ijkl} - z A_{ijkl}^{MT}) \Delta E_{kl}^{tot} \right)\end{aligned}\quad (3.32)$$

Lors de chaque boucle, les valeurs corrigées des déformations dans les phases sont considérées, et de fait les modules tangents également, conduisant à un nouveau tenseur de Mori-Tanaka. Lorsque l'équilibre est obtenu, la cohérence entre la prédiction de la déformation et

les incréments de déformations calculés par le tenseur de Mori-Tanaka est vérifiée.

$$\begin{aligned} R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I} &= \Delta \varepsilon_{ij}^I - A_{ijkl}^{MT} \Delta E_{kl}^{tot} \\ R_{\Delta \varepsilon_{ij}^M} &= \Delta \varepsilon_{ij}^M - \frac{1}{1-z} \left((I_{ijkl} - z A_{ijkl}^{MT}) \Delta E_{kl}^{tot} \right) \end{aligned} \quad (3.33)$$

Le Jacobien s'écrit :

$$J = \begin{bmatrix} \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^M} \\ \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^M}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^M}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^M} \end{bmatrix} \quad (3.34)$$

La dimension du Jacobien est 12x12. Les détails des résidus et de leurs dérivées sont donnés dans l'annexe A.7. Les deux paragraphes suivants présentent respectivement la méthode de résolution employée afin d'équilibrer le système lié au modèle de comportement à mémoire de forme, et celui lié au comportement élastoplastique.

Résolution implicite des équations constitutives de la matrice en AMF

Le système est composé de 4 résidus déséquilibrés par la variable de déformation. Il s'agit du résidu de transformation R_f , du résidu de déformation de transformation $R_{\bar{\varepsilon}^T}$, du résidu d'écoulement de la déformation de transformation $R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T}$ et du résidu d'élasticité $R_{\sigma_{ij}^M}$. Les équations peuvent être écrites de la manière suivante :

$$F(\Delta X) = \begin{cases} R_f(\Delta X) : \text{résidu de transformation} \\ R_{\bar{\varepsilon}^T}(\Delta X) : \text{résidu de déformation de transformation} \\ R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T}(\Delta X) : \text{résidu d'écoulement de la déformation de transformation} \\ R_{\sigma_{ij}^M}(\Delta X) : \text{résidu élastique} \end{cases} \quad (3.35)$$

exprimées avec les variables suivantes :

$$\Delta X = \begin{cases} \Delta f : \text{fraction volumique de martensite} \\ \Delta \bar{\varepsilon}^T : \text{déformation moyenne de transformation} \\ \Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T : \text{direction de la déformation moyenne de transformation} \\ \Delta \sigma^M : \text{contrainte} \end{cases} \quad (3.36)$$

Les bornes de la fraction martensitique sont 0 (pas de martensite) et 1 (pas d'austénite), soit $0 \leq f \leq 1$, et la déformation moyenne de transformation est bornée par la déformation maximale de transformation, $|\bar{\varepsilon}^T| \leq \varepsilon_{max}^T$. Les 4 équations du système à résoudre dépendent de l'activation ou non de certains phénomènes (transformation de phase, orientation des variantes de martensite).

- Dans le cas du résidu de transformation R_f , lorsque la transformation martensitique est activée, la force de transformation F_f est comparée avec la force critique de transformation F_f^{crit} . Cette dernière dépend des paramètres F_f^{max} et F_f^{min} représentant res-

pectivement la force maximale et minimale de transformation martensitique, et tient compte des précédents chargements (phénomène de boucle interne) avec les variables de mémoire F_f^{mem} et γ_f . Le résidu de transformation est alors défini :

$$R_f = |F_f - (1 - \gamma_f) \cdot F_f^{mem}| - F_f^{crit} \quad (3.37)$$

avec

$$F_f^{crit} = (1 - \gamma_f) F_f^{min} + \gamma_f F_f^{max} \quad (3.38)$$

Lorsque la transformation n'est pas activée, la fraction volumique de martensite doit rester constante :

$$\dot{f} = 0 \quad (3.39)$$

- Dans le cas du résidu de la déformation de transformation $R_{\bar{\varepsilon}^T}$, lorsque l'orientation de la martensite est activée, la force d'orientation $F_{\bar{\varepsilon}^T}$ est comparée avec la force critique d'orientation $F_{\bar{\varepsilon}^T}^{crit}$, qui dépend du paramètre matériau $F_{\bar{\varepsilon}^T}^{max}$.

$$R_{\bar{\varepsilon}^T} = |F_{\bar{\varepsilon}^T}|_\sigma - F_{\bar{\varepsilon}^T}^{crit} \quad (3.40)$$

avec $|X_{ij}|_\sigma = \sqrt{\frac{3}{2} X_{ij} X_{ij}}$. Lorsque l'orientation de la martensite n'est pas activée, l'équation devient :

$$\begin{aligned} \Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T &= 0 \text{ si la transformation n'est pas activée} \\ \Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T &= 0 \text{ si la transformation est activée et } \dot{f} \leq 0 \\ \Delta(f \bar{\varepsilon}_{ij}^T) &= 0 \text{ si la transformation est activée et } \dot{f} > 0 \end{aligned} \quad (3.41)$$

- Dans le cas du résidu d'écoulement de la déformation de transformation $R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T}$, lorsque l'orientation de la martensite est activée, la direction de l'orientation est la même que celle de la force motrice $F_{\bar{\varepsilon}_{ij}^T}$:

$$R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T} = \lambda_{\bar{\varepsilon}^T} \frac{F_{\bar{\varepsilon}_{ij}^T}}{|F_{\bar{\varepsilon}_{ij}^T}|_\sigma} \quad (3.42)$$

avec $\lambda_{\bar{\varepsilon}^T}$ le taux de déformation de transformation cumulée ($\lambda_{\bar{\varepsilon}^T} \geq 0$). Lorsque l'orientation de la martensite n'est pas activée, l'équation devient :

$$R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T} = \lambda_{\bar{\varepsilon}^T} \frac{\bar{\varepsilon}_{ij}^T}{|\bar{\varepsilon}_{ij}^T|_\varepsilon} \quad (3.43)$$

avec $|X_{ij}|_\varepsilon = \sqrt{\frac{2}{3} X_{ij} X_{ij}}$.

- Dans le cas du dernier résidu $R_{\sigma_{ij}^M}$, l'équation élastique est équilibrée, comprenant la déformation due à la dilatation thermique, à l'accommodation des variantes et à la

transformation de phase :

$$R_{\sigma_{ij}^M} = (S_{ijmn}^M \sigma_{mn}^M) + \alpha^M \delta_{ij} (T - T_{ref}) + f \bar{\varepsilon}_{ij}^T + f^{FA} \bar{\varepsilon}_{ij}^{twin} - (\varepsilon_{ij}^M + \Delta \varepsilon_{ij}^M) \quad (3.44)$$

avec α^M le coefficient de dilatation de la matrice et T_{ref} la température de référence. Tous les résidus sont linéarisés conduisant au Jacobien $[J]$ à inverser afin de l'exploiter au niveau du schéma itératif. L'expression de ce Jacobien est la suivante :

$$J = \begin{bmatrix} \frac{\delta R_f}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} \\ \frac{\delta R_{\bar{\varepsilon}^T}}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_{\bar{\varepsilon}^T}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_{\bar{\varepsilon}^T}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_{\bar{\varepsilon}^T}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} \\ \frac{\delta R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T}}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_{\Delta \bar{\varepsilon}_{ij}^T}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} \\ \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} \end{bmatrix} \quad (3.45)$$

La déformation de transformation étant déviatorique, $\Delta \bar{\varepsilon}_{33}^T = -\Delta \bar{\varepsilon}_{11}^T - \Delta \bar{\varepsilon}_{22}^T$. Le système comprenant 2 variables scalaires et deux tensorielles, ce Jacobien est de dimension 13x13. Les dérivées de ces résidus sont détaillées dans les mémoires de thèse de Chemisky (2009) et Duval (2009).

Résolution implicite de la phase élastoplastique

Le système est composé de deux résidus déséquilibrés par la variable de déformation. Il s'agit du résidu élastique $R_{\sigma_{ij}^I}$ et du résidu plastique R_p . Les équations peuvent être écrites :

$$F(\Delta X) = \begin{cases} R_{\sigma_{ij}^I}(\Delta X) : \text{résidu élastique} \\ R_p(\Delta X) : \text{résidu plastique} \end{cases} \quad (3.46)$$

exprimées avec les variables :

$$\Delta X = \begin{cases} \Delta \sigma^I : \text{incrément de contrainte au niveau de l'inclusion} \\ \Delta p : \text{incrément de déformation plastique cumulée.} \end{cases} \quad (3.47)$$

– Le résidu élastique de l'inclusion $R_{\sigma_{ij}^I}$ est défini comme suit :

$$R_{\sigma_{ij}^I} = (S_{ijkl}^I \sigma_{kl}^I) + \alpha^I \delta_{ij} (T - T_{ref}) + \varepsilon_{ij}^P - (\varepsilon_{ij}^I + \Delta \varepsilon_{ij}^I) \quad (3.48)$$

avec α^I le coefficient de dilatation des inclusions.

– Dans le cas de l'inclusion élastoplastique R_p :

$$R_p = |\xi_{ij}(\varepsilon^I)| - \sqrt{\frac{2}{3}} K(p) - \sqrt{6} \mu \Delta p \quad (3.49)$$

avec $\xi_{ij}(\varepsilon^I) = 2\mu(\text{dev}(\varepsilon_{ij}^I - \varepsilon_{ij}^P))$ et $K(p)$ la contrainte équivalente tenant compte de la fonction d'écrouissage de Swift définie dans l'équation (3.14) :

$$K(p) = |\sigma_{yield}^I| + H_{iso} p^{\frac{1}{n}} \quad (3.50)$$

Le Jacobien s'écrit :

$$J = \begin{bmatrix} \frac{\delta R_{\sigma_{ij}}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}}}{\delta \Delta p} \\ \frac{\delta R_p}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_p}{\delta \Delta p} \end{bmatrix} \quad (3.51)$$

La dimension du Jacobien est de 7x7.

Dans un premier temps, la méthode directe présentée en annexe a été préférée car il n'y a qu'un seul système de Newton Raphson à résoudre, contre trois pour la méthode étagée dont deux sont perturbés par celui lié à l'homogénéisation. Toutefois, elle nécessite une inversion de matrice 26x26 qui entraîne un temps de calcul considérable. De plus, un seul calcul d'erreur est défini pour l'ensemble du système. Au contraire, l'un des principaux avantages de la résolution étagée est de considérer les routines AMF et élastoplastiques comme des "boîtes noires" appelées par le système d'homogénéisation. Ainsi, il est aisé d'intégrer les évolutions des modèles de comportement pour la matrice ou pour les inclusions, ce qui permet une extension vers l'étude d'autres classes de problèmes comme les AMF poreux par exemple, qui seront abordés dans le dernier chapitre de ce mémoire. Pour toutes ces raisons, la résolution étagée est choisie.

3.3.3 Implantation dans un code de calcul par éléments finis

L'algorithme de résolution a été programmé dans une routine, codée dans le langage de programmation orientée objet C++. Ce langage a l'avantage de permettre la création de classes et d'outils numériques, qui peuvent être appelés dans chaque partie de la routine. Sa structure est ainsi aisément compréhensible, facilitant les travaux entre plusieurs équipes de recherche comme cela a été le cas pour le développement de la loi AMF, ou l'intégration de nouveaux chercheurs dans ce projet. La bibliothèque Simula+ développée dans ce langage a été adoptée afin de faciliter l'utilisation d'opérateurs d'algèbre tensorielle. Le C++ est de plus compatible avec le code de calcul par éléments finis Abaqus®, choisi dans son mode implicite (Abaqus/Standard) pour implanter le modèle développé.

Lors de l'application d'un chargement sur une structure discrétisée, le logiciel par éléments finis se charge de calculer la déformation induite à chaque point d'intégration de chaque élément. L'équilibre interne du matériau est géré par la loi de comportement développée, appelée via la fonction UMAT (User MATerial). Les variables de pilotage du modèle sont la température et la déformation effective totale, comme l'illustre la figure 3.4. La routine retourne l'état de contraintes, et les modules tangents mécanique $\frac{\delta \Delta \Sigma}{\delta \Delta E}$ et thermique $\frac{\delta \Delta \Sigma}{\delta \Delta T}$. Ces deux derniers sont nécessaires dans le mode implicite d'Abaqus®. Le problème étant non-linéaire, ils ne sont pas constants et sont mis à jour à chaque appel de la routine. Le logiciel de calcul par éléments finis vérifie ensuite l'équilibre de la structure. S'il n'est pas

atteint, une nouvelle itération est effectuée. Les valeurs des variables internes sont stockées d'un incrément à l'autre. Les valeurs finales d'un incrément (n) sont les valeurs initiales de l'incrément ($n+1$).

L'implantation du modèle a été validée de manière qualitative sur des cas simples, dont une partie est présentée dans le dernier chapitre de ce mémoire.

3.4 Identification des paramètres du modèle

3.4.1 Paramètres liés à la matrice AMF

La méthode d'identification des paramètres matériau du modèle n'est pas la même selon les paramètres : certains sont identifiables à l'aide des essais expérimentaux conduits dans le cadre de cette thèse, ou des résultats d'essais présents dans la littérature. La complexité de la microstructure et les basses températures de transformation martensitique entraînent que d'autres paramètres sont difficilement identifiables par des essais. Ils sont alors estimés en se basant sur un NiTi dont la composition est proche de $\text{Ni}_{51}\text{Ti}_{49}$ pour la matrice, et sur des données bibliographiques sur du niobium pur pour les inclusions.

Les paramètres identifiés expérimentalement sont le module de Young, la fraction volumique des inclusions et les températures de transformation. La valeur du module de Young de la matrice $E^M = 80$ GPa est issue des essais de nanoindentation. Les observations au MEB suivies des analyses d'image ont montré que la fraction des inclusions riches en niobium est de 10 %. Concernant les températures de transformation, des essais de DSC donnent $M_s = -57$ °C et $A_f = 5$ °C pour un échantillon recristallisé, et $M_s = -101$ °C et $A_f = 63$ °C pour un échantillon prédéformé.

Les paramètres issus de la littérature sont le coefficient de dilatation effectif ainsi que la force critique d'orientation. Pour le coefficient de dilatation, il est considéré identique dans la matrice et dans les inclusions, et constant selon la température. Il a été identifié par He et al. (2006b) à $\alpha^M = 8$ $\mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$ à 20 °C. La contrainte maximale d'orientation des variantes $F_\varepsilon^{\text{max}}$ a été déterminée par Xiao et al. (2008) qui ont réalisé un essai de traction à -70 °C sur du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ recristallisé. Cette contrainte vaut 125 MPa.

Les paramètres restants sont la déformation maximale de transformation $\varepsilon_{\text{max}}^T$, et les paramètres d'incompatibilité H_f , H_ε et H_{twin} . Ils sont difficilement identifiables sur des essais macroscopiques et sont extrapolés de leurs valeurs pour l'alliage $\text{Ni}_{51}\text{Ti}_{49}$. Pour le premier paramètre, cela s'explique par la difficulté à orienter totalement la martensite sans pour autant engendrer une déformation plastique des inclusions. Les autres paramètres intervenant sur la gestion des incompatibilités dans la matrice sont perturbés par les inclusions de niobium.

Une étude de sensibilité des paramètres matériau sur un cycle de serrage permet de quantifier l'impact que peut avoir une erreur d'estimation de l'un des paramètres sur la pression de serrage.

Remarque concernant l'influence de la prédéformation sur les propriétés des matériaux

Parmi les paramètres matériau de la matrice, deux sont fortement liés à la prédéformation : la déformation maximale de transformation et le paramètre b de Clausius-Clapeyron donnant l'évolution des températures de transformation selon l'état de contrainte. En effet, la prédéformation plastifie les inclusions de niobium et la matrice de NiTi, avec pour conséquence de diminuer la déformation maximale de transformation réversible. Wang et al. (2008) ont étudié un NiTi superélastique dont la déformation maximale de transformation vaut 0,055. Après avoir appliqué une déformation de 12 %, la déformation maximale de transformation ne vaut plus que 0,025. L'étude par DSC d'échantillons prédéformés a révélé que la déformation imposée est voisine de 14 %. Ainsi, la déformation maximale de transformation adoptée pour la simulation du NiTiNb prédéformé est 0,02.

La valeur du paramètre b relevée lors des essais de chauffage à déplacement constant est de 7,1 MPa/°C. Ce paramètre matériau est directement lié à la variation d'entropie B lors de la transformation de phase et à la déformation de transformation maximale ε_{max}^T par la relation $B = b\varepsilon_{max}^T$. Cependant, il dépend lui aussi de la prédéformation imposée au matériau. Liu et al. (2008) ont étudié l'influence du cyclage sur la déformation maximale de transformation ainsi que sur le paramètre b . Ils ont montré que dans le cas de la transformation inverse, la valeur de b est inversement proportionnelle à la déformation maximale de transformation. La déformation de transformation maximale du matériau initialement de 0,043 diminue à 0,038 pour 5 cycles et 0,03 pour 117 cycles. Le paramètre b augmente avec le nombre de cycles, valent respectivement 6,75 MPa/°C, 7 MPa/°C et 7,65 MPa/°C. Par extrapolation, le paramètre b à utiliser dans notre modèle est choisi à 10 MPa/°C de manière à être cohérent avec la valeur de la déformation maximale de transformation.

3.4.2 Paramètres liés aux inclusions élastoplastiques

Les paramètres matériau relatifs au niobium sont obtenus par identification et comparaison de résultats expérimentaux publiés par Nemat-Nasser et Guo (2000) qui ont étudié le comportement du niobium pur par des essais de traction. Les paramètres matériau sont ainsi déterminés en se servant de ces résultats comme l'illustre la figure 3.5. Les résultats obtenus par nanoindentation ne sont pas conservés pour les inclusions de niobium, une incertitude trop grande demeurant sur l'influence de la matrice sur les mesures réalisées sur les fines inclusions de niobium. Le tableau 3.1 récapitule la valeur des paramètres identifiés. Le paramètre d'écrouissage n , non représenté dans ce tableau, a été identifié égal à 4.

3.5 Étude d'influence des paramètres sur un cycle de serrage

Présentation de la géométrie étudiée

Un cycle de serrage (figure 1.11) est modélisé par éléments finis via le logiciel Abaqus®. Le dispositif est constitué d'une bague intérieure en Inconel 718 et d'une bague extérieure en Ni₄₇Ti₄₄Nb₉. Dans la configuration initiale, les deux bagues sont décalées l'une par rapport

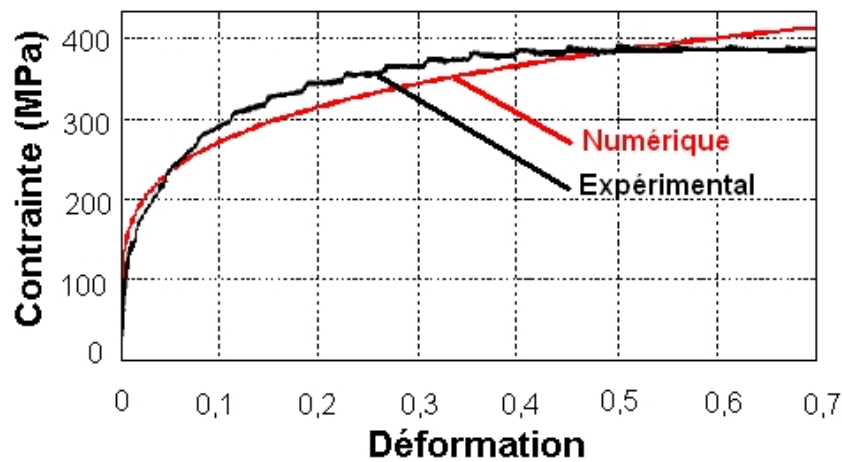


FIG. 3.5 – Comparaison entre un essai de traction sur du niobium pur et une simulation avec le modèle élastoplastique choisi - Recherche et identification des paramètres matériau.

Paramètre	Unité	Description	Valeur	Origine
E^M	MPa	Module de Young de l'AMF	80000	Nanoindentation
ν^M		Coefficient de Poisson de l'AMF	0,3	Ni ₅₁ Ti ₄₉
α^M	$\mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$	Coefficient de dilatation thermique de la matrice	8	(He et al. 2006b)
ε_{trac}^T		Déformation maximale de transformation en traction	0,02	Ni ₅₁ Ti ₄₉
ε_{comp}^T		Déformation maximale de transformation en compression	0,016	Ni ₅₁ Ti ₄₉
b	MPa/°C	Variation des températures de transformation sous contrainte	10	(Liu et al. 2008)
M_s	°C	Température de début de transformation martensitique	-101	DSC
A_f	°C	Température de fin de transformation austénitique	63	DSC
r_f	MPa	Paramètre de boucle interne	0,7	Ni ₅₁ Ti ₄₉
$F_{\varepsilon^T}^{max}$	MPa	Force critique d'orientation de la martensite	125	(Xiao et al. 2008)
H_f	MPa	Paramètre d'écrouissage en transformation	5	Ni ₅₁ Ti ₄₉
H_ε	MPa	Paramètre d'écrouissage en orientation	2100	Ni ₅₁ Ti ₄₉
H_{twin}	MPa	Paramètre de maillage	40000	Ni ₅₁ Ti ₄₉
E^I	MPa	Module de Young de l'inclusion	53000	Identification
ν^I		Coefficient de Poisson de l'inclusion	0,3	Identification
α^I	$\mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$	Coefficient de dilatation thermique de l'inclusion	8	(He et al. 2006b)
σ^Y	MPa	Limite d'élasticité de l'inclusion	70	Identification
H^{iso}	MPa	Coefficient d'écrouissage de l'inclusion	450	Identification
n		Coefficient d'écrouissage de l'inclusion	4	Identification
z		Fraction volumique d'inclusions	0,1	MEB

TAB. 3.1 – Liste des paramètres matériau proposés pour simuler le Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ prédéformé

à l'autre, le diamètre intérieur de la bague en AMF étant inférieur au diamètre extérieur de la bague en Inconel. La température initiale est de 100 °C, afin que la bague en AMF soit totalement austénitique. Les différentes étapes du cycle de chargement imposé sont les suivantes :

- Les deux pièces sont refroidies jusqu'à -175 °C par des incréments de 10 °C. La température est homogène pour chaque incrément.
- Une pression uniforme est imposée à l'intérieur de la bague en AMF jusqu'à saturation de la déformation de transformation. Ce chargement est divisé en 200 incréments pour faciliter la résolution du problème non linéaire.
- La pression est inactivée, entraînant un retour élastique de la bague. La matrice et les inclusions ont un comportement élastique, cette étape est divisée en 20 incréments.

- Le diamètre intérieur de la bague en AMF est supérieur au diamètre extérieur de la bague en Inconel, ce qui permet l'introduction de la seconde à l'intérieur de la première.
- La température est élevée jusqu'à 175 °C afin que la transformation inverse ait lieu dans la bague en NiTiNb et ainsi entraîner le serrage. Des conditions de contact de type "surface-to-surface" avec un "finite-sliding" sont imposées entre la face externe de la bague en Inconel (face maîtresse) et la face interne de la bague en NiTiNb (face esclave). Le contact est considéré sans friction, le comportement normal étant de type "Hard-contact". Des simulations ont été réalisées avec d'autres propriétés de contact afin de tester leur influence (méthode de pénalité, de Lagrange), mais des résultats identiques ont été obtenus. Le chauffage est réalisé en 100 incréments de 3,5 °C.
- La température est abaissée jusqu'à -50 °C, afin d'évaluer la tenue du serrage dans une plage de température allant de -50 °C à 175 °C. Le refroidissement s'effectue par 100 incréments de 2,25 °C.

Les deux bagues sont symétriques de révolution par rapport à un même axe à tout moment du cycle de serrage. De plus, la pression appliquée pour ouvrir la bague en NiTiNb ainsi que les conditions aux limites appliquées sont de révolution par rapport à cet axe. Le problème est ainsi modélisé de manière axisymétrique, l'implantation numérique du modèle étant, entre autres, adaptée pour les résolutions axisymétriques. Des éléments carrés de longueur 0,3 mm sont utilisés pour discrétiser les bagues (des simulations réalisées avec des éléments plus petits ont donné des résultats similaires). Ils sont adaptés à une résolution axisymétrique. Leur nombre important dans l'épaisseur de la bague AMF (12) et en Inconel (6) permet une interpolation linéaire, et une intégration réduite. L'intégration réduite est choisie pour diminuer le temps de calcul, une simulation a néanmoins été effectuée avec une intégration totale afin de s'assurer que les résultats ne sont pas influencés.

L'Inconel 718 est simulé avec un module de Young de 204,9 GPa, un coefficient de Poisson de 0,29 et une limite élastique de 1000 MPa. Son coefficient de dilatation thermique est de $13 \mu m/m^{\circ}C$.

Le diamètre externe de la bague en Inconel est de 25,5 mm et son épaisseur de 1,75 mm. Les dimensions de la bague en AMF sont celles d'une bague commercialisée par Intrinsic Devices[®] ¹ sous la référence AHM2565-0358-1016. Son diamètre intérieur après ouverture est de 25,95 mm et son épaisseur de 3,58 mm. La procédure permettant de déterminer le diamètre intérieur avant ouverture est détaillée dans le chapitre 4. La longueur des deux bagues est la même, égale à 10,16 mm.

Le $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ de référence est simulé avec les valeurs listées dans le tableau 3.1, et chaque paramètre est modifié un par un afin de mettre en évidence son influence sur la pression de serrage. Les valeurs minimales et maximales des paramètres sont choisies de manière à ce que la simulation garde un sens physique.

¹www.intrinsicdevices.com

Influence du module de Young de la matrice

La figure 3.6 représente l'influence du module de Young sur l'évolution de la pression de serrage. La température à laquelle la pression apparaît n'est pas influencée par ce paramètre. Par contre, la pression finale à la fin du chauffage est d'autant plus élevée que la valeur du module est importante. La variation de la pression de serrage est d'environ 6 MPa pour un module de Young augmenté de 10 GPa. Le travail mécanique fourni afin d'ouvrir les bagues est proportionnel à leur rigidité. Cela explique que les bagues les plus rigides puissent développer une force de serrage plus importante lors du chauffage. Lors du refroidissement, quelle que soit la valeur du module, la pression de serrage évolue de la même manière.

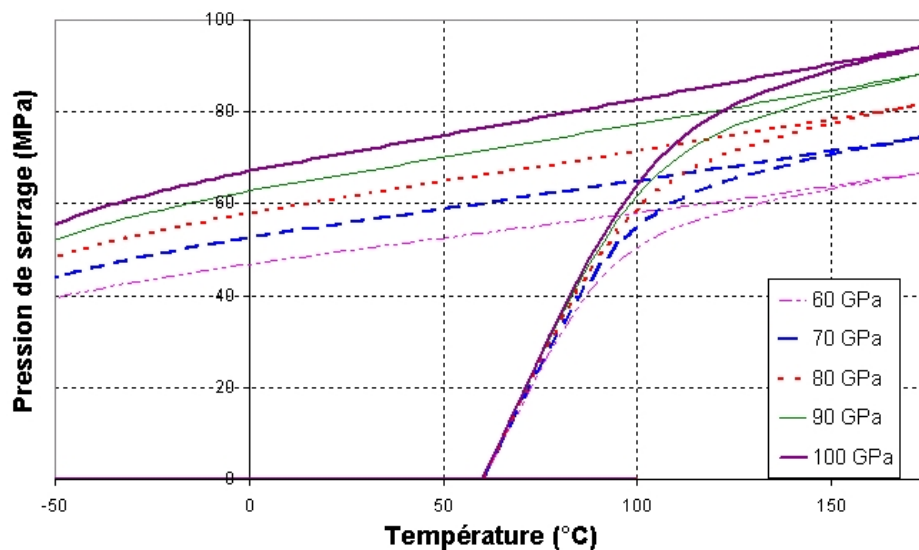


FIG. 3.6 – Influence du module de Young de la matrice sur la pression de serrage - $E = 60 ; 70 ; 80 ; 90$ et 100 GPa

Influence de la différence entre la dilatation des deux bagues

Les coefficients de dilatation respectifs du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ et de l'Inconel 718 sont 8 et $13 \mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$. Lors du refroidissement effectué après le serrage de la bague en AMF, la dilatation est supposée diminuer la pression de serrage. En effet, comme le coefficient de dilatation de la bague interne est plus important, sa déformation thermique lors du refroidissement est supérieure à celle de la bague externe. De même, une hausse de la température augmente à nouveau la pression de serrage. Cinq simulations sont effectuées avec un coefficient de dilatation constant de la bague en Inconel de $13 \mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$, en prenant pour la bague en AMF des coefficients de $4, 6, 8, 10$ et $13 \mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$.

Lorsque les coefficients de dilatation des deux bagues sont identiques, la pression de serrage ne varie pas lors du refroidissement après serrage. Par contre, plus le coefficient de la bague en AMF est inférieur à celui de la bague en Inconel et plus la perte de pression de serrage lors du refroidissement est forte.

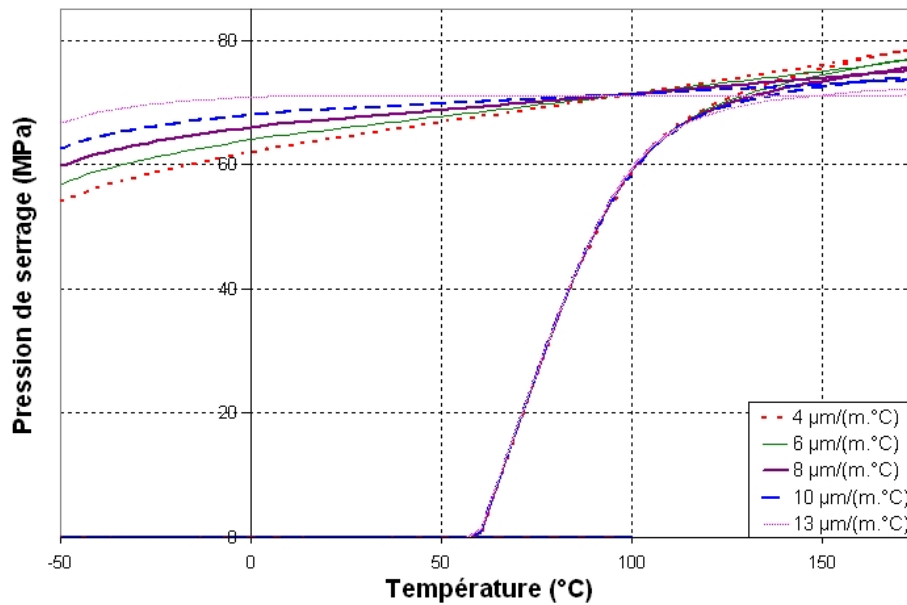


FIG. 3.7 – Influence du coefficient de dilatation sur la pression de serrage - $\alpha^{AMF} = 4, 6, 8, 10$ et $13 \mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$ et $\alpha^{Inconel} = 13 \mu\text{m}/(\text{m} \cdot ^\circ\text{C})$

Influence de la déformation maximale de transformation

Ce paramètre ne peut être étudié seul pour connaître son influence sur la pression de serrage. En effet, trois paramètres du cycle de serrage sont liés en agissant chacun sur le jeu mécanique entre les deux bagues après ouverture :

- la déformation maximale de transformation
- le diamètre initial de la bague en AMF avant ouverture
- la pression appliquée afin d’orienter les variantes de martensite et ouvrir la bague

Deux configurations peuvent être considérées afin de mettre en évidence l’influence de la déformation maximale de transformation. Dans la première, le diamètre de la bague en AMF avant ouverture et la pression appliquée pour l’ouverture sont constants. La déformation de transformation maximale est modifiée, ce qui entraîne que le jeu mécanique n’est pas le même dans chacun des cas. Dans la seconde, la pression appliquée pour ouvrir la bague est constante. Le diamètre de la bague en AMF avant ouverture est choisi dans chaque cas de manière à ce que le jeu mécanique avant chauffage soit identique. Les dimensions initiales des bagues sont ainsi différentes dans chacun des cas, cette configuration ne sera par conséquent pas étudiée.

Les résultats obtenus dans la première configuration, pour les valeurs 0,01 ; 0,02 et 0,03, sont illustrés sur la figure 3.8. Le tableau 3.5 récapitule l’ensemble des résultats des simulations. La température à laquelle la pression de serrage apparaît n’évolue pas de manière linéaire. Alors que le serrage débute à 40 °C lorsque la déformation maximale de transformation vaut 0,01, il commence à 60 et 64 °C lorsque le paramètre vaut respectivement 0,02 et 0,03. La différence est due au ratio entre le jeu à rattraper et l’augmentation du rayon de la bague induite par la déformation de transformation. Ainsi, dans le premier cas (0,01), le jeu à

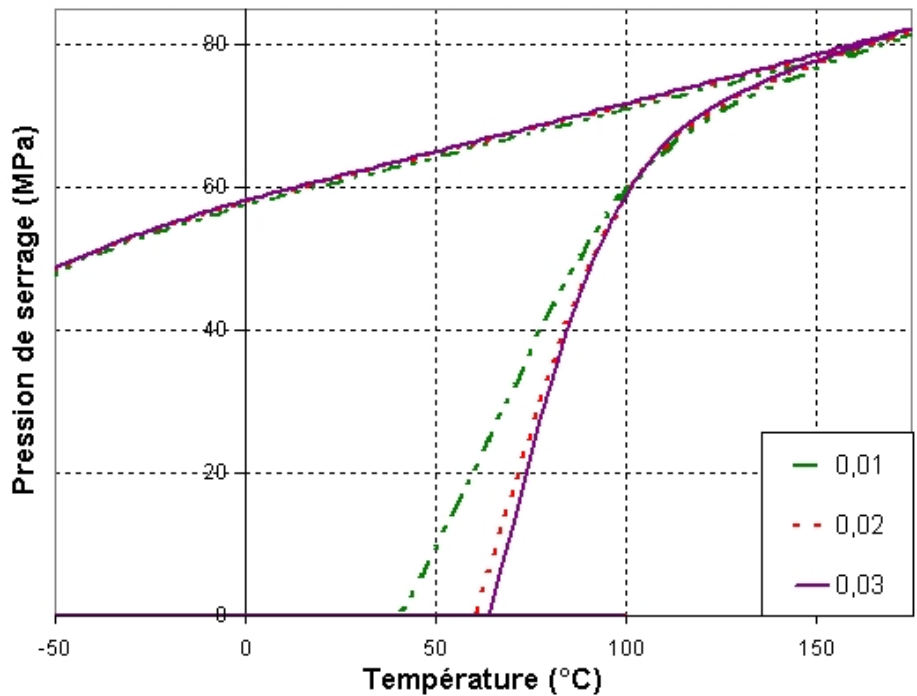


FIG. 3.8 – Influence de la déformation maximale de transformation sur la pression de serrage - $\varepsilon_{max}^T = 0,01$; 0,02 et 0,03

Rayon externe initial (mm)	ε_{max}^T	Rayon externe avant chauffage (mm)	ΔR (mm)	jeu (mm)	jeu/ ΔR (%)	Température de début de serrage (°C)
12,66	0,01	12,82	0,16	0,07	44	40
12,66	0,02	12,96	0,30	0,21	70	60
12,66	0,03	13,10	0,44	0,35	80	64

TAB. 3.2 – Influence de la déformation maximale de transformation sur le jeu et la température d'apparition de la pression de serrage

rattraper vaut 0,07 mm alors que l'ouverture de la bague vaut 0,16 mm. Lors du chauffage, 44 % de la transformation inverse permet de rattraper le jeu et de mettre en contact les deux bagues. Pour les cas où la déformation maximale de transformation vaut 0,02 et 0,03, le jeu à rattraper est important et le pourcentage de la transformation utile permettant de mettre en contact les deux bagues vaut respectivement 70 et 80 %. Il est intéressant de remarquer que quelle que soit la déformation maximale de transformation, lors du chauffage et de la transformation inverse, la pression de serrage à saturation est identique. Cela s'explique simplement par la forme initiale des bagues qui est identique dans l'état austénitique.

Influence des températures de transformation M_s et A_f

L'influence de la température M_s sur le comportement est testée pour des valeurs allant de - 120 °C à - 80 °C. La figure 3.9 montre que cette température est directement liée à la perte

de pression de serrage à basse température. Une différence de pression de serrage de 20 % est déterminée à $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ entre un NiTiNb dont M_s vaut $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ et celui dont il vaut $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Concernant la température A_f , elle modifie la température à partir de laquelle une pression

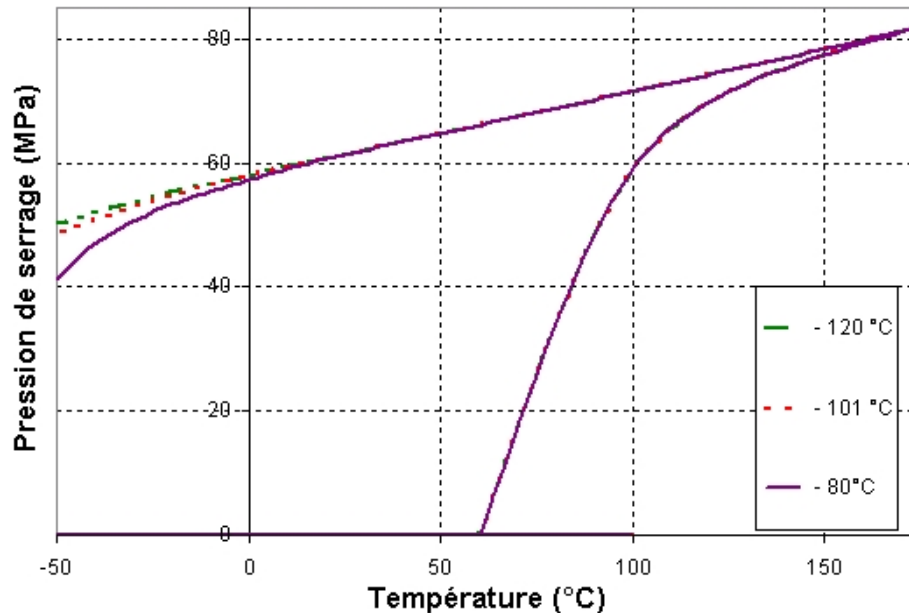
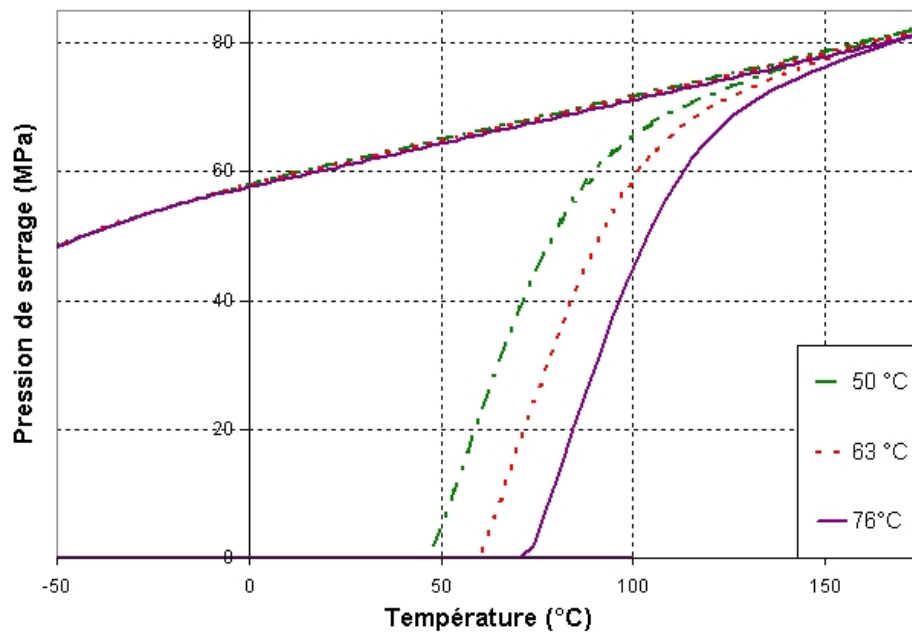
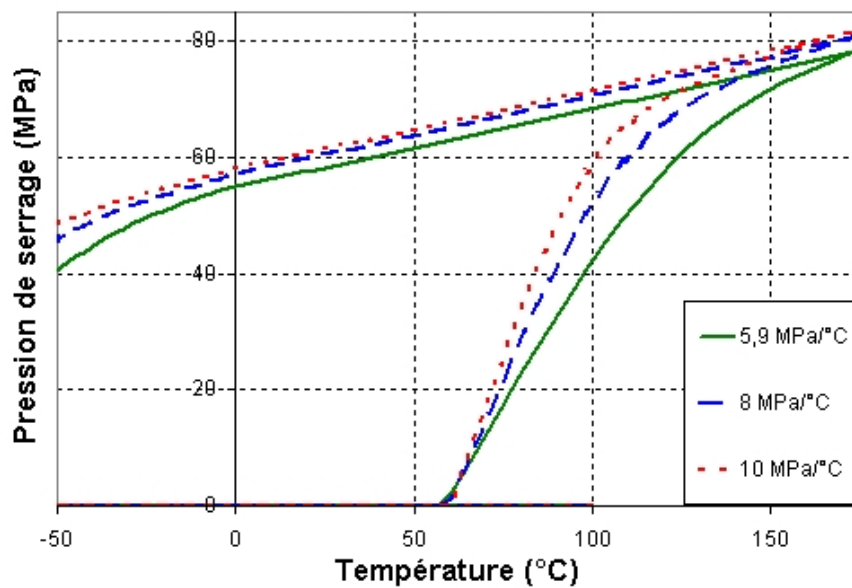


FIG. 3.9 – Influence de la température M_s sur la pression de serrage - $M_s = -120$; -101 et $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$

de serrage apparaît. Ensuite, quelle que soit la valeur, l'allure des courbes d'évolution de la pression de serrage en fonction de la température est la même comme le montre la figure 3.10. En fin de chauffage, la saturation est atteinte dans tous les cas et le comportement devient identique.

Influence du paramètre b

La paramètre b a une influence considérable sur la stabilisation de la martensite, davantage de précisions sont apportées dans le chapitre suivant. La valeur de ce paramètre identifiée sur les essais présentés au chapitre 2 est de $7,1\text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$. Toutefois, nous avons vu que l'incertitude sur cette valeur est importante et qu'elle est très sensible à la prédéformation. Ce paramètre a ainsi été estimé à $10\text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$ en se référant à des données de la littérature. Il est ainsi intéressant d'étudier son influence sur la pression de serrage, des simulations sont effectuées pour des valeurs de ce paramètre de $5,9$; 8 et $10\text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$. La figure 3.11 représente l'évolution de la pression de serrage lors du cycle pour les trois valeurs de ce paramètre. La pente de l'évolution de la pression de serrage lors de la transformation inverse est directement liée à ce paramètre, mais il faut remarquer que la pression de serrage est relativement proche, avec 4 MPa de moins pour le cas avec $b = 5,9\text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$ en comparaison avec celui à $10\text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$, soit une différence d'environ 7 %. Cette différence reste constante lors du refroidissement. .

FIG. 3.10 – Influence de la température A_f sur la pression de serrage - $A_f = 50 ; 63$ et 76 °CFIG. 3.11 – Influence du paramètre b sur la pression de serrage - $b = 5,9 ; 8$ et 10 MPa/°C

Influence de la force critique d'orientation des variantes de martensite

Dans l'application étudiée, la forme martensitique est générée par l'orientation de martensite auto-accommodée. La contrainte mécanique imposée doit être plus importante que la contrainte critique d'orientation sans quoi la bague ne s'ouvre pas. Il est donc difficile d'étudier son influence sur le serrage car la simulation est impossible si la bague est fermée. Des simulations ont tout de même été menées pour des forces critiques d'orientation F_{ε}^{crit} de 100, 125, 150, et 200 MPa, pour lesquelles l'ouverture a toujours lieu. Les résultats sont ainsi

identiques dans les quatre cas. Dans le chapitre suivant, ce paramètre est étudié pour des valeurs plus faibles, en considérant un matériau non prédéformé dont la déformation maximale de transformation vaut 0,05.

Influence du paramètre d'interaction H_f

Ce paramètre est relatif aux incompatibilités géométriques générées lors de la formation de variantes de martensite au sein de l'austénite. Son influence est d'autant plus importante que la fraction martensitique est élevée. Dans le cas étudié, ce paramètre modifie la température à laquelle la bague en AMF entre en contact avec la bague en Inconel comme le montre la figure 3.12. Plus H_f est grand et plus l'énergie interne relative aux incompatibilités générées lors de la formation des variantes est importante. Cette énergie favorise un retour à l'état austénitique et ainsi diminue les températures de transformation inverse. Lorsque le chauffage est effectué jusqu'à saturation, il n'y a plus d'incompatibilités et le comportement devient identique quelle que soit la valeur de ce paramètre.

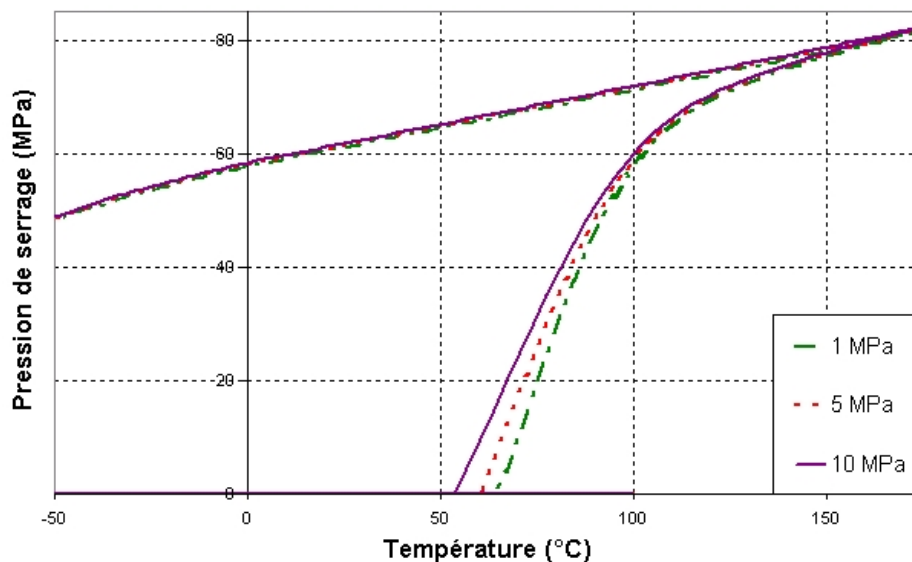


FIG. 3.12 – Influence du paramètre H_f sur la pression de serrage - $H_f = 1 ; 5$ et 10 MPa

Influence du paramètre d'interaction H_ε

Ce paramètre est lié aux incompatibilités géométriques entre les variantes de martensite et n'a que très peu d'influence sur le comportement de la transformation inverse comme le montre la figure 3.13.

Influence du paramètre d'interaction H_{twin}

Bien que de la martensite maclée se forme lors du refroidissement initial de la bague, l'ouverture de cette dernière entraîne un fort démaclage. Ainsi, ce paramètre n'a pas beaucoup d'influence sur le comportement lors du cycle de serrage, comme le montre la figure 3.14.

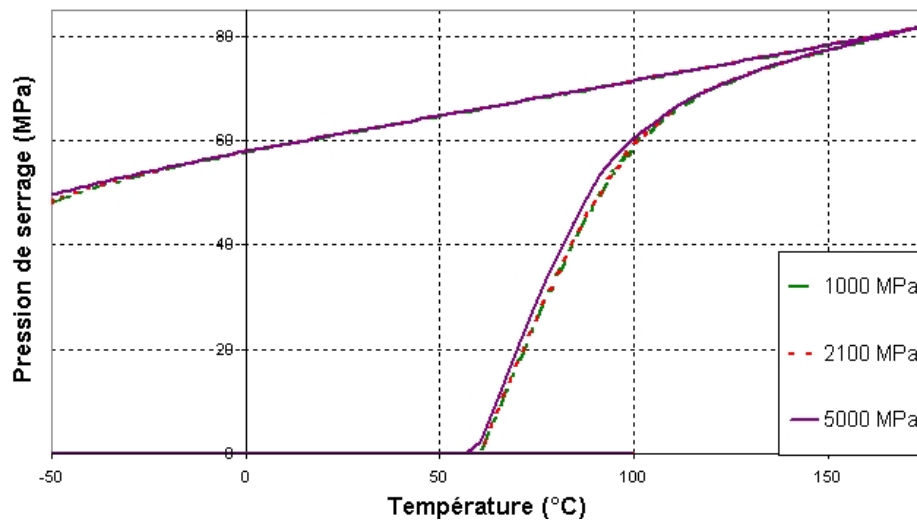


FIG. 3.13 – Influence du paramètre H_e sur la pression de serrage - $H_e = 1000 ; 2100$ et 5000 MPa

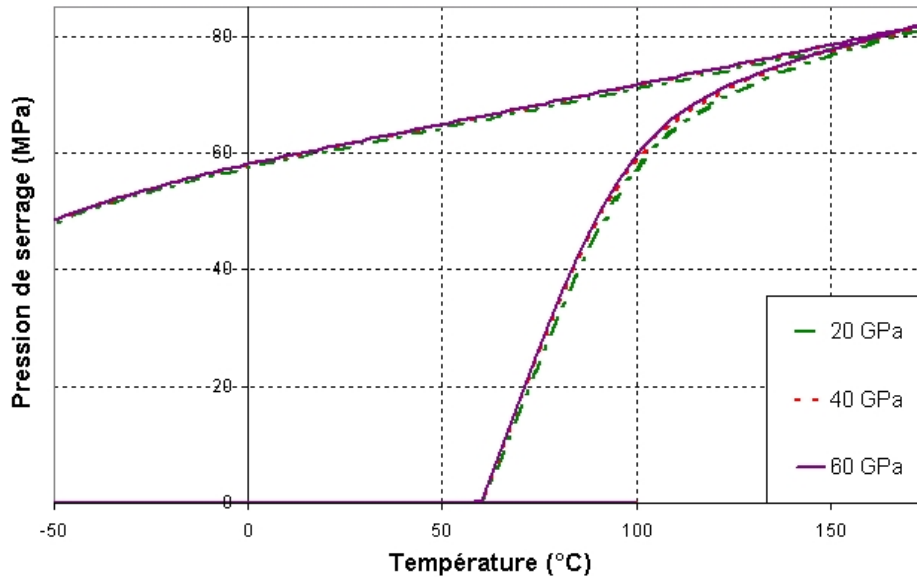


FIG. 3.14 – Influence du paramètre H_{twin} sur la pression de serrage - $H_{twin} = 20 ; 40$ et 60 GPa

Influence de la limite élastique de l'inclusion

La figure 3.15 présente des simulations pour lesquelles l'influence de la limite élastique des inclusions a été testée pour des valeurs de 10, 70 et 300 MPa. La pression de serrage à la fin du chauffage est d'autant plus forte que la limite élastique des inclusions est faible. Lors de l'ouverture de la bague, les inclusions dont la limite élastique est élevée se déforment moins, ce qui induit, à déformation effective égale, une déformation plus importante dans la matrice. Cette déformation stabilise un peu plus la martensite, ce qui explique que plus la limite élastique des inclusions est haute et plus la température de début de serrage est élevée.

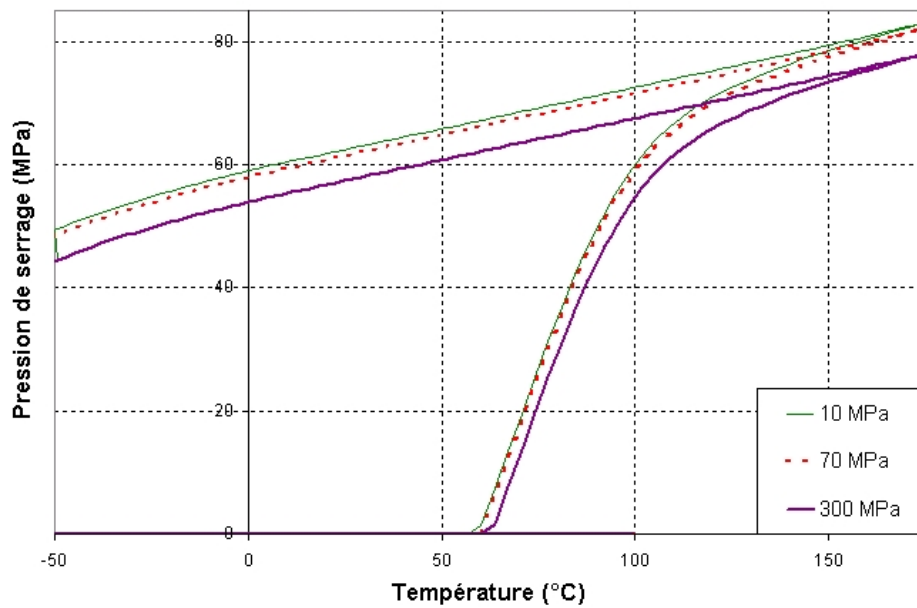


FIG. 3.15 – Influence de la limite élastique des inclusions sur la pression de serrage - $\sigma_Y = 10 ; 70$ et 300 MPa

Influence du paramètre d'écrouissage des inclusions

La figure 3.16 présente l'influence du paramètre d'écrouissage des inclusions élastoplastiques sur le comportement effectif lors du cycle de serrage. Comme pour la limite élastique, ce paramètre a une forte influence lors de l'ouverture de la bague. Lors du chauffage permettant le serrage de la bague en AMF, une différence constante est remarquée sur le comportement effectif aux valeurs du paramètre de 200, 450 et 800 MPa, qui s'explique par le faible niveau de contrainte dans les inclusions entraînant une déformation plastique constante. Toutefois, vers la fin du chauffage lorsque les contraintes deviennent élevées, l'écart entre les comportements augmente légèrement, lié à la déformation plastique des inclusions.

Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, une stratégie d'homogénéisation est proposée afin de simuler le comportement microhétérogène du NiTiNb. Une technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka est utilisée afin d'aboutir à la loi de comportement macrohomogène. L'alliage est alors considéré comme une matrice avec un comportement à mémoire de forme contenant des inclusions élastoplastiques, ce qui ne restreint pas le modèle à la seule modélisation du NiTiNb. Le schéma de résolution présenté permet de faire évoluer indépendamment les modèles utilisés pour simuler le comportement local des phases.

La complexité de la microstructure, les basses températures de transformation martensitique et l'influence de la prédéformation sur certains paramètres nécessitent de mêler des observations expérimentales et des données de la littérature afin d'identifier l'ensemble des paramètres du modèle. Certains d'entre eux sont estimés en se basant sur un alliage de NiTi riche en nickel, notamment les paramètres d'interaction. Une étude de la sensibilité des pa-

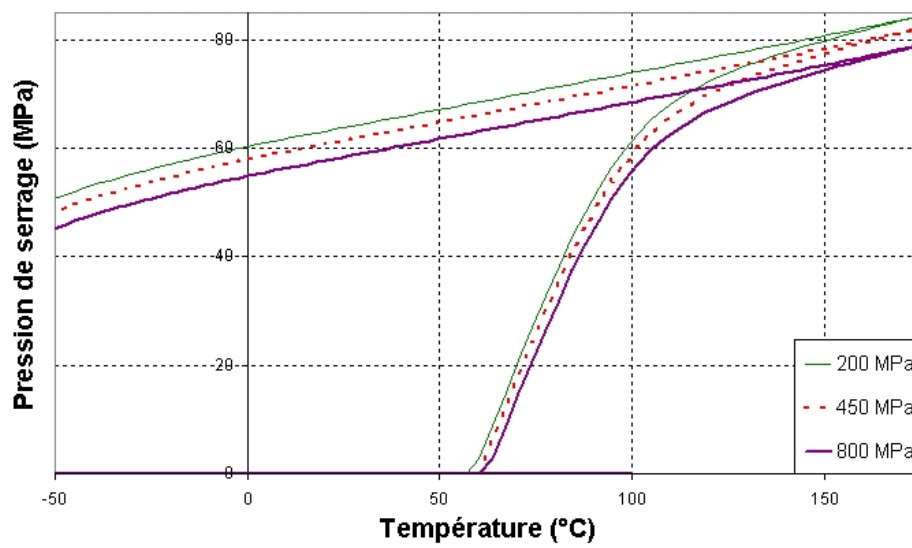


FIG. 3.16 – Influence de l'écroutissage des inclusions sur la pression de serrage - $H_{iso} = 200 ; 450$ et 800 MPa

ramètres dans le cas particulier d'un cycle de serrage montre que leur influence est faible. Afin de valider le modèle numérique, la démarche proposée est de comparer les résultats expérimentaux de serrage de bagues en NiTiNb sur une bague instrumentée, avec leur simulation par éléments finis. Ceci permet de juger la capacité du modèle à simuler fidèlement le comportement réel du matériau, et de voir quelles sont ses limites.

Validation du modèle et applications

4

Sommaire

4.1	Introduction	97
4.2	Démarche de validation	97
4.2.1	Dispositif étudié	97
4.2.2	Cycle de serrage	99
4.2.3	Mesure de la pression de serrage	99
4.3	Protocole expérimental	100
4.4	Résultats expérimentaux	103
4.4.1	Variation de la pression de serrage générée par la bague fine	103
4.4.2	Variation de la pression de serrage générée par la bague moyenne	106
4.4.3	Variation de la pression de serrage générée par la bague épaisse	107
4.4.4	Refroidissement dans l'azote liquide	108
4.5	Modélisation	111
4.5.1	Géométrie et maillage	111
4.5.2	Évolution de la pression de serrage	113
4.5.3	Évolution de la contrainte	116
4.6	Confrontation expérience-modèle	116
4.6.1	Simulations du cycle de serrage avec la bague moyenne	116
4.6.2	Simulations du cycle de serrage avec la bague fine	118
4.7	Discussion	118
4.7.1	Validité du modèle	118
4.7.2	Cas des bagues épaisses	120
4.7.3	Évolution de la pression au début du serrage	121
4.7.4	Influence des défauts géométriques	123
	Conclusion	125

4.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, un modèle de comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ a été développé. Certains paramètres matériau du modèle n'ont pas pu être identifiés, ni à l'aide des essais réalisés présentés dans le chapitre 2, ni directement avec les informations présentes dans la littérature. Ils ont été estimés en se basant sur un alliage de NiTi dont les proportions se rapprochent de celles de la matrice de NiTi dans le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. L'étude de sensibilité des paramètres met en évidence l'influence négligeable de certains d'entre eux dans le cas particulier d'un cycle de serrage. Les estimations des autres paramètres, le paramètre b et la déformation maximale de transformation, doivent être vérifiées.

Dans le but de valider le modèle numérique présenté et permettre son utilisation industrielle, des essais sont réalisés afin de mesurer la pression de serrage de bagues en $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. Ils sont modélisés par éléments finis en utilisant le modèle développé. Le cycle étudié est celui représenté sur la figure 1.11. Trois dispositifs de serrage entre un tube en Inconel 718 et une bague en NiTiNb sont réalisés. Ils diffèrent par l'épaisseur de la bague en $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. L'évolution de la pression de serrage en fonction de la température est mesurée par le biais de jauges d'extensométrie, placées à l'intérieur des bagues en Inconel. Une solution analytique permet de déterminer la pression de serrage lors du chauffage.

Ces mêmes dispositifs sont modélisés *in silico* par éléments finis avec le logiciel Abaqus® en simulant le comportement d'un $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ prédéformé. Les paramètres matériau sont vérifiés pour l'une des trois épaisseurs de bague en $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, les deux autres permettant de juger la qualité et la fiabilité du modèle, ainsi que ses limites.

4.2 Démarche de validation

4.2.1 Dispositif étudié

Le système de serrage étudié est présenté dans la figure 4.1. Il est composé d'une bague en NiTiNb de diamètre intérieur DB_I , d'épaisseur e_B et de longueur L_B , qui lors d'un chauffage se serre sur une bague en Inconel 718 de diamètre extérieur DT_E , d'épaisseur e_T et de longueur L_T .

Trois couples {bague AMF/bague instrumentée} sont étudiés dont les dimensions sont répertoriées dans le tableau 4.1. L'épaisseur de la bague en AMF est différente dans les

N°	Référence bague NiTiNb	DB_I (mm)		e_B (mm)	L_B (mm)	DT_E (mm)	e_T (mm)	L_T (mm)
		ouverte	chauffée					
1	AHM2565-0089-1526	25,65	24,59	0,89	15,26	25,50	1,75	15,55
2	AHM2565-0358-1016	25,65	24,47	3,58	10,16	25,50	1,75	10,40
3	AHM2565-0899-1796	25,65	24,39	8,99	17,96	25,50	1,75	17,30

TAB. 4.1 – Dimension des bagues dans les trois configurations (dimensions en mm)

trois cas, valant de 0,89 mm dans le cas nommé "bague fine", 3,58 mm dans celui nommé "bague moyenne" et 8,99 mm dans celui nommé "bague épaisse". La figure 4.2 est une photographie des trois types de bagues utilisées, où la différence d'épaisseur est nettement

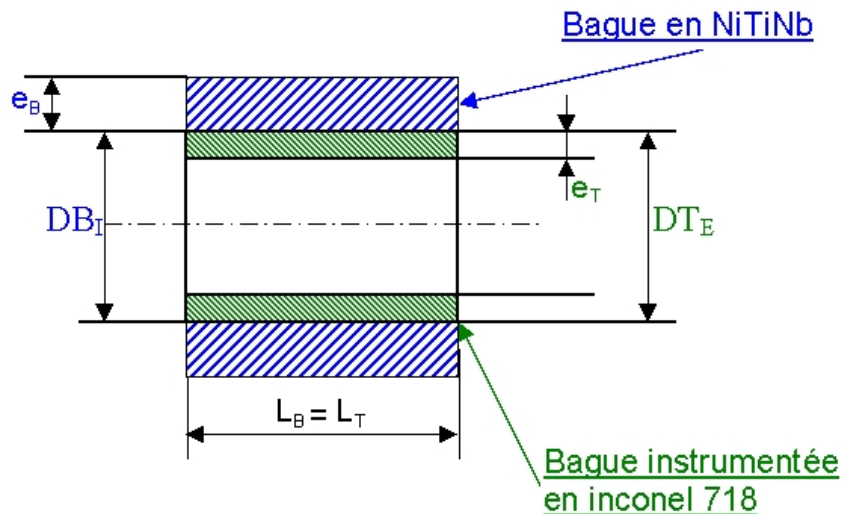


FIG. 4.1 – Dispositif de serrage d'une bague en NiTiNb sur une bague en Inconel 718 instrumentée de jauges d'extensométrie sur sa face intérieure



FIG. 4.2 – Photographie des 3 types de bagues utilisées. De gauche à droite : bague fine (épaisseur 0,89 mm), bague moyenne (épaisseur 3,58 mm), bague épaisse (épaisseur 8,99 mm)

visible. La configuration avec la bague moyenne est celle ayant servi de référence lors de l'étude paramétrique du chapitre précédent. En choisissant des différences d'épaisseur importantes, le modèle est testé dans des conditions géométriques "extrêmes" ce qui met en évidence ses limites. La longueur des bagues dans les trois configurations considérées est également différente. Cependant, l'influence de la longueur des bagues n'est pas recherchée : ces longueurs sont imposées par le fournisseur. Les dimensions des bagues en Inconel ont été choisies de sorte que les longueurs des deux bagues en contact soient les mêmes dans chacune des configurations, afin de minimiser les effets de bord.

Les bagues en Inconel 718 sont fournies par Schlumberger et instrumentées par Doerler Mesures[®] ¹. Les paramètres matériau sont répertoriés dans le tableau 4.2. L'Inconel 718

¹<http://dmesures.free.fr/>

choisi possède une limite élastique égale à 1000 MPa, ce qui réduit les risques de plastification de ces bagues.

Paramètre	Unité	Description	Valeur
E	GPa	Module de Young	204,9
ν		Coefficient de Poisson	0,29
α^{inc}	$\mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$	Coefficient de dilatation thermique	13
σ^Y	MPa	Limite d'élasticité	1000

TAB. 4.2 – Paramètres matériau proposés pour simuler l'Inconel 718

4.2.2 Cycle de serrage

Les bagues sont ouvertes depuis un état de martensite auto-accommodée, l'orientation des variantes de martensite induit une déformation inélastique. Elles sont ensuite chauffées jusqu'à 175 °C pour permettre leur serrage sur la bague instrumentée par le biais de la transformation inverse, puis à nouveau refroidies. Dans le cas expérimental, la température est contrôlée par une enceinte thermique capable de refroidir jusqu'à -30 °C, et le désassemblage se réalise par trempe du dispositif dans l'azote liquide.

4.2.3 Mesure de la pression de serrage

Une relation analytique permet de calculer la pression de serrage générée par la bague en AMF sur la bague instrumentée. De manière générale, la pression P exercée à l'extérieur d'une bague élastique de module de Young E et de rayons intérieur R_i et extérieur R_e est liée aux déformations axiales ε_z et tangentielles ε_θ de la face interne de la bague par la relation (4.1). Les développements permettant d'aboutir à cette expression sont détaillés dans l'annexe A.8.

$$P = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{R_e^2 - R_i^2}{R_e^2} (\varepsilon_\theta - \varepsilon_z) \quad (4.1)$$

Cette relation a été vérifiée par éléments finis dans le cas d'une bague élastique (module d'élasticité de 200 GPa et coefficient de Poisson de 0,3), dont les rayons interne et externe valent respectivement 17,73 et 19,23 mm. Pour une pression imposée de 50 MPa, les déformations axiales et tangentielles obtenues sont respectivement $\varepsilon_z = 1,02 \cdot 10^{-3}$ et $\varepsilon_\theta = -3,31 \cdot 10^{-3}$. La relation (4.1) donne $P = 49,94$ MPa, ce qui est très proche de la valeur numérique. En attribuant un coefficient de dilatation à la bague élastique et en faisant varier la température, avec une pression imposée constante, les déformations axiales et tangentielles évoluent. Néanmoins, la différence $(\varepsilon_\theta - \varepsilon_z)$ est constante, et par conséquent la pression de serrage calculée l'est également : la relation 4.1 reste valable.

Mesures d'extensométrie

Les jauges d'extensométrie sont utilisées sous forme de rosettes rectangulaires placées dans une direction aléatoire. Les rosettes sont numérotées comme le montre la figure 4.3, et

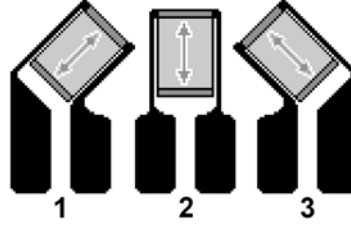


FIG. 4.3 – Numérotation des rosettes

les déformations ε_1 , ε_2 et ε_3 dans les trois directions sont ainsi mesurées. Les déformations principales maximales ε_P et minimales ε_Q sont obtenues par la relation suivante :

$$\begin{aligned}\varepsilon_P &= \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_3}{2} + \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2} \\ \varepsilon_Q &= \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_3}{2} - \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2}\end{aligned}\quad (4.2)$$

Dans cette configuration axisymétrique, les déformations ε_θ et ε_z sont les déformations principales, avec $\varepsilon_P = \varepsilon_\theta$ et $\varepsilon_Q = \varepsilon_z$. Toutefois, une vérification par éléments finis a été effectuée, en modélisant le chargement appliqué sur la bague instrumentée. Les résultats sont présentés dans l'annexe A.9. Les déformations dans les directions θ et z sont représentées, suivies par la déformation maximale. Cette dernière est égale à celle dans la direction θ , les relations $\varepsilon_P = -\varepsilon_\theta$ et $\varepsilon_Q = \varepsilon_z$ sont ainsi confirmées.

4.3 Protocole expérimental

Les essais sont réalisés chez Doerler Mesures[®], où les bagues en Inconel ont été instrumentées de jauges d'extensométrie sous forme de rosettes câblées en quart de pont, de référence EA-06-031RB-120. La figure 4.4 montre une photographie d'une rosette collée à l'intérieur d'une bague. Des fils permettant l'acquisition des données relevées par les trois jauges constituant la rosette sont soudés aux deux extrémités de chacune d'elles. Chaque bague est instrumentée de trois rosettes identiques placées à 120°, ce qui permet d'obtenir la pression de serrage en trois points et de vérifier son homogénéité. Un thermocouple est placé sur la face interne de chaque bague instrumentée. La figure 4.5 représente une bague instrumentée de trois rosettes à 120 °C et d'un thermocouple. La position des rosettes est repérée par une gaine jaune enroulant les premiers centimètres de câbles issus de la bague. Ces câbles de données sont reliés à des connecteurs permettant l'acquisition via un système VISHAY 5000[®]. Les données sont analysées à l'aide du logiciel StrainSmart. La compensation des jauges est adaptée pour l'Inconel 718 (52,5 % de Ni, 20 % Fe, 18 % Cr, 5% Nb) dont le coefficient de dilatation est de 13 $\mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$.

Les déformations mesurées sur la face interne de la bague permettent de retrouver la pression de serrage entre les deux bagues. Au cours de chaque essai, les trois configurations de montage sont sollicitées en même temps, le système d'acquisition de Doerler Mesures[®] per-

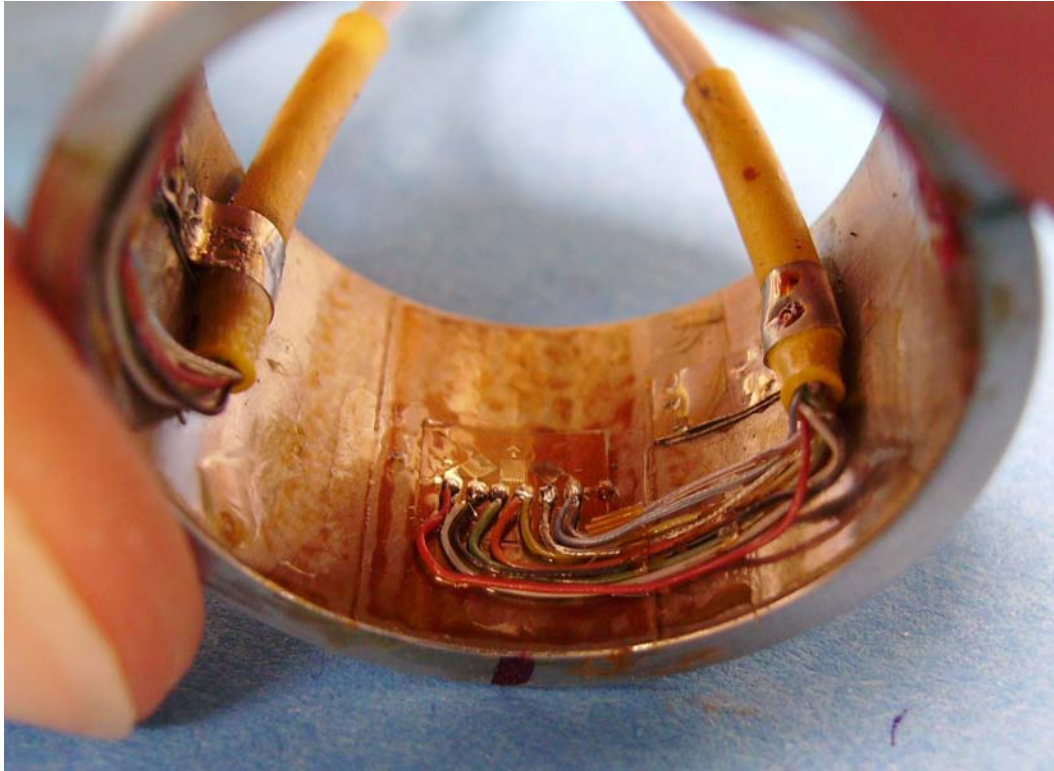


FIG. 4.4 – Photographie d'une rosette câblée en quart de pont

mettant l'enregistrement des informations des trois bagues instrumentées simultanément. La figure 4.6 représente les dispositifs avant le début de l'essai. Les bagues en AMF sont placées sur un ruban adhésif double face, dans une enceinte thermique. Les bagues instrumentées sont introduites dans les bagues en AMF jusqu'à contact avec le ruban adhésif. L'utilisation d'une enceinte thermique pour le chauffage permet d'avoir une température homogène dans l'ensemble des bagues en appliquant une vitesse de chauffage relativement faible. Afin de vérifier la répétabilité de l'essai, il est réalisé en triplica sur chacune des bagues.

Essais réalisés

Pour le premier cycle nommé A1, les bagues sont chauffées à une vitesse de $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ permettant une répartition homogène de la température, depuis la température ambiante jusqu'à $175\text{ }^{\circ}\text{C}$. L'homogénéité de la température est nécessaire car l'intégration numérique du modèle défini dans Abaqus® ne permet pas de gérer une hétérogénéité. Lors de l'essai suivant nommé A2, la vitesse de chauffage est de $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ et l'évolution de la pression de serrage est comparée. Si une différence significative est constatée, la vitesse du troisième essai nommé A3 est de $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, et $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ dans le cas contraire. Entre deux essais, le désassemblage s'effectue par trempe du dispositif dans l'azote liquide, et l'utilisation d'une presse si nécessaire. Pour le cycle A2, la température est maintenue pendant 90 minutes à $175\text{ }^{\circ}\text{C}$ à la fin du cycle pour évaluer la tenue du serrage. Le tableau 4.3 récapitule l'ensemble des essais réalisés.

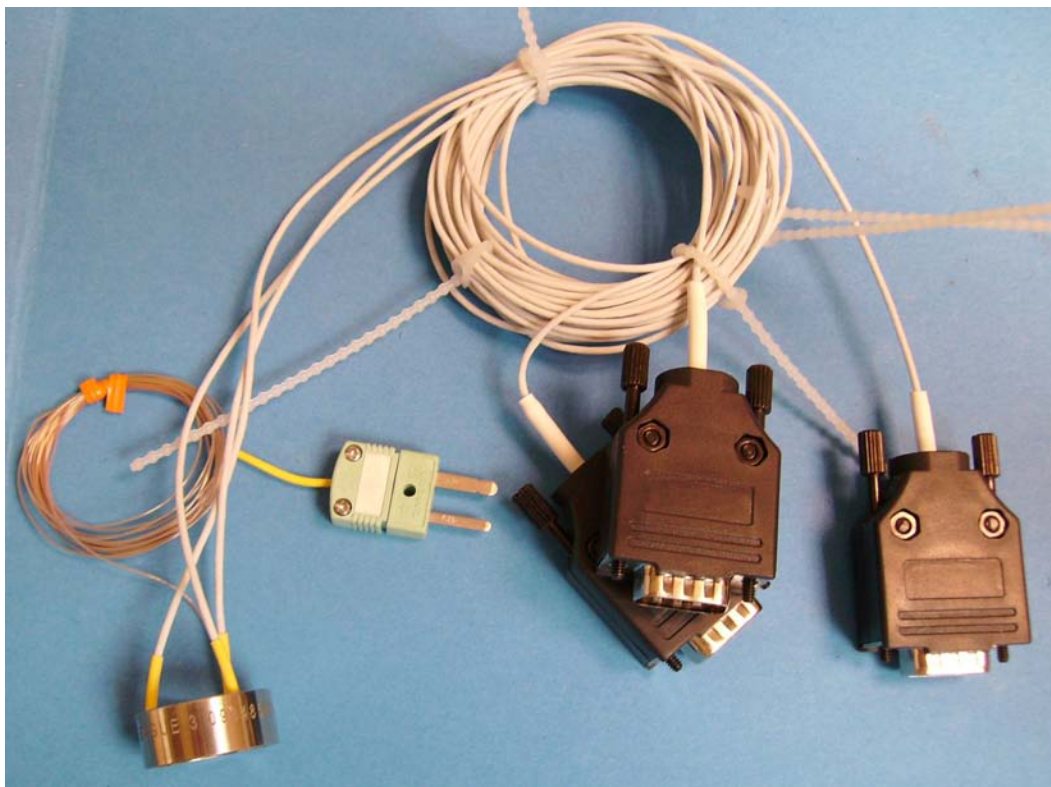


FIG. 4.5 – Photographie d'une bague instrumentée d'un thermocouple (à gauche) et de trois rosettes régulièrement collées à 120 °C

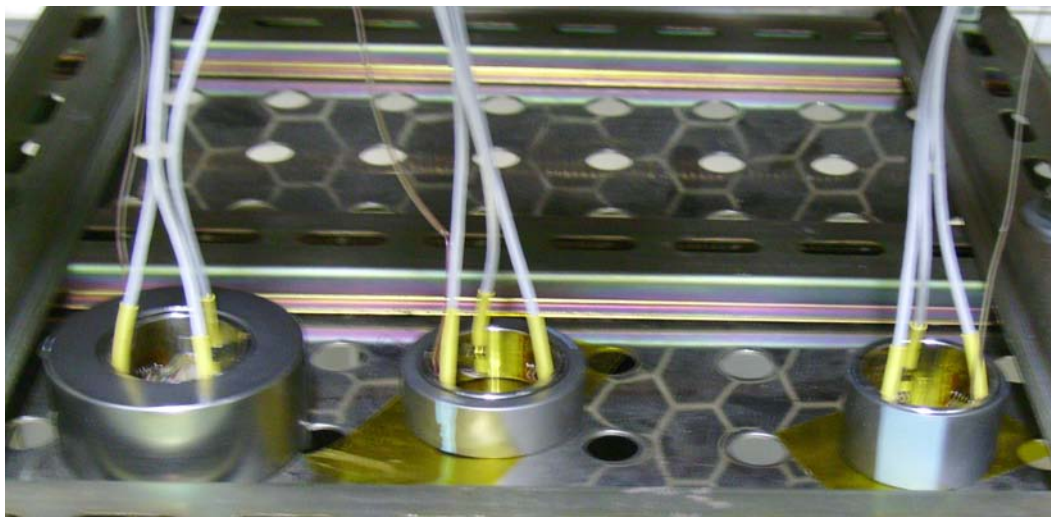


FIG. 4.6 – Photographie des trois dispositifs placés dans l'enceinte thermique avant le début de l'essai

N	Vitesse (°C/min)	T (°C)	Stabilisation (min)	T (°C)	T (°C)	Stabilisation (min)	T (°C)	Stabilisation (min)
A1	2	20 → 175	20	175 → -18	-18 → 17	-	-	-
A2	10	20 → 175	30	175 → -28	-28 → 175	90	175 → 20	240
A3	2 ou 10	20 → 175	20	175 → -28	-28 → 19	15	-	-

TAB. 4.3 – Récapitulatif des essais réalisés

4.4 Résultats expérimentaux

Dans cette section, les résultats obtenus sur les trois bagues sont présentés. Pour la bague fine, les résultats sont développés en présentant les déformations principales pour chacune des rosettes, les moyennes et les pressions de serrages correspondantes. La même démarche est appliquée pour les autres bagues, les résultats sont présentés dans l'annexe A.10.

4.4.1 Variation de la pression de serrage générée par la bague fine

Évolution de la déformation tangentielle : l'évolution de la déformation tangentielle mesurée par les trois rosettes de la bague fine lors de l'essai A2 est présentée sur la figure 4.7. Jusqu'à 60 °C, la déformation est nulle ce qui signifie qu'il n'y pas de serrage entre les bagues. Cette déformation évolue à partir de 60 °C de manière quasi-linéaire à $15 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$ jusqu'à 100 °C puis se stabilise entre 140 et 150 °C selon les rosettes, avant de diminuer légèrement jusqu'à 175 °C. Cela signifie que la température A_s est inférieure à 60 °C. Cette température n'est pas directement identifiable car une partie de la transformation de phase a permis le rattrapage du jeu entre les bagues sans entraîner de pression de serrage. Des écarts importants de 20 % sont constatés entre les valeurs des rosettes. Ils peuvent s'expliquer par une faible tolérance de circularité sur les bagues en $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ induisant une pression de serrage non homogène. Ce cas sera étudié dans la partie discussion de ce chapitre (4.7.4), ce qui permettra de quantifier l'influence de la tolérance de circularité sur l'hétérogénéité de la pression de serrage. Malgré cet écart, la forme générale des courbes est la même. Lors du refroidissement, une faible diminution de la déformation est remarquée jusqu'à 40 °C à une vitesse de $1,4 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$, puis la déformation augmente jusqu'à la fin du refroidissement.

Évolution de la déformation axiale : l'évolution de la déformation axiale mesurée par les 3 rosettes de la bague fine lors de l'essai A2 est présentée sur la figure 4.8. Contrairement à la déformation tangentielle, elle évolue dès le début de l'essai à une vitesse de $2,5 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$. Ceci n'est pas remarqué pour les autres dimensions de bagues comme le montre l'annexe A.10, et peut s'expliquer dans le cas présent par le faible jeu entre les deux bagues. Ainsi, la dilatation thermique modifie la déformation. Comme le montrent les résultats présentés dans l'annexe, l'évolution des deux déformations commence généralement à la même température. À 60 °C, une brusque diminution de la déformation axiale est remarquée, cette dernière devenant presque nulle, puis elle augmente presque linéairement jusqu'à 100 °C à une vitesse de $4,8 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$. Comme dans le cas de la déformation tangentielle, une saturation est observée jusqu'à environ 140 °C. Entre 140 et 175 °C, la vitesse de déformation axiale augmente à nouveau, à $2 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$. Lors du refroidissement, trois phases sont observées : une diminution de la déformation à $1,5 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$ de 175 à 130 °C, puis une légère augmentation à $0,8 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$ de 130 à 40 °C et une forte baisse jusqu'à -28 °C allant jusqu'à une vitesse de $4 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$. Cette évolution n'est pas simple à interpréter car il est difficile de comprendre physiquement la déformation axiale à l'intérieur de la bague. Il est plus simple de s'intéresser directement à l'évolution de la pression de serrage.

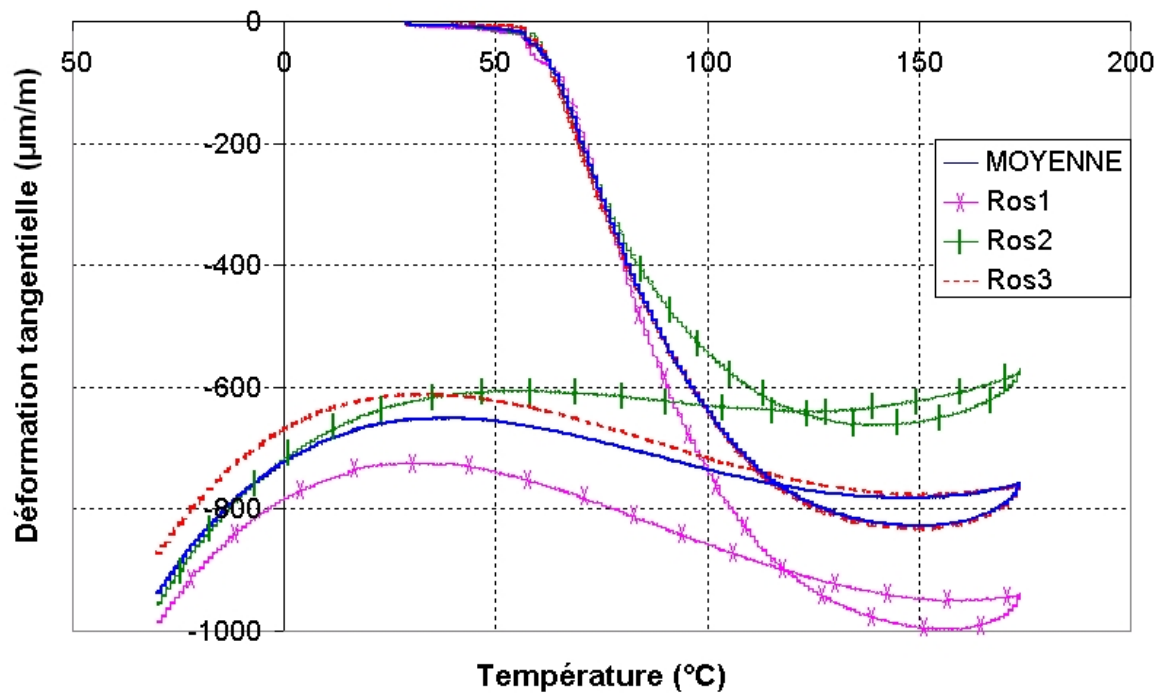


FIG. 4.7 – Évolution des déformations tangentielle relevées sur les rosettes de la bague fine lors du cycle A2

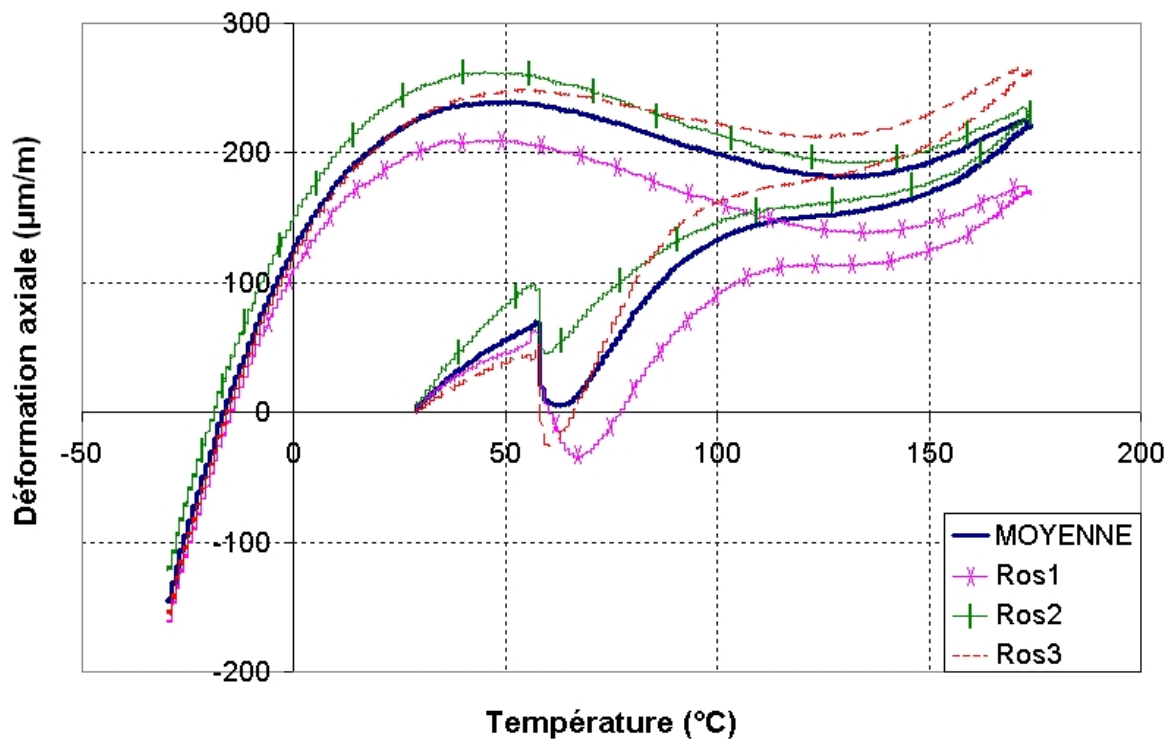


FIG. 4.8 – Évolution des déformations axiales relevées sur les rosettes de la bague fine lors du cycle A2

Évolution de la pression de serrage : avec les déformations tangentielle et axiales, en utilisant la relation (4.2), l'évolution et la répartition de la pression de serrage dans la bague fine au niveau des trois rosettes sont représentées sur la figure 4.9. L'évolution moyenne peut être schématisée en trois phases :

- Entre 30 et 60 °C, une faible augmentation de la pression de serrage à 0,04 MPa/°C est observée
- Entre 65 et 150 °C, une augmentation est observée à 0,27 MPa/°C jusqu'à 120 °C suivie d'une saturation
- Lors du refroidissement, entre 175 et -28 °C, l'évolution de la pression de serrage est quasi-nulle, à 0,015 MPa/°C.

La première et la troisième phase sont dues à la dilatation des bagues. Le coefficient de dilatation de l'Inconel 718 étant supérieur à celui du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, une augmentation de la température entraîne un accroissement de la pression de serrage. La vitesse est différente dans les deux cas, le premier étant également perturbé par la circularité des bagues (détaillé dans la section 4.7.4). La seconde phase correspond à la transformation de martensite en austénite permettant le serrage. La perte de pression de serrage entre les deux premières phases s'explique par l'orientation d'une fraction de martensite auto-accommodée, ce cas est détaillé dans la partie discussion (4.7.3). L'évolution de la pression de serrage dans la

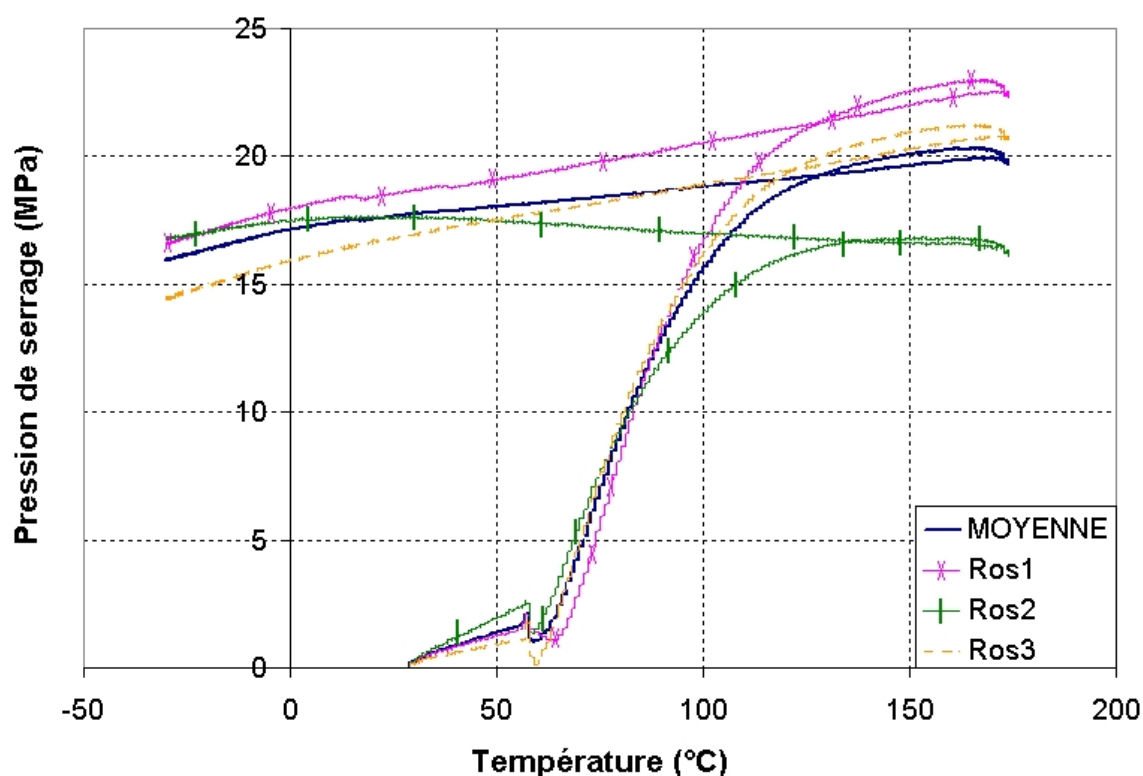


FIG. 4.9 – Évolution de la pression de serrage obtenue via les trois rosettes sur la bague fine lors du cycle A2

bague fine lors des trois essais est présentée sur la figure 4.10. Le comportement de la bague lors de l'essai A1 diffère beaucoup de celui lors des essais A2 et A3. Ce constat est valable

pour les bagues moyennes et épaisses, comme le montrent les figures 4.11 et 4.12. L'essai A1 est le premier essai réalisé avec l'ensemble du dispositif, et il semblerait que le premier chauffage ait relaxé les jauges d'extensométrie. En effet, les facteurs de corrections des jauges à appliquer lors du premier chauffage étaient bien plus importants que pour les suivants, ce qui a probablement perturbé les résultats. Il aurait été préférable de réaliser un essai "à vide", c'est-à-dire sans bague en $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ au préalable. Toutefois, il est à noter que l'écart est moins prononcé que pour les autres dimensions des bagues. Les essais A2 et A3, dont la vitesse de chauffage diffère, donnent sensiblement le même résultat.

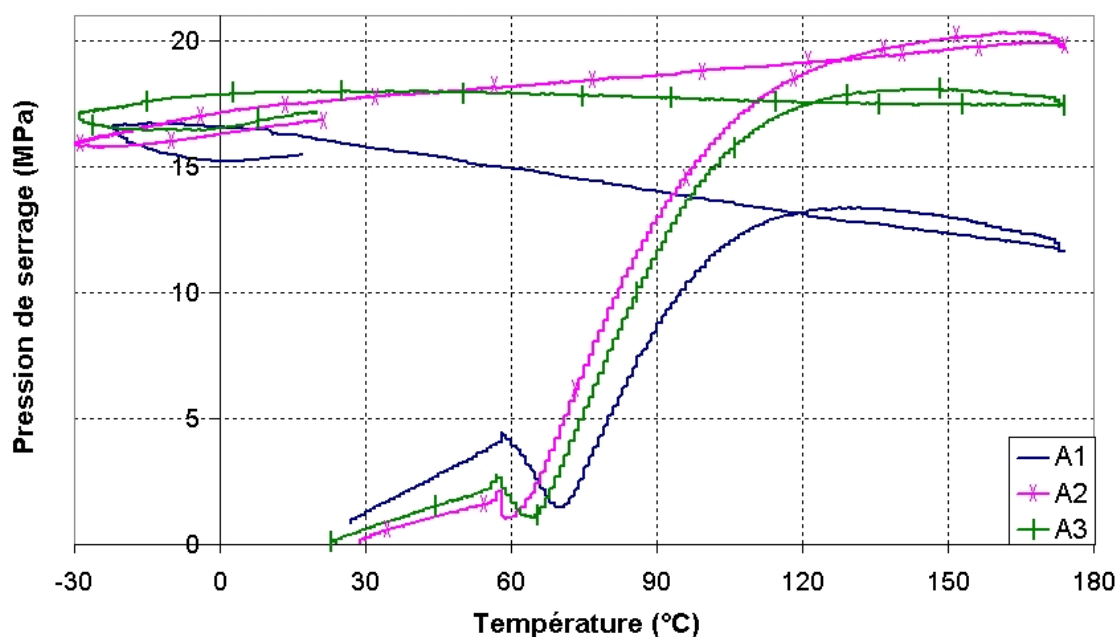


FIG. 4.10 – Évolution de la pression de serrage moyenne sur la bague fine lors des cycles A1, A2 et A3

4.4.2 Variation de la pression de serrage générée par la bague moyenne

L'évolution de la pression de serrage dans la bague moyenne lors des trois essais est présentée sur la figure 4.11. Comme pour la bague fine, un petit décalage est remarqué lors du cycle A1. Toutefois, les cycles A2 et A3 donnent des résultats relativement proches, ce qui signifie que la vitesse de chauffage n'a pas d'influence sur le résultat, que la répétabilité de l'essai est bonne et que la trempe du dispositif dans l'azote liquide entre chaque cycle n'altère pas le système de mesure. L'évolution moyenne de la pression peut être décomposée en trois phases :

- Entre 30 et 60 °C, une faible augmentation de la pression de serrage à 0,04 MPa/°C est observée
- Entre 65 et 150 °C, une augmentation est observée à 1,6 MPa/°C jusqu'à 100 °C suivie d'une saturation à 80 MPa.
- Lors du refroidissement, entre 150 et 20 °C, la pression de serrage diminue à une faible

vitesse de $0,12 \text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$. Cette vitesse augmente progressivement en dessous de 20°C , signe d'un début de transformation martensitique.

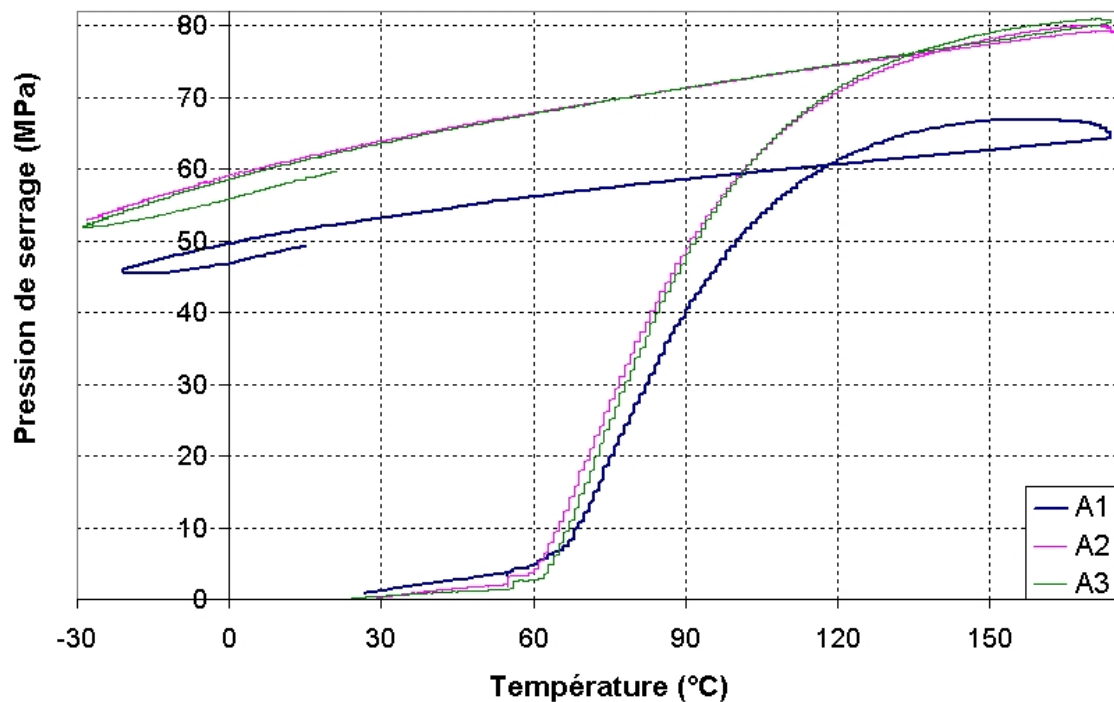


FIG. 4.11 – Évolution de la pression de serrage moyenne sur la bague moyenne lors des cycles A1, A2 et A3

4.4.3 Variation de la pression de serrage générée par la bague épaisse

L'évolution de la pression de serrage dans la bague épaisse lors des trois essais est présentée sur la figure 4.12. Les trois bagues ont un comportement semblable, avec une légère différence lors du premier cycle A1, moins prononcée que pour les bagues plus fines. L'évolution moyenne de la pression peut être décomposée en trois phases :

- Entre 30 et 55°C , une faible augmentation de la pression de serrage à $0,022 \text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$ est observée
- Entre 55 et 100°C , une augmentation est observée à $4,11 \text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$ jusqu'à 100°C . Cette augmentation est perturbée lorsque la pression de serrage vaut 70 MPa . Après 100°C , la saturation de la transformation inverse débute, et la pression maximale à saturation vaut 240 MPa .
- Lors du refroidissement, entre 175 et 20°C , la pression de serrage diminue à une faible vitesse de $0,21 \text{ MPa}/^{\circ}\text{C}$. En dessous de 20°C , la baisse de la pression en fonction de la température est de plus en plus importante, signe d'un début de transformation martensitique.

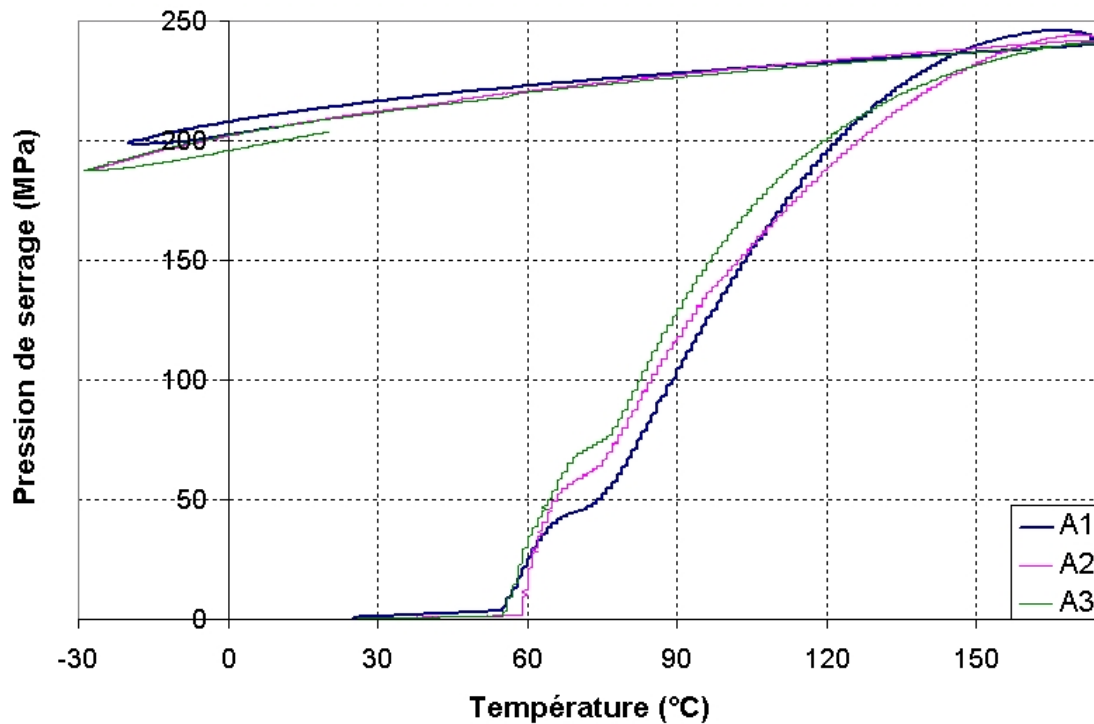


FIG. 4.12 – Évolution de la pression de serrage moyenne sur la bague épaisse lors des cycles A1, A2 et A3

4.4.4 Refroidissement dans l'azote liquide

L'acquisition des déformations a été poursuivie lors du refroidissement à la fin du cycle A2 afin de déterminer à quelle température une forte baisse de la pression de serrage est obtenue, correspondant à la transformation martensitique. Les températures de transformation étant très basses, un refroidissement progressif maîtrisé n'est pas envisageable. Les bagues assemblées sont ainsi rapprochées progressivement de la surface d'azote liquide, puis immergées.

Dans le cas de la bague fine, le désassemblage se fait assez rapidement sans avoir à exercer d'effort mécanique. L'évolution de la pression de serrage moyenne en fonction de la température est représentée sur la figure 4.13. Une forte augmentation de la pression de serrage est observée entre -80 et -140 °C. Ces températures sont proches respectivement des températures M_s et M_f déterminées par DSC sur un échantillon prédéformé. Trois hypothèses sont proposées pour expliquer cette augmentation inattendue :

- le refroidissement étant brutal, les jauges risquent de se dégrader et de donner des valeurs aberrantes. Toutefois, cette hypothèse est peu probable car lors de l'essai suivant A3, les valeurs trouvées sont cohérentes avec celles de A2,
- la dilatation de la bague en NiTiNb s'opère plus rapidement que pour la bague en Inconel, ce qui induit une augmentation temporaire de la pression de serrage. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que la bague en AMF est plus fine que celle en Inconel (0,89 mm contre 1,75), ou par une capacité calorifique plus importante du NiTiNb,
- un effet mémoire double sens : lors de la prédéformation, le polycristal de NiTi est

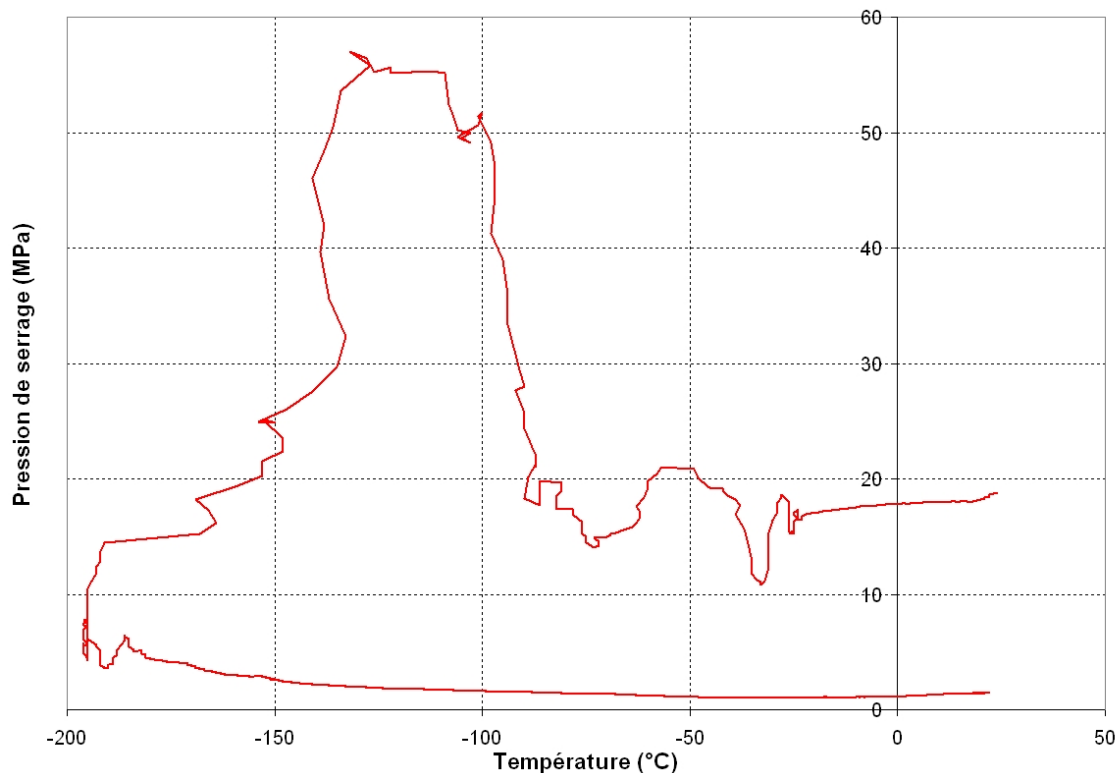


FIG. 4.13 – Évolution de la pression de serrage dans la bague fine lors de la trempe dans l'azote liquide

déformé plastiquement. Après le serrage, en diminuant la température, les premières variantes de martensite se forment sous contrainte mais suivant des plans "privilégiés" compatibles avec la prédéformation, qui entraînent une augmentation du serrage. Toutefois, l'effet mémoire double sens est connu pour ne générer que des contraintes faibles.

Après quelques secondes à -196 °C, la bague en NiTiNb s'ouvre suffisamment pour se détacher d'elle-même de la bague instrumentée.

Dans le cas de la bague épaisse, les températures M_s et M_f sont respectivement -110 et -165 °C comme le montre la figure 4.14. Dans ce cas, il n'est pas observé d'augmentation de la pression de serrage lors de la transformation martensitique. Ceci pourrait conforter la seconde hypothèse expliquant cette augmentation par la dilatation, car dans ce cas l'épaisseur de la bague est de 8,9 mm : cette dernière se refroidit beaucoup plus lentement que la bague en Inconel. Après 30 secondes à -196 °C, une pression de serrage est toujours exercée et un maillet doit être utilisé afin de désassembler les deux bagues (une seule sollicitation suffit).

Le désassemblage de la bague moyenne a été nettement plus difficile. En effet, malgré plusieurs trempes dans l'azote, une forte pression de serrage subsiste (essais au maillet, puis utilisation d'une presse). Ce résultat paraît étonnant car la bague épaisse s'est désassemblée plus aisément. En s'intéressant à l'évolution de la pression de serrage lors des refroidissements successifs dans l'azote présentée à la figure 4.15, ce phénomène s'explique : lors de la trempe, la martensite formée est auto-accommodée, et possède des températures de

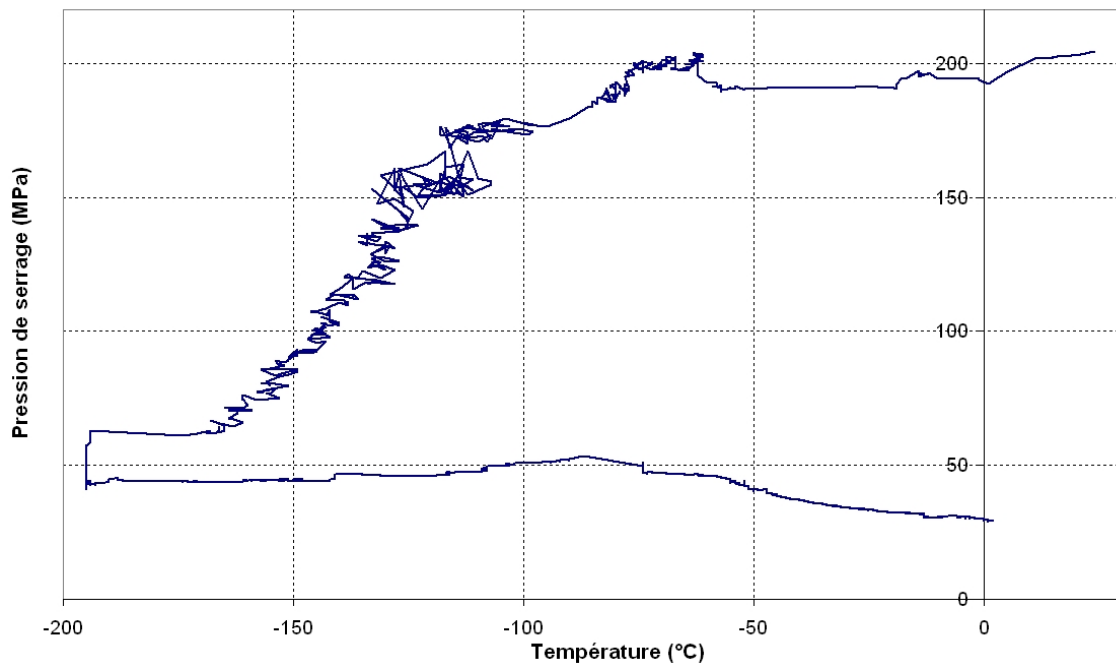


FIG. 4.14 – Évolution de la pression de serrage dans la bague épaisse lors de la trempe dans l'azote liquide

transformation inverse basses (A_s à -23 °C pour un échantillon recristallisé). Lors du retour à température ambiante, la transformation inverse permet à nouveau le serrage de la bague en NiTiNb sur la bague instrumentée. L'essai est décomposé en 3 parties, P1, P2 et P3 représentant chacune un cycle refroidissement/chauffage. Lors du premier cycle, une augmentation de la pression de serrage est observée, comme dans le cas de la bague 1, entre -70 et -95 °C. À -196 °C, la pression de serrage n'est plus que de 5 MPa, et elle diminue légèrement lors du chauffage pour atteindre 4 MPa au voisinage de -100 °C. À partir de -80 °C, elle augmente linéairement pour atteindre, à 0 °C, une valeur identique à celle avant le refroidissement. Ainsi, la trempe dans l'azote liquide n'a pas altéré les performances de serrage de la bague en NiTiNb, les températures de transformation sont uniquement plus basses. Ce résultat peut s'avérer intéressant pour certaines applications. Lors d'une seconde trempe (P2), l'allure de la pression est similaire avec là aussi une augmentation lors du refroidissement. Toutefois, elle apparaît à des températures plus élevées, vers -25 °C et se termine à -55 °C. Lors du troisième cycle (P3), l'assemblage est trempé deux fois, la température entre les deux atteignant -60 °C. Il est intéressant de constater que l'intensité de la pression de serrage lors de la seconde trempe est la même que lors des cycles P1 et P2. Au final, le désassemblage a été effectué manuellement (avec l'utilisation de gants) immédiatement après la trempe, l'effort à exercer étant minime. Après retour à température ambiante, l'introduction de la bague en AMF autour de la bague instrumentée est impossible.

Résultats adoptés pour l'identification des paramètres matériau

Des incertitudes étant importantes quant aux températures mesurées lors de la trempe dans l'azote liquide, ces résultats expérimentaux ne servent pas de référence pour l'identi-

cation des paramètres matériau du NiTiNb. Concernant les essais de chauffage des bagues, les résultats obtenus lors du cycle A1 ne sont pas utilisés.

Les résultats obtenus lors des cycles A2 et A3 sont similaires, le cycle A2 est choisi comme référence pour la validation du modèle.

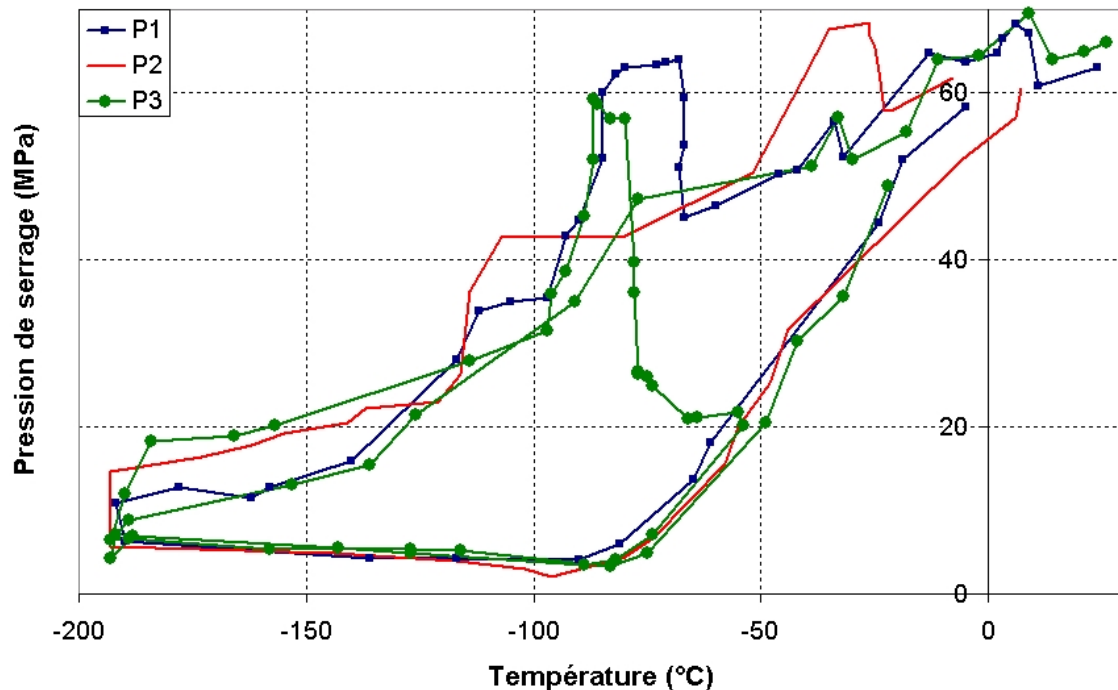


FIG. 4.15 – Évolution de la pression de serrage dans la bague moyenne lors de la trempe dans l'azote liquide

4.5 Modélisation

4.5.1 Géométrie et maillage

Le cycle simulé est celui décrit dans le chapitre précédent, utilisé pour l'étude d'influence des paramètres sur un cycle de serrage. Il comporte l'ouverture de la bague en AMF suivi du cycle expérimental. La modélisation du problème est axisymétrique. Une étude préliminaire est réalisée afin de déterminer les dimensions initiales des bagues en NiTiNb : elles sont ouvertes par le fournisseur Intrinsic Devices® avant livraison. Le rayon intérieur avant cette étape est donc inconnu. L'ouverture de la bague se fait par l'orientation des variantes de martensite auto-accommodées, et elle génère des gradients de propriétés dans la bague. Il est essentiel de modéliser cette étape du cycle de serrage pour décrire correctement le cas réel. Pour chacune des bagues, des simulations d'ouverture sont effectuées avec plusieurs valeurs de rayon intérieur, jusqu'à ce que la valeur après ouverture soit identique à celle de la bague fournie.

Dans le cas de la bague moyenne : le rayon interne de la bague ouverte est de 12,97 mm. La déformation de transformation est supposée atteindre sa valeur de saturation (2 %) lors

de l'ouverture de la bague, ce qui est en accord avec les niveaux de prédéformation généralement imposés comme expliqué dans le chapitre 1. Une série de simulations a été menée, et le rayon avant ouverture est déterminé à 12,65 mm.

Dans le cas de la bague fine : le rayon interne des bagues fines après ouverture et relâchement est de 12,95 mm. Le rayon avant ouverture, pour un matériau dont la déformation de transformation maximale est de 2 %, a été déterminé à 12,67 mm par une démarche analogue à celle suivie pour la bague moyenne.

Dans le cas de la bague épaisse : le rayon intérieur de la bague épaisse après ouverture et relâchement est de 12,96 mm. Le rayon avant ouverture, pour un matériau dont la déformation de transformation maximale est de 2 %, a été déterminé à 12,67 mm par une démarche analogue à celle suivie pour la bague moyenne. Toutefois, un gradient de contrainte est observé dans la bague lors de l'ouverture, et la déformation maximale de transformation n'est pas atteinte dans l'ensemble de la bague. Ceci explique que le rayon interne attribué aux bagues avant ouverture ne soit pas proportionnel aux épaisseurs des bagues. Ce point sera à nouveau abordé dans la partie 4.7.2. La figure 4.16 présente les géométries initiales étudiées pour les trois configurations.

Des éléments carrés sont utilisés pour discrétiser les bagues. La longueur des éléments pour

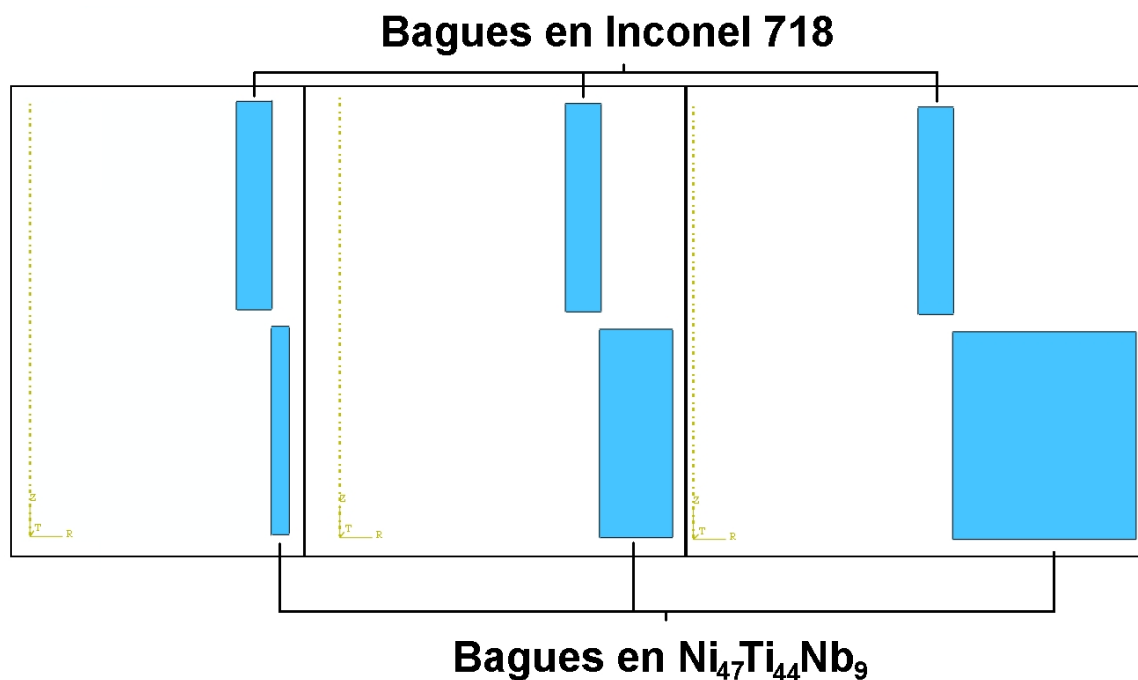


FIG. 4.16 – Géométrie des trois configurations simulées avec une bague en NiTiNb fine, moyenne et épaisse

la bague fine (épaisseur de 0,89 mm) est choisie afin d'avoir quatre éléments dans l'épaisseur, proche de 0,22 mm. Pour les bagues moyenne et épaisse (épaisseur de 3,58 et 8,99 mm respectivement), des éléments de 0,3 mm de longueur ont été choisis, permettant d'avoir

respectivement 12 et 30 éléments dans l'épaisseur. Il a été vérifié que la discrétisation n'a pas d'influence sur les résultats obtenus : des simulations avec des éléments de 0,6 mm de longueur ont été effectuées pour les bagues moyenne et épaisse. Dans chacun des cas la taille des éléments des deux bagues est la même. La figure 4.17 illustre la discrétisation pour les trois configurations.

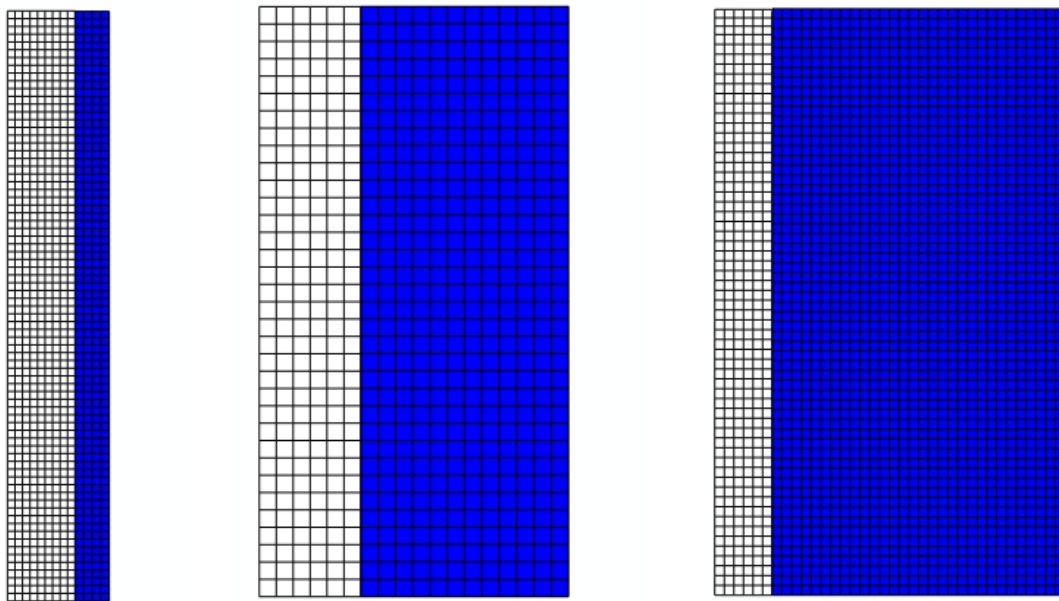


FIG. 4.17 – Maillage des trois configurations simulées avec une bague en NiTiNb fine, moyenne et épaisse - Éléments de longueur respective 0,22, 0,3 et 0,3 mm

4.5.2 Évolution de la pression de serrage

Les figures 4.18, 4.19 et 4.20 représentent les résultats des simulations pour les bagues fine, moyenne et épaisse respectivement, avec les paramètres matériau répertoriés dans le tableau 3.1 déterminés dans le chapitre 3.

. La figure 4.21 donne l'évolution de la pression de serrage en fonction de l'épaisseur de la bague, à différentes températures. La pression de serrage finale, à -50 °C, est proportionnelle à l'épaisseur de la bague. Néanmoins lors du chauffage, la saturation de la transformation inverse arrive à une température d'autant plus basse que l'épaisseur de la bague est importante. Ainsi, dès 120 °C la pression maximale est atteinte pour la bague épaisse. À 175 °C, lorsque la saturation est atteinte dans les trois bagues, la pression et l'épaisseur de la bague ne sont plus proportionnelles. À la fin du refroidissement, la pression de serrage diminue, le coefficient de dilatation de la bague en NiTiNb étant inférieur à celui de l'Inconel.

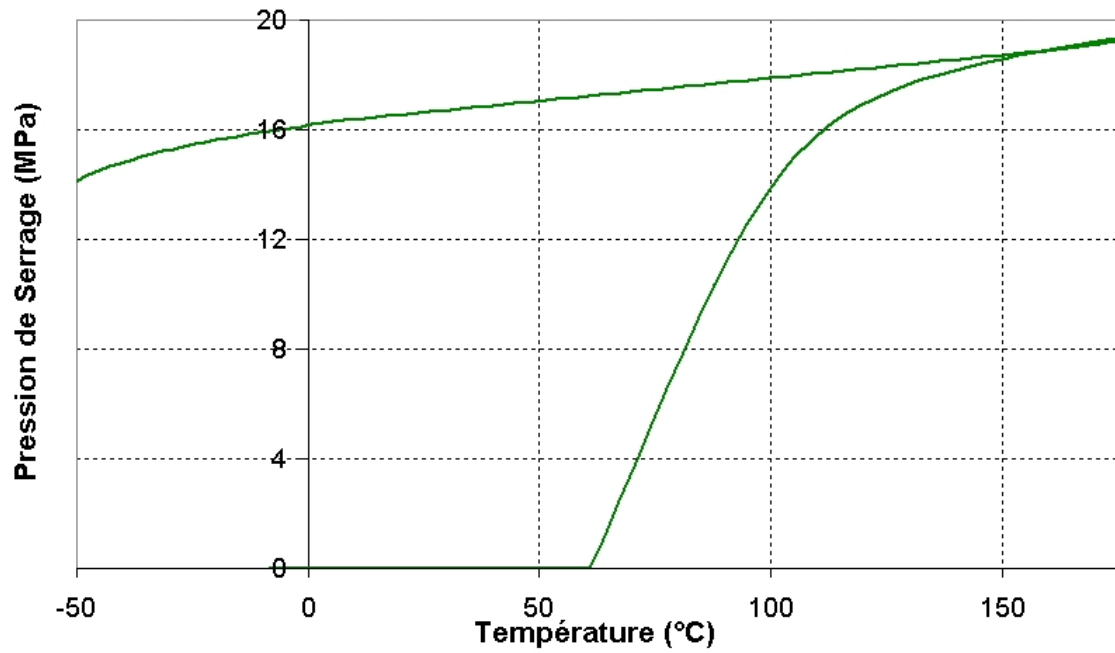


FIG. 4.18 – Simulation du dispositif avec une bague fine - Évolution de la pression de serrage en fonction de la température

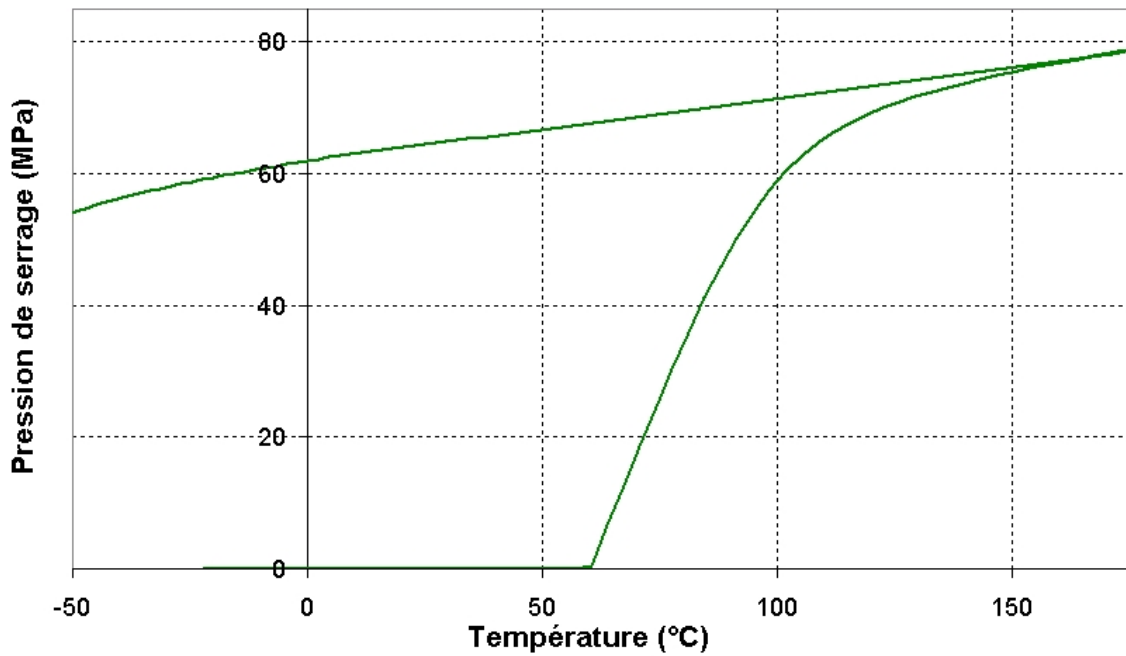


FIG. 4.19 – Simulation du dispositif avec une bague moyenne - Évolution de la pression de serrage en fonction de la température

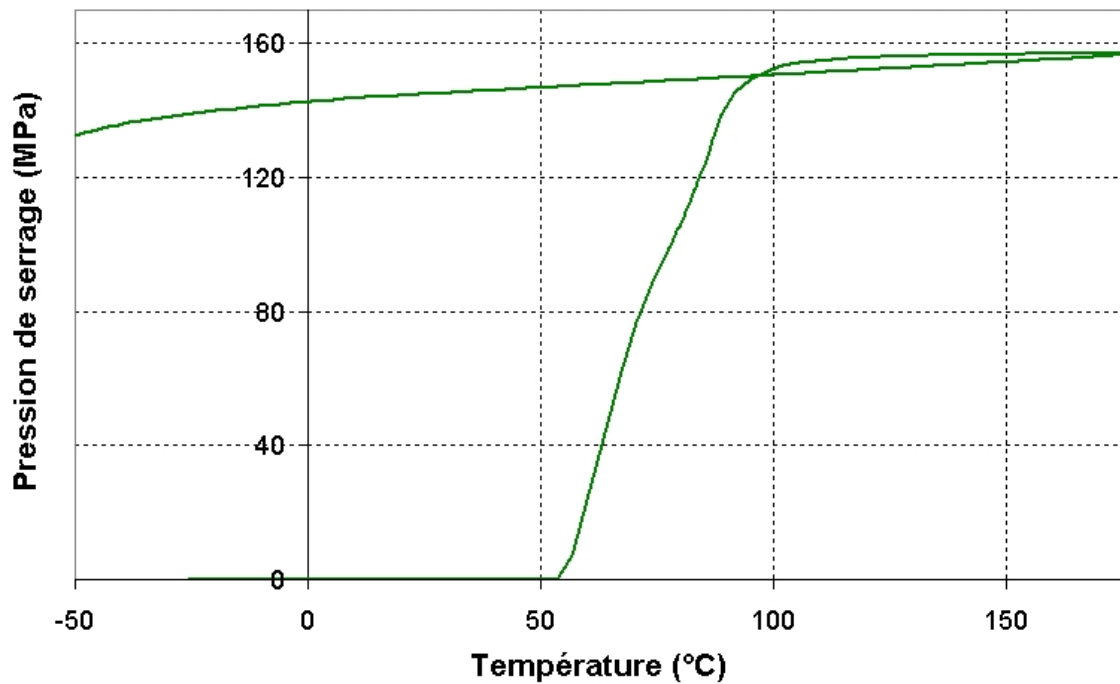


FIG. 4.20 – Simulation du dispositif avec une bague épaisse - Évolution de la pression de serrage en fonction de la température

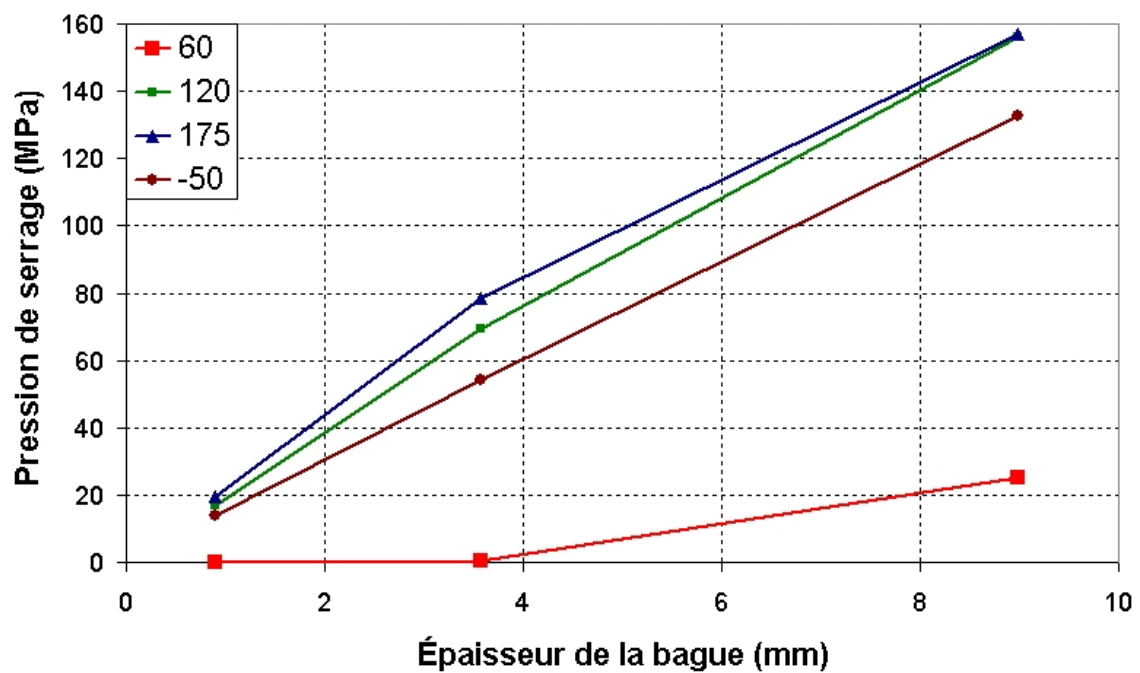


FIG. 4.21 – Évolution de la pression de serrage en fonction de l'épaisseur de la bague à différentes températures : 60 et 120 °C (pendant le chauffage), 175 °C (fin du chauffage) et -55 °C (fin du refroidissement)

4.5.3 Évolution de la contrainte

La variation de la contrainte au cours du cycle, et plus particulièrement lors de l'ouverture de la bague, est étudiée. La figure 4.22 illustre l'état de contraintes dans chacune des bagues dans quatre états : initial, bagues ouvertes (avant le relâchement), chauffées à 175 °C et refroidies à -50 °C. La pression appliquée pour ouvrir les bagues est d'autant plus élevée que la bague est épaisse. Pourtant, la contrainte lors de l'ouverture est plus élevée dans la bague fine : pour parvenir à une déformation macroscopique suffisamment grande, l'ensemble de la bague doit être orientée à saturation. Au contraire, pour la bague épaisse, une orientation partielle des variantes de martensite sur l'ensemble du volume peut suffire à obtenir la déformation macroscopique recherchée.

Un gradient de contrainte est observé selon l'épaisseur, d'autant plus marqué que l'épaisseur est grande. Dans le cas de la bague épaisse, à la fin de l'ouverture, le gradient de contrainte s'étend de 130 à 650 MPa. Sachant que la contrainte critique de début d'orientation des variantes de martensite vaut 125 MPa, un domaine de la bague est faiblement orienté. Ceci pose un problème par rapport à la démarche adoptée pour déterminer le diamètre intérieur des bagues avant ouverture, non donné par le fournisseur. En effet, nous avons supposé que **les bagues sont orientées à saturation lors de l'ouverture**, ce qui est le cas des bagues fine et moyenne. Avec cette condition, quelle que soit la pression de serrage appliquée pour ouvrir la bague, le diamètre intérieur "ouvert" ne dépend que du diamètre intérieur "initial". Par contre, si l'orientation de saturation est atteinte, la valeur du diamètre intérieur "ouvert" dépend à la fois du diamètre intérieur "initial" et de la pression appliquée pour l'ouverture. Une multitude de combinaisons sont ainsi possibles, ce qui nous interdit de déterminer la valeur initiale de ce diamètre sans connaître les paramètres du processus suivi pour l'ouverture de la bague. Par conséquent, les résultats expérimentaux obtenus sur la bague épaisse ne seront pas utilisés pour la validation du modèle.

4.6 Confrontation expérience-modèle

Les paramètres matériau de l'Inconel sont présentés dans le tableau 4.2, ceux du NiTiNb sont présentés dans le tableau 3.1. La bague moyenne est choisie comme bague de référence car ses dimensions sont voisines de celles de l'application.

4.6.1 Simulations du cycle de serrage avec la bague moyenne

Le cycle complet de serrage est modélisé, et la comparaison du résultat avec l'expérience est présentée en figure 4.23. La température à partir de laquelle la totalité du jeu est rattrapée, déterminée avec le modèle, est fidèle à l'essai expérimental. L'évolution de la pression de serrage en fonction de la température est identique dans les cas expérimental et numérique jusqu'à 110 °C. À partir de cette température, la saturation de la transformation inverse apparaît et un écart est observé entre les deux pressions de serrage. À 175 °C, la pression de serrage du modèle est de 75 MPa contre 80 MPa trouvés expérimentalement, soit un écart de

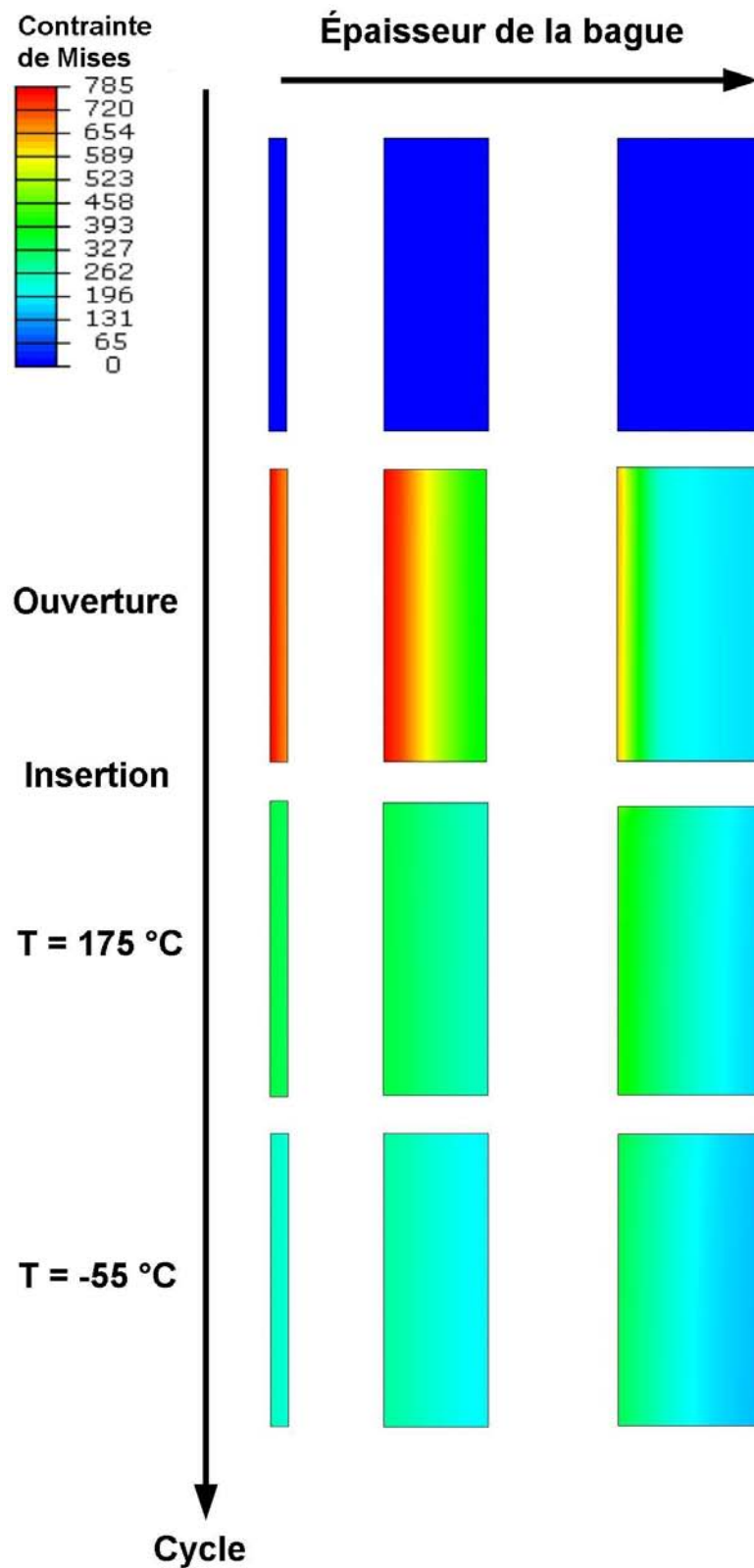


FIG. 4.22 – Évolution de la contrainte effective dans les bagues en NiTiNb pour les trois configurations : état initial, après ouverture, après chauffage à 175 °C, après refroidissement à - 55 °C

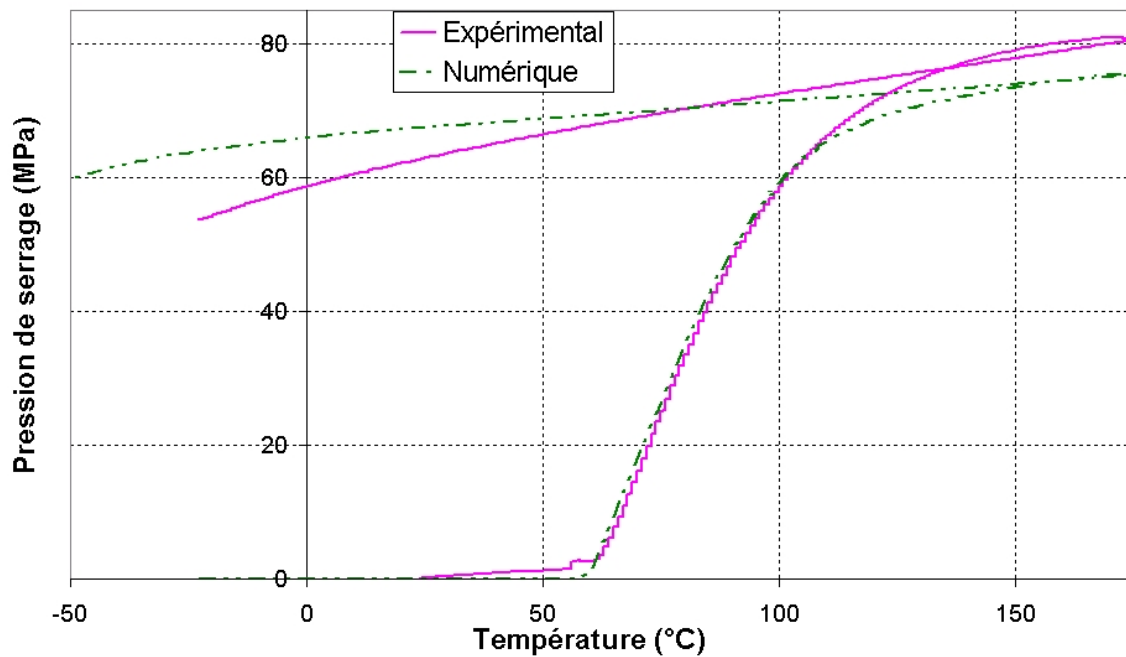


FIG. 4.23 – Comparaison expérimental/numérique de la simulation de la bague moyenne

6,5 %. Une légère différence du comportement thermoélastique de l'austénite est remarquée lors du refroidissement après serrage, entre la modélisation et le cas expérimental.

4.6.2 Simulations du cycle de serrage avec la bague fine

Le résultat obtenu lors de la simulation avec la bague fine est présenté à la figure 4.24. L'évolution de la pression de serrage simulée est proche de l'évolution observée expérimentalement. La différence majeure est liée à la saturation de la transformation inverse, qui débute légèrement plus tôt dans la simulation. Par contre, contrairement à la simulation avec la bague moyenne, le comportement thermoélastique de l'austénite est fidèle, avec le coefficient de dilatation de $8 \mu\text{m}/(\text{m}^\circ\text{C})$. À 175°C , la pression générée dans le cas expérimental est de 20 MPa, contre 19 MPa dans le cas numérique, soit un écart de 5 %.

4.7 Discussion

4.7.1 Validité du modèle

Le serrage de bagues fines et moyennes est correctement simulé avec le modèle de comportement effectif du NiTiNb présenté dans le chapitre précédent, et les valeurs des paramètres matériau identifiés sont vérifiés. La principale différence entre les résultats expérimentaux et numériques provient de la dilatation, et s'observe surtout lorsque le serrage est effectué et que la température diminue. Lors du refroidissement, au dessus de la température M_s , la matrice est austénitique et le comportement effectif est thermoélastique.

Afin de vérifier que la différence ne provient pas d'une erreur du modèle dans la prise en

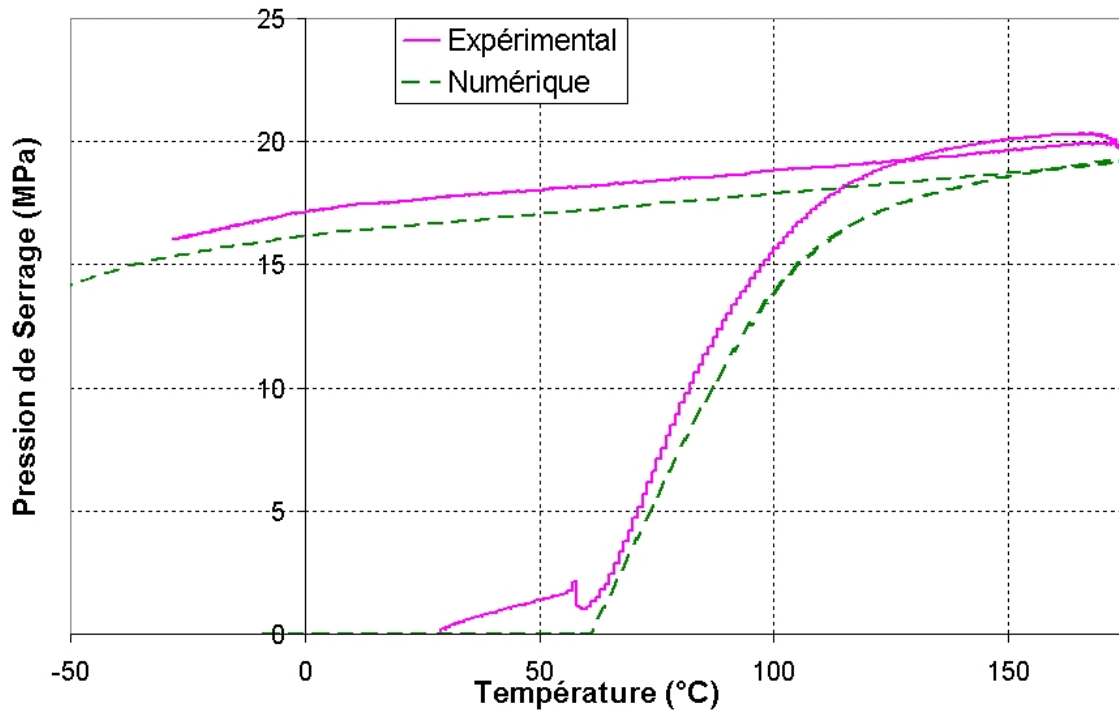


FIG. 4.24 – Comparaison expérimental/numérique de la simulation de la bague fine

compte de la dilatation thermique, le comportement thermoélastique de l'austénite décrit par notre modèle est comparé à un comportement thermoélastique proposé par Abaqus®. Les trois configurations de bagues ont été simulées par éléments finis. Les bagues des dispositifs, avec le comportement thermoélastique d'Abaqus®, sont placées en contact à une pression quelconque, et la température est modifiée afin de mesurer la différence de pression de serrage ΔP engendrée par la différence de température ΔT . Ces simulations sont conduites pour une bague intérieure possédant les propriétés thermomécaniques de l'Inconel 718, et une bague extérieure possédant les propriétés thermoélastiques de la matrice de NiTi. L'influence du coefficient de dilatation de la bague extérieure est étudiée, ce qui permet de comparer la valeur $\Delta P / \Delta T$ obtenue avec certaines simulations effectuées en utilisant le comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. L'ensemble des résultats est présenté à la figure 4.25. Ils montrent que la prise en compte de la dilatation dans le modèle proposé est correcte.

Le modèle numérique étant fiable pour la modélisation de la dilatation, l'origine de l'écart entre les résultats expérimentaux et numériques peut provenir de la formule analytique permettant de calculer la pression de serrage en se servant des déformations à l'intérieur de la bague instrumentée. En effet, la déformation est considérée totalement élastique : à pression constante, l'état de déformation est le même quelle que soit la température. Ceci peut expliquer les différences constatées, et ne remet pas en cause le modèle de comportement proposé.

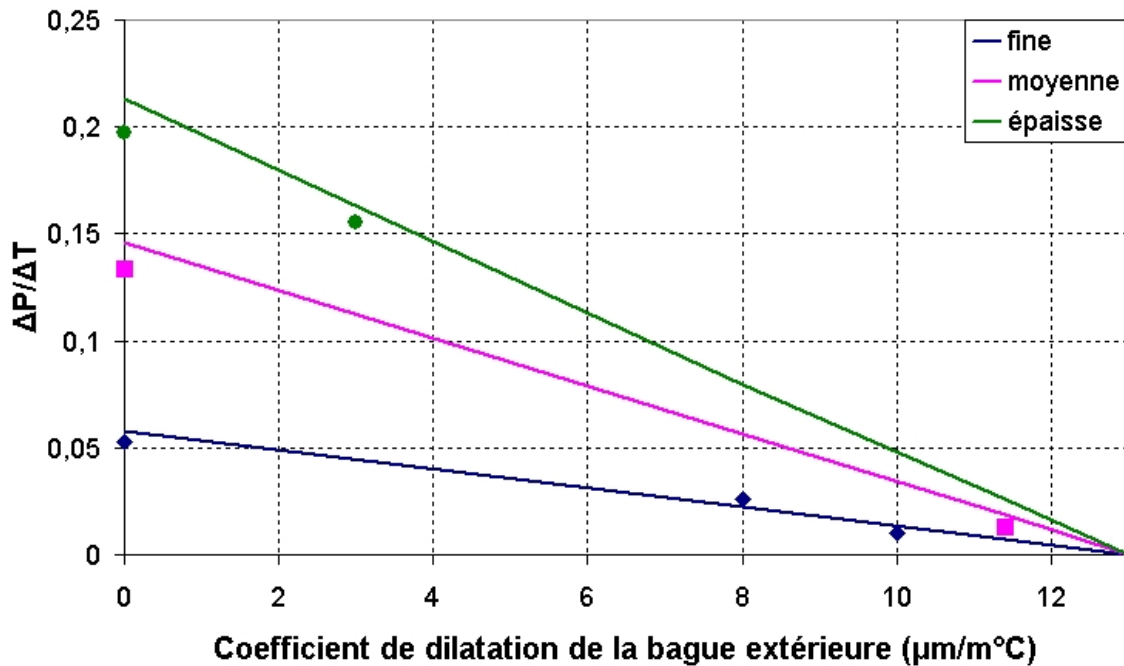


FIG. 4.25 – Simulation du serrage avec un comportement thermoélastique de la bague extérieure, pour différentes valeurs de son coefficient de dilatation - Comparaison avec le modèle de comportement du NiTiNb (marques rondes pour bague épaisse, carrées pour bague moyenne et losanges pour bague fine)

4.7.2 Cas des bagues épaisses

Comme expliqué dans la section précédente, les essais expérimentaux réalisés sur la bague épaisse ne permettent pas de valider le modèle, le diamètre intérieur initial restant inconnu. Néanmoins, même si ce diamètre était connu, le fort gradient de contrainte observé lors de la simulation de l'ouverture diminue la fiabilité du modèle développé. En effet, l'étape de prédéformation n'est pas modélisée car elle entraîne une déformation plastique de la matrice de NiTi. Cette déformation plastique induit une variation de certains des paramètres matériau, estimée dans notre cas à l'aide de données bibliographiques. Pour les bagues fine et moyenne dans lesquelles le gradient est faible, l'effet de la prédéformation est homogène, les modifications des paramètres matériau sont égales dans l'ensemble du volume des bagues.

Dans le cas des bagues épaisses, le gradient de contrainte lors de la prédéformation induit un gradient des propriétés du matériau, notamment sur la stabilisation de la martensite (températures de transformation) et la valeur de certains paramètres matériau (ε_{max}^T et b). Le modèle ne peut ainsi pas être utilisé avec les propriétés matériau définies dans le chapitre 3. Deux solutions permettant la simulation des bagues épaisses sont toutefois possibles :

- La première consiste à donner aux paramètres matériau leur valeur moyenne sur l'ensemble de la bague. Ceci nécessite d'estimer la contrainte du matériau lors de la prédéformation, pour différentes valeurs du rayon, et d'en déduire la valeur des paramètres matériau. Il est également possible de prélever des échantillons de la bague, et de retrouver leur prédéformation en recherchant leurs températures de transformation par

DSC. Une modélisation avec des paramètres moyennés ne serait toutefois pas fidèle au comportement réel des bagues épaisses.

- La seconde solution consiste à partitionner lors de la modélisation les bagues épaisses selon leur épaisseur, et d’attribuer des paramètres matériau différents dans les partitions. Ceci permet de prendre en compte le gradient des propriétés du matériau, qui peuvent comme pour la solution précédente être déterminées par DSC.

4.7.3 Évolution de la pression au début du serrage

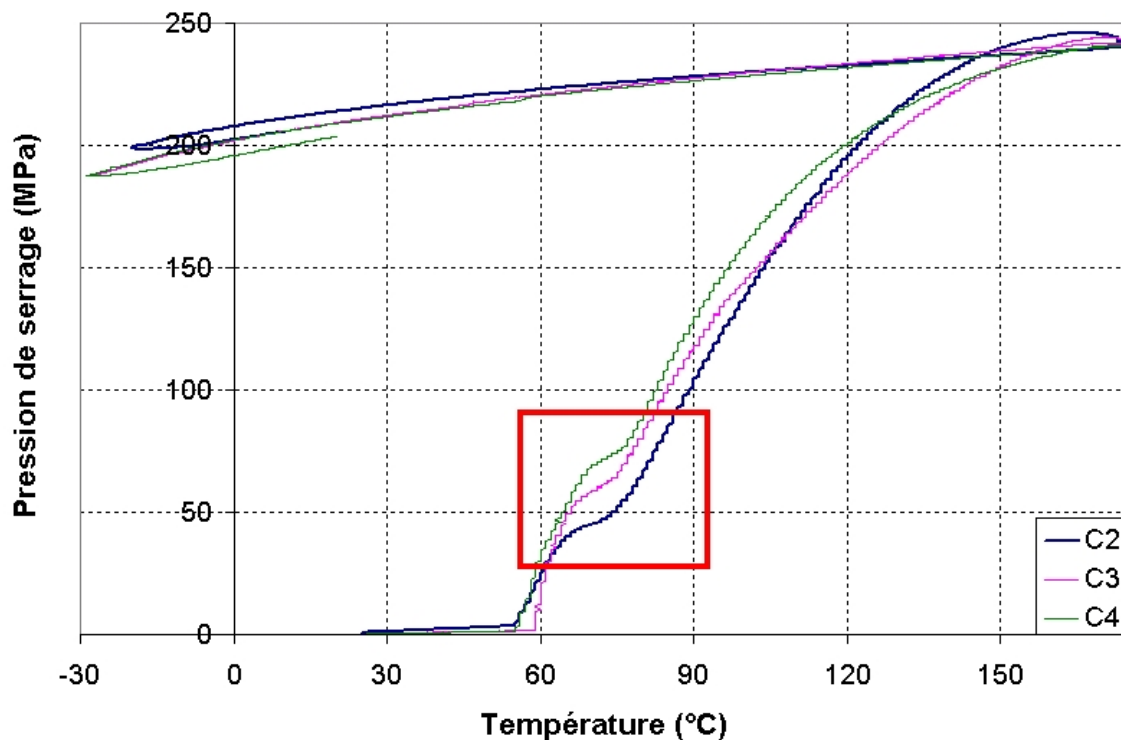


FIG. 4.26 – Évolution de la pression au début du serrage - Encadré : baisse de la variation de pression observée expérimentalement sur les bagues épaisses

Les résultats expérimentaux montrent qu’au début du serrage, l’augmentation de la pression s’estompe sur quelques degrés, puis reprend une allure linéaire. Cette variation est illustrée à la figure 4.26 dans le cas des bagues épaisses. Afin d’expliquer ce phénomène, une étude numérique est menée en considérant un seul élément sur lequel est simulé un cycle de serrage, dont les résultats sont présentés à la figure 4.27. Le cycle est composé d’une baisse de la température formant de la martensite auto-accommodée suivie d’une traction pour orienter les variantes, puis d’un relâchement et d’une augmentation de la température en bloquant le déplacement de l’élément. Le matériau simulé est du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ non pré-déformé, dont la déformation maximale de transformation vaut 0,05. La valeur de la force critique d’orientation est modifiée à chaque simulation, de 50 à 125 MPa avec des pas de 25 MPa.

Une baisse de la variation de pression de serrage est observée, d’autant plus marquée que la

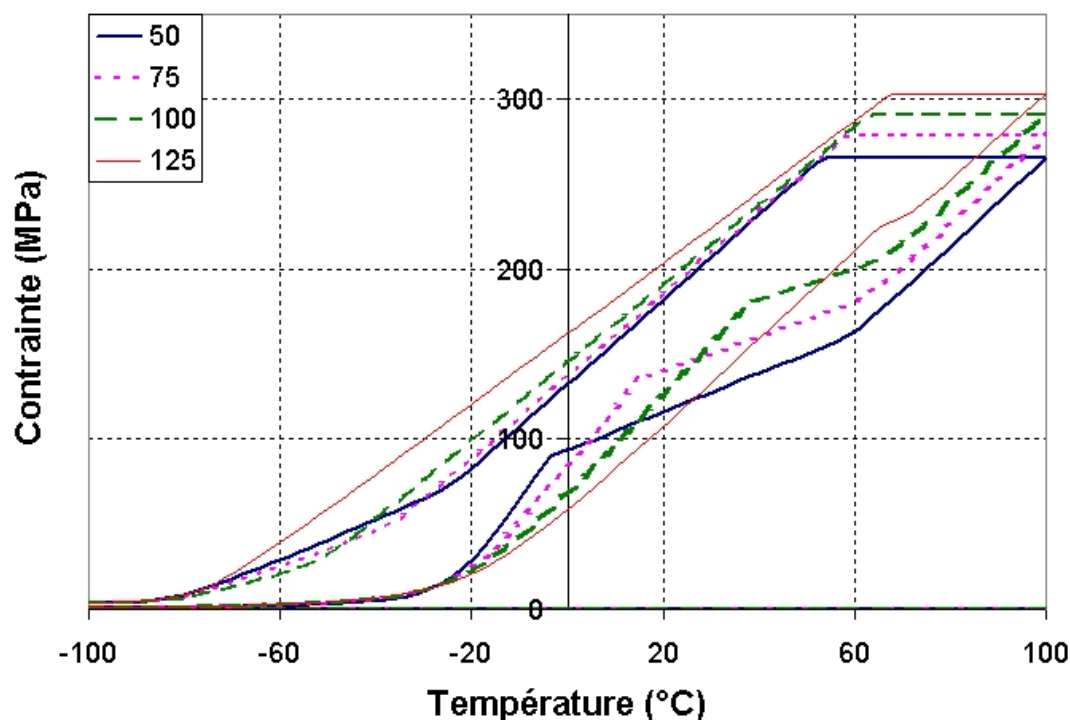


FIG. 4.27 – Simulations du cycle de serrage en faisant varier la force critique d'orientation de 50 à 125 MPa par pas de 25 MPa.

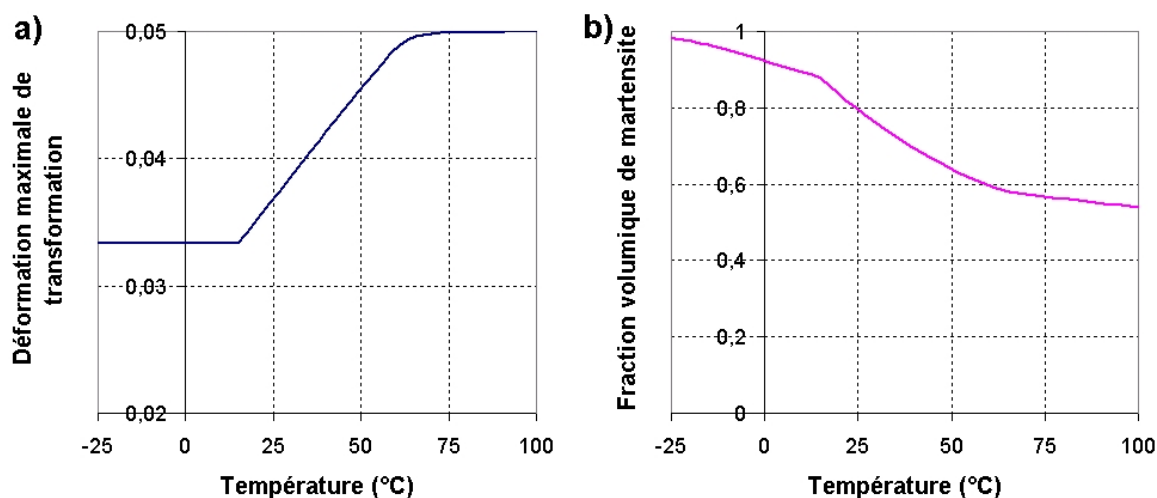


FIG. 4.28 – Variation de la déformation maximale de transformation (a) et de la fraction volumique de martensite (b) en fonction de la température pour un cycle de serrage avec un matériau dont la force critique d'orientation des variantes vaut 75 MPa.

force critique d'orientation des variantes de martensite est faible. La figure 4.28 représente l'évolution de la déformation maximale de transformation et de la fraction volumique de martensite en fonction de la température dans le cas où la force critique d'orientation vaut 75 MPa. Au début du chauffage, les variantes de martensite ne sont pas totalement orientées. Lorsque la température dépasse A_s , la transformation inverse débute et la fraction de mar-

tensite diminue de manière linéaire. Le déplacement de l'élément étant bloqué, la contrainte augmente. À 15 °C, la contrainte dans les 90 % de martensite encore présent est suffisante pour permettre l'orientation des variantes (partielle lors de la traction). L'évolution de la fraction de martensite est modifiée jusqu'à l'orientation totale des variantes, à 65 °C, ce qui se traduit sur la figure 4.27 par une diminution de l'augmentation de la contrainte dans cette plage de température.

4.7.4 Influence des défauts géométriques

Les résultats expérimentaux montrent des différences systématiques entre les pressions de serrages relevées via les trois rosettes. Le fait qu'elles soient systématiques prouve qu'il ne s'agit ni d'une erreur lors du placement des bagues avant l'essai, ni d'une erreur liée aux jauges d'extensométrie qui sont corrigées entre chaque essai. Une vérification du diamètre intérieur des bagues au pied à coulisse a révélé une tolérance large sur la circularité, allant dans le cas le plus critique jusqu'à une différence de 0,1 mm pour un diamètre de 25,9 mm. Ce défaut peut s'expliquer par le protocole adopté pour ouvrir les bagues, qui ne sollicite pas l'ensemble de la face intérieure de manière axisymétrique.

Une simulation a été réalisée en introduisant un défaut de circularité de 0,1 mm dans une

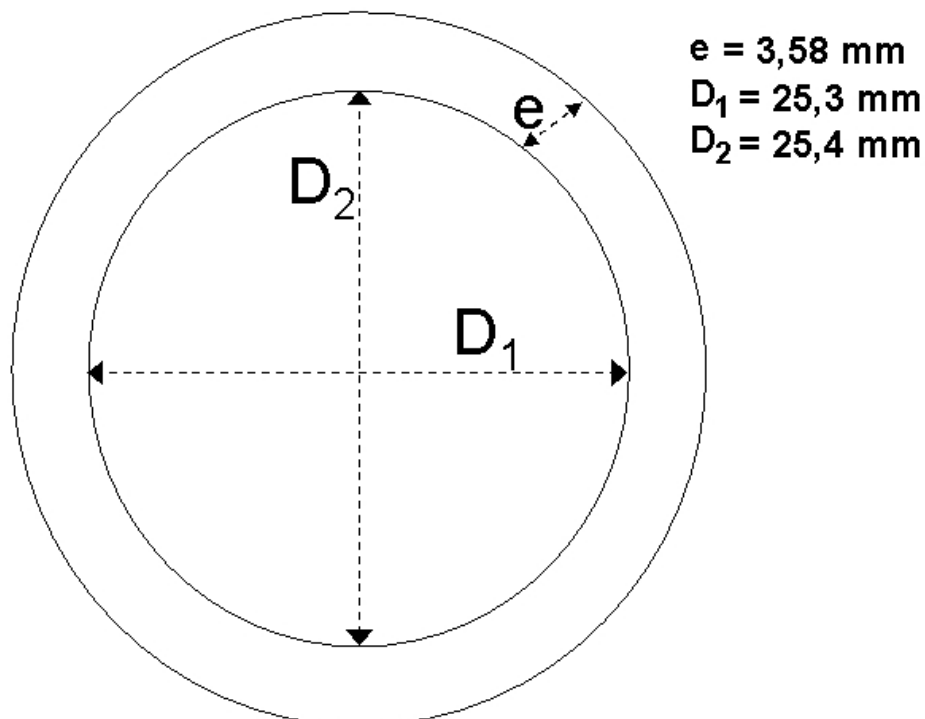


FIG. 4.29 – Introduction d'un défaut de circularité de 0,1 mm dans une bague de serrage d'épaisseur moyenne

bague d'épaisseur moyenne, représenté à la figure 4.29, afin de quantifier son influence sur la répartition de la pression de serrage. Pour réaliser cette simulation, le modèle axisymétrique a été remplacé par un modèle en trois dimensions. La figure 4.30 montre la répartition de la contrainte sur la face intérieure de la bague de serrage, et la figure 4.31 compare l'évo-

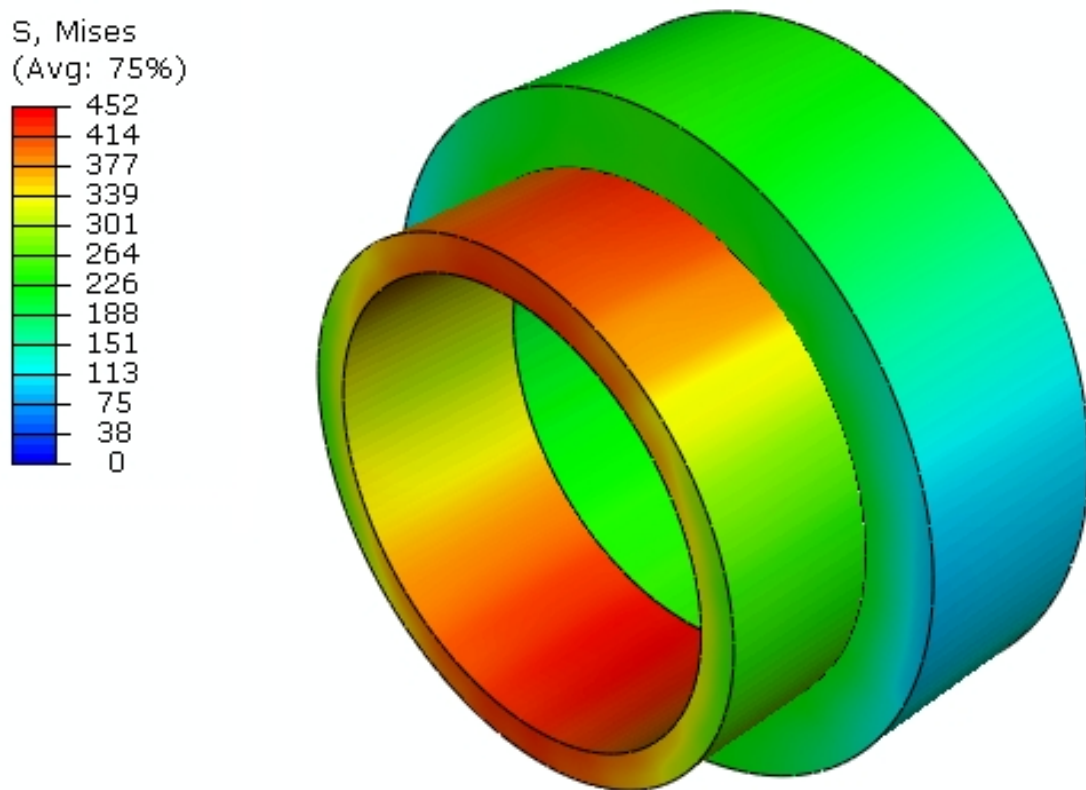


FIG. 4.30 – Répartition hétérogène de la contrainte dans la bague de serrage due au défaut de circularité

lution de la pression de serrage minimale et maximale à l'évolution moyenne. Elle montre qu'un défaut de 0,1 mm sur un diamètre de 25,4 mm, soit moins de 0,4 %, entraîne une forte hétérogénéité de la pression de serrage, variant de 100 à 59 MPa à une température de 175 °C. En comparaison avec la valeur moyenne de 80 MPa, les écarts sont d'environ 25 %. Il faut noter que la valeur moyenne de 80 MPa est égale à la pression obtenue avec le modèle axisymétrique.

Ce défaut de 0,1 mm a été relevé pour les bagues épaisses. La figure A.15 en annexe A.10 montre bien des écarts de 25 % entre les pressions relevées sur une bague épaisse lors d'un serrage. Par conséquent, les tolérances de circularité imposées doivent être fortes, et contrôlées régulièrement.

Conclusion du chapitre

Le serrage d'une bague en NiTiNb sur une bague en Inconel 718 a été étudié pour trois épaisseurs distinctes de bagues en AMF. Ces dispositifs ont été réalisés expérimentalement, et les bagues en Inconel ont été instrumentées de jauges d'extensométrie afin de déterminer la pression de serrage. Ces mêmes dispositifs ont été modélisés à l'aide d'un logiciel de calcul par éléments finis, afin de simuler le cycle de serrage appliqué expérimentalement. Pour

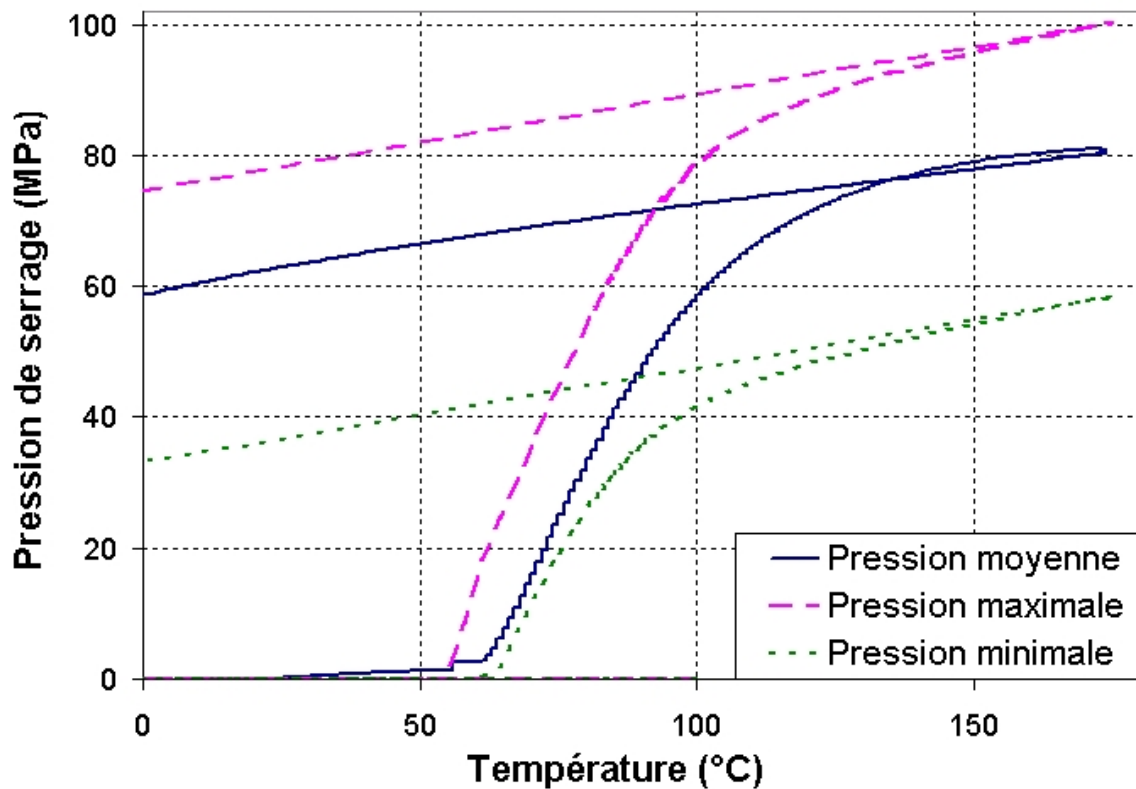


FIG. 4.31 – Évolution des pressions de serrage maximale et minimale - Comparaison avec la pression moyenne

les configurations avec bagues fine et moyenne, les pressions de serrage expérimentales et numériques ont des valeurs proches et évoluent de manière semblable en fonction de la température appliquée. Les différences constatées sont liées à la dilatation de la bague en AMF. La formulation analytique permettant de calculer la pression de serrage en fonction des déformations à l'intérieur de la bague semble en être la cause, la prise en compte de la dilatation par la modèle ayant été vérifiée.

Par conséquent, ce modèle est validé ainsi que les valeurs des paramètres matériau identifiés. Toutefois, la simulation de bagues en $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est limitée aux cas pour lesquels l'ouverture n'entraîne pas un gradient de contrainte suffisamment important pour que les propriétés de l'alliage ne soient plus homogènes.

La prise en compte par le modèle de la prédéformation et de la stabilisation de la martensite est développée dans le chapitre suivant qui étudie l'influence du comportement des inclusions sur la réponse macroscopique des NiTi.

Influence du comportement des inclusions sur la réponse macroscopique des NiTi

Sommaire

5.1	Introduction	129
5.2	Application aux inclusions élastiques	129
5.3	Application aux inclusions élastoplastiques	130
5.4	Application aux AMF poreux	135
5.5	Comparaison cellule élémentaire - Transition d'échelle	136
5.5.1	Cas des inclusions élastiques	137
5.5.2	Cas des inclusions élastoplastiques	137
5.5.3	Conclusion	139
	Conclusion	141

5.1 Introduction

L'objectif principal de ce travail de thèse est de simuler le comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. Un modèle simulant le comportement effectif d'une matrice en AMF comprenant des inclusions élastoplastiques est développé, les paramètres matériau étant identifiés pour l'alliage considéré. Toutefois, d'autres alliages présentent une microstructure composée d'une matrice en AMF et des inclusions élastiques ou élastoplastiques. Par exemple, les alliages de NiTi dont la composition atomique de nickel dépasse 50,5 % ont une forte tendance à précipiter à certaines températures, les précipités formés étant composés de Ni_4Ti_3 au comportement élastique. Les alliages à mémoire de forme poreux peuvent également être considérés comme étant composés d'une matrice en AMF et d'inclusions de souplesse infinie. Le modèle développé peut être généralisé et ainsi modéliser ces matériaux.

Dans ce chapitre, l'influence de la nature d'inclusions sur le comportement effectif est étudiée. Le cas le plus simple est celui d'inclusions élastiques, il est présenté en premier. Ensuite, l'influence de la déformation plastique des inclusions est étudiée en modélisant du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. Les simulations d'AMF poreux sont comparées avec des résultats présents dans la littérature. Enfin, afin de vérifier la qualité de la technique de transition d'échelle adoptée, une étude comparative est réalisée entre le comportement effectif de la routine pour certains chargements précis, et le comportement du composite modélisé dans une cellule élémentaire par éléments finis.

5.2 Application aux inclusions élastiques

Le modèle simule le comportement d'une matrice ayant le comportement AMF et contenant des inclusions élastiques. L'objectif est de mettre en évidence l'influence de la différence de rigidité entre la matrice et les inclusions lors d'un chargement superélastique. Un chargement homogène de traction à une température de 70 °C est appliqué jusqu'à un niveau de contrainte de 800 MPa, suivi par une décharge jusqu'à une contrainte nulle. Les paramètres matériau pour la matrice à mémoire de forme sont ceux classiquement adoptés pour des simulations de NiTi et sont répertoriés dans le tableau 5.1. Deux catégories d'inclusions sont considérées, différentes par leur module d'élasticité ($E = 140$ GPa et $E = 10$ GPa), l'une étant plus rigide que la matrice et l'autre moins. L'influence de la fraction volumique des inclusions est également étudiée avec des valeurs de 0,01 ; 0,1 ; 0,15 et 0,20. Dans chaque cas, l'évolution de la contrainte effective selon la déformation effective est représentée. Les

E^M (MPa)	ν^M	α^M	$(\varepsilon_{trac}^T)^{max}$	$(\varepsilon_{comp}^T)^{max}$	b (MPa/°C)	M_s (°C)
70000	0,3	8.10^{-6}	0,05	0,04	5	20
A_f (°C)	r_f	F_ε (MPa)	H_f (MPa)	H_ε (GPa)	H_{twin} (GPa)	
50	0,6	160	4	10	40	

TAB. 5.1 – Paramètres matériau de la matrice AMF basés sur du NiTi

figures 5.1 et 5.2 représentent l'évolution de la contrainte effective avec la déformation effective, pour des modules de Young respectifs de 140 et 10 GPa. Dans le premier cas, les inclusions rendent le comportement plus rigide : plus la fraction est importante et plus rigide est le comportement effectif. La fraction volumique des inclusions n'a pas d'influence sur la contrainte critique effective de début de transformation martensitique. En s'intéressant à la fraction volumique de martensite à 800 MPa dans les cinq simulations considérant des inclusions plus rigides que la matrice, il apparaît qu'elle est d'autant plus faible que la fraction d'inclusion est forte.

Dans le second cas, la figure 5.2 montre que la contrainte critique effective de début de transformation martensitique est liée à la fraction d'inclusions. En effet, cette contrainte est d'autant plus faible que la fraction d'inclusions souples est importante. Par conséquent, il est possible de diminuer la force critique effective d'un AMF en lui insérant des inclusions souples. Une fois que la transformation de phase débute, le comportement effectif est similaire quelle que soit la fraction d'inclusion.

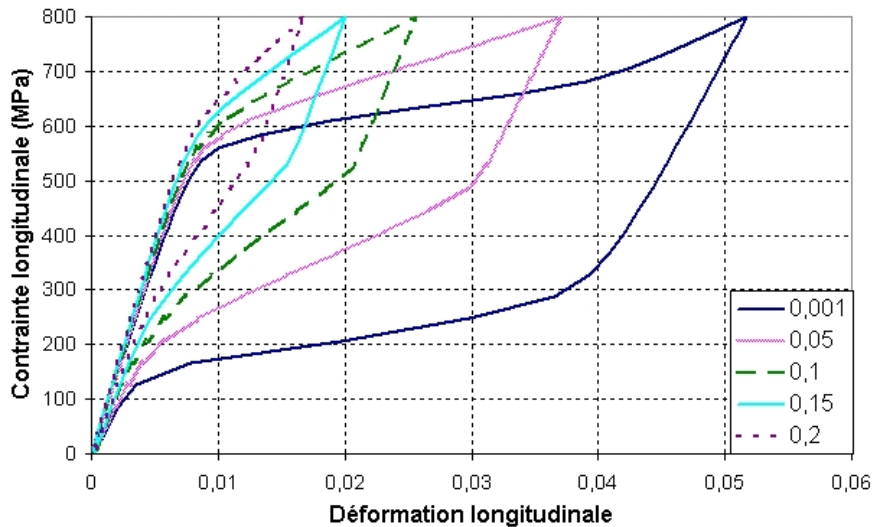


FIG. 5.1 – Simulation d'un composite avec une matrice de NiTi et des inclusions rigides ($E = 140$ GPa)

5.3 Application aux inclusions élastoplastiques

Dans le premier chapitre de ce mémoire, l'influence de la prédéformation sur les températures de transformation inverse du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est étudiée. Plusieurs explications sont proposées dans la littérature, et le phénomène majeur semble être la déformation plastique des inclusions de niobium. Lors des simulations de serrage de bagues dans les troisième et quatrième chapitre, l'alliage est considéré dans un état prédéformé, et les paramètres matériau sont déterminés dans cet état. Dans cette section, des simulations sont effectuées en considérant un alliage non prédéformé, et la variation des températures de transformation inverse avec la prédéformation est étudiée. Les résultats ne sont pas directement liés à l'application de connectique, mais permettent d'améliorer la compréhension des phénomènes

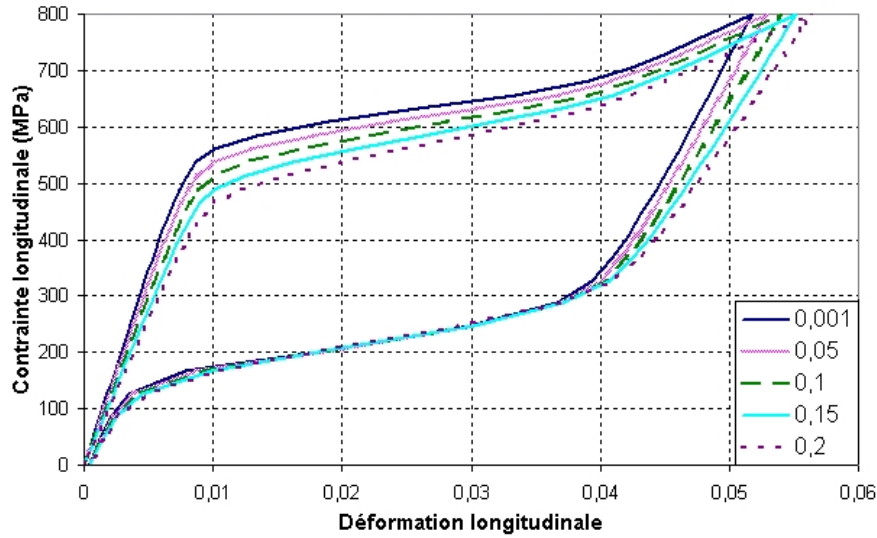


FIG. 5.2 – Simulation d'un composite avec une matrice de NiTi et des inclusions souples ($E = 10$ GPa)

physiques permettant la stabilisation de la martensite.

Un chargement homogène est imposé dans le but de mettre en évidence l'influence des inclusions élastoplastiques sur le comportement thermomécanique. Le matériau, initialement dans un état austénitique, est refroidi à contrainte nulle de 100 °C jusqu'à -130 °C ce qui entraîne la formation de variantes de martensite auto-accommodées. Une pression de 700 MPa est appliquée puis relâchée (étape pouvant être identifiée au conditionnement de bagues en AMF). Cette étape de prédéformation entraîne l'orientation de variantes de martensite dans la matrice et la déformation plastique des inclusions de niobium. Après avoir bloqué la déformation, le matériau est chauffé dans le but d'activer la transformation inverse et d'augmenter la contrainte. L'alliage à mémoire de forme, simulé dans un état non prédéformé, possède les valeurs des paramètres matériau identifiés dans le chapitre 3 (tableau 3.1), excepté pour les températures de transformation qui sont celles identifiées par les analyses de DSC sur les échantillons recristallisés : $M_s = -57$ °C et $A_f = 5$ °C. De plus, la déformation maximale de transformation est considérée égale à 0,05 et le paramètre b égal à 3 MPa/°C. Trois matériaux sont étudiés :

- le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$
- un alliage semblable au $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ mais en substituant les inclusions ductiles ($\sigma^Y = 70$ MPa et $H^{iso} = 450$ MPa) par des inclusions fragiles ($\sigma^Y = 400$ MPa et $H^{iso} = 70$ MPa)
- un alliage semblable au $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ mais en augmentant la fraction volumique d'inclusions, de 10 à 25 %.

La pression imposée entraîne une déformation entre 7 et 8 %. La figure 5.3 montre que le modèle tient compte de l'influence de la prédéformation sur la température de transformation inverse A_s . En effet, la déformation plastique induite par la prédéformation dans les inclusions modifie les températures de transformation inverse (les températures de transformation A_s sont relevées en recherchant l'intersection des tangentes avant et après le début de la transformation). Sans prédéformation, la température A_s du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ vaut -23 °C

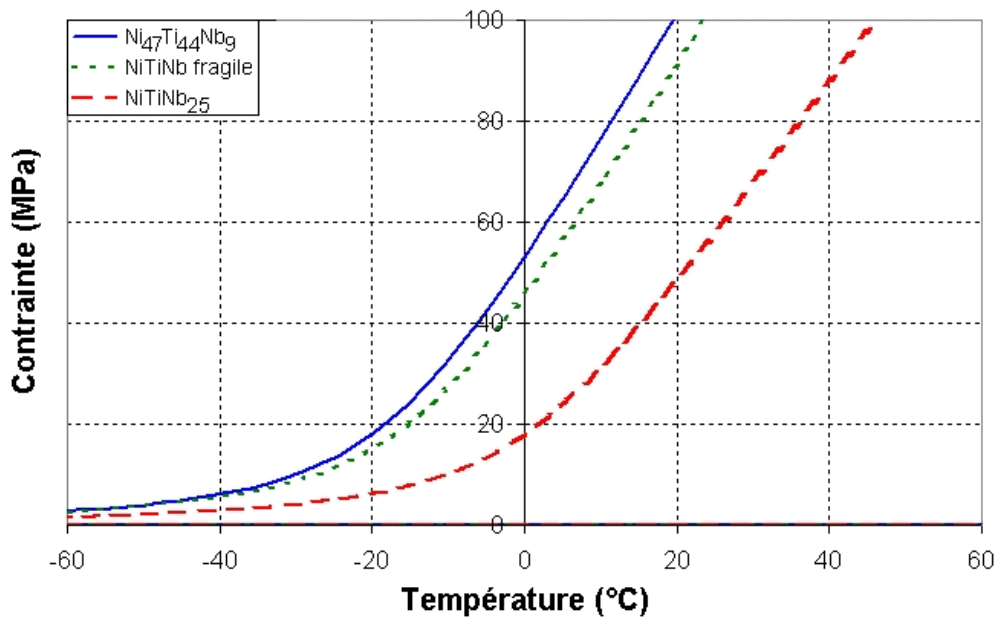


FIG. 5.3 – Augmentation de la température A_s par prédéformation - Comparaison entre le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ et deux composites avec la même matrice, le premier avec 10 % d'inclusions fragiles et le second avec 25 % d'inclusions de comportement analogue à celui du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$

alors que la valeur après prédéformation vaut -18°C dans le cas du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, -15°C dans le cas de l'alliage comportant des inclusions fragiles, et -5°C dans le cas de l'alliage comportant 25 % d'inclusions ductiles. L'influence du comportement de l'inclusion sur la prédéformation n'est pas directement due à la capacité de l'inclusion à se déformer plastiquement à basse contrainte. Afin de mieux comprendre le phénomène, la figure 5.4 présente l'évolution de la contrainte selon la déformation dans chaque phase du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, pour des inclusions ductiles (a) et fragiles (b), ainsi que pour un NiTiNb avec 25 % d'inclusions.

Le phénomène de stabilisation de la martensite s'explique en s'intéressant au comportement de la matrice AMF. Dans le premier cas, la contrainte résiduelle dans la matrice après prédéformation est d'environ 20 MPa, alors qu'elle est de 30 MPa dans le deuxième cas et 60 MPa dans le troisième. Lors du chauffage, la contrainte interne décale le début de la transformation inverse, comme illustré sur la figure 5.5 qui représente le comportement dans la matrice lors de la prédéformation suivie du chauffage.

1. Avant la prédéformation appliquée depuis un état de martensite auto-accommodée, il n'y a pas de contrainte effective, ni de contrainte interne dans aucune des phases.
2. Lorsque la prédéformation est appliquée sur l'alliage, la contrainte augmente dans la matrice.
3. Après la décharge de la prédéformation, la contrainte effective est nulle. Toutefois, une contrainte résiduelle σ_{res}^M subsiste dans la matrice comme le montre la figure 5.4.
4. Les températures de transformation des AMF dépendent du niveau de contrainte selon le paramètre b , et l'effet mémoire de forme effectif du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est directement

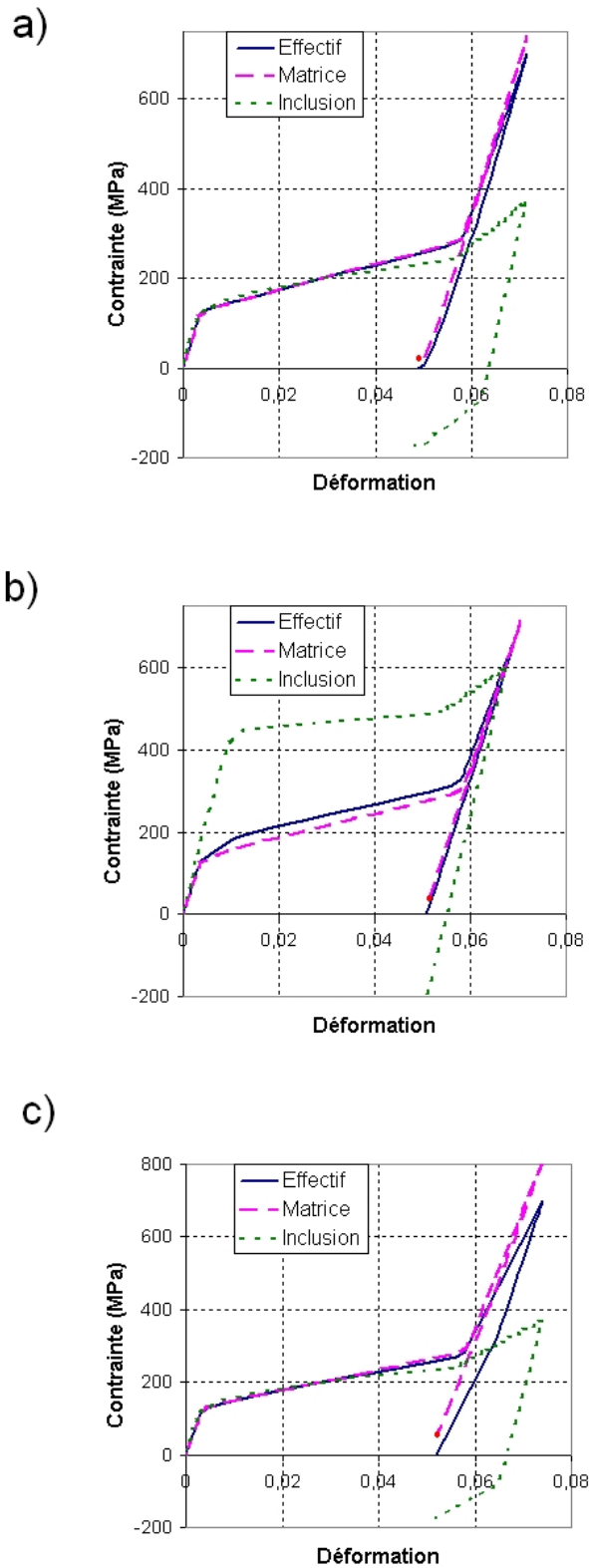


FIG. 5.4 – Évolution de la contrainte effective de chacune des phases lors de la prédéformation - Comparaison entre le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ et deux composites avec la même matrice, le premier avec 10 % d'inclusions fragiles et le second avec 25 % d'inclusions de comportement analogue à celui du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$

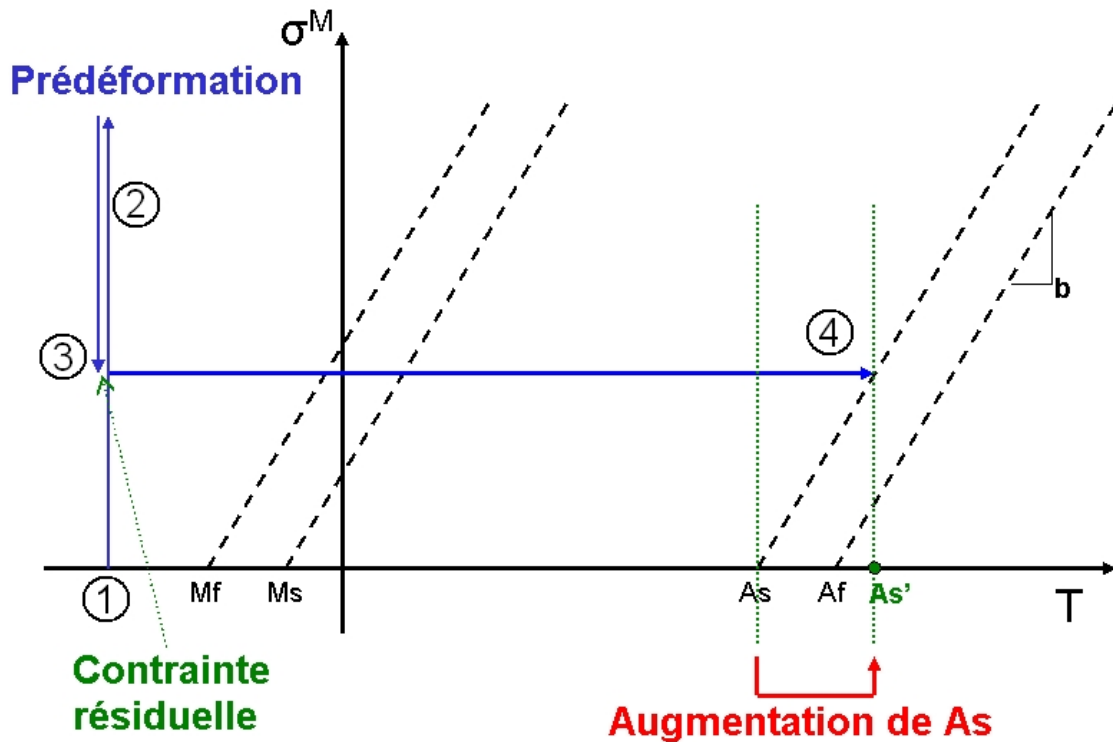


FIG. 5.5 – Comportement dans la matrice lors du cycle appliqué - Explication de l'augmentation de la température A_s

lié à la matrice. Lors du chauffage, le début de la transformation inverse a lieu lorsque la température T atteint la valeur $(A_s + \sigma_{res}^M / b)$.

La différence de 40 MPa entre le NiTiNb avec 9 et 25 % d'inclusions ductiles devrait induire une différence de 13,3 °C sur A_s avec $b = 3$ MPa/°C. La différence obtenue avec le modèle est de 13 °C. Par conséquent, ce modèle est capable de prédire l'évolution des températures de transformation inverse. Toutefois, la prédiction est uniquement qualitative. Selon les résultats expérimentaux de He et Rong (2004), l'augmentation de A_s devient supérieure à 50 °C après 8 % de déformation, et son évolution avec la déformation n'est pas linéaire. À ce niveau, la contrainte dans la matrice AMF est supérieure à la limite élastique du NiTi, et la déformation plastique de la matrice devrait modifier la valeur de la contrainte résiduelle dans la matrice.

Toutefois, même si ce modèle n'est pas capable de décrire quantitativement la prédéformation, il permet de simuler le comportement thermomécanique du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ prédéformé, et peut être utilisé en tant qu'outil de dimensionnement pour des applications industrielles.

L'influence de la rigidité des inclusions et de leur déformation plastique sur le comportement effectif a été mise en évidence dans les deux précédentes sections. En faisant tendre la souplesse des inclusions vers des valeurs infinies, le modèle simule le comportement d'AMF poreux.

5.4 Application aux AMF poreux

Les AMF poreux sont développés pour des applications biomédicales, des techniques de production de NiTi poreux ont été mises au point par Vandygriff et al. (2000) et Tangaraj et al. (2000). Qidwai et al. (2000) ont comparé deux méthodes permettant de modéliser ces alliages, la première basée sur une cellule élémentaire modélisée par éléments finis, et la seconde en utilisant la méthode de Mori-Tanaka. Les résultats des deux méthodes sont de même ordre de grandeur. Des inclusions dont le module d'élasticité est inférieur à 1 MPa peuvent être considérées comme vides en comparaison avec le fort module de la matrice. Ainsi, il est possible de modéliser le comportement d'un AMF contenant des pores. Des simulations sont réalisées et comparées avec un modèle développé par Entchev et Lagoudas (2002). Les propriétés des inclusions élastiques sont un module de Young de 0,7 MPa et un coefficient de Poisson de 0,33, et les propriétés de la matrice AMF sont répertoriées dans le tableau 5.2. Quatre cas sont simulés, le premier avec une matrice dense sans pores, les deuxième, troisième, et quatrième avec respectivement 10, 20 et 30 % de fraction volumique de pores. Les résultats sont comparés avec ceux de Entchev et Lagoudas (2002) comme le montre la figure 5.6.

Avec les deux modèles l'effet de la porosité est le même. En effet, la contrainte dans l'AMF

E^M (MPa)	ν^M	α^M	$(\varepsilon_{trac}^T)^{max}$	$(\varepsilon_{comp}^T)^{max}$	b (MPa/°C)	M_s (°C)
70000	0,33	0	0,055	0,045	7	18
A_f (°C)	r_f	F_ε (MPa)	H_f (MPa)	H_ε (MPa)	H_{twin} (MPa)	
42	0,5	30	5	2200	30000	

TAB. 5.2 – Paramètres matériau pour la simulation de NiTi poreux

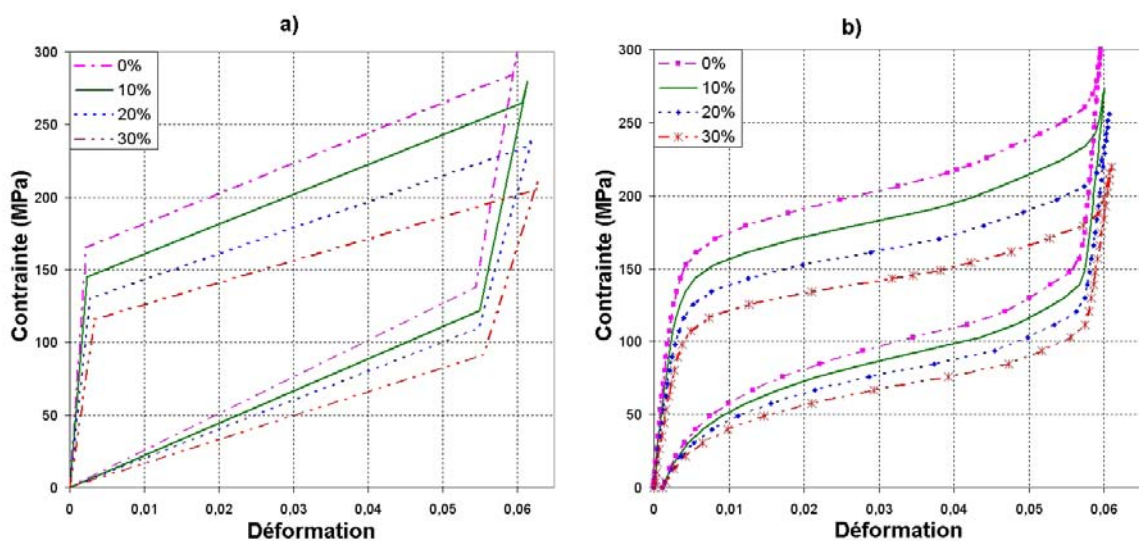


FIG. 5.6 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un AMF poreux - a) Résultats de Entchev et Lagoudas (2002), b) Résultats avec le modèle présenté

comprenant 10 % de pores durant la transformation de phase est en moyenne inférieure de 22 MPa par rapport à l'AMF sans pores. Cette tendance est également retrouvée pour les simulations avec 20 et 30 % de pores où la contrainte effective est inférieure à celle de l'AMF dense respectivement de 44 et 66 MPa. Un autre phénomène est observé avec les deux modèles : le décalage de la déformation maximale de transformation avec l'augmentation de la porosité. Néanmoins, cet effet est moins marqué avec notre modèle qu'avec celui proposé par Entchev et Lagoudas.

5.5 Comparaison cellule élémentaire - Transition d'échelle

Afin de valider la technique de transition d'échelle adoptée et de vérifier sa capacité à prédire le comportement d'un matériau microscopiquement hétérogène tel que le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$, des simulations ont été effectuées sur des cellules élémentaires. Ce travail a été réalisé en collaboration avec Yves Chemisky du LPMM et présenté à la conférence ESOMAT (Chemisky et al. 2009b). Deux comportements sont étudiés pour les inclusions : élastique et élastoplastique. Les paramètres des inclusions élastiques sont ceux déterminés par Wagner et Wolfgang (2009) pour le Ni_4Ti_3 , à savoir un module de Young de 104 GPa et un coefficient de Poisson de 0,3. Les paramètres des inclusions élastoplastiques sont répertoriés dans le tableau 5.3. Les paramètres matériau de la matrice sont les mêmes dans les deux cas, répertoriés dans le tableau 5.4. Les résultats des simulations sur la cellule élémentaire sont comparés avec ceux des simulations avec la routine développée dans le cadre de cette thèse, les paramètres matériau sont identiques dans les deux cas.

Les simulations sur cellules élémentaires sont considérées comme celles de référence. La ré-

E^I (MPa)	ν	z	σ_Y (MPa)	H_{iso} (MPa)
53000	0,3	0,1	90	350

TAB. 5.3 – Paramètres matériau utilisés pour simuler le comportement des inclusions élastoplastiques

E^M (MPa)	ν^M	α^M	$(\varepsilon_{trac}^T)^{max}$	$(\varepsilon_{comp}^T)^{max}$	b (MPa/°C)	M_s (°C)
70000	0,3	0	0,05	0,04	5	10
A_f (°C)	r_f	F_ε (MPa)	H_f (MPa)	H_ε (MPa)	H_{twin} (MPa)	
40	0,25	200	2	1200	30000	

TAB. 5.4 – Paramètres matériau utilisés pour simuler le comportement de la matrice AMF

partition des inclusions est supposée statistiquement homogène, dont les interfaces avec la matrice sont parfaites. Une cellule élémentaire cubique contenant une inclusion sphérique est considérée et modélisée à l'aide du logiciel Abaqus®. Les symétries permettent de simuler uniquement $\frac{1}{8}$ de la cellule. Un chargement de traction isotherme uniaxial est effectué à -20, 30 et 60 °C, avec des conditions aux limites en déplacement, jusqu'à une déformation moyenne de 6 %. Les températures testées permettent, avec ces paramètres matériau,

de réaliser une comparaison avec un comportement totalement austénitique à 60 °C, totalement martensitique à -20 °C et avec un comportement mêlant transformation de phase et orientation des variantes à 30 °C.

5.5.1 Cas des inclusions élastiques

Trois fractions volumiques d'inclusions sont considérées : 2, 5 et 10 %. Les comparaisons entre les prédictions de Mori-Tanaka et les simulations avec la cellule élémentaire sont présentées à la figure 5.7. Plusieurs différences apparaissent. Le comportement est plus rigide avec le schéma de Mori-Tanaka lorsque des phénomènes induisant une déformation inélastique sont activés. Ceci est vérifié à -20 °C avec un comportement en réorientation de variantes, à 30 °C avec un comportement en transformation et en réorientation, et à 60 °C avec un comportement en transformation. L'écrouissage est fortement dépendant de la fraction volumique d'inclusions. En dessous de 3 % de déformation, la réponse avec la cellule élémentaire est faiblement liée à la fraction volumique d'inclusions. Au delà de cette valeur, la réponse se rigidifie progressivement et la contrainte pour une déformation de 6 % est semblable à celle obtenue avec le schéma de Mori-Tanaka. Ces différences s'expliquent par l'hétérogénéité de la transformation et de la réorientation des variantes dans la cellule élémentaire. La fraction volumique de martensite et la déformation de transformation sont représentées à la figure 5.8 respectivement dans un chargement à 60 °C et -20 °C. L'hétérogénéité permet d'expliquer le caractère plus progressif de la saturation de la déformation de transformation effective, dans le cas de la cellule élémentaire.

5.5.2 Cas des inclusions élastoplastiques

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 5.9. Les réponses avec les deux types de simulations sont proches. En effet, quelle que soit la température, la contrainte critique de début de transformation martensitique pour la simulation à 60 °C est identique, de même que la contrainte critique d'orientation de la martensite pour la simulation à -20 °C. Les pentes de transformation sont également proches. Par contre, la réponse lors de la saturation de la transformation de phase n'est pas la même. Le début de la saturation est observé à une déformation 1% inférieure dans le cas de la cellule élémentaire, mais est plus progressive que la saturation dans la simulation utilisant le schéma de Mori-Tanaka. Après la saturation, l'allure des réponses est la même lorsque le chargement continue, mais une contrainte plus importante est observée dans le cas de la cellule élémentaire, d'environ 80 MPa. Lors de la décharge, les phénomènes de saturation sont également décalés en apparaissant en premier dans la cellule élémentaire, mais il est intéressant de remarquer qu'au fur et à mesure de la décharge, les valeurs des contraintes se rapprochent.

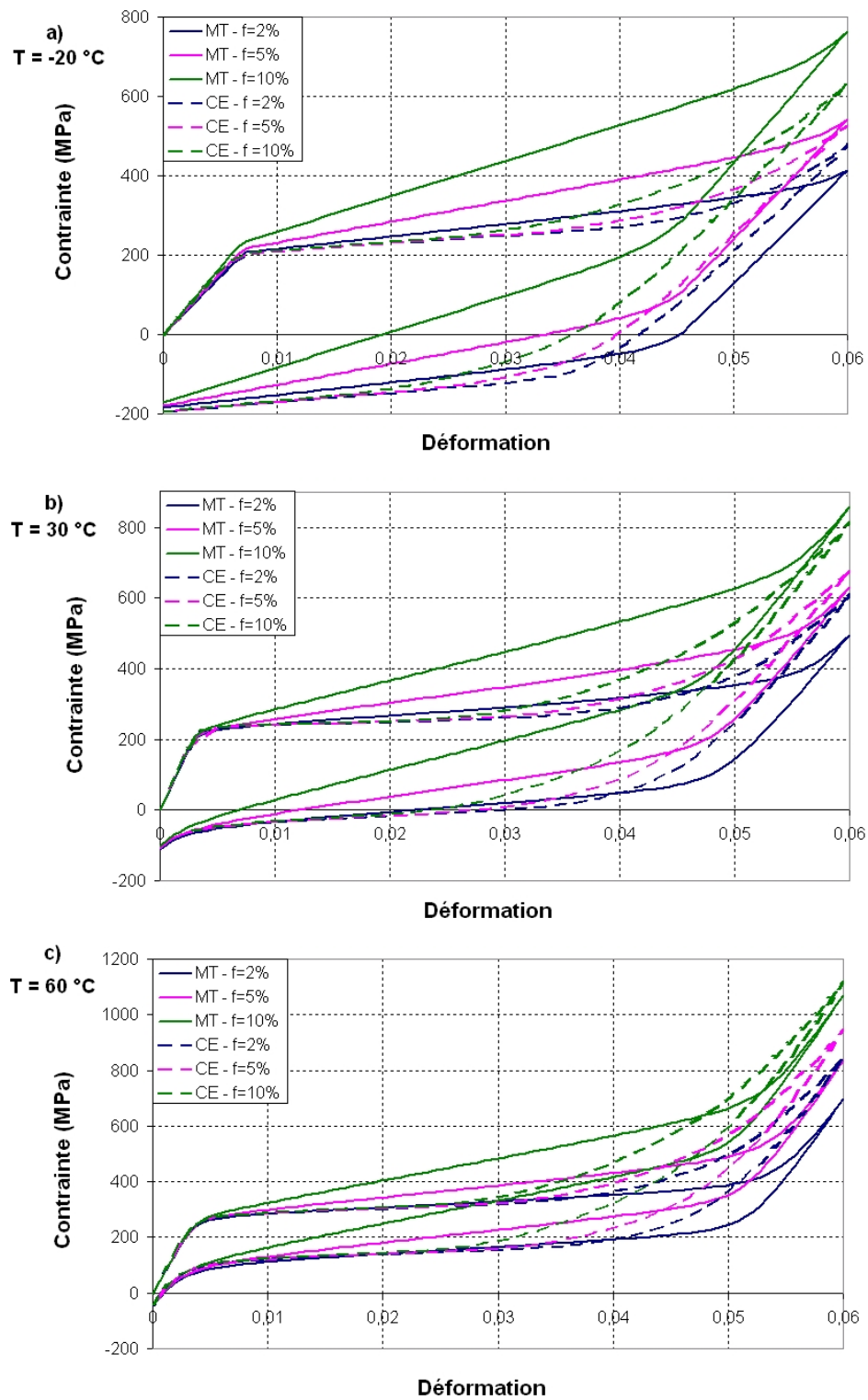


FIG. 5.7 – Comparaison de la réponse à un chargement homogène isotherme à -20 (a), 30 (b) et 60 °C (c) d'un matériau de type NiTi avec des précipités Ni_4Ti_3 , pour trois fractions d'inclusion ($f = 2, 5$ et 10%), entre deux types de simulations : cellule élémentaire ("CE", en pointillés) et schéma de Mori-Tanaka ("MT", en traits pleins).

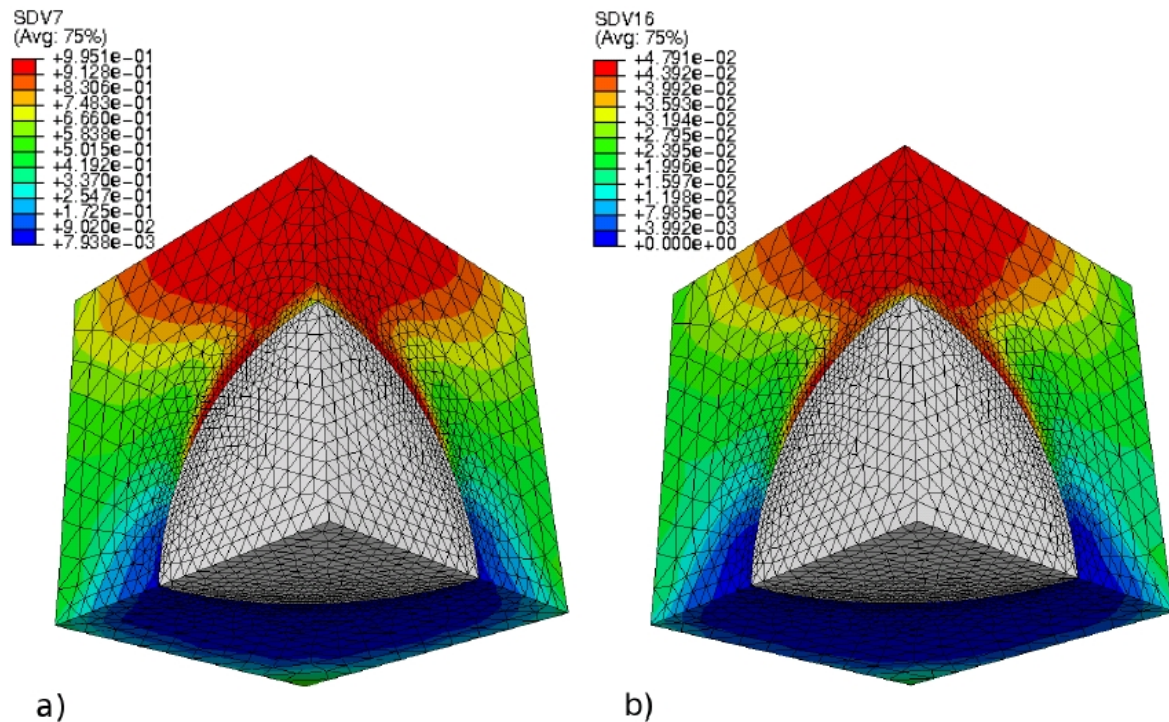


FIG. 5.8 – a) Répartition de la fraction volumique de martensite à 60 °C pour une déformation de 3 % - b) Répartition de la déformation de transformation à -20 °C pour une déformation de 3 % (Chemisky et al. 2009b)

5.5.3 Conclusion

Dans le cas d'inclusions élastiques, le comportement obtenu avec le schéma de Mori-Tanaka, lorsque le comportement de la matrice est inélastique, est plus rigide que celui décrit avec la cellule élémentaire. Toutefois, lors de la saturation de l'orientation et/ou de la transformation, les réponses se rapprochent. Des différences similaires ont été mises en évidence lors de la déformation plastique d'une matrice élastoplastique contenant des inclusions élastiques (Chaboche et al. 2005). Une solution proposée pour améliorer la prédiction de Mori-Tanaka est l'isotropisation de la loi de comportement effective, mais les justifications "physiques" de cette isotropisation ne sont pas beaucoup développées actuellement. Des recherches vont néanmoins être effectuées au LPMM afin d'obtenir une écriture isotrope de la loi de comportement effective.

Dans le cas des inclusions élastoplastiques, les comparaisons mettent en évidence que le schéma de Mori-Tanaka est capable de bien représenter le comportement d'une matrice AMF contenant des inclusions élastoplastiques, au niveau des pentes de transformation et des contraintes critiques d'activations des phénomènes de transformation et d'orientation. Toutefois, des différences sont constatées après saturation de ces phénomènes, la contrainte donnée par le schéma de Mori-Tanaka étant dans le cas le plus défavorable sous estimée de 15 %. En considérant l'application principale de ce travail, le fait de sous-estimer les contraintes n'est pas un problème en soit, l'inverse aurait été plus délicat. Toutefois, il faut

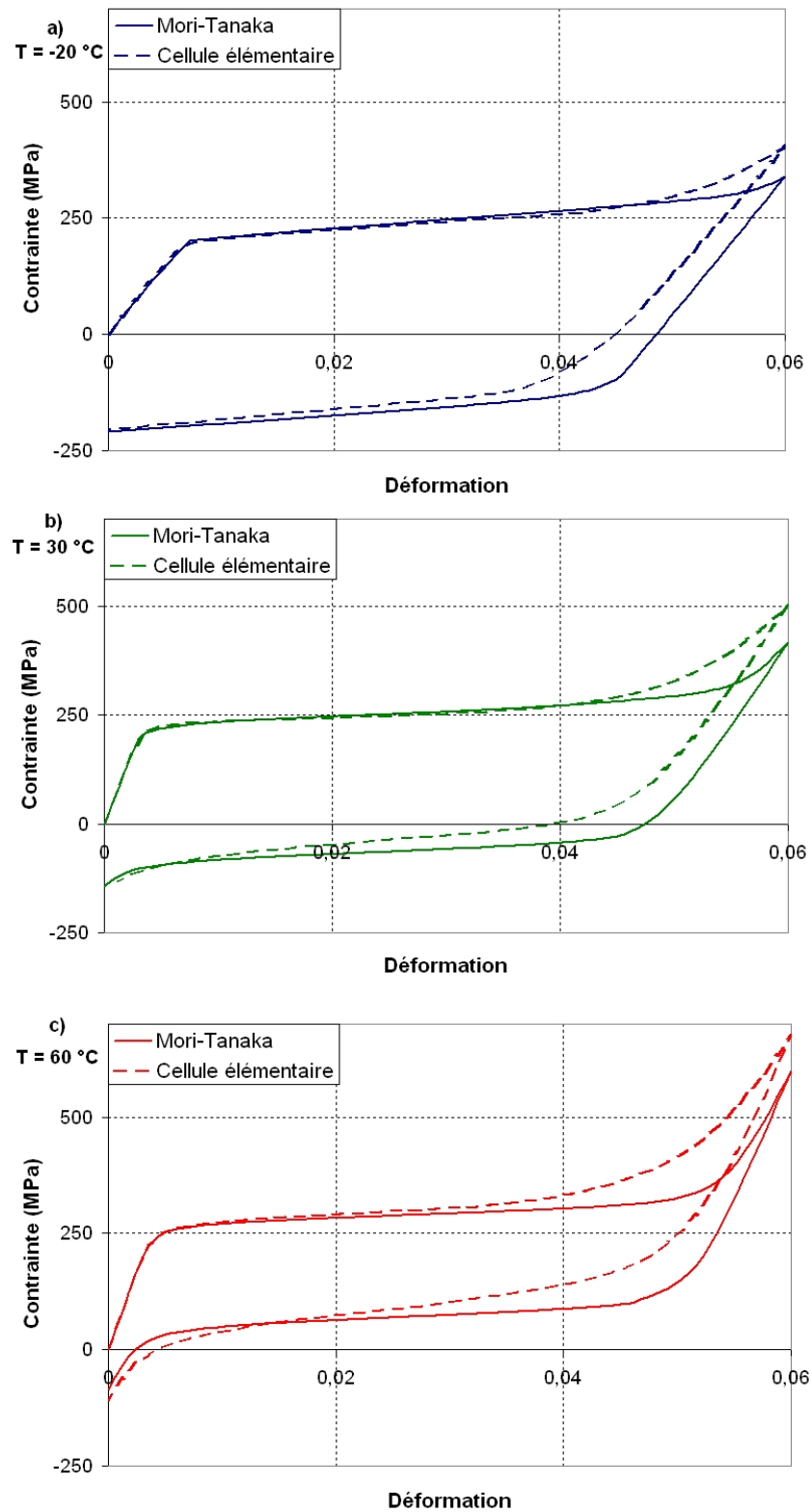


FIG. 5.9 – Comparaison de la réponse à un chargement homogène isotherme à -20 (a), 30 (b) et 60 °C (c) d'un matériau de type NiTiNb entre deux types de simulations : cellule élémentaire (pointillés) et schéma de Mori-Tanaka (traits pleins).

également être critique par rapport à la solution considérée comme référence dans la comparaison. En effet, la cellule élémentaire ne représente qu'une seule inclusion noyée dans une matrice, et aucune condition de périodicité n'a été appliquée. En réalisant la simulation d'une seule inclusion dans une matrice mais avec des conditions de périodicité, ou en simulant une matrice contenant un nombre important d'inclusions (supérieur à 20), il est probable que la réponse macrohomogène aux phénomènes de saturation se rapproche de celle de Mori-Tanaka.

Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, l'influence du comportement de l'inclusion sur le comportement effectif est étudiée. Des simulations sont effectuées en utilisant la routine développée pour des inclusions avec des comportements élastique, élastoplastique, et pour des inclusions "vides". Ainsi, le modèle est généralisé et permet la modélisation du comportement des matériaux composés d'une matrice en AMF comprenant une faible fraction d'inclusions (inférieure à 20 %) réparties de manière homogène.

Dans le cas des AMF poreux, des comparaisons avec un autre modèle montrent que notre modèle donne des résultats satisfaisants. Des simulations avec des inclusions élastoplastiques ont également été comparées avec la simulation du composite par éléments finis via une cellule élémentaire. La prédiction du comportement avec la technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka est proche du résultat obtenu avec la cellule élémentaire.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est un alliage à mémoire de forme utilisé très couramment dans le milieu industriel. Le nombre important d'articles publiés ces dix dernières années dans des revues internationales, dont certains ont été étudiés dans la première partie de ce mémoire, montre le besoin d'améliorer les connaissances générales de ce matériau et notamment les phénomènes physiques liés à la stabilisation de la martensite. Ces phénomènes sont complexes car ils tiennent compte du comportement thermomécanique de la matrice de NiTi, qui présente une grande sensibilité aux traitements appliqués, du comportement thermomécanique des précipités de niobium et de l'interaction entre cette matrice et ces précipités. Malgré la forte activité de la recherche pour comprendre ce matériau, aucun modèle de comportement de cet alliage n'a jusqu'à présent été proposé. Les modèles généraux de comportement des AMF présentés dans le premier chapitre permettent de simuler le comportement du NiTi, mais ils ne sont pas adaptés aux matériaux contenant des précipités. Par conséquent, les industriels dimensionnent leurs dispositifs de manière empirique, par des procédures d'autant plus longues et coûteuses que les dispositifs sont complexes. Ce travail de thèse répond ainsi à un véritable besoin des utilisateurs de cet alliage, et la routine développée dans le cadre de cette étude est installée chez notre partenaire industriel.

De nombreux essais ont été conduits afin de caractériser le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ utilisé. Les informations présentes dans la littérature ne sont cependant pas suffisamment complètes pour établir un modèle de comportement. De plus, les travaux qui y sont présentés ne portent pas sur des alliages dont la prédéformation est équivalente à celle des bagues utilisées dans la plupart des applications. Ce travail comporte donc une étude expérimentale de caractérisation de la microstructure et du comportement de structures macroscopiques (fils, anneaux, bagues) qui apporte les éléments permettant de modéliser et caractériser le $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$. Un modèle de comportement de l'alliage, faisant appel à la technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka, a été proposé. Il permet la simulation du comportement effectif homogène en considérant une matrice AMF et des inclusions élastoplastiques. Le schéma de résolution tel qu'il est proposé permet au modèle d'être évolutif, les lois de comportement des phases pouvant être modifiées indépendamment. Ce modèle a été implémenté et est utilisé avec le code de calcul par éléments finis Abaqus[®], en utilisant des éléments 3D et axisymétriques. Les paramètres matériau relatifs au $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ ont été identifiés à l'aide des résultats expérimentaux et des données bibliographiques, et une étude de sensibilité à ces paramètres a été effectuée.

Nous avons vu que ce modèle est capable de simuler des composites dont la matrice possède un comportement à mémoire de forme, et dont les inclusions de forme sphérique peuvent

avoir un comportement élastique, élastoplastique ou être considérées comme des vides pour simuler le comportement des AMF poreux. La validation du modèle dans le cas du comportement élastoplastique des inclusions correspondant au $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ est effectuée en comparant les résultats obtenus expérimentalement sur des dispositifs de serrage à leur modélisation par éléments finis. Des simulations sur un $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ non prédéformé ont permis d'expliquer le phénomène de stabilisation de la martensite, pris en compte par le modèle de comportement.

Néanmoins, le modèle proposé comporte des limites qui offrent des perspectives d'évolution très intéressantes. Le modèle présenté simule de manière qualitative l'effet de la prédéformation sur l'évolution des températures de transformation, mais les résultats restent éloignés des données expérimentales. Plusieurs améliorations peuvent être apportées, l'une d'entre elles consiste à prendre en compte la déformation plastique de la matrice de NiTi. Des travaux en ce sens sont en cours au LEMTA¹. Cette prise en compte permettrait également d'observer une évolution des propriétés du matériau, notamment la déformation maximale de transformation. Ainsi, le modèle serait capable de simuler avec justesse des dispositifs dans lesquels un fort gradient de contrainte est observé lors de la prédéformation (bagues épaisses par exemple). Une autre amélioration serait de proposer un modèle tenant compte de précipités de niobium de petite taille, et de leur interaction avec les variantes de martensite. Nous avons proposé que de tels précipités pourraient jouer un rôle dans la stabilisation de la martensite, ce modèle validerait ou infirmerait cette hypothèse. Des travaux en ce sens ont été réalisés au LPMM (Collard et al. 2008), où l'effet de la présence de précipités élastiques sur la transformation d'un monocristal de martensite et l'influence de l'orientation des grains sont étudiés. Une évolution de cette étude avec des précipités élastoplastiques est en développement.

Enfin, les inclusions sont considérées comme sphériques dans le modèle présenté. Les observations microscopiques révèlent toutefois que les précipités de niobium ont une forme ellipsoïdale allongée, et qu'ils sont orientés dans une même direction. Il serait intéressant d'ajouter cette modification au modèle actuel et de mesurer l'influence de la forme des inclusions sur le comportement thermomécanique effectif, notamment lors de la prédéformation.

¹Thèse en cours - Walid Khalil

Sommaire

A.1	Résultats de nanoindentation	147
A.1.1	Nanoindentation sur $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$	147
A.1.2	Nanoindentation sur CuAlBe	148
A.2	Écriture de l'équation intégrale	150
A.3	Solution d'Eshelby	153
A.4	Expression des tenseurs d'Eshelby et de Hill pour une inclusion sphérique dans un milieu isotrope	154
A.5	Détail des calculs conduisant à la formulation des modules tangents effectifs	156
A.6	Résolution directe	157
A.7	Résolution globale du système (Jacobien 12x12)	159
A.7.1	Détail des résidus	159
A.7.2	Dérivées du résidu de la déformation dans l'inclusion $R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}$	160
A.7.3	Dérivées du résidu de la déformation dans la matrice $R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}$	162
A.8	Expression de la pression de serrage en fonction de la déformation	163
A.8.1	Équilibre de la portion élémentaire	163
A.8.2	Expression de la déformation	163
A.8.3	Application dans le cas du tube instrumenté	164
A.9	Validation par éléments finis de la relation entre déformations principales et déformations axiales et tangentielles	166
A.10	Résultats expérimentaux sur bagues instrumentées	167
A.10.1	Variation de la pression de serrage générée par la bague moyenne	167
A.10.2	Variation de la pression de serrage générée par la bague épaisse	168

A.1 Résultats de nanoindentation

A.1.1 Nanoindentation sur $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$

Des essais de nanoindentation ont été effectués à différentes vitesses de pénétration et à différentes profondeurs. La figure A.1 représente les résultats avec une force de $1000\ \mu\text{N}$ appliquée à une vitesse de $65\ \mu\text{N/s}$. La figure A.2 représente les résultats avec une force de $1000\ \mu\text{N}$ appliquée à une vitesse de $200\ \mu\text{N/s}$. La figure A.3 représente les résultats avec une force de $6000\ \mu\text{N}$ appliquée à une vitesse de $160\ \mu\text{N/s}$.

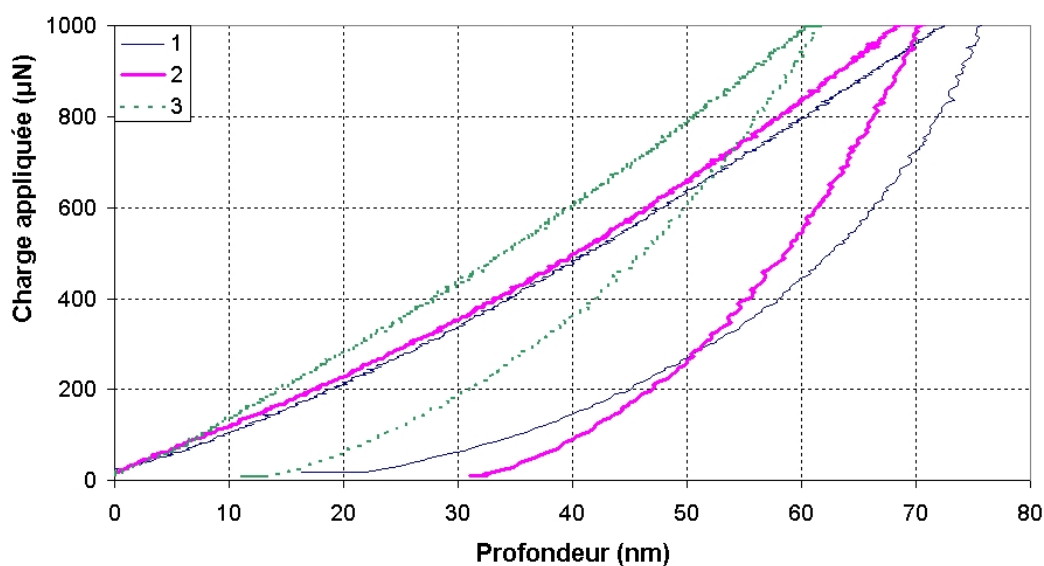


FIG. A.1 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ avec une charge appliquée de $1000\ \mu\text{N}$ et une vitesse de $65\ \mu\text{N/s}$

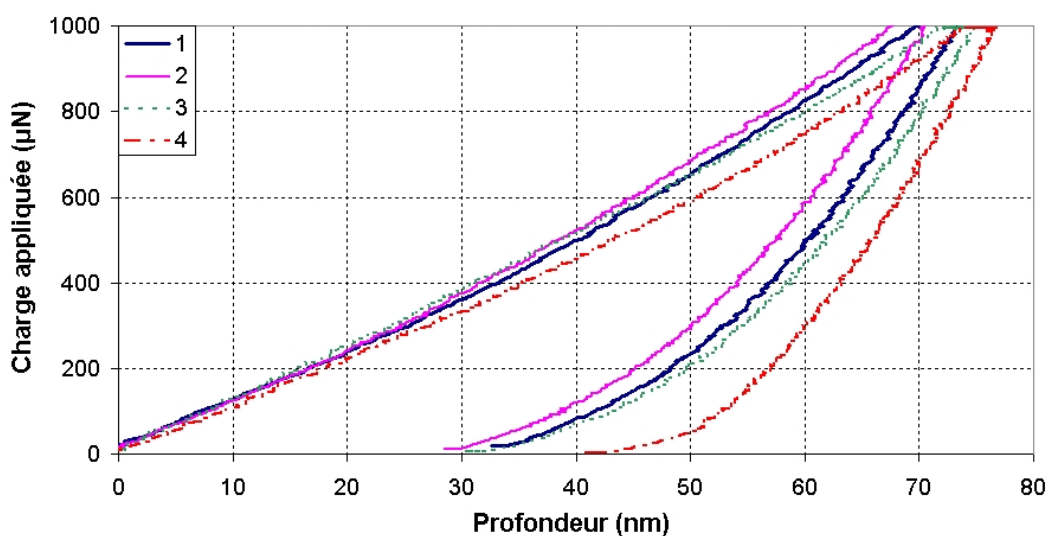


FIG. A.2 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ avec une charge appliquée de $1000\ \mu\text{N}$ et une vitesse de $200\ \mu\text{N/s}$

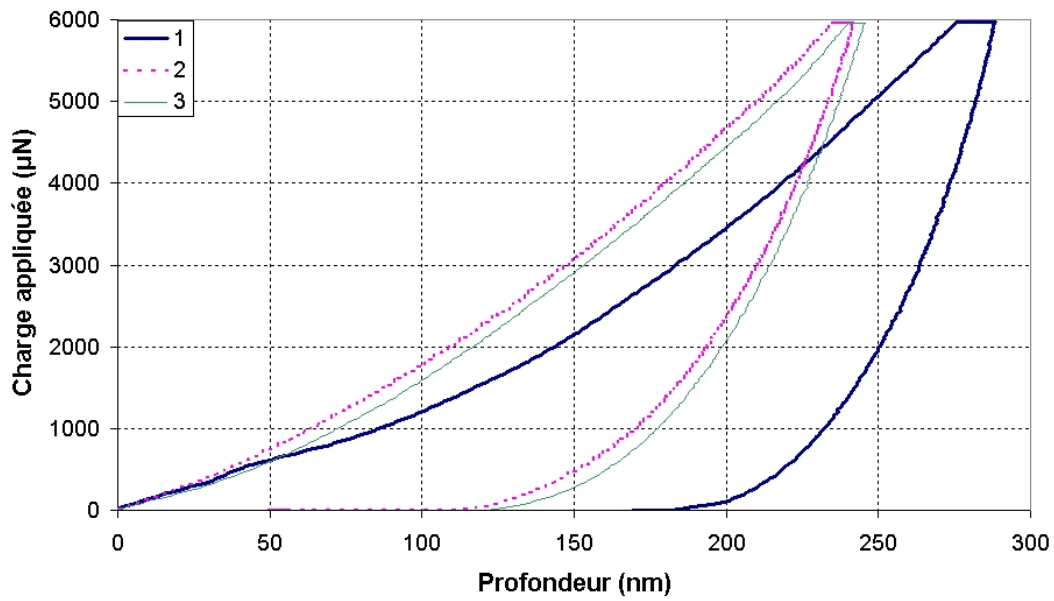


FIG. A.3 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ avec une charge appliquée de 6000 μN et une vitesse de 160 $\mu N/s$

A.1.2 Nanoindentation sur CuAlBe

Les figures A.4 et A.5 montrent les résultats obtenus pour les forces à 1000 et 3000 μN respectivement.

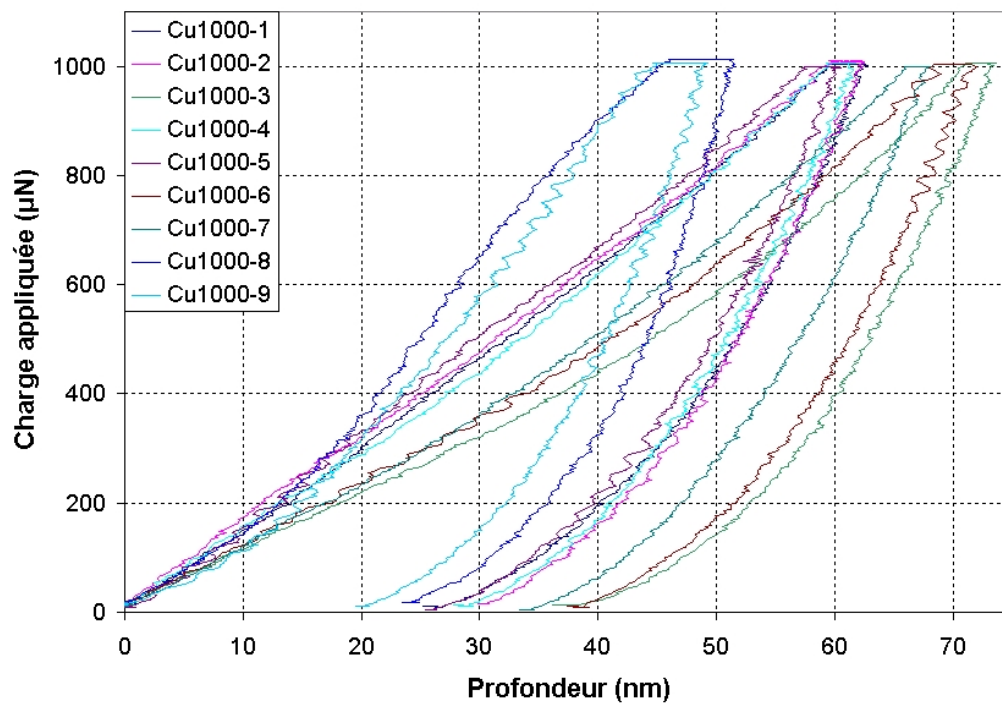


FIG. A.4 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe avec une charge appliquée de 1000 μN

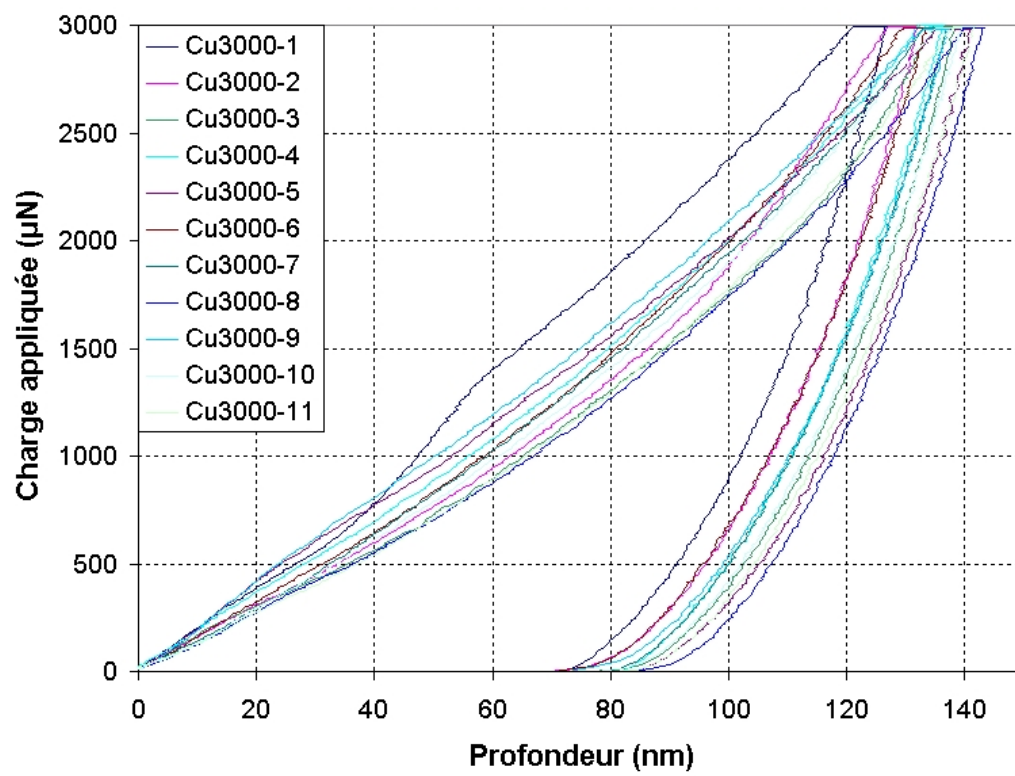


FIG. A.5 – Résultats de nanoindentation sur des échantillons de CuAlBe avec une charge appliquée de 3000 μN

A.2 Écriture de l'équation intégrale

L'équation intégrale exprime la déformation locale dans un domaine hétérogène appartenant à un milieu infini, soumis à une condition aux limites homogène :

$$u_i^d = E_{ij}x_j \quad (\text{A.1})$$

Les équations suivantes s'appliquent :

$$- \text{L'équation d'équilibre quasi-statique : } \sigma_{ij,j}(r) + f_i(r) = 0 \quad (\text{A.2})$$

$$- \text{La compatibilité du champ de déformation : } \varepsilon_{ij}(r) = \frac{1}{2}(u_{i,j}(r) + u_{j,i}(r)) \quad (\text{A.3})$$

$$\text{hypothèse des petites déformations} \quad (\text{A.4})$$

$$- \text{La décomposition de la déformation totale : } \varepsilon_{ij}^{tot} = \varepsilon_{ij}^e + \varepsilon_{ij}^{ine} \quad (\text{A.5})$$

$$- \text{La loi de comportement locale dans le cas élastique linéaire : } \sigma_{ij}(r) = c_{ijkl}(r)\varepsilon_{kl}^e(r) \quad (\text{A.6})$$

Le comportement élastique $c(r)$ du domaine est une somme entre le comportement moyen macrohomogène C^0 et le comportement microhétérogène $\delta c(r)$ comme l'illustre la figure A.6. Ainsi :

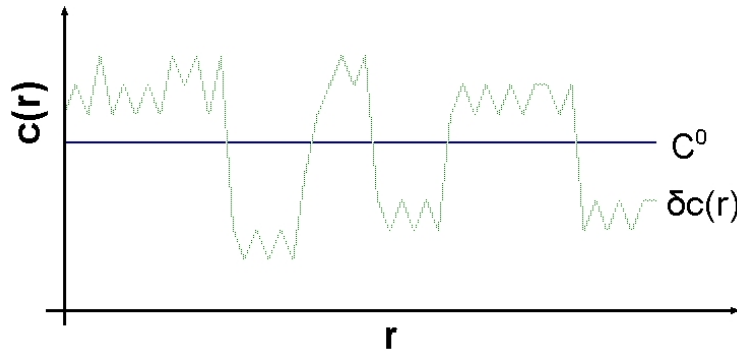


FIG. A.6 – Représentation du comportement microhétérogène - macrohomogène

$$c_{ijkl}(r) = C_{ijkl}^0 + \delta c_{ijkl}(r) \quad (\text{A.7})$$

Les équations A.5 et A.6 entraînent :

$$\sigma_{ij}(r) = c_{ijkl}(r)(\varepsilon_{kl}^{tot}(r) - \varepsilon_{kl}^{ine}(r)) \quad (\text{A.8})$$

et, à l'aide de l'équation A.3 :

$$\sigma_{ij}(r) = c_{ijkl}(r)(u_{k,l}(r) - \varepsilon_{kl}^{ine}(r)) \quad (\text{A.9})$$

En intégrant A.9 dans A.2 et en écrivant le tenseur d'élasticité sous la forme A.7, on obtient successivement :

$$((C_{ijkl}^0 + \delta c_{ijkl}(r))(u_{k,l}(r) - \varepsilon_{kl}^{ine}(r)))_{,j} + f_i(r) = 0 \quad (\text{A.10})$$

et

$$(C_{ijkl}^0 u_{k,lj}(r) + f_i) + \left(\delta c_{ijkl}(r) u_{k,l}(r) - c_{ijkl}(r) \varepsilon_{kl}^{in}(r) \right)_{,j} = 0 \quad (\text{A.11})$$

La première partie de l'équation correspond aux équations de Navier, et la seconde est homogène à une force de volume fictive f_i^T . La solution de l'équation de Navier est la fonction de Green définie ainsi :

$$C_{ijkl}^0 G_{km,lj}(r - r') + \delta_{im} \delta(r - r') = 0 \quad (\text{A.12})$$

avec :

- $G_{km,lj}(r - r')$ représentant le déplacement au point r dans la direction de l'axe k engendré lorsqu'une force unitaire est appliquée en r' dans la direction m ,
- $f_i = \delta_{im} \delta(r - r')$ la force unitaire appliquée au point r' dans la direction de l'axe m ,
- δ_{im} est le tenseur de Kronecker et $\delta(r - r')$ la fonction de Dirac à trois dimensions telle que pour toute fonction f continue : $\int f(r') \delta(r - r') dr' = f(r)$

Le déplacement total en un point r est alors donné par la solution de A.12 :

$$u_m(r) = u_m^0(r) + \int_V G_{mi}(r - r') f_i^T dr' \quad (\text{A.13})$$

avec $u_m^0(r)$ une solution de l'équation homogène associée. En exprimant le gradient $u_{m,n}$, l'expression suivante est obtenue :

$$u_{m,n}(r) = u_{m,n}^0(r) + \int_V G_{mi,n}(r - r') f_i^T dr' \quad (\text{A.14})$$

La déformation locale s'écrit alors de la manière suivante :

$$\varepsilon_{mn}(r) = \varepsilon_{mn}^0(r) + \int_V \frac{1}{2} (G_{mi,n}(r - r') + G_{ni,m}(r - r')) f_i^T dr' \quad (\text{A.15})$$

Son intégration par parties donne :

$$\varepsilon_{mn}(r) = \varepsilon_{mn}^0(r) - \int_V \frac{1}{2} (G_{mi,nj}(r - r') + G_{ni,mj}(r - r')) \tau_{ij}(r) dr' \quad (\text{A.16})$$

en considérant que $f_i = 0$ et avec :

$$\tau_{ij}(r) = \delta c_{ijmn}(r) \varepsilon_{mn} - c_{ijmn}(r) \varepsilon_{mn}^{ine}(r) \quad (\text{A.17})$$

L'expression classiquement adoptée pour l'équation intégrale est obtenue :

$$\varepsilon_{mn}(r) = \varepsilon_{mn}^0(r) - \int_V \Gamma_{mnij}(r - r') \tau_{ij}(r') dr' \quad (\text{A.18})$$

avec :

$$\Gamma_{mnij}(r - r') = \frac{1}{2} (G_{mi,nj'}(r - r') + G_{ni,mj'}(r - r')) \quad (\text{A.19})$$

A.3 Solution d'Eshelby

Le cas général d'une inclusion élastoplastique placée dans une matrice inélastique est considéré. L'objectif est d'exprimer la déformation ε_{ij}^I dans l'inclusion en fonction de la déformation macroscopique E_{ij} , en utilisant les fonctions de Green et l'équation intégrale définies dans la section précédente. L'équation intégrale peut s'écrire (Kröner 1961, Eshelby 1961) :

$$\varepsilon_{ij}(r) = \varepsilon_{ij}^0(r) - \int_V \Gamma_{ijkl}(r - r') \tau_{kl}(r) dV' \quad (\text{A.20})$$

avec V le volume du milieu infini.

En exprimant l'équation intégrale de manière incrémentale, elle devient :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}(r) = \dot{\varepsilon}_{ij}^0(r) - \int_V \Gamma_{ijkl}(r - r') \dot{\tau}_{kl}(r) dV' \quad (\text{A.21})$$

avec $\dot{\tau}_{kl}(r) = \delta l_{klmn}^{eff}(r) \dot{\varepsilon}_{mn}(r)$.

l^{eff} est le module effectif tel que $l^{eff}(r) = l^M(r) + (l^I(r) - l^M(r))\theta^I(r)$, avec $\theta(r)$ la fonction d'Heaviside définie par :

$$\theta^I(r) = \begin{cases} 1 & \text{si } r \in \text{inclusion} \\ 0 & \text{sinon} \end{cases}$$

La déformation imposée sur le domaine considéré est supposée égale à la déformation macroscopique ($\dot{\varepsilon}_{ij}^0(r) = \dot{E}_{ij}$). Ainsi, en considérant que $l^I(r)$ et $l^M(r)$ et la déformation dans l'inclusion sont uniformes ($l^I(r) = l^I$, $l^M(r) = l^M$ et $\dot{\varepsilon}_{mn}^I(r) = \dot{\varepsilon}_{mn}^I$), cette dernière devient :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^I = \dot{E}_{ij} + T_{ijkl}^{II} (l_{klmn}^M - l_{klmn}^I) \dot{\varepsilon}_{mn}^I \quad (\text{A.22})$$

avec $T_{ijkl}^{II} = \int_V \Gamma_{ijkl}(r - r') dV'$ le tenseur d'interaction de Hill dérivé de la théorie de l'inclusion d'Eshelby, dépendant de la forme de l'inclusion et du matériau constituant la matrice. L'équation intégrale devient ainsi :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}(r) = \dot{E}_{ij} + \int_V \Gamma_{ijkl}(r - r') (l_{klmn}^M(r') - l_{klmn}^I(r')) \dot{\varepsilon}_{mn}(r') dV' \quad (\text{A.23})$$

Il est alors possible d'exprimer la déformation dans l'inclusion en fonction de la déformation macroscopique avec le tenseur de localisation répondant au problème d'Eshelby :

$$\dot{\varepsilon}_{mn}^I = A_{mnij}^{esh} \dot{E}_{ij} \quad (\text{A.24})$$

avec :

$$A_{mnij}^{esh} = [I_{ijmn} - T_{ijkl}^{II} (l_{klmn}^M - l_{klmn}^I)]^{-1} \quad (\text{A.25})$$

Les expressions des tenseurs d'Eshelby et de Hill sont détaillés en annexe suivant A.4.

A.4 Expression des tenseurs d'Eshelby et de Hill pour une inclusion sphérique dans un milieu isotrope

Le tenseur d'Eshelby est directement lié au tenseur de Hill ainsi qu'au tenseur d'élasticité du milieu par la relation :

$$S = T^{II} : C \quad (\text{A.26})$$

L'expression analytique du tenseur d'Eshelby pour une inclusion sphérique immergée dans un milieu élastique isotrope est définie par Mura (1991), avec le tenseur d'élasticité décomposé en sa partie sphérique et déviatorique :

$$C = 3\kappa J + 2\mu K \quad (\text{A.27})$$

avec $\kappa = 3\lambda + 2\mu$, $J_{ijkl} = \frac{1}{3}\delta_{ij}\delta_{kl}$, $I_{ijkl} = \frac{1}{2}(\delta_{il}\delta_{jk} + \delta_{ik}\delta_{jl})$ et $K_{ijkl} = I_{ijkl} - J_{ijkl}$. L'expression du tenseur d'Eshelby S se décompose de la manière suivante :

$$S = \frac{3\kappa}{3\kappa + 4\mu} J + \frac{6}{5} \frac{\kappa + 2\mu}{3\kappa + 4\mu} K \quad (\text{A.28})$$

En utilisant le module de Young E et le coefficient de Poisson ν à la place des coefficients de Lamé, le tenseur s'écrit :

$$S = \frac{1 + \nu}{3(1 - \nu)} J + \frac{2}{15} \frac{4 - 5\nu}{1 - \nu} K \quad (\text{A.29})$$

Ainsi, les composantes du tenseur d'Eshelby pour l'inclusion sphérique isotrope sont :

$$\begin{aligned} S_{iiii} &= \frac{7 - 5\nu}{15(1 - \nu)} \\ S_{iijj} &= \frac{5\nu - 1}{15(1 - \nu)} (i \neq j), \text{ pas de sommations sur } i \text{ et } j \\ S_{ijij} &= \frac{4 - 5\nu}{15(1 - \nu)} (i \neq j), \text{ pas de sommations sur } i \text{ et } j \\ S_{ijkl} &= 0 \text{ sinon} \end{aligned} \quad (\text{A.30})$$

L'expression analytique du tenseur d'interaction de Hill T^{II} dans le cas d'une inclusion sphérique isotrope s'écrit :

$$T^{II} = \frac{1}{3\kappa + 4\mu} J + \frac{3}{5\mu} \frac{\kappa + 2\mu}{3\kappa + 4\mu} K = \frac{1 + \nu}{3E(1 - \nu)} \left((1 - 2\nu)J + \frac{2}{5}(4 - 5\nu)K \right) \quad (\text{A.31})$$

Les tenseurs d'Eshelby et de Hill dépendent des modules d'élasticité ainsi que de la forme et de l'orientation de l'inclusion. Dans le cas général, le tenseur de Hill est plus utilisé que celui d'Eshelby car il contient la symétrie mineure et majeure (Zaoui 2000, Nemat-Nasser et Hori 1993). Dans le modèle proposé, le tenseur de Hill est ainsi utilisé, directement cal-

culé en utilisant un logiciel d'intégration numérique implémenté dans `simula+`¹ (Simula+). L'expression du tenseur t^{II} choisi est :

$$t_{ijkl}^{II} = \frac{(1 + \nu)}{15E(1 - \nu)} [(9 - 10\nu)\delta_{ik}\delta_{jl} - (\delta_{ij}\delta_{kl} + \delta_{il}\delta_{jk})]$$

avec $T_{ijkl}^{II} = \frac{1}{2} (t_{ijkl}^{II} + t_{jikl}^{II})$.

Les tenseurs d'interaction sont définis en considérant un milieu élastique. Cette solution est dans le cas présent extrapolée pour un milieu inélastique comme pour de nombreux modèles dont le milieu est élastoplastique.

¹www.univ-valenciennes.fr/lamav/Simula+/

A.5 Détail des calculs conduisant à la formulation des modules tangents effectifs

Le développement aboutissant à l'écriture des modules tangents effectifs est détaillé dans cette section.

$$\begin{aligned}
 \dot{\Sigma}_{ij} &= z\dot{\sigma}_{ij}^I + (1-z)\dot{\sigma}_{ij}^M \\
 &= z(l_{ijkl}^I \dot{\epsilon}_{kl}^I - c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I \dot{T}) + (1-z)(l_{ijkl}^M \dot{\epsilon}_{kl}^M - m_{ij}^M \dot{T}) \\
 &= \left(z l_{ijkl}^I \dot{\epsilon}_{kl}^I + (1-z) l_{ijkl}^M \dot{\epsilon}_{kl}^M \right) - \left(z c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I + (1-z) m_{ij}^M \right) \dot{T} \\
 &= z l_{ijkl}^I A_{klmn}^{MT} \dot{E}_{mn} + (1-z) l_{ijkl}^M \left[\frac{1}{1-z} (I_{klmn} - z A_{klmn}^{MT}) \dot{E}_{mn} \right] - \left(z c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I + (1-z) m_{ij}^M \right) \dot{T} \\
 &= \left(z l_{ijkl}^I A_{klmn}^{MT} + l_{ijkl}^M (I_{klmn} - z A_{klmn}^{MT}) \right) \dot{E}_{mn} - \left(z c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I + (1-z) m_{ij}^M \right) \dot{T} \\
 &= \left(z l_{ijkl}^I A_{klmn}^{MT} + l_{ijmn}^M - z l_{ijkl}^M A_{klmn}^{MT} \right) \dot{E}_{mn} - \left(z c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I + (1-z) m_{ij}^M \right) \dot{T} \\
 &= \left(z (l_{ijkl}^I - l_{ijkl}^M) A_{klmn}^{MT} + l_{ijmn}^M \right) \dot{E}_{mn} - \left(z c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I + (1-z) m_{ij}^M \right) \dot{T} \\
 &= L_{ijmn}^{eff} \dot{E}_{mn} - M_{ij}^{eff} \dot{T}
 \end{aligned} \tag{A.32}$$

avec :

$$\begin{aligned}
 L_{ijmn}^{eff} &= z(l_{ijkl}^I - l_{ijkl}^M) A_{klmn}^{MT} + l_{ijmn}^M \\
 M_{ij}^{eff} &= m_{ij}^M + z(c_{ijkl}^I \alpha_{kl}^I - m_{ij}^M)
 \end{aligned} \tag{A.33}$$

A.6 Résolution directe

Le système d'équation à résoudre comporte les résidus liés au comportement de la matrice AMF, les résidus liés au comportement élastoplastique des inclusions et un résidu lié à la transition d'échelle. Ceux liés aux comportements AMF et élastoplastique sont les mêmes que ceux définis dans la résolution étagée. Le résidu relatif à la transition d'échelle est lié à l'incrément de déformation dans l'inclusion comme le montre l'équation (A.34). La déformation dans la matrice n'est plus considérée comme une inconnue du système car elle se calcule explicitement selon la relation A.35.

$$R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I} = \Delta \varepsilon_{ij}^I - A_{ijkl}^{MT} \Delta E_{kl}^{tot} \quad (\text{A.34})$$

$$\Delta \varepsilon_{ij}^M = \frac{1}{1-z} (\Delta \varepsilon_{ij}^{tot} - z \Delta \varepsilon_{ij}^I) \quad (\text{A.35})$$

Le système global s'écrit sous la forme de sept résidus à annuler :

$$F(\Delta X) = \begin{cases} R_f(\Delta X) : \text{résidu sur la transformation} \\ R_{\bar{\varepsilon}_{ij}^T}(\Delta X) : \text{résidu sur la déformation de transformation} \\ R_{\Delta \bar{\varepsilon}^T}(\Delta X) : \text{résidu sur l'écoulement de la déformation de transformation} \\ R_{\sigma_{ij}^M}(\Delta X) : \text{résidu élastique dans la matrice} \\ R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}(\Delta X) : \text{résidu sur la déformation dans l'inclusion} \\ R_{\sigma_{ij}^I}(\Delta X) : \text{résidu élastique dans l'inclusion} \\ R_p(\Delta X) : \text{résidu sur la plasticité dans l'inclusion} \end{cases} \quad (\text{A.36})$$

fonction des inconnues :

$$\Delta X = \begin{cases} \Delta f : \text{fraction volumique de martensite dans la matrice en AMF} \\ \Delta \bar{\varepsilon}^T : \text{orientation de la déformation de transformation} \\ \Delta p : \text{écoulement de la déformation de transformation} \\ \Delta \sigma^M : \text{contrainte dans la matrice en AMF} \\ \Delta \varepsilon^I : \text{déformation au sein de l'inclusion} \\ \Delta \sigma^I : \text{contrainte dans l'inclusion} \\ \Delta p : \text{plasticité cumulée des inclusions} \end{cases} \quad (\text{A.37})$$

La résolution du système d'équations de manière implicite par la méthode de Newton Raphson nécessite le calcul du Jacobien du système, et son inversion :

$$F(\Delta X) + J \delta \Delta X \approx 0 \quad (\text{A.38})$$

$$\delta \Delta X = J^{-1}(-F(\Delta X)) \quad (\text{A.39})$$

Le Jacobien présente l'expression suivante :

$$J = \begin{bmatrix} \frac{\delta R_f}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_f}{\delta \Delta p} \\ \frac{\delta R_{\varepsilon^T}}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_{\varepsilon^T}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_{\varepsilon^T}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_{\varepsilon^T}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} & \frac{\delta R_{\varepsilon^T}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\varepsilon^T}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\varepsilon^T}}{\delta \Delta p} \\ \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon^T}}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon^T}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon^T}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon^T}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon^T}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon^T}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon^T}}{\delta \Delta p} \\ \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^M}}{\delta \Delta p} \\ \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\Delta \varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta p} \\ \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^I}}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^I}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^I}}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^I}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^I}}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^I}}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\sigma_{ij}^I}}{\delta \Delta p} \\ \frac{\delta R_p}{\delta \Delta f} & \frac{\delta R_p}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}^T} & \frac{\delta R_p}{\delta \Delta \bar{\varepsilon}_{kl}^T} & \frac{\delta R_p}{\delta \Delta \sigma_{kl}^M} & \frac{\delta R_p}{\delta \Delta \varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_p}{\delta \Delta \sigma_{kl}^I} & \frac{\delta R_p}{\delta \Delta p} \end{bmatrix} \quad (A.40)$$

A.7 Résolution globale du système (Jacobien 12x12)

La résolution du système d'équation de manière implicite par la méthode de Newton Raphson nécessite le calcul du Jacobien du système, et son inversion :

$$F(\Delta X) + J\delta\Delta X \approx 0 \quad (\text{A.41})$$

$$\delta\Delta X = J^{-1}(-F(\Delta X)) \quad (\text{A.42})$$

avec le Jacobien :

$$J = \begin{bmatrix} \frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}}{\delta\Delta\varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}}{\delta\Delta\varepsilon_{kl}^M} \\ \frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}}{\delta\Delta\varepsilon_{kl}^I} & \frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}}{\delta\Delta\varepsilon_{kl}^M} \end{bmatrix} \quad (\text{A.43})$$

Les tenseurs d'ordre 2 symétriques sont exprimés sous forme de vecteurs d'ordre 6, et les tenseurs d'ordre 4 sous forme de matrice 6x6. Le système complet peut alors s'écrire sous la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} R_{\Delta\varepsilon_{11}^I} \\ R_{\Delta\varepsilon_{22}^I} \\ R_{\Delta\varepsilon_{33}^I} \\ R_{\Delta\varepsilon_{12}^I} \\ R_{\Delta\varepsilon_{13}^I} \\ R_{\Delta\varepsilon_{23}^I} \\ R_{\Delta\varepsilon_{11}^M} \\ R_{\Delta\varepsilon_{22}^M} \\ R_{\Delta\varepsilon_{33}^M} \\ R_{\Delta\varepsilon_{12}^M} \\ R_{\Delta\varepsilon_{13}^M} \\ R_{\Delta\varepsilon_{23}^M} \end{bmatrix} + J * \begin{bmatrix} \Delta\varepsilon_{11}^I \\ \Delta\varepsilon_{22}^I \\ \Delta\varepsilon_{33}^I \\ \Delta\varepsilon_{12}^I \\ \Delta\varepsilon_{13}^I \\ \Delta\varepsilon_{23}^I \\ \Delta\varepsilon_{11}^M \\ \Delta\varepsilon_{22}^M \\ \Delta\varepsilon_{33}^M \\ \Delta\varepsilon_{12}^M \\ \Delta\varepsilon_{13}^M \\ \Delta\varepsilon_{23}^M \end{bmatrix} = [0] \quad (\text{A.44})$$

A.7.1 Détail des résidus

Nous avons les trois équations suivantes :

$$\begin{aligned} \Delta\varepsilon_{ij}^I &= A_{ijkl}^{MT} * \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} \\ \Delta\varepsilon_{ij}^M &= \frac{1}{1-z} ((I_{ijkl} - z * A_{ijkl}^{MT}) * \Delta\varepsilon_{kl}^{tot}) \\ A_{ijkl}^{MT} &= \left[I_{kl ij} - (1-z) * T_{kl mn}^{II} * (\Delta\Sigma_{mn}^M (\Delta\varepsilon_{ij}^M)^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I (\Delta\varepsilon_{ij}^I)^{-1}) \right]^{-1} \end{aligned} \quad (\text{A.45})$$

À partir de ces trois équations, les deux résidus sont exprimés, et dépendent chacun des deux inconnues qui sont la déformation dans l'inclusion et la déformation dans la matrice.

Le résidu sur la déformation dans l'inclusion $R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}$

$$R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I} = \Delta\varepsilon_{ij}^I - \left[I_{klij} - (1-z) * T_{klmn}^{II} * (\Delta\Sigma_{mn}^M (\Delta\varepsilon_{ij}^M)^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I (\Delta\varepsilon_{ij}^I)^{-1}) \right]^{-1} \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} \quad (A.46)$$

Le résidu sur la déformation dans la matrice $R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}$

$$R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M} = \Delta\varepsilon_{ij}^M - \frac{1}{1-z} * \left(I_{ijkl} - z * \left[I_{klij} - (1-z) * T_{klmn}^{II} * (\Delta\Sigma_{mn}^M (\Delta\varepsilon_{ij}^M)^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I (\Delta\varepsilon_{ij}^I)^{-1}) \right]^{-1} \right) \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} \quad (A.47)$$

A.7.2 Dérivées du résidu de la déformation dans l'inclusion $R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}$

Avant d'exprimer les dérivées des résidus, la dérivée générale du tenseur de Mori-Tanaka par un tenseur d'ordre 2 est exprimée, afin de composer la dérivation générale des résidus.

$$\begin{aligned} \frac{\delta A_{ijkl}^{MT}}{\delta \Delta A_{pq}} &= \frac{\delta}{\delta \Delta A_{pq}} \left(I_{klij} - (1-z) * T_{klmn}^{II} * \left(\Delta\Sigma_{mn}^M * [(\Delta\varepsilon_{ij}^M)]^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I * [\Delta\varepsilon_{ij}^I]^{-1} \right) \right)^{-1} \\ &= -1 * (A_{mnij} \cdot A_{mnij}) \\ &* \frac{\delta}{\delta \Delta A_{pq}} \left(I_{klij} - (1-z) * T_{klmn}^{II} * \left(\Delta\Sigma_{mn}^M * [(\Delta\varepsilon_{ij}^M)]^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I * [\Delta\varepsilon_{ij}^I]^{-1} \right) \right) \quad (A.48) \\ &= (A_{mnij} \cdot A_{mnij}) (1-z) * T_{klmn}^{II} \frac{\delta}{\delta \Delta A_{pq}} \left(\Delta\Sigma_{mn}^M * [(\Delta\varepsilon_{ij}^M)]^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I * [\Delta\varepsilon_{ij}^I]^{-1} \right) \end{aligned}$$

Dans un premier temps, le cas général de la dérivée du résidu de la déformation dans l'inclusion par rapport à un tenseur d'ordre 2, A_{pq} , est traité.

$$\frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}}{\delta \Delta A_{pq}} = \frac{\delta \Delta\varepsilon_{ij}^I}{\delta \Delta A_{pq}} - \left[\frac{\delta}{\delta \Delta A_{pq}} \left(\frac{1}{\dots\dots\dots} \right) \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} + \frac{1}{\dots\dots\dots} \frac{\delta \Delta\varepsilon_{kl}^{tot}}{\delta \Delta A_{pq}} \right] \quad (A.49)$$

$\Delta\varepsilon_{kl}^{tot}$ est une variable de pilotage qui déséquilibre le système. Par conséquent, $\frac{\delta\Delta\varepsilon_{kl}^{tot}}{\delta\Delta A_{pq}} = 0$.

$$\begin{aligned}
\frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}}{\delta\Delta A_{pq}} &= \frac{\delta\Delta\varepsilon_{ij}^I}{\delta\Delta A_{pq}} \\
&- \frac{\delta}{\delta\Delta A_{pq}} \left(I_{kl ij} - (1-z) * T_{kl mn}^{II} * \left(\Delta\Sigma_{mn}^M * [\Delta\varepsilon_{ij}^M]^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I * [\Delta\varepsilon_{ij}^I]^{-1} \right) \right)^{-1} \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} \\
&= \frac{\delta\Delta\varepsilon_{ij}^I}{\delta\Delta A_{pq}} \\
&+ \frac{\frac{\delta}{\delta\Delta A_{pq}} \left(I_{kl ij} - (1-z) * T_{kl mn}^{II} * \left(\Delta\Sigma_{mn}^M * [\Delta\varepsilon_{ij}^M]^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I * (\Delta\varepsilon_{ij}^I)^{-1} \right) \right)}{(A_{kl ij}^{MT} A_{kl ij}^{MT})^{-1}} \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} \\
&= \frac{\delta\Delta\varepsilon_{ij}^I}{\delta\Delta A_{pq}} + \frac{\delta(N_{kl ij})}{\delta\Delta A_{pq}} (A_{kl ij}^{MT} A_{kl ij}^{MT}) \Delta\varepsilon_{kl}^{tot}
\end{aligned} \tag{A.50}$$

Avec

$$N_{kl ij} = \left(I_{kl ij} - (1-z) * T_{kl mn}^{II} * \left(\Delta\Sigma_{mn}^M * [\Delta\varepsilon_{ij}^M]^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I * [\Delta\varepsilon_{ij}^I]^{-1} \right) \right) \tag{A.51}$$

Sa dérivée s'écrit :

$$\begin{aligned}
\frac{\delta(N_{kl ij})}{\delta\Delta A_{pq}} &= -(1-z) * T_{kl mn}^{II} \\
&* \left[\frac{\delta}{\delta\Delta A_{pq}} \left(\Delta\Sigma_{mn}^M * [\Delta\varepsilon_{ij}^M]^{-1} \right) - \frac{\delta}{\delta\Delta A_{pq}} \left(\Delta\Sigma_{mn}^I * [\Delta\varepsilon_{ij}^I]^{-1} \right) \right] \\
&= -(1-z) * T_{kl mn}^{II} \\
&* \left[\frac{\frac{\delta\Delta\Sigma_{mn}^M}{\delta\Delta A_{pq}} * \Delta\varepsilon_{ij}^M - \Delta\Sigma_{mn}^M * \frac{\delta\Delta\varepsilon_{ij}^M}{\delta\Delta A_{pq}}}{(\Delta\varepsilon_{ij}^M)(\Delta\varepsilon_{ij}^M)} - \frac{\frac{\delta\Delta\Sigma_{mn}^I}{\delta\Delta A_{pq}} * \Delta\varepsilon_{ij}^I - \Delta\Sigma_{mn}^I * \frac{\delta\Delta\varepsilon_{ij}^I}{\delta\Delta A_{pq}}}{(\Delta\varepsilon_{ij}^I)(\Delta\varepsilon_{ij}^I)} \right]
\end{aligned} \tag{A.52}$$

Dérivée par rapport à la déformation dans l'inclusion

$$\frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}}{\delta\Delta\varepsilon_{pq}^I} = I_{ij pq} - (1-z) * (A_{kl ij}^{MT} A_{kl ij}^{MT}) * \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} * T_{kl mn}^{II} * \frac{\Delta\Sigma_{mn}^I}{\Delta\varepsilon_{ij}^I \Delta\varepsilon_{ij}^I} * I_{ij pq} \tag{A.53}$$

Dérivée par rapport à la déformation dans la matrice

$$\frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^I}}{\delta\Delta\varepsilon_{pq}^M} = (1-z) * (A_{kl ij}^{MT} A_{kl ij}^{MT}) * \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} * T_{kl mn}^{II} * \frac{\Delta\Sigma_{mn}^M}{\Delta\varepsilon_{ij}^M \Delta\varepsilon_{ij}^M} * I_{ij pq} \tag{A.54}$$

A.7.3 Dérivées du résidu de la déformation dans la matrice $R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}$

$$\begin{aligned}\frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}}{\delta \Delta A_{pq}} &= \frac{\delta \Delta\varepsilon_{ij}^M}{\delta \Delta A_{pq}} + \frac{z}{1-z} \frac{\delta}{\delta \Delta A_{pq}} \left[\left(I_{klij} - (1-z) * T_{klmn}^{II} * (\Delta\Sigma_{mn}^M (\Delta\varepsilon_{ij}^M)^{-1} - \Delta\Sigma_{mn}^I (\Delta\varepsilon_{ij}^I)^{-1}) \right)^{-1} \right] \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} \\ &= \frac{\delta \Delta\varepsilon_{ij}^M}{\delta \Delta A_{pq}} - \frac{z}{1-z} \frac{\delta(N_{klij})}{\delta \Delta A_{pq}} (A_{klij}^{MT} A_{klij}^{MT}) \Delta\varepsilon_{kl}^{tot}\end{aligned}\quad (\text{A.55})$$

Dérivée par rapport à la déformation dans l'inclusion

$$\frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}}{\delta \Delta\varepsilon_{pq}^I} = z * (A_{klij}^{MT} A_{klij}^{MT}) * \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} * T_{klmn}^{II} * \frac{\Delta\Sigma_{mn}^I}{\Delta\varepsilon_{ij}^I \Delta\varepsilon_{ij}^I} * I_{ijpq} \quad (\text{A.56})$$

Dérivée par rapport à la déformation dans la matrice

$$\frac{\delta R_{\Delta\varepsilon_{ij}^M}}{\delta \Delta\varepsilon_{pq}^M} = I_{ijpq} - z * (A_{klij}^{MT} A_{klij}^{MT}) * \Delta\varepsilon_{kl}^{tot} * T_{klmn}^{II} * \frac{\Delta\Sigma_{mn}^M}{\Delta\varepsilon_{ij}^M \Delta\varepsilon_{ij}^M} * I_{ijpq} \quad (\text{A.57})$$

A.8 Expression de la pression de serrage en fonction de la déformation

A.8.1 Équilibre de la portion élémentaire

Une portion élémentaire de la bague est isolée, illustrée à la figure A.7. Par projection, l'équa-

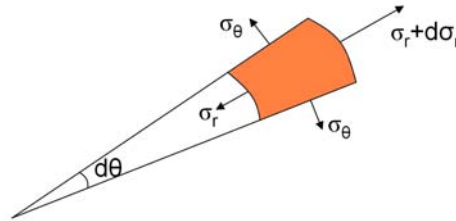


FIG. A.7 – Portion élémentaire

tion suivante est établie :

$$\sigma_\theta - \sigma_r - r \frac{d\sigma_r}{dr} = 0 \quad (\text{A.58})$$

Le matériau du tube étant isotrope, dans le domaine d'élasticité, il est possible d'écrire :

$$\begin{cases} \varepsilon_r = \frac{\sigma_r - \nu\sigma_\theta}{E} \\ \varepsilon_\theta = \frac{\sigma_\theta - \nu\sigma_r}{E} \\ \varepsilon_z = -\nu \frac{\sigma_r + \sigma_\theta}{E} \end{cases} \quad (\text{A.59})$$

et

$$\begin{cases} \sigma_r = \frac{E}{1-\nu^2} (\varepsilon_r + \nu\varepsilon_\theta) \\ \sigma_\theta = \frac{E}{1-\nu^2} (\varepsilon_\theta + \nu\varepsilon_r) \\ \sigma_z = 0 \end{cases} \quad (\text{A.60})$$

Ainsi, l'équation A.58 devient :

$$\varepsilon_\theta(1-\nu) + \varepsilon_r(\nu-1) - r \frac{\delta\varepsilon_r}{\delta r} - r\nu \frac{\delta\varepsilon_\theta}{\delta r} = 0 \quad (\text{A.61})$$

A.8.2 Expression de la déformation

La figure A.8 permet de visualiser la méthode pour exprimer la déformation. Soient u le



FIG. A.8 – Expression de la déformation

déplacement permettant de passer de M en M' , r la distance OM et dr la distance MN . Il

est possible d'écrire $ON = r + dr$ et $NN' = u + du$. Ainsi :

$$\begin{cases} \varepsilon_r = \frac{M'N' - MN}{MN} = \frac{-u + u + du}{dr} = \frac{du}{dr} \\ \varepsilon_\theta = \frac{\hat{M}' - \hat{M}}{\hat{M}} = \frac{(r+u)d\Theta - rd\Theta}{rd\Theta} = \frac{u}{r} \end{cases} \quad (\text{A.62})$$

L'équation d'équilibre (A.61) devient ainsi :

$$\frac{u}{r}(1 - \nu) + \frac{du}{dr}(\nu - 1) - r \frac{d^2u}{dr^2} - r\nu \left(\frac{1}{r} \frac{du}{dr} - \frac{u}{r^2} \right) = 0 \quad (\text{A.63})$$

ce qui donne l'équation différentielle suivante :

$$\frac{d^2u}{dr^2} = -\frac{1}{r} \frac{du}{dr} + \frac{u}{r^2} \quad (\text{A.64})$$

La solution de cette équation différentielle est de type $u(r) = Cr + \frac{D}{r}$, avec :

$$\begin{cases} C = \frac{1 - \nu}{E} \frac{P_i R_i^2 - P_e R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \\ D = \frac{1 + \nu}{E} \frac{R_i^2 R_e^2 (P_i - P_e)}{R_e^2 - R_i^2} \end{cases} \quad (\text{A.65})$$

Finalement, on a :

$$\begin{cases} \varepsilon_r = \frac{du}{dr} = C - \frac{D}{r^2} = \frac{1 - \nu}{E} \frac{P_i R_i^2 - P_e R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} - \frac{1 + \nu}{E} \frac{R_i^2 R_e^2 (P_i - P_e)}{R_e^2 - R_i^2} \frac{1}{r^2} \\ \varepsilon_\theta = \frac{u}{r} = C + \frac{D}{r^2} = \frac{1 - \nu}{E} \frac{P_i R_i^2 - P_e R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} + \frac{1 + \nu}{E} \frac{R_i^2 R_e^2 (P_i - P_e)}{R_e^2 - R_i^2} \frac{1}{r^2} \\ \varepsilon_z = \frac{2\nu}{E} \frac{P_e R_e^2 - P_i R_i^2}{R_e^2 - R_i^2} \\ \sigma_r = \frac{P_i R_i^2 - P_e R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} - \frac{1}{r^2} \frac{R_i^2 R_e^2 (P_i - P_e)}{R_e^2 - R_i^2} \\ \sigma_\theta = \frac{P_i R_i^2 - P_e R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} + \frac{1}{r^2} \frac{R_i^2 R_e^2 (P_i - P_e)}{R_e^2 - R_i^2} \end{cases} \quad (\text{A.66})$$

A.8.3 Application dans le cas du tube instrumenté

La pression interne du tube est nulle ($P_i = 0$), et la pression externe du tube est celle de serrage qu'il faut mesurer ($P_e = P$), en se servant d'une part des déformations ε_θ et ε_z mesurées au niveau de la surface interne de la bague, et d'autre part des équations A.66 exprimées pour $r = R_i$. Les équations suivantes sont ainsi obtenues :

$$\begin{cases} \varepsilon_\theta = -\frac{2}{E} \frac{P R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \\ \varepsilon_z = -\nu \varepsilon_\theta = \frac{2\nu}{E} \frac{P R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \end{cases} \quad (\text{A.67})$$

La relation $\varepsilon_z = -\nu\varepsilon_\theta$ permet d'obtenir la pression de serrage en ne connaissant qu'une seule déformation. Toutefois, cette relation n'est valable que dans le cas élastique. Lorsqu'un coefficient de dilatation est attribué, elle n'est plus valable. Néanmoins, l'influence de la température sur ε_z est compensée par celle sur ε_θ , et la différence $(\varepsilon_z - \varepsilon_\theta)$ est constante. Ainsi, la pression de serrage est exprimée selon ces deux déformations :

$$P = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{R_e^2 - R_i^2}{R_e^2} (\varepsilon_\theta - \varepsilon_z) \quad (\text{A.68})$$

A.9 Validation par éléments finis de la relation entre déformations principales et déformations axiales et tangentielles

La figure A.9 compare les déformations normales et tangentielles à l'intérieur de la bague avec les déformations principales.

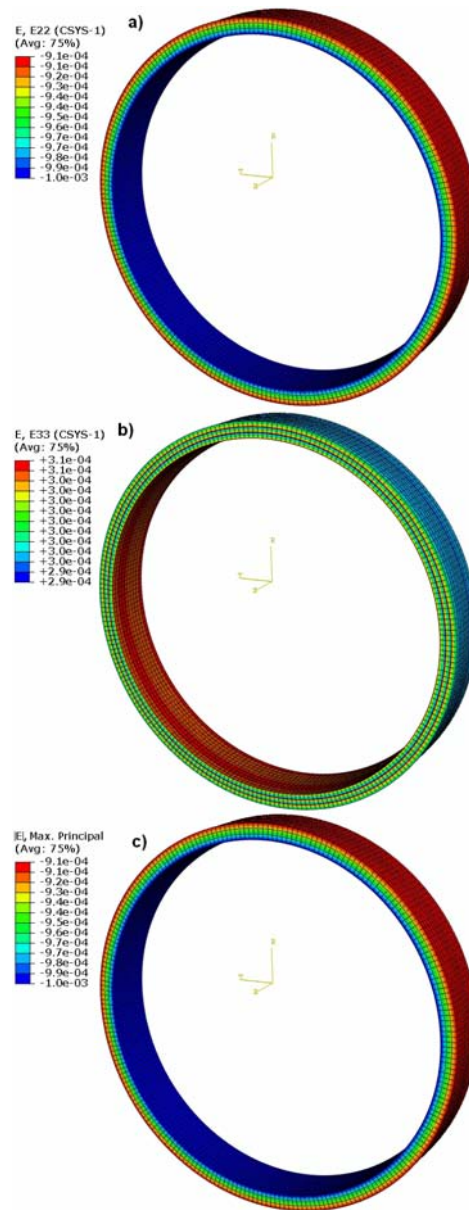


FIG. A.9 – Résultat d'une simulation par éléments finis vérifiant que les déformations principales coïncident avec les déformations ε_θ et ε_z dans le cas axisymétrique - a) ε_θ b) ε_z c) ε_P

A.10 Résultats expérimentaux sur bagues instrumentées

A.10.1 Variation de la pression de serrage générée par la bague moyenne

Les figures A.10 et A.11 représentent respectivement les déformations tangentielle et relevées sur la bague moyenne lors du cycle A2.

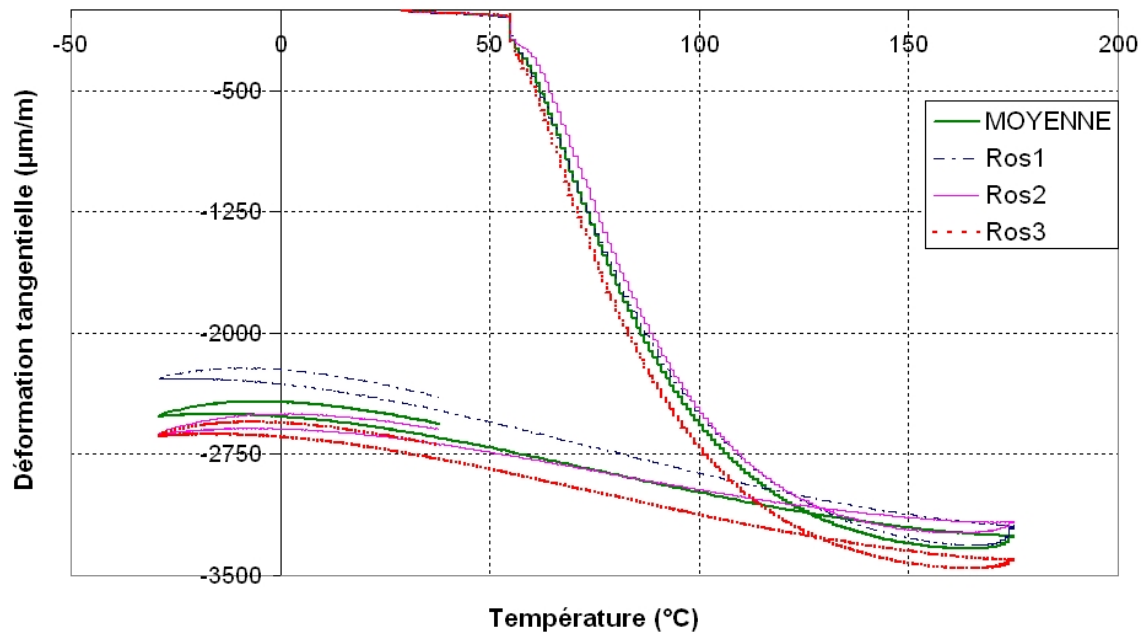


FIG. A.10 – Évolution des déformations tangentielle relevées sur les rosettes de la bague moyenne lors du cycle A2

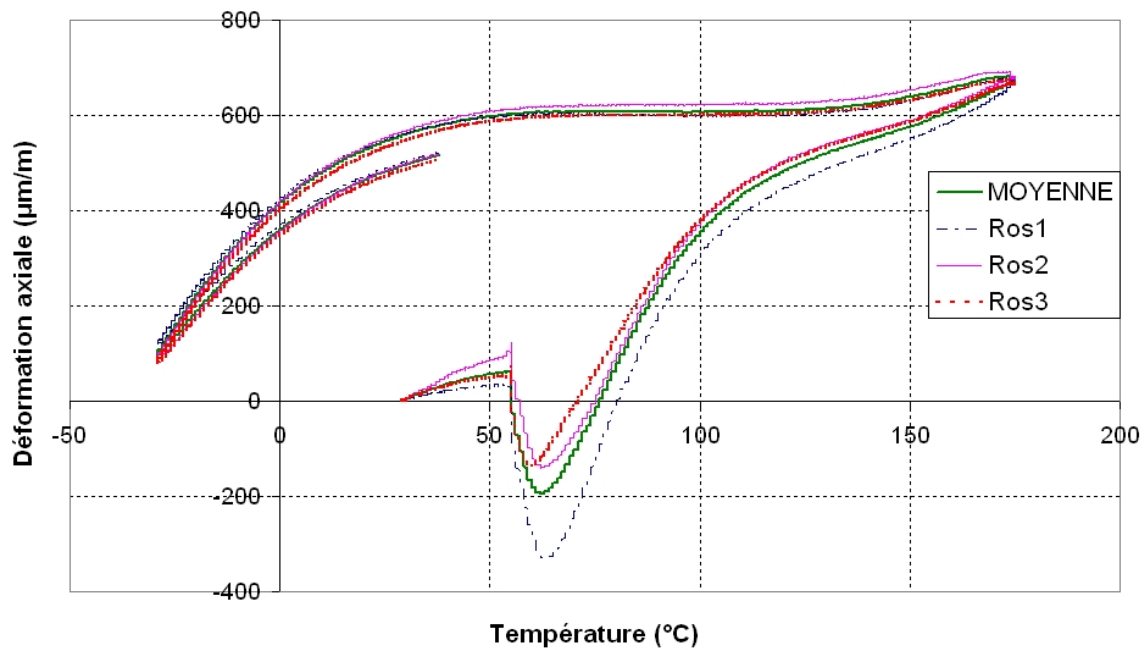


FIG. A.11 – Évolution des déformations axiales relevées sur les rosettes de la bague moyenne lors du cycle A2

Évolution de la pression de serrage : La figure A.12 représente l'évolution de la pression de serrage mesurée sur les trois rosettes de la bague moyenne.

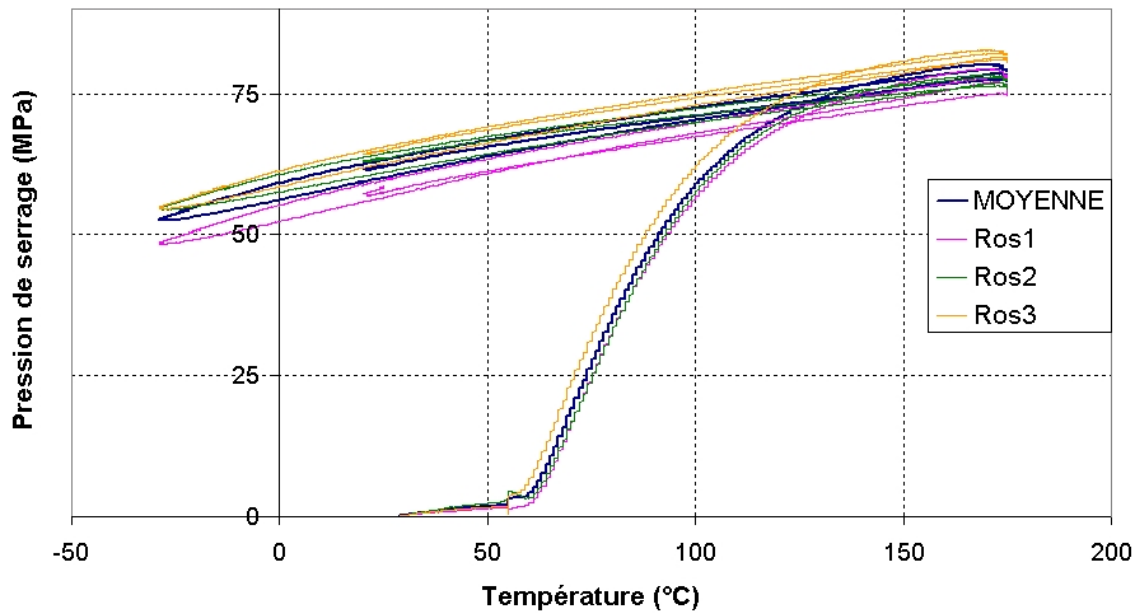


FIG. A.12 – Évolution de la pression de serrage obtenue via les trois rosettes sur la bague moyenne lors du cycle A2

A.10.2 Variation de la pression de serrage générée par la bague épaisse

Les figures A.13 et A.14 représentent respectivement les déformations tangentielles et relevées sur la bague épaisse lors du cycle A2.

Évolution de la pression de serrage : La figure A.15 représente l'évolution de la pression de serrage mesurée sur les trois rosettes de la bague moyenne.

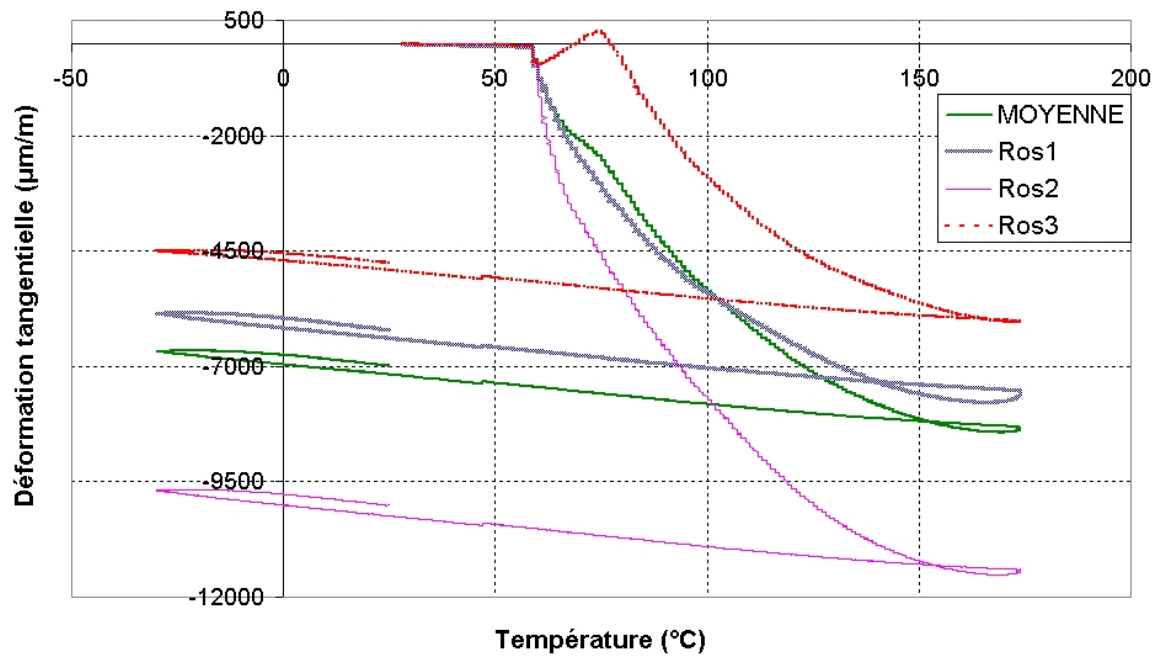


FIG. A.13 – Évolution des déformations tangentielles relevées sur les rosettes de la bague épaisse lors du cycle A2

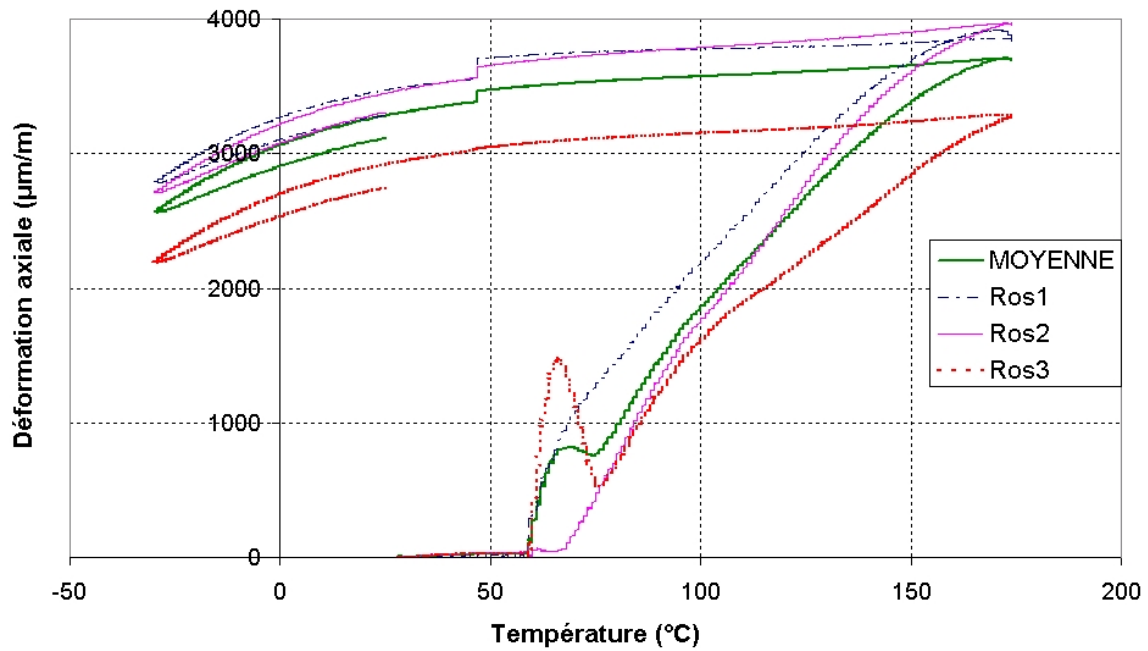


FIG. A.14 – Évolution des déformations axiales relevées sur les rosettes de la bague épaisse lors du cycle A2

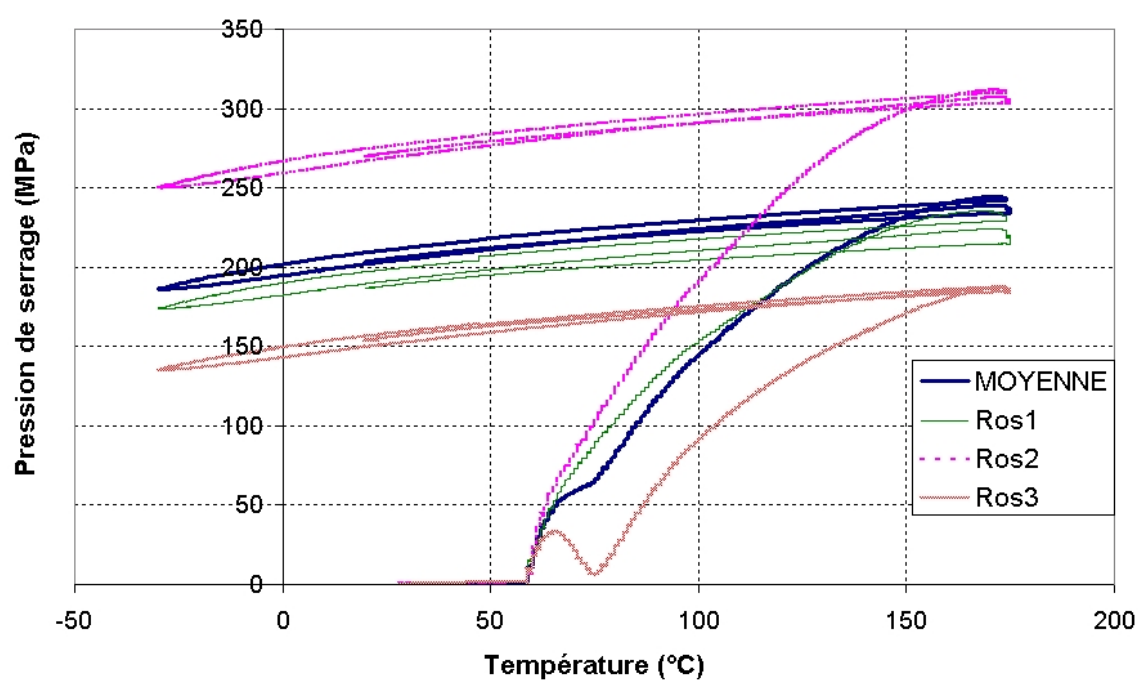


FIG. A.15 – Évolution de la pression de serrage obtenue via les trois rosettes sur la bague épaisse lors du cycle A2

BIBLIOGRAPHIE

- D. F. Adams et D. A. Crane. Finite element micromechanical analysis of a unidirectional composite including longitudinal shear loading. *Computers and Structures*, 18 :63–68, 1984. (Cité page 27.)
- D. H. Allen et J. G. Boyd. Convergence rates for computational predictions of stiffness loss in metal matrix composites. *Composite materials and structures*, 37 :31–45, 1993. (Cité page 27.)
- H. Andra, O. Hesebeck, et L. Juhasz. Simulation of thermomechanical behavior of shape memory alloys under multiaxial non-proportional stress. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 81 :329–330, 2001. (Cité page 25.)
- W. D. Armstrong et T. Lorentzen. The self-thermal-plastic response of NiTi shape memory alloy fiber actuated metal matrix composites. *International Journal of Solids and Structures*, 38 :7029–7044, 2001. (Cité page 27.)
- L. Bataillard. *Transformation martensitique multiple dans un alliage à mémoire de forme NiTi*. Thèse de doctorat, École Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1996. (Cité page 14.)
- M. Berveiller et A. Zaoui. An extension of the self-consistent scheme to plastically flowing polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 26 :325–344, 1979. (Cité page 26.)
- K. Bhattacharya. *Microstructure of martensite*. Oxford University Press, 2003. (Cité page 5.)
- D. Bollas, P. Pappas, J. Parthenios, et C. Galiotis. Stress generation by shape memory alloy wires embedded in polymer composites. *Acta Materialia*, 55 :5489–5499, 2007. (Cité page 27.)
- M. Bosiers, K. Deloose, J. Verbist, et P. Peeters. Present and future of endovascular sfa treatment : Stents, stent-grafts, drug coated balloons and drug coated stents. *Journal of Cardiovascular Surgery*, 49 (2) :159–165, 2008. (Cité pages x, 9 et 10.)
- J. G. Boyd et D. C. Lagoudas. Thermomechanical response of shape-memory composites. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 5 :333–346, 1994. (Cité page 27.)
- L. C. Brinson et R. Lammering. Finite-element analysis of the behavior of shape-memory alloys and their applications. *International Journal of Solids and Structures*, 30 :3261–3280, 1993. (Cité page 27.)
- D. S. Burton, X. Gao, et L. C. Brinson. Finite element simulation of a self-healing shape memory alloy composite. *Mechanics of Materials*, 38 :525–537, 2006. (Cité page 27.)

- F. Calkins et G. Butler. Subsonic jet noise reduction variable geometry chevron. Proceedings of 42nd AIAA Aerospace Sciences Meeting and Exhibit, page 190, 2004. (Cité pages x et 12.)
- M. G. Castellano, M. Indirli, A. Martelli, J. Azevedo, G. Sincaian, D. Tirelli, V. Renda, G. Croci, M. Biritognolo, A. Bonci, et A. Viskovic. Seismic protection of cultural heritage using shape memory alloy devices - an EC funded project (ISTECH). Proceedings of the Post-Smirt Conference Seminar on Seismic Isolation, Passive Energy Dissipation and Active Control of Vibrations of Structures, Cheju, Korea, page 417, 1999. (Cité pages x et 13.)
- J. L. Chaboche, P. Kanouté, et A. Roos. On the capabilities of mean-field approaches for the description of plasticity in metal matrix composites. *International Journal of Plasticity*, 21 : 1409–1434, 2005. (Cité page 139.)
- L. C. Chang et T. A. Read. Institute of Metals Division - Plastic Deformation and Diffusionless Phase Changes in Metals-The Gold-Cadmium Beta Phase. *Transactions AIME*, 189 :47, 1952. (Cité page 5.)
- Y. Chemisky. *Modélisation du comportement macroscopique des Alliages à Memoire de Forme - Applications aux matériaux composites*. Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine de Metz, 2009. (Cité pages 67, 69, 70, 71 et 79.)
- Y. Chemisky, A. Duval, B. Piotrowski, T. Ben Zineb, V. Tahiri, et E. Patoor. Numerical tool for SMA materials simulation - Application to composite structures design. *Smart Materials and Structures*, 1 :1–2, 2009a. (Cité page 27.)
- Y. Chemisky, B. Piotrowski, T. Ben Zineb, et E. Patoor. Numerical study of mean-field approach capabilities for shape memory alloys matrix composites description. *ESOMAT*, 2009b. (Cité pages xv, 136 et 139.)
- M. Cherkaoui, Q. P. Sun, et G.Q. Song. Micromechanics modeling of composite with ductile matrix and shape memory alloy reinforcement. *International Journal of Solids and Structures*, 37 :1577–1594, 2000. (Cité page 27.)
- C. Collard, T. Ben Zineb, E. Patoor, et M. O. Ben Salah. Micromechanical analysis of precipitate effects on shape memory alloys behaviour. *Materials Science and Engineering A*, 481-482 :366–370, 2008. (Cité page 144.)
- A. Duval. *Modélisation du comportement thermomécanique d'alliages à mémoire de forme. Application au dimensionnement de microsystèmes et extension en non local*. Thèse de doctorat, Nancy Université, 2009. (Cité pages 67, 69, 70, 71 et 79.)
- P. B. Entchev et D. C. Lagoudas. Modeling porous shape memory alloys using micromechanical averaging techniques. *Mechanics of Materials*, 34 :1–24, 2002. (Cité pages xv, 27 et 135.)

- J. D. Eshelby. Elastic Inclusion and Inhomogeneities. *Progress in Solid Mechanics*, 2 :89, 1961. (Cité pages 26 et 153.)
- X. Gao, M. Huang, et L. C. Brinson. A multivariant micromechanical model for SMAs Part 1. Crystallographic issues for single crystal model. *International Journal of Plasticity*, 16 : 1345–1369, 2000. (Cité page 24.)
- D. S. Grummon, J. A. Shaw, et J. Foltz. Fabrication of cellular shape memory alloy materials by reactive eutectic brazing using niobium. *Materials Science and Engineering A*, 438-440 : 1113–1118, 2006. (Cité pages x, xi, 18 et 19.)
- J. E. Hanlon, S. R. Butler, et R. J. Wasilewski. *Trans. Am. Inst. Min. Engrs*, 239 :1323, 1967. (Cité pages x, 14 et 15.)
- J. D. Harrison et P. Alto. Heat recoverable nickel/titanium alloy with improved stability and machinability. United State Patent 4,337,090, 1982. (Cité pages x, 14 et 15.)
- X. M. He et L. J. Rong. DSC analysis of reverse martensitic transformation in deformed Ti-Ni-Nb shape memory alloy. *Scripta Materialia*, 51 :7–11, 2004. (Cité pages xi, 22, 23, 31, 42, 43, 50 et 134.)
- X. M. He, L. J. Rong, D. S. Yan, et Y. Y. Li. TiNiNb wide hysteresis shape memory alloy with low niobium content. *Material Science and Engineering A*, 371 :193–197, 2004. (Cité page 23.)
- X. M. He, L. Z. Zhao, S. W. Duo, R. F. Zhang, et L. J. Rong. Stress-induced martensitic transformation in $(Ni_{47}Ti_{44})_{100-x}Nb_x$ shape memory alloys with wide hysteresis. *The Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 16 :42–46, 2006a. (Cité pages xi, 18, 20 et 23.)
- X. M. He, L. Z. Zhao, S. F. Zhang, S. W. Duo, et R. F. Zhang. Study of the thermal physical properties of $Ti_{44}Ni_{47}Nb_9$ wide hysteresis shape memory alloys. *Materials Science and Engineering A*, 441 :167–169, 2006b. (Cité pages 81 et 83.)
- A. V. Hershey. The elasticity of an isotropic aggregate of anisotropic cubic crystals. *Journal of Applied Mechanics*, 21 :236–240, 1954. (Cité page 26.)
- R. Hill. The elastic behaviour of a crystalline aggregate. *Proceedings of the Physical Society*, 1952. (Cité page 26.)
- R. Hill. Continuum micro-mechanisms of elastoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13 :89–101, 1965a. (Cité page 26.)
- R. Hill. A self-consistent mechanics of composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13 :213–222, 1965b. (Cité page 26.)
- M. Huang et L. C. Brinson. A multivariant model for single crystal shape memory alloy behavior. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46 :1379–1409, 1998. (Cité page 24.)

- J. W. Hutchinson. Bounds and self-consistent estimates for creep of polycrystalline materials. *Proceedings of the Royal Society London A*, 1976. (Cité page 26.)
- G. B. Kauffman et I. Mayo. The Story of Nitinol : The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications. *The Chemical Educator*, 2 :1–21, 1996. (Cité pages x et 11.)
- M. Kawai. Effects of matrix inelasticity on the overall hysteretic behavior of TiNi-SMA fiber composites. *International Journal of Plasticity*, 16 :263–282, 2000. (Cité page 27.)
- I. I. Kornilov, Ye. V. Kachur, et O. K. Belousov. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 32 :420, 1971. (Cité pages x et 15.)
- E. Kröner. Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten Einkristalls. *Z. Phys.*, 151 :504–518, 1958. (Cité page 26.)
- E. Kröner. Zur plastischen verformung des vielkristalls. *Acta Metall.*, 9 :155–161, 1961. (Cité pages 26 et 153.)
- S. Leclercq et C. LExcellent. A general macroscopic description of the thermomechanical behavior of the shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44 (6) : 953–980, 1996. (Cité pages 6 et 25.)
- H. C. Lin, S. K. Wu, T. S. Chou, et H. P. Kao. Effects of cold rolling on the martensitic transformation of and equiatomic TiNi alloy. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 39 :2069, 1991. (Cité pages 15 et 16.)
- Y. Liu et D. Favier. Stabilisation of martensite due to shear deformation via variant reorientation in polycrystalline NiTi. *Acta Materialia*, 48 :3489–3499, 2000. (Cité page 16.)
- Y. Liu, A. Mahmud, F. Kursawe, et T. H. Nam. Effect of pseudoelastic cycling on the Clausius-Clapeyron relation for stress-induced martensitic transformation in NiTi. *Journal of Alloys and Compounds*, 449 :82–87, 2008. (Cité pages 82 et 83.)
- Y. Liu et G. S. Tan. Effect of deformation by stress-induced martensitic transformation on the transformation behaviour of NiTi. *Intermetallics*, 8 :67–75, 2000. (Cité page 16.)
- Yi. Liu, Yo. Liu, et J. Van Humbeeck. Two-way shape memory effect developed by martensite deformation in NiTi. *Acta Materialia*, 47 :199–209, 1999. (Cité page 16.)
- Z. K. Lu et G. J. Weng. A two-level micromechanical theory for a shape-memory alloy reinforced composite. *International Journal of Plasticity*, 16 :1289–1307, 2000. (Cité page 27.)
- K. N. Melton, J. L. Proft, et T. W. Duerig. Wide Hysteresis Shape Memory Alloys Based on the NiTiNb System. *The Martensitic Transformation in Science and Technology.*, pages 191–198, 1989. (Cité pages xi, 38 et 39.)
- S. Mercier et A. Molinari. Homogenization of elastic-viscoplastic heterogeneous materials : Self-consistent and Mori-Tanaka schemes. *International Journal of Plasticity*, 25 :1024–1048, 2009. (Cité page 26.)

- S. Miyazaki, Y. Ohmi, K. Otsuka, et Y. Suzuki. Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloys. *Journal de Physique*, 44 :C4-255, 1982. (Cité page 14.)
- T. Mori et K. Tanaka. Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgica*, 21 :571-574, 1973. (Cité pages 26 et 73.)
- T. Mura. *Micromechanics of Defects in Solids*. Martinus nijhoff publishers, 1991. (Cité page 154.)
- S. Nemat-Nasser et W. G. Guo. Flow stress of commercially pure niobium over a broad range of temperatures and strain rates. *Materials Science and Engineering A*, 284 :202-210, 2000. (Cité page 82.)
- S. Nemat-Nasser et M. Hori. *Micromechanics : Overall properties of heterogeneous materials*. North-Holland, Amsterdam, The Netherlands, 1993. (Cité page 154.)
- S. Nemat-Nasser, Y. Su, W. G. Guo, et J. Isaacs. Experimental characterization and micromechanical modeling of superelastic response of a porous NiTi shape-memory alloy. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53 :2320-2346, 2005. (Cité page 27.)
- J. T. Oh, H. C. Park, et W. Hwang. Active shape control of a double-plate structures using piezoceramics and SMA wires. *Smart Materials and Structures*, 10 :1100-1106, 2001. (Cité page 27.)
- G. B. Olsen et M. Cohen. Thermoelastic behavior in martensitic transformations. *Scripta Metallurgica*, 9 :1247-1254, 1975. (Cité page 6.)
- K. Otsuka et C. Wayman. *Shape Memory Materials*. Sciences sup. Cambridge University Press., 1998. (Cité page 5.)
- M. Panico et L. C. Brinson. A three-dimensional phenomenological model for martensite reorientation in shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55 : 2491-2511, 2007. (Cité page 25.)
- M. Panico et L. C. Brinson. Computational modeling of porous shape memory alloys. *International Journal of Solids and Structures*, 45 :5613-5626, 2008. (Cité page 27.)
- E. Patoor, D. C. Lagoudas, P. B. Entchev, L. C. Brinson, et X. Gao. Shape memory alloys, part i : general properties and modeling of single crystals. *Mechanics of Materials*, 38 :391-429, 2006. (Cité page 24.)
- B. Peultier. *Alliages à mémoire de forme : modélisation et calcul de structures*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers - Centre de Metz, 2005. (Cité pages 69 et 70.)
- B. Peultier, T. Ben Zineb, et E. Patoor. Macroscopic constitutive law of shape memory alloy thermomechanical behaviour. Application to structure computation by FEM. *Mechanics of Materials*, 38 :510-524, 2006. (Cité page 25.)

- M. Piao, K. Otsuka, S. Miyazaki, et H. Horikawa. Mechanism of the as temperature increase by pre-deformation in thermoelastic alloys. *Materials Transactions, JIM*, 34 :919–929, 1993. (Cité pages 15, 16 et 23.)
- P. Popov et D. C. Lagoudas. A three-dimensional constitutive model for shape memory alloys incorporating pseudoelasticity and detwinning of self-accommodated martensite. *International Journal of Plasticity*, 23 :1679–1720, 2007. (Cité page 25.)
- M. A. Qidwai, P. B. Entchev, D. C. Lagoudas, et V. G. DeGiorgi. Modeling of the thermo-mechanical behavior of porous shape memory alloys. *International journal of solids and structures* 38, 48-49 :8653–8671, 2000. (Cité pages 27 et 135.)
- S. Quilici et G. Cailletaud. Fe simulation of macro-, meso- and micro-scales in polycrystalline plasticity. *Computational Materials Science*, 16 :383–390, 1999. (Cité page 26.)
- M. Raymond et E. Weynant. Testing of the thermomarker : importance of hysteresis. *Journal de Physique IV*, 1 :169–174, 1991. (Cité pages x et 12.)
- A. Reuss. Berechnung der Fließsgrenz von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätbedingung für Einkristalle. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 9 :49–58, 1929. (Cité page 26.)
- J. C. Simo et T. J. R. Hughes. *Computational Inelasticity*. Springer, 2000. (Cité pages 67 et 71.)
- J. A. Simpson, K. Melton, et T. Duerig. Nickel/titanium/niobium shape memory alloy and article. United State Patent 4,770,725, 1988. (Cité pages xi, 18, 21 et 42.)
- URL : Simula+. [http ://www.univ-valenciennes.fr/lamav/Simula%2B](http://www.univ-valenciennes.fr/lamav/Simula%2B). (Cité pages 80 et 155.)
- K. Tanaka. A thermomechanical Sketch of Shape Memory Effect : One dimensional Tensile Behavior. *Res. Mechanica*, 18 :251–263, 1986. (Cité page 24.)
- W. Tang, B. Sundman, R. Sandström, et C. Qiu. New modelling of the B2 phase and its associated martensitic transformation in the Ti-Ni system. *Acta Materialia*, 47 :3457–3468, 1999. (Cité pages x et 15.)
- K. Tangaraj, Y. C. Chen, et K. Salama. Fabrication of porous NiTi shape memory alloy by elemental powder sintering. Proc 2000 ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, 2000. (Cité page 135.)
- F. Thiebaud, C. LExcellent, M. Collet, et E. Foltete. Implementation of a model taking into account the asymmetry between tension and compression, the temperature effects in a finite element code for shape memory alloys structures calculations. *Computational Materials Science*, 41 :208–221, 2007. (Cité page 25.)
- E. C. Vandygriff, D. C. Lagoudas, K. Thangaraj, et Y. C. Chen. Porous shape memory alloys. Part I. Fabrication and characterization. Proc. ASC 15th Annual Technical Conference, 2000. (Cité page 135.)

- W. Voigt. Über die beziehung zwischen den beiden Elastizitätskontanten isotroper Körper. *Wied. Ann.*, 38 :573–587, 1889. (Cité page 26.)
- M. F.-X Wagner et W. Wolfgang. Elastic anisotropy of Ni_4Ti_3 from first principles. *Scripta Materialia*, 60 :207–210, 2009. (Cité page 136.)
- X. Wang, B. Xu, et Z. Yeu. Phase transformation behavior of pseudoelastic NiTi shape memory alloys under large strain. *Journal of Alloys and Compounds*, 463 :417–422, 2008. (Cité page 82.)
- M. L. Wilkins. *Calculation of Elastic-Plastic Flow*. Methods of Computational Physics, 1964. (Cité pages 67 et 71.)
- F. Xiao, G. Ma, X Zhao, H. Xu, H. Jiang, et L. Rong. A novel TiNiNb shape memory alloy with high yield strength and high damping capacity. International Conference on Smart Materials and Nanotechnology in Engineering, 2008. (Cité pages 81 et 83.)
- Y. Yamada, M. Taya, et R. Watanabe. Strengthening of metal matrix composite by shape memory effect. *Materials Transactions JIM* 34, 3 :254–260, 1993. (Cité page 27.)
- M.L. Young, M.F.-X Wagner, J. Frenzel, W.W. Schmahl, et G. Eggeler. Phase volume fractions and strain measurements in an ultrafine-grained NiTi shape-memory alloy during tensile loading. *Acta Materialia*, 58 :2344–2354, 2010. (Cité page 50.)
- W. Zaki et Z. Moumni. A three-dimensional model of the thermomechanical behavior of shape memory alloys. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55 :2455–2490, 2007. (Cité page 25.)
- A. Zaoui. *Matériaux hétérogènes et composites*. Cours à l'École Polytechnique, nouvelle édition 2000, 2000. (Cité page 154.)
- C. S. Zhang, W. Chai, et L. C. Zhao. *Acta Metallurgica Sinica (English edition)*, 4A :436, 1991a. (Cité page 22.)
- C. S. Zhang, Y. Q. Wang, W. Chai, et L. C. Zhao. The study of constitutional phases in a $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ shape memory alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 28 :43–50, 1991b. (Cité pages 21, 22, 31, 34 et 38.)
- L. C. Zhao, T. W. Duerig, S. Justi, K. Melton, et J. L. Y. Proft. The study niobium rich precipitates Ni Ti Nb shape memory alloy. *Scripta metallurgica*, 24 :221–225, 1990. (Cité page 22.)
- X. Zhao, X. Yan, Y. Yang, et H. Xu. Wide hysteresis NiTi(Nb) shape memory alloys with low Nb content(4.5 at.%). *Materials Science and Engineering A*, 438-440 :575–578, 2006. (Cité page 23.)

Titre Analyse numérique et expérimentale du comportement d'un Alliage à Mémoire de Forme avec précipités ($\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$) : application à la connectique

Résumé Les précipités ductiles de niobium compris dans l'alliage à mémoire de forme $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ élargissent l'hystérésis de transformation après un traitement particulier. L'augmentation des températures de transformation inverse peut atteindre 80 °C. Cette caractéristique représente un grand intérêt pour des applications industrielles, notamment pour des bagues de serrage. Un modèle de comportement thermomécanique est présenté. Il s'appuie sur des observations expérimentales permettant de caractériser l'alliage, considéré comme un composite dont la matrice est composée de NiTi avec un comportement à mémoire de forme, et d'inclusions de niobium avec un comportement élastoplastique ductile. La technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka entraîne la formulation d'une loi de comportement macrohomogène. Ce modèle est implémenté dans un code de calcul par éléments finis. Des dispositifs de serrage sont réalisés expérimentalement et modélisés numériquement afin de valider le modèle.

Mots-clés Alliages à mémoire de forme, Transformation de phase, Plasticité, Caractérisation, Homogénéisation, Simulation numérique, Méthode des éléments finis

Title Behavior of a shape memory alloy with precipitates ($\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$) : numerical and experimental analysis, and tightening application

Abstract Niobium ductile precipitates included in $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ shape memory alloy broaden transformation hysteresis after a particular treatment. The increase of reverse transformation temperature can reach 80 °C. This feature is attractive for industrial applications, including tightening rings. A thermomechanical model is presented. It is based on experimental observations to characterize the alloy, considered as a composite whose matrix is composed of NiTi with shape memory alloy behavior and inclusions of niobium with elastic-plastic behavior. The Mori-Tanaka transition scale technique results in a macro-homogeneous behavior law formulation. This model is implemented in a finite element code. Clamping devices are realized experimentally and modelled numerically to validate the model.

Keywords Shape memory alloys, Phase transformation, Plasticity, Characterization, Homogenization, Numerical simulation, Finite element method