



**LIMAT B**  
Laboratoire d'Ingénierie  
des MATériaux de Bretagne

**SF2M**

## **Journée de la section Ouest de la SF2M**

### **Caractérisation des matériaux : méthodes et essais spécifiques**

**Lorient - 4 avril 2013**

### **Recueil des résumés**





## **Introduction**

La journée annuelle de la SF2M section Ouest s'est déroulée le 4 avril 2013 à Lorient. Cette journée, co-organisée par la section Ouest de la Société Française de Métallurgie et Matériaux et le laboratoire LIMATB de l'Université de Bretagne-Sud, a pour vocation d'encourager les échanges entre les laboratoires universitaires du Grand Ouest et les industriels partenaires, ainsi que de promouvoir la recherche dans le domaine de la Science des Matériaux.

Le thème retenu cette année était : " Caractérisation des matériaux : méthodes et essais spécifiques".

De nombreux progrès ont été effectués au cours des dernières décennies dans les techniques expérimentales de caractérisation des matériaux. La recherche actuelle en science des matériaux nécessite en effet de disposer d'un large spectre de techniques expérimentales pour caractériser la structure et les propriétés du matériau aux différentes échelles d'observation et dans des conditions d'emploi variées. Plusieurs voies sont explorées : développer de nouvelles techniques expérimentales ou améliorer les techniques existantes, tirer profit de capteurs de plus haute sensibilité, appliquer des méthodologies existantes ayant été développés pour d'autres champs disciplinaires, coupler caractérisation et simulation numérique etc....

La section Ouest de la SF2M s'est proposée d'illustrer ces différents points au travers de cette journée thématique. Tous les matériaux et toutes les techniques de caractérisation étaient concernés. Outre plusieurs conférences, où les orateurs ont fait partager leur expérience dans le domaine, deux séances posters ont été organisées dans le cadre de cette journée où les doctorants, plus particulièrement, ont été conviés à présenter leurs travaux. Enfin le prix Matériaux 2012 a été remis à Mr Pierrick Florin au cours de cette journée. Ce document rassemble les résumés des communications orales et par affiches présentées.

**Nous tenons à remercier pour leur soutien financier et/ou logistique :**

**la Société Française de Métallurgie et de Matériaux (SF2M)**

**l'Université de Bretagne-Sud,**

**Bretagne RÉSeaux MATériaux (BRESMAT)**

**Le comité d'organisation**

**D. Carron, C. Pouvreau, C. Bernard, V. Keryvin, N. Chauvin**

## Journées section SF2M ouest

La SF2M (Société Française de Métallurgie et de Matériaux, <http://www.sf2m.asso.fr>) est une association sans but lucratif, constituée selon la loi du 1er juillet 1901. Elle a pour mission de :

- Faciliter et encourager les contacts et échanges d'informations entre tous les membres,
- Rechercher l'harmonisation et la complémentarité des programmes de colloques, congrès, etc.
- Encourager et soutenir les actions de formation et de promotion dans son domaine,
- Représenter la communauté nationale auprès des associations similaires à l'étranger, notamment en Europe,
- Organiser des journées, colloques, écoles, ...

Les journées, qui se tiennent régulièrement depuis 1997, ont pour but de rassembler des chercheurs du grand ouest sur des thèmes scientifiques fédérateurs en rapport avec les activités de la SF2M. Le thème retenu pour la journée 2013 à Lorient est : «Caractérisation des matériaux : méthodes et essais spécifiques ».

La liste des précédentes manifestations, organisées alternativement dans différentes villes du grand ouest, est donnée ci-après :

- 1997 \*Nantes\* « Recristallisation »
- 1998 \*Angers\* « Avancées des traitements et revêtements de surfaces »
- 1999 \*Poitiers\* « Propriétés des matériaux revêtus »
- 2000 \*La Rochelle\* « Corrosion, dégradation et protection des matériaux »
- 2001 \*St Nazaire\* « Contraintes résiduelles »
- 2002 \*Rennes\* « Structures Microstructures et Propriétés Mécaniques des Matériaux »
- 2003 \*Lorient\* « Modélisation et simulation numérique en science des matériaux »
- 2004 \*Nantes\* « Grandes vitesses et forts gradients »
- 2005 \*Angers\* « Surfaces et interfaces » et journée thématique « Indentation, Rayage et Abrasion »
- 2006 \*Nantes\* « Endommagement des matériaux de structure et fonctionnels »
- 2007 \*Brest\* « Matériaux : milieux agressifs et applications marines »
- 2008 \*Poitiers\* « Effets d'échelle sur les propriétés des matériaux : du micro au nano »
- 2009 \*Rennes\* JA 2009, « Matériaux nano-structurés et effets d'échelle ; Durabilité fiabilité ; Matériaux pour la santé »
- 2010 \*Nantes\* « Matériaux 2010 »
- 2011 \*La Rochelle\* « Matériaux et environnements extrêmes : tenue en service, durabilité, traitements de surfaces ».
- 2012 \*Saint-Nazaire\* « Analyse multiphysique et multiéchelle du comportement des matériaux. »

## Programme de la Journée

8h30-8h50 : Accueil des participants, café d'accueil

8h50-9h20 : Allocution de bienvenue (D.Carron, V. Dupont, B. Huneau)

9h20 : **Frédéric Christien** (IMN Nantes) : "Micro-sondes pour nano-films : de nouvelles approches pour la quantification des monocouches de ségrégation interfaciale dans les métaux"

9h50 : **Pascal Gadaud** (Institut P', Poitiers) : "La méthode dynamique résonante: un outil de caractérisation de l'élasticité et des contraintes internes des matériaux massifs et revêtus"

10h20 : **Jean-Pierre Guin** (LARMAUR Rennes) : "La chimie au secours de la mécanique : AFM et vitesse de dissolution, une sonde chimique nanométrique pour l'endommagement subsurfacique des verres par nano-indentation et rayage"

10h50- 11h35 : Pause - Session Poster

11h35 : **Moussa Gomina** (CRISMAT Caen) : "Développement d'une méthode de caractérisation par traction de mèches de fibres végétales."

12h05 : **Romain Creac'hcadec** (LBMS Brest) : "Méthodes de caractérisation originales des assemblages collés"

12h35-14h00 : Déjeuner

14h00 : **Anne-Lise Adenot-Angelvin** (CEA Le Ripault) : "Présentation de la Commission Grand Instruments SF2M"

14h20 : **Sandrine Thuillier** (LIMATB, Lorient) : "Comportement mécanique des métaux : multiplication des essais de caractérisation ou essai unique ?"

14h50 : **Pierrick Florin** (LBMS Brest) : "Caractérisation rapide en fatigue à grand nombre de cycles (HCF) des assemblages soudés." Prix Matériaux de la SF2M Ouest

15h20 -16h15 : Pause - Session Poster

16h15 -16h40 : Conclusions de fin de journée

# Sommaire

## *Communications orales*

<b>Frédéric CHRISTIEN (IMN Nantes) : Micro-sondes pour nano-films : de nouvelles approches pour la quantification des monocouches de ségrégation interfaciale dans les métaux .....</b>	<b>9</b>
<b>Pascal GADAUD (Institut P' Poitiers) : La méthode dynamique résonante : un outil de caractérisation de l'élasticité et des contraintes internes des matériaux massifs et revêtus .....</b>	<b>11</b>
<b>Jean-Pierre GUIN (LARMAUR Rennes) : La chimie au secours de la mécanique : AFM et vitesse de dissolution, une sonde chimique nanométrique pour l'endommagement subsurfacique des verres par nano-indentation et rayage .....</b>	<b>13</b>
<b>Moussa GOMINA (CRISMAT Caen) : Développement d'une méthode d'analyse de l'endommagement et de la rupture de mèches de fibres végétales par traction uniaxe .....</b>	<b>15</b>
<b>Romain CREAC'HCADEC (LBMS Brest) : Méthodes de caractérisation originales des assemblages collés .....</b>	<b>17</b>
<b>Anne-Lise ADENOT-ENGELVIN (CEA Le Ripault) : Commission Thématique SF2M Grands Instruments pour les Matériaux .....</b>	<b>19</b>
<b>Sandrine THUILLIER (LIMATB Lorient) : Comportement mécanique des métaux : multiplication des essais de caractérisation ou essai unique ? .....</b>	<b>21</b>
<b>Pierrick FLORIN (LBMS Brest) : Caractérisation rapide en fatigue à grand nombre de cycles (HCF) des assemblages soudés.....</b>	<b>23</b>

## *Communications par affiches*

<b>Titres</b>	<b>Auteurs</b>	<b>Laboratoires</b>	<b>Pg</b>
Caractérisation expérimentale et contribution à la modélisation numérique de l'endommagement en cisaillement des aciers HLE. Applications au procédé de poinçonnage	Achouri, Germain, Dal Santo, Saidane	ENSAM Angers, Deville ASC Baugé	<a href="#"><u>27</u></a>
Quantification de ségrégation intergranulaire par analyse par dispersion de longueurs d'ondes de rayons X (WDX)	Allart, Christien, Le Gall, Nowakowski	IMN Nantes, IRT Jules Verne Bouguenais	<a href="#"><u>29</u></a>
Étude expérimentale des batteries au plomb et de leur régénération. Modélisation de l'évolution temporelle des performances.	Astier, Mandin, Boyer	LIMATB Lorient, BGS Landivisiau	<a href="#"><u>31</u></a>
Nouveaux matériaux nanoporeux à base de nanoparticules minérales et/ou cellulosiques : relation structure / propriétés	Bendahou, Bendahou, Kaddami, Grohens	LIMATB Lorient, Université Cadi Ayyad Marrakech	<a href="#"><u>33</u></a>
Etude des propriétés structurales et rhéologiques de composites polyamide/nanotalc synthétique	Beuguel, Ville, Crepin-Leblond, Mederic, Aubry	LIMATB Brest, Imerys Talc Toulouse	<a href="#"><u>35</u></a>
Approche du comportement viscoélastique d'une fibre de lin par nanoindentation et microscopie à force atomique	Bourmaud, Keryvin, Baley	LIMATB Lorient	<a href="#"><u>37</u></a>
Modélisation des phénomènes couples lors du frittage-assemblage par courants pulsés	Brisson, Pallez, Rogeon, Desplats, Carre, Keryvin, Bonhomme	LIMATB Lorient, Schneider Electric Industries Grenoble	<a href="#"><u>39</u></a>
Characterization of precipitation upon cooling in 2618 aluminium alloy by DSC and resistivity measurements	Chobaut, Le Jallé, Carron, Saelzle, Drezet	EPFL Lausanne, LIMATB Lorient, ABB Turbo Systems Baden	<a href="#"><u>41</u></a>
Experimental Investigation of Two-Phase Electrolysis Processes	Derhoumi, Mandin, Roustan	LIMATB Lorient, Rio Tinto - Alcan Voreppe	<a href="#"><u>43</u></a>
Estimation de la zone plastique en pointe de fissure par la technique de nanoindentation pour alliage d'aluminium 2024T351	Do, Chalon, Joly, Leroy, Ranganathan	LMR Polytech' Tours	<a href="#"><u>45</u></a>
Etude du micro-formage par extensométrie vidéo 3D	Dubos, Fleurier, Hug	CRISMAT Ensi Caen	<a href="#"><u>47</u></a>
Conjugated organic push-pull systems for nonlinear optics	El Ouazzani, Iliopoulos, Krupka, Smokal, Sahraoui	MOLTECH Anjou, Kyiv Taras Shevchenko National University Ukraine	<a href="#"><u>49</u></a>
Caractérisation structurale d'isolants fibreux bio-sourcés par tomographie aux rayons X	El-Sawalhi, Lux, Salagnac	LaSIE La Rochelle	<a href="#"><u>51</u></a>
Etude microstructurale de la déformation par extrusion à froid d'un alliage d'aluminium AA5083	Francillette, Gavrus, Pham	SCR/CM, LGCGM INSA Rennes	<a href="#"><u>53</u></a>
Durée de vie résiduelle des ponts métalliques anciens en fer puddlé	Gallegos Mayorga, Sire, Calloch, Yang, Dieleman, Martin	LBMS Brest, SNCF La Plaine-St Denis	<a href="#"><u>55</u></a>

Extension of the applications of the bulge test experiment	Grolleau, Rio, Galpin, Penin	LIMATB Lorient, CREC St Cyr	<a href="#">57</a>
Etude mécanique de films minces nanostructurés sous déformation biaxiale contrôlée	Guillou, Le Bourhis, Goudeau, Renault, Faurie, Mocuta, Thiaudiere, Geandier, Hild	Institut P' Poitiers, LSPM Villetaneuse, SOLEIL Gif / Yvette, IJL-CNRS Nancy, LMT Cachan	<a href="#">59</a>
Utilisation d'un dispositif expérimental original pour la caractérisation d'un matériau PHA	Guitton, Laurent, Rio, Corre, Bruzaud, Grohens	LIMATB Lorient	<a href="#">61</a>
Utilisation et caractérisation de la dissipation des alliages à mémoire de forme pour modéliser l'amortissement de la vibration de câbles de génie civil	Helbert, Dieng, Lecompte, Arbab Chirani, Calloch, Pilvin	IFSTTAR Bouguenais, LIMATB Lorient, LBMS Brest	<a href="#">63</a>
Modélisation et simulation du comportement de plaques NiTi à gradient géométrique	Kergourlay, Samsam Shariat, Liu, Rio	LIMATB Lorient, University of Western Australia Crawley	<a href="#">65</a>
La détermination de la transformation de phase dans les aciers métastables par la méthode de résistivité	Lakrit, Pino Saint-Sulpice, Arbab Chirani, Calloch	LBMS Brest, LBMS Plouzané	<a href="#">67</a>
Influence de la pression de travail sur la structure et les propriétés mécaniques de film Cr obtenus par pulvérisation	Le Priol, Le Bourhis, Renault, Muller, Sik	Institut P' Poitiers, SAGEM Argenteuil	<a href="#">69</a>
Caractérisation multiaxiale des élastomères pour la modélisation du comportement de pièces de suspension moteur en grandes déformations et basses fréquences	Lectez, Verron, Huneau	LUNAM Ecole Centrale Nantes, Renault Guyancourt	<a href="#">71</a>
Elastic behavior of a polystyrene open-cell foam	Maheo, Viot, Bernard, Chirazi, Ceglia, Mondain-Monval, Schmitt	LIMATB Lorient, CREC St Cyr, I2M Talence, ICMCB Pessac, CRPP Pessac	<a href="#">73</a>
Caractérisations avancées du soudage : cas de la thermographie IR et de l'imagerie haute-vitesse	Paillard, Benoit, Baudin, Mottin, Deschaux-Beaume, Soulie	IMN Nantes, ICMMO Orsay, SNECMA Châtell., LMGC Montpellier	<a href="#">75</a>
Comportement mécanique de tôles métalliques ultra-minces en traction et cisaillement simple	Pham, Thuillier, Manach	LIMATB Lorient	<a href="#">77</a>
Etude expérimentale, théorique et numérique du module élastique d'un composite chaux-chanvre	Pham, Ferec, Picandet, Pilvin	LIMATB Lorient	<a href="#">79</a>
Fissuration par fatigue du caoutchouc naturel : étude expérimentale au synchrotron soleil	Rublon, Huneau, Verron	ECN Nantes, Michelin Clermont-Ferrand	<a href="#">81</a>
Parameter identification procedure to model the anisotropy, hardening and rupture of a mild steel	Souto, Andrade-Campos, Thuillier	LIMATB Lorient, Grids Univ. of Aveiro	<a href="#">83</a>
Caractérisation expérimentale et modélisation du formage superplastique d'un alliage d'aluminium 7475	Yang, Boude, Giraud, Dal Santo	LAMPA Angers	<a href="#">85</a>
Characterization of sheet metal plastic anisotropy by cross biaxial tensile test	Zhang, Leotoing, Guines, Thuillier	LGCGM INSA Rennes, LIMATB Lorient	<a href="#">87</a>



## ***Communications orales***



## Micro-sondes pour nano-films : de nouvelles approches pour la quantification des monocouches de ségrégation interfaciale dans les métaux

Frédéric CHRISTIEN <sup>(1)</sup>, Marion ALLART <sup>(1)</sup>, René LE GALL <sup>(1)</sup>, Pawel NOWAKOWSKI <sup>(1)</sup>, Chris GROVENOR <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN), Université de Nantes, CNRS, Rue Christian Pauc, BP 50609, 44306 Nantes Cedex 3, France [frederic.christien@univ-nantes.fr](mailto:frederic.christien@univ-nantes.fr)

<sup>(2)</sup> Department of Materials, University of Oxford, Parks Road, Oxford, UK

**Mots clés** : métallurgie, ségrégation interfaciale, joints de grains, spectroscopie Auger, microanalyse X, NanoSIMS.

### Résumé

La ségrégation intergranulaire désigne le regroupement d'atomes de soluté sous la forme d'une couche monoatomique dans le joint de grain (Fig. 1a). Ce phénomène métallurgique est à l'origine d'endommagements bien connus : perte de ductilité, fissuration à chaud (Fig. 1b).

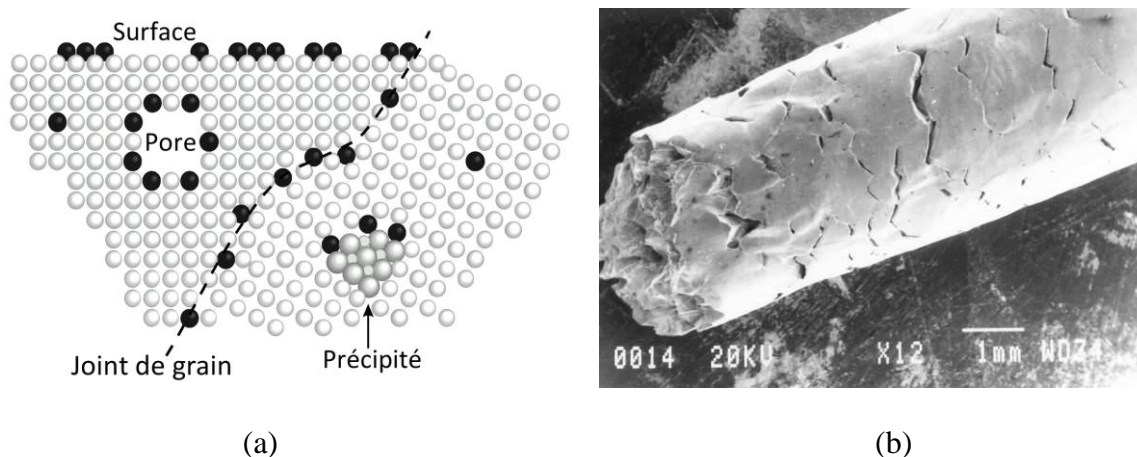


Fig. 1 : (a) Illustration de la ségrégation interfaciale dans un métal. (b) Endommagement intergranulaire d'une éprouvette d'Invar (Fe-Ni36%) contenant 10 ppm massique de soufre après essai de traction à 600°C.

La spectroscopie d'électrons Auger est la technique de prédilection pour l'analyse qualitative et (semi-)quantitative de la ségrégation intergranulaire. Il s'agit d'une « vraie » technique d'analyse de surface (profondeur d'analyse de quelques monocouches atomiques), mais elle souffre cependant de plusieurs inconvénients : extrême sensibilité à la contamination de surface (ce qui impose de travailler sous ultra-vide), nécessité d'obtenir une fracture intergranulaire « in-situ » (c'est-à-dire à l'intérieur du spectromètre), modèles de quantification approximatifs, sensibilité à l'orientation de la surface analysée...

Nous avons développé depuis 2007 deux techniques alternatives à la spectroscopie Auger pour l'analyse quantitative de la ségrégation intergranulaire. La première approche consiste en réalité à « détourner » une technique ancienne d'analyse « volumique », la spectroscopie X à dispersion de longueur d'onde (WDS : Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy), pour l'appliquer à la quantification de monocouches de ségrégation [1,2]. On réalise l'analyse dans un MEB (équipé d'un spectromètre WDS) sur une surface de fracture intergranulaire obtenue ex-situ (par exemple sur une machine de traction conventionnelle).

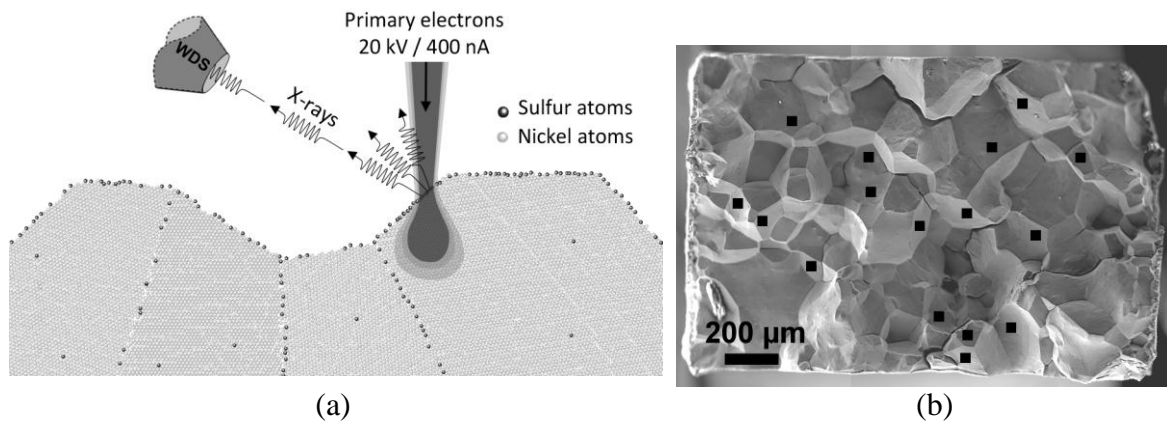


Fig.2 : (a) Illustration de la quantification par spectroscopie WDS de monocouches de ségrégation intergranulaire de soufre dans le nickel. (b) Exemple de surface de fracture intergranulaire analysée. Les carrés noirs indiquent les zones d'analyse.

La seconde approche présentée ici repose sur l'utilisation d'une microsonde ionique, aussi appelée « NanoSIMS » (SIMS : Secondary Ion Mass Spectrometry). Contrairement aux techniques Auger et WDS, l'analyse est ici réalisée sur une coupe polie, et non pas sur une facies de rupture (Fig. 3). Nous présentons en fin d'exposé une étude comparative de la ségrégation d'équilibre du soufre dans le nickel par les trois techniques : Auger, WDS et NanoSIMS [4].

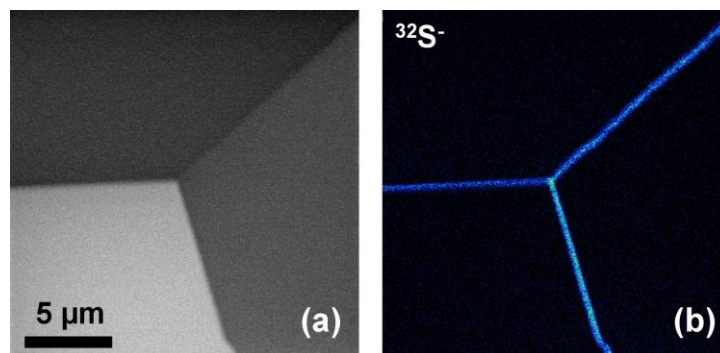


Fig.3 : (a) Image en électrons secondaires obtenue par NanoSIMS autour d'un point triple dans un échantillon de nickel recuit à 550°C. (b) Cartographie du soufre correspondante.

## Références

- [1] F. Christien, R. Le Gall, Surface Science 602 (2008) 2463-2472.
- [2] P. Nowakowski et al., Surface Science 605 (2011) 848-858.
- [3] F. Christien et al., Surface and Interface Analysis 44 (2012) 377-387.
- [4] M. Allart et al., Scripta Materialia (2013) In press.

# La méthode dynamique résonante : un outil de caractérisation de l'élasticité et des contraintes internes des matériaux massifs et revêtus

Pascal GADAUD

INSTITUT P' CNRS UPR 3346, ISAE-ENSMA, 1 Avenue Clément Ader, BP 40109

F86961 FUTUROSCOPE CHASSENEUIL Cedex

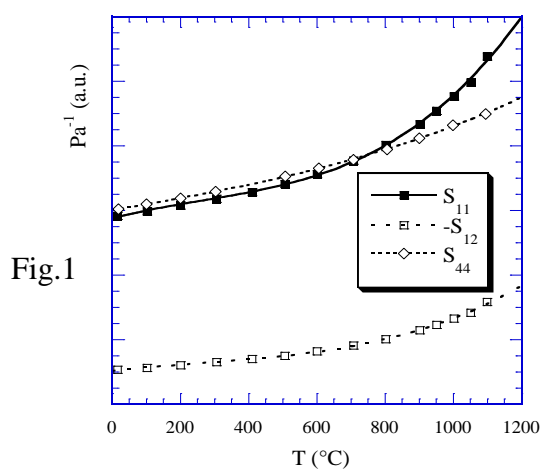
[pascal.gadaud@ensma.fr](mailto:pascal.gadaud@ensma.fr)

**Mots clés :** Méthode dynamique résonante, élasticité, contraintes résiduelles, revêtements

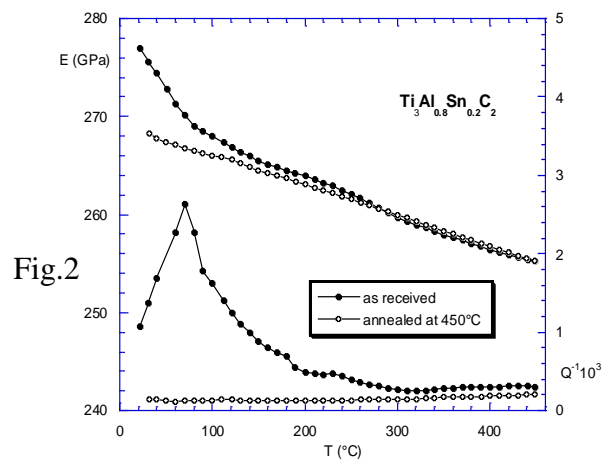
## Résumé

La méthode dynamique résonante a été développée dans les années 70 afin de caractériser les constantes d'élasticité des matériaux massifs ; elle s'appuie sur la relation existant entre la fréquence naturelle de modes simples de vibration, la géométrie et la rigidité du matériau testé. Elle répond à une norme d'essais ASTM réactualisée en 2001 [1].

Pour notre part, et depuis maintenant une quinzaine d'années, les développements expérimentaux et analytiques effectués ont principalement porté sur la caractérisation de l'anisotropie (Figure 1) et l'étude des matériaux revêtus [2]. Le principe de caractérisation des revêtements consiste en une mesure différentielle des substrats nu et revêtu. Ceci a d'abord été appliqué à des systèmes bi-couches (revêtement unique homogène) de la température ambiante jusqu'à 1100°C pour des épaisseurs de dépôts variant de 2 à 200 µm. Il s'est ensuite avéré nécessaire de prendre en compte l'existence d'une interface d'épaisseur non négligeable par un modèle analytique tri-couches qui suppose cette interface homogène; on peut alors déterminer le module de chaque couche. Ce formalisme de composite a également été étendu analytiquement à 4 couches afin de déterminer les caractéristiques élastiques de superalliages multi-revêtus.



Constantes d'élasticité d'un quasi-monocristal de superalliage base Ni (cfc)



Effet du relâchement des contraintes d'élaboration d'une phase MAX frittée HIP

Pour les traitements de surface type nitruration ou les zones à gradient de propriétés comme les soudures, une approche différente a été effectuée: en décomposant l'épaisseur traitée en  $n$  couches de faible épaisseur que l'on pourra alors supposer comme homogènes, le formalisme peut être alors simplifié et permet d'évaluer le gradient de module.

Le dernier point encore en gestation concerne la caractérisation des revêtements submicroniques qui requiert de passer aux vibrations bidimensionnelles de plaques minces en flexion.

Tout au long de ces développements, une question est revenue de façon itérative : quelle est l'influence des contraintes internes sur les mesures dynamiques ? La réponse s'est dessinée peu à peu à travers l'étude de certains cas pour lesquels ont pu être éliminés toute évolution microstructurale ou physique. La Figure 2 illustre la mise en évidence du relâchement des contraintes d'élaboration d'une phase frittée HIP purement élastique: lors du cyclage en température, on constate en effet des variations du module dynamique apparent (de la fréquence de résonance) et des effets transitoires sur le coefficient d'amortissement. Ceci a pu être attribué sans équivoque au relâchement des contraintes de compression d'élaboration. Ce phénomène a été observé pour divers matériaux massifs mis en forme ou traités (contraintes macroscopiques): tôles laminées de phynox (acier base Co à très haute limite d'élasticité) ou d'Ag, alliages de titane forgés ou encore SiC irradié (gonflement-tension liée aux défauts ponctuels). Il a été également mis en évidence sur des dépôts haute énergie comme les projections plasma d'AlPtNi sur superalliages.

A partir de ces observations expérimentales, la problématique peut être inversée : si la présence d'une composante macroscopique de contrainte peut être introduite dans les modèles analytiques de vibration utilisés, la mesure différentielle de variation de fréquence de résonance (de module dynamique) avant et après relâchement permet alors de remonter au niveau des contraintes initiales. L'aspect énergétique théorique a été développé récemment [3] et permet de déterminer le signe et l'amplitude des contraintes relâchées. Une analogie très simple peut être faite avec l'accordage d'un instrument musical pour lequel l'application d'une contrainte statique permet de régler la fréquence de vibration des cordes.

Nous travaillons actuellement sur les contraintes thermiques liées à l'élaboration des revêtements : oxydes natifs (systèmes Ni-NiO et Ti-TiO<sub>2</sub>) et revêtements fins sur supports électroniques. Dans ce cas, si le niveau des contraintes évolue en température, il n'y a pas de relâchement et nous ne pouvons plus faire de mesure différentielle à partir d'un état de référence. Une nouvelle approche est donc nécessaire : en jouant sur le confinement (épaisseurs variables de revêtements déposés sur une ou deux faces), on s'aperçoit que le module dynamique mesuré fluctue en raison des variations du niveau et du profil des contraintes dans le substrat (à contrainte constante dans le revêtement). Une nouvelle analyse intégrant ces profils permettra de remonter à leur quantification dans le dépôt et dans le substrat.

## Références

- [1] ASTM E 1876-00, Annual Book of ASTM Standards, **2001**, pp. 1099-1112
- [2] P. Gadaud, Int. J. Materials and Product Technology, Vol. 26, **2006**, pp. 326-338
- [3] P. Gadaud and S.Pautrot, Solid State Phenomena, Vol.184, **2012**, pp. 461-466

# La chimie au secours de la mécanique : AFM et vitesse de dissolution, une sonde chimique nanométrique pour l'endommagement subsurfacique des verres par nano-indentation et rayage

Jean-Pierre GUIN, Kun HAN, Liva RABEMANANJARA

LARMAUR ERL-CNRS 6274, Bat 10 B Université de Rennes 1 35042 Rennes Cedex

[jean-pierre.guin@univ-rennes1.fr](mailto:jean-pierre.guin@univ-rennes1.fr)

**Mots clés :** nano indentation, verre, densification, microscopie à force atomique, etc.

## Résumé

Si la fracture de l'écran de votre « smart phone » est fâcheuse, elle résulte le plus souvent d'une micro fissure dont l'origine est bien souvent un micro impact, une micro rayure. Afin de comprendre la genèse de ces microfissures il est nécessaire d'étudier, à une échelle pertinente (souvent quelques dizaines de nanomètres), les mécanismes de déformation permanente des verres. Après indentation par un poinçon diamant une empreinte résiduelle subsiste à la surface du verre. Cette empreinte est alors considérée, à juste titre, comme la preuve qu'un verre, sous de fortes pressions, peut se déformer de manière permanente<sup>1,2</sup>.

Les mécanismes associés à cette déformation permanente sont la densification (non conservation du volume initial) et l'écoulement par cisaillement (qui s'effectue à volume constant). Les changements structuraux qui lui sont associés (variation de l'angle inter tétraédrique SiOSi, perte de connectivité)<sup>3, 4</sup> modifient localement la vitesse de dissolution du verre. Cette propriété singulière, combinée à l'utilisation de la microscopie à force atomique, peut être avantageusement mise à profit pour sonder la zone affectée par la densification au droit d'une nano indentation<sup>5</sup> (de 250  $\mu$ N à 50 mN). Il est ainsi possible de mesurer l'épaisseur de cette zone au droit de l'indentation, d'en discuter la nature (tau de densification) et ce avec une résolution de l'ordre de la dizaine de nanomètres. En outre par un traitement d'image adéquat il est possible de reconstruire la forme de la zone densifiée sous une indentation de taille micrométrique. Dans cet exposé les bases scientifiques de cette techniques seront présentées et les résultats obtenus à ce jour discutés.

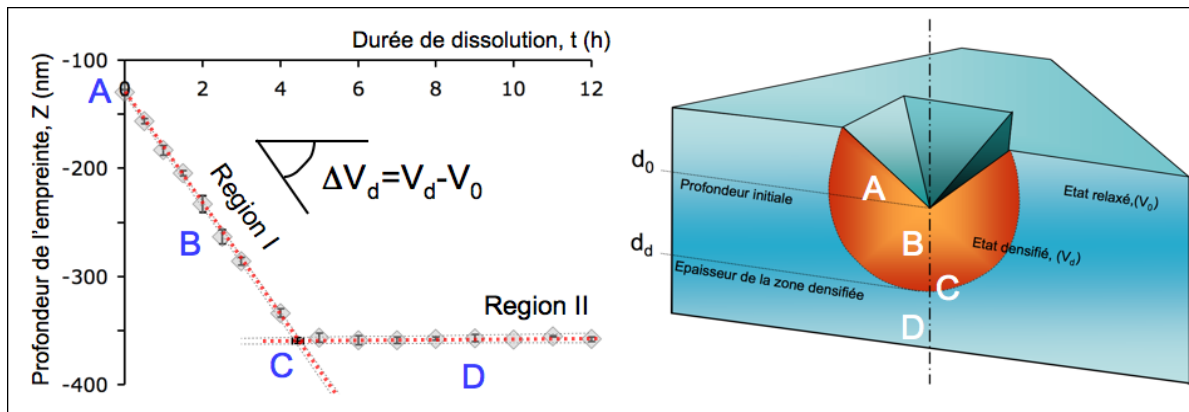


Image de gauche : Evolution de la profondeur d'une empreinte d'indentation Vickers (10 mN) effectuée sur un verre silico-sodo-calcique.

Image de droite : représentation schématique d'une indentation et de la zone affectée par la densification permanente.

Pour ces deux images :

- le point A : est la profondeur initiale de l'empreinte résiduelle
- le point B : (gauche) décrit la région I pour laquelle le fond de l'empreinte se dissout plus rapidement que la surface libre, (droite) indique la région sous l'empreinte dont la vitesse de dissolution est  $V_d = V_0 + \Delta V_d$
- le point C : (gauche) représente la transition entre les régions I et II, (droite) représente la région correspondant au passage de la zone densifiée ( $V_d$ ) à la zone relaxée ( $V_0$ )
- le point D : (gauche et droite) représente la région II pour laquelle  $V_d - V_0 \approx 0$ , le fond de l'empreinte se dissout à la vitesse de dissolution  $V_0$  du verre relaxé.

## Références

- [1] J. D. Mackenzie, *J. Am. Ceram. Soc.*, (1963) 46 [10] 461–70.
- [2] S. Yoshida, J-C. Sangleboeuf, T. Rouxel, *J. Mater. Res.*, (2005), 12, 3404-3412.
- [3] Hehlen, B. *J. Phys.: Condens. Matter*, (2010), 22, 025401.
- [4] Deschamps, T.; Martinet, C.; Bruneel, J. L.; Champagnon, B., *J. Phys.: Condens. Matter*, (2011), 23, 035402.
- [5] Niu Y. F., Han, K., Guin J.P., *Langmuir*, 28, 10733-10740,(2012)



## Développement d'une méthode d'analyse de l'endommagement et de la rupture de mèches de fibres végétales par traction uniaxe

Antoine BARBULEE <sup>(1)</sup>, Joël BREARD <sup>(2)</sup>, Jean-Paul JERNOT <sup>(1)</sup>,

Patricia JOUANOT-CHENEY <sup>(1)</sup>, Moussa GOMINA<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> CRISMAT, UMR 6508 ENSICAEN/UCBN/CNRS, 6 Boulevard Maréchal Juin, 14000 CAEN.

<sup>(2)</sup> LOMC, UMR 6294 Université du Havre / CNRS, 53 rue de Prony, 76058 LE HAVRE

[moussa.gomina@ensicaen.fr](mailto:moussa.gomina@ensicaen.fr)

**Mots clés :** Fibres végétales, Mèche, Faisceau, Essais Mécaniques, Endommagement, Emission acoustique

### Résumé

La bibliographie fait état de nombreuses publications sur la dispersion des propriétés à rupture des fibres synthétiques (verre, carbone et aramide) utilisées comme renfort dans les composites à matrice organique. Dans la plupart de ces travaux, les fibres unitaires sont sollicitées par traction uniaxe pour étudier l'influence de la longueur de jauge sur les paramètres de Weibull ou pour estimer l'efficacité de traitements d'ensimage [1]. Les travaux sur le comportement de mèches de fibres sont peu nombreux du fait des difficultés à mener un essai fiable sur une mèche de fibres et de celles liées à l'interprétation des données mécaniques [2, 3].

Aux fins d'allègement des structures dans un contexte de développement durable, on cherche à développer des biocomposites dans lesquels le renfort est constitué de fibres végétales (lin, orties...). Toutefois, le caractère naturel de ces fibres est à la fois un atout et un obstacle à leur utilisation au sein de biocomposites. En effet, leur structure très complexe [4] ainsi que les variabilités importantes des propriétés mesurées avec les méthodes appliquées aux fibres synthétiques rendent leur caractérisation difficile et peu rigoureuse ([5] [6] [7]).

Pour la caractérisation de ces fibres végétales, on sollicite par traction uniaxe un grand nombre de fibres unitaires une par une. L'analyse de la dispersion des propriétés à rupture consiste alors à traiter cette série de mesures faites sur une population discrète par une approche statistique de type Weibull. Remarquons que les essais mécaniques sur des fibres unitaires requièrent que celles-ci soient prélevées dans les faisceaux (à la main...). Ce défibrage manuel peut dégrader les fibres et donc modifier leur comportement mécanique. Ainsi, étudier un grand nombre de fibres unitaires ne permet pas d'évaluer l'influence d'une méthode de défibrage mécanique des fibres sur leurs propriétés ; il est important de caractériser les fibres dans l'état dans lequel elles se présentent à l'issue du défibrage (à l'état de mèche, Fig. 1).

Nous avons développé au CRISMAT une méthode fiable de mesure des propriétés mécaniques des fibres de lin sous la forme de mèche. Dans un premier temps, nous avons mis au point un dispositif d'alignement et d'équi-tension des faisceaux de lin dans la mèche. Ensuite, l'essai de traction uniaxe de la mèche est mené à humidité et température contrôlées dans une enceinte hydrothermique (Fig. 2). Un dispositif d'émission acoustique permet l'acquisition et l'analyse des différentes salves acoustiques en vue de les corrélérer au chargement mécanique. On peut ainsi identifier différents modes d'endommagements des faisceaux de fibres ainsi que leur signature acoustique (Fig. 3a).

L'endommagement de la mèche est analysé de plusieurs façons (Fig. 3b). La corrélation des données mécaniques et acoustiques permet alors de disposer d'informations pertinentes pour l'identification des mécanismes d'endommagement.

Cette étude des fibres sous la forme de mèche présente l'avantage de conserver l'intégrité des faisceaux suite au défibrage et de porter à la fois sur un grand nombre de fibres. Ainsi donc il est possible d'appréhender l'influence de la méthode de défibrage sur les propriétés mécaniques des fibres, et donc de comparer les mérites de différentes méthodes ou conditions de défibrage.

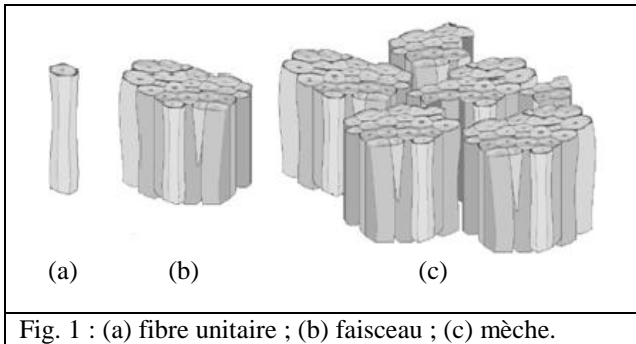


Fig. 1 : (a) fibre unitaire ; (b) faisceau ; (c) mèche.



Fig. 2 : Epreuve de traction

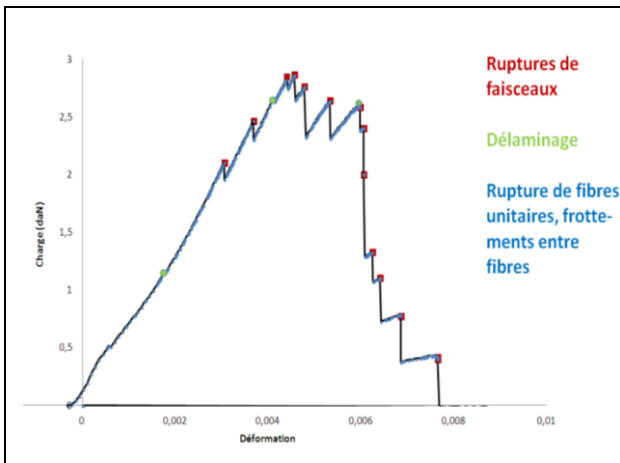


Fig. 3a : Courbe de chargement de la mèche et mécanismes d'endommagement associés.

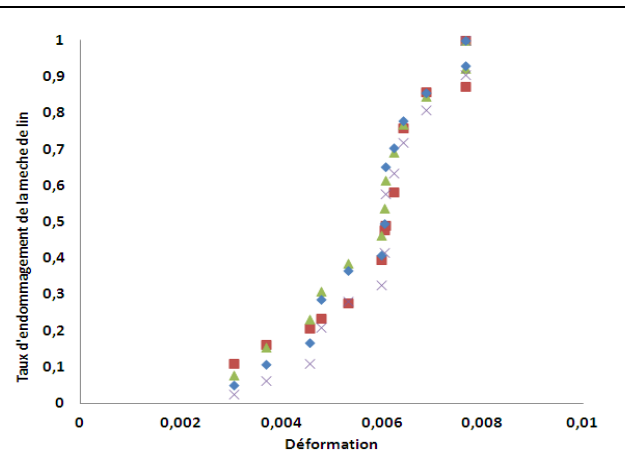


Fig. 3b : Différentes méthodes d'évaluation de l'endommagement de la mèche.

### Références

[1] El. M. Asloum, J. B. Donnet, G. Guilpain, M. Nardin and J. Schulltz (1989). *On the estimation of the tensile strength of carbon fibres at short lengths*. J. Mater. Sci. **24**, 3504-3510.

[2] Lissart N, Lamou J. *Statistical analysis of failure of SiC fibers in the presence of bimodal flaw populations*. J. Mater. Sci. 1997;32:6107-6117.

[3] M. R'mili, M. Moevus, N. Godin (2008). *Statistical fracture of E-glass fibres using a bundle tensile test and acoustic emission monitoring*, Composites Science and Technology, doi: 10.1016/j.Compscitech.2008.01.018.

[4] A. Thuault (2011). *Approche multi-échelle de la structure et du comportement mécanique de la fibre de lin*. Thèse de doctorat de l'Université de Caen, spécialité Chimie des Matériaux.

[6] A. Le Duigou (2008). *Contribution à l'étude des composites*, Thèse de doctorat de l'Université de Bretagne Sud.

[7] F. Destaing (2012). *Contribution à l'étude du comportement mécanique de matériaux composites biosourcés lin/PA11 élaborés par thermocompression*. Thèse de doctorat de l'Université de Caen, spécialité Chimie des Matériaux.

## Méthodes de caractérisation originales des assemblages collés

Romain CREAC'HCADDEC

*Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes  
EA 4325 - ENSTA-Bretagne / Université de Brest / ENIB  
ENSTA-Bretagne  
2 rue François VERNY, 29806 BREST CEDEX 9, France*

[Romain.Creachcadec@ensta-bretagne.fr](mailto:Romain.Creachcadec@ensta-bretagne.fr)

**Mots-clés :** assemblages collés, dispositifs d'essais

### **Résumé**

La caractérisation de structures collées nécessite la mise en place de lois de comportements des joints de colle prenant en compte la nature même de l'adhésif à savoir celle d'un polymère. Les essais classiquement utilisés pour caractériser le comportement d'un joint de colle dans un assemblage sont des essais de cisaillement. Ces essais sont fortement générateurs de concentrations de contraintes près du joint de colle. Ces effets de bords sont donc un handicap pour la détermination du comportement de l'adhésif et sa transcription sur une structure.

La méthode proposée se base sur l'analyse du comportement d'un joint à travers des essais permettant de limiter de manière significative l'influence des effets de bords par l'utilisation de becs. Les montages utilisés permettent de solliciter le joint de colle pour différentes directions de chargements proportionnels et non proportionnels : essais Arcan modifié (traction/compression - cisaillement) et essais de traction/compression - Torsion. Ces dispositifs d'essais ont permis de mettre en évidence l'influence de facteurs tels que : la plasticité non-associée, l'influence de la pression hydrostatique par l'utilisation d'un caisson hyperbare, la viscosité lors de sollicitations de cyclage et l'utilisation de systèmes de mesures de déplacements en temps réels, la température, ainsi que le vieillissement. L'approche expérimentale a mis l'accent sur l'aspect robuste de ces résultats. Ces essais ont été réalisés pour différentes références de colles structurales (mono-composant, bi-composant, film de colles) et mastic-structuraux. Tout au long de la mise en place de ces essais, une réflexion continue sur leur "industrialisation" a également permis d'améliorer la qualité des essais ainsi que leur facilité de mise en œuvre.



## **Commission Thématique SF2M**

### **Grands Instruments pour les Matériaux**

Anne-Lise ADENOT-ENGELVIN

CEA Le Ripault – BP 16 – 37260 Monts

[anne-lise.adenot-engelvin@cea.fr](mailto:anne-lise.adenot-engelvin@cea.fr)

#### **Objectifs et périmètre**

On désigne ici par « Grands Instruments », les accélérateurs de particules (électrons, neutrons) dont la communauté scientifique n'est plus focalisée sur la physique proprement dite de ces instruments (au contraire des accélérateurs d'ions lourds par exemple) mais fait profiter de leurs performances d'autres domaines des sciences, allant de l'archéologie à la médecine en passant par la chimie des polymères et les nanoparticules. Grâce à l'extrême variété de techniques d'analyse possibles sur un spectre très large de résolution et de puissance, les publications scientifiques issues de ces installations font état d'une recherche de pointe dans ces divers domaines.

Cependant, en dépit de cet esprit d'ouverture, on constate qu'en pratique les métiers des matériaux, à travers les disciplines variées qui s'y rattachent (métallurgie, physique, chimie, ingénierie...) ne recourent que très rarement à ces possibilités souvent méconnues.

Le but de la commission thématique est de rapprocher les deux communautés, celles des potentiels utilisateurs étant représentées par le réseau de la SF2M, et celles des grands instruments par des représentants des installations françaises. On pourrait envisager des actions de formation, une réflexion sur l'accès des industriels à ces moyens, voire de journées scientifiques d'échange patronnées par la SF2M.

#### **Activités**

La première réunion a permis de mettre en évidence les spécificités propres à chaque technique de caractérisation par exemple le ratio temps de caractérisation/temps d'exploitation, l'intérêt d'une alliance académique/industriel/GI, d'aborder les formations existantes et les expériences diverses avec les industriels.

Un stand a été tenu par les représentants des grands instruments aux journées annuelles de la SF2M. Une action de formation aux techniques neutroniques est envisagée, ainsi qu'un recensement des différentes formations traitant de ce domaine en France.



## Comportement mécanique des métaux : multiplication des essais de caractérisation ou essai unique ?

Sandrine THUILLIER

Université de Bretagne-Sud, LIMATB, rue de Saint Maudé BP92116 56321 LORIENT Cedex

[sandrine.thuillier@univ-ubs.fr](mailto:sandrine.thuillier@univ-ubs.fr)

**Mots clés :** essais mécaniques, plasticité, rupture, matériaux métalliques

### Résumé

Ce travail se situe dans les domaines de la mécanique expérimentale et de la caractérisation du comportement mécanique à l'échelle macroscopique des tôles métalliques minces. La fine épaisseur du matériau (entre 0,1 mm et 2 mm) a des conséquences sur l'état de contrainte qui se développe, en effet pour la majorité des essais sur tôles minces, c'est un état plan de contrainte, par exemple le taux de triaxialité défini par le rapport de la contrainte hydrostatique sur la contrainte équivalente ne dépasse pas la valeur de 0,67.

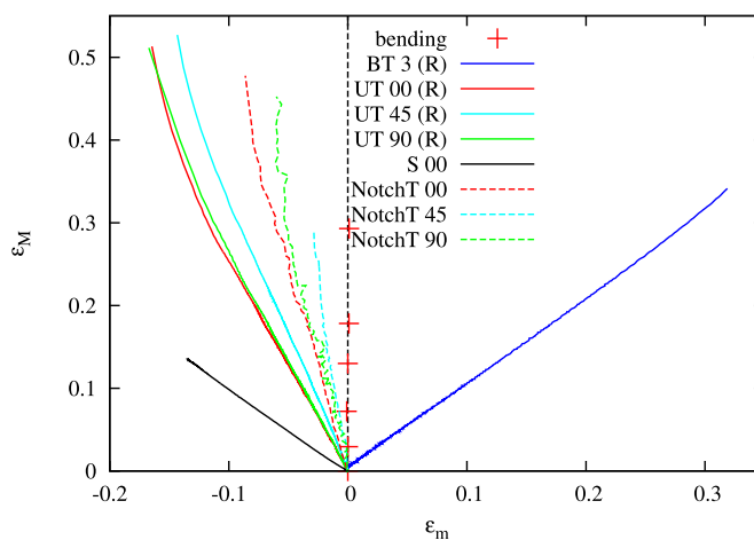


Fig. 1 : chemins de déformation balayés au cours d'une campagne expérimentale de caractérisation du comportement mécanique.

La caractérisation mécanique, qui a souvent pour objectif d'identifier les paramètres de lois de comportement utilisés comme données d'entrée de la simulation numérique, s'est considérablement enrichie ces dernières années. En effet, dans une approche de type phénoménologique, qui vise à reproduire les phénomènes observés, l'idée est justement d'observer de façon un peu systématique le comportement mécanique sous tous les chemins de déformation/états de contrainte éventuellement rencontrés pendant le procédé de mise en forme ou la tenue en service de la pièce. Ce qui conduit à la constitution d'une base de données expérimentales conséquente, comprenant à titre d'exemple des essais de traction uniaxiale à différentes orientations de la direction de laminage, des essais de cisaillement simple également à différentes orientations de la direction de laminage, des essais de traction sur éprouvettes entaillées pour faire varier le taux de triaxialité des contraintes, des essais d'expansion biaxiale, des essais de pliage ou traction plane pour avoir de plus un état de déformation plane (cf. Fig. 1).

Les informations recherchées concernent essentiellement l'élasticité, l'écroutissage, l'anisotropie plastique et la rupture, e.g. [1,2]. Cette approche privilégie des essais majoritairement homogènes, avec un état de contrainte/déformation bien identifié.

Une alternative plus récente consiste à privilégier des essais inhomogènes, qui en différentes zones de l'éprouvette font intervenir des trajets de déformation différents, à des valeurs de déformation maximale différentes, e.g. [3]. L'analyse de l'essai nécessite certes une simulation numérique, cependant c'est également vrai pour la première approche quand la rupture est prise en compte. La difficulté est surtout liée à la sensibilité des grandeurs macroscopiques, ou données brutes (efforts, déformations locales), enregistrées pendant l'essai, à chaque zone. La géométrie des éprouvettes et les conditions aux limites de ces essais sont choisies a priori, à partir de la connaissance de l'essai. Une approche plus prospective serait d'optimiser la géométrie de l'éprouvette et les conditions aux limites, de sorte à obtenir un champ de déformation inhomogène, avec des zones peu déformées, d'autres sévèrement déformées et présentant une combinaison des sollicitations élémentaires comme la traction, le cisaillement simple, l'expansion. Cette conception ne s'impose pas d'emblée et pourrait être déterminée via une optimisation de la géométrie et des conditions aux limites de l'essai [4].

L'objectif de cette présentation est de balayer ces approches pour illustrer les difficultés/avancées de chacune, avec comme application les matériaux métalliques de type aciers et alliages d'aluminium.

### **Références**

- [1] A. Mishra, *Experimental investigation and numerical prediction of rupture in bending of metallic sheets*, thèse (en cours) de l'Université de Bretagne-Sud, 2013
- [2] C.H. Pham, *Caractérisation du vrillage après emboutissage de tôles métalliques ultra-minces*, thèse (en cours) de l'Université de Bretagne-Sud, 2014
- [3] S. Zhang, *Caractérisation expérimentale et modélisation du comportement anisotrope des tôles métalliques*, thèse (en cours) de l'INSA de Rennes, 2014
- [4] N. Souto, *Computational design of a technological mechanical test for material characterization*, thèse (en cours) des Université de Bretagne-Sud et Aveiro, Portugal, 2014



## Caractérisation rapide en fatigue à grand nombre de cycles (HCF) des assemblages soudés

Pierrick FLORIN <sup>(1-2)</sup>, Matteo FACCHINETTI <sup>(2)</sup>, Cédric DOUDARD <sup>(1)</sup>, Sylvain CALLOCH <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> LBMS, 2 rue François Verny, 29200, BREST [pierrick.florin@ensta-bretagne.fr](mailto:pierrick.florin@ensta-bretagne.fr)

<sup>(2)</sup> PSA, centre technique de Vélizy, Z.A. Louis Breguet, 78140, VELIZY-VILLACOUBLAY

**Mots clés :** fatigue, thermographie infrarouge, assemblages soudés, aciers laminés

### Résumé

Encore aujourd’hui, une quantité d’argent et de temps importante est mobilisée pour assurer la caractérisation en fatigue des assemblages soudés dans le monde automobile pour : d’une part évaluer les modèles en cours de conception et d’autre part procéder aux tests d’approbation et de validation finals de pièces de série. En effet, la caractérisation d’un assemblage sous un type de sollicitation requiert plusieurs semaines et l’exploitation d’une dizaine de spécimens. Ainsi, l’application d’une méthode de caractérisation rapide en fatigue serait une grande avancée. La méthode décrite par la suite est basée sur l’étude thermique de l’assemblage sous sollicitation cyclique : c’est la méthode d’auto-échauffement [1-2]. Cette méthode permet à partir de mesures thermiques associées à un modèle de caractériser un acier en fatigue en une journée et peu de spécimens. L’efficacité de cette méthode a été démontrée sur simples tôles [3] et a été appliquée de manière empirique sur structures [4]. De telles structures subissent des champs de contraintes hétérogènes de par leurs géométries, mais sont aussi caractérisées par des hétérogénéités matérielles à cause d’un gradient de propriétés thermo-mécaniques induites par le procédé de soudage. Cette approche nécessite l’implémentation d’un protocole expérimental, puis d’une analyse spécifique des résultats pour aboutir à un modèle numérique et enfin aux propriétés en fatigue.

Des essais sont donc effectués sur une éprouvette d’acier FB540 soudée à clin de 2.55mm d’épaisseur. Le protocole expérimental se déroule en trois phases : une phase d’attente (waiting) de 100s de sorte à mesurer la température de l’éprouvette hors sollicitation, une phase de 500s pendant laquelle l’éprouvette est sollicitée à 30.02Hz avec un rapport de charge R=0.1 par un chargement macroscopique de traction (Fmax allant de 5 à 10kN), durant laquelle la température de l’éprouvette va évoluer (heating) et pour finir 300s de refroidissement (cooling). Tout au long de ce protocole, le champ de température est mesuré à l’aide d’une caméra infrarouge de type CMOS (Flir Systems SC7000) avec une fréquence d’acquisition de 1Hz.

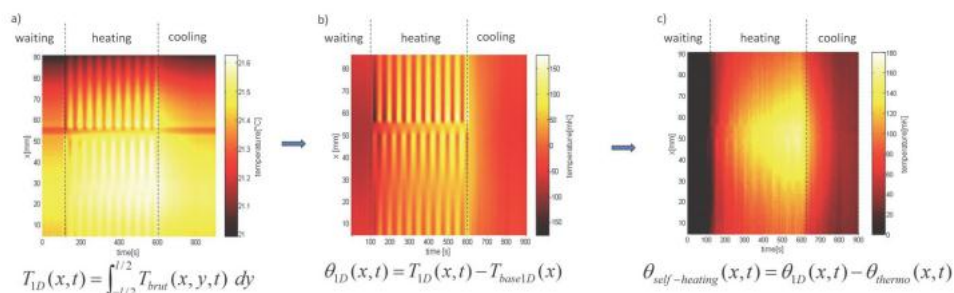


Figure 1 : Champ de température

Compte tenu de la géométrie de l'éprouvette, le champ de température  $T(x,y,t)$  est moyennée suivant la largeur de sorte à diminuer le bruit de mesure. Le jeu de données est alors l'évolution de température le long de l'éprouvette au cours du temps,  $T_{1D}(x,t)$  (figure 1a). La température de base,  $T_{base}$ , ainsi que la thermo-élasticité,  $\theta_{thermo}$ , sont soustraits du champ de température issu de la phase de sollicitation ne laissant que l'évolution de température liée à l'auto-échauffement (figure 1b puis 1c).

Un modèle thermique basé sur l'équation de la chaleur 1D comme utilisé par [5] a été mis en place

$$\rho C \frac{\partial \theta_{1D}(x,t)}{\partial t} - k \frac{\partial^2 \theta_{1D}(x,t)}{\partial x^2} - k \frac{\partial \theta_{1D}(x,t)}{\partial x} \frac{\partial A(x)}{\partial x} \frac{1}{A(x)} + \frac{\theta_{1D}(x,t)}{\tau_{eq}(x)} = S_t(x). \quad (1)$$

Ce modèle est appliqué sur trois branches (figure 2): une représentant la tôle supérieure de l'éprouvette ( $x < 0 < L_1$ ), une représentant la tôle inférieure ( $L_1 < 0 < L$ ), et une représentant la tôle inférieure en recouvrement appelée « bras mort » qui n'est pas sollicitée mécaniquement mais agit thermiquement. La continuité entre ces trois parties est assurée par la continuité du flux thermique. Les conditions aux limites aux extrémités sont des conditions de troisième espèce. Un modèle de terme source est considéré à priori dans la suite de cette étude. Il correspond à la superposition d'un champ de source associé à un régime primaire proportionnel au carré de l'amplitude des contraintes le long de l'éprouvette [6] et d'un champ de source lié à la présence du cordon de soudure en forme de "créneau". Le coefficient de proportionnalité du régime primaire, l'amplitude du "créneau" et les coefficients d'échanges aux extrémités sont identifiés par optimisation du champ de température au cours de la phase de sollicitation. L'évolution du champ de source en fonction du chargement mène à une limite d'endurance de  $10^6$  cycles de 6kN, résultat confirmant ceux obtenus par essais de fatigue classiques (source ArcelorMittal).

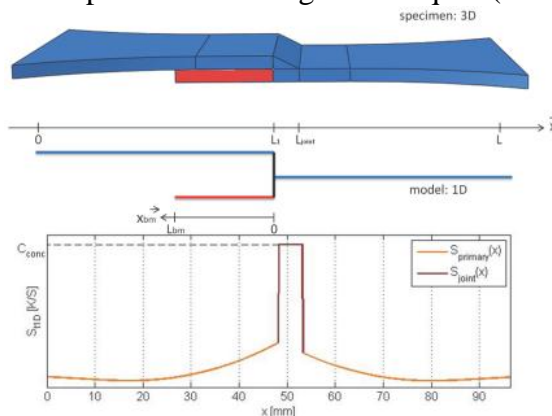


Figure 2 : modèle mis en place

## Références

- [1] C. E. Stromeyer (1914), The determination of fatigue limits under alternating stress conditions, Proc. Roy. Soc. London, A90, 411-425
- [2] G. La Rosa, A. Risitano, "Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components", Int. Journal of Fatigue 22, (2000), 65-73.
- [3] C. Doudard, S. Calloch, P. Cugy, A. Galtier and F. Hild, "A probabilistic two-scale model for highcycle fatigue life predictions", Fat. Fract. Eng. Mat. Struct. 28, (2005), 279-288
- [4] M.P. Luong (1998), "Fatigue limit evaluation of metals using an infrared thermographic technique", Mechanics of Materials 28, 155-163.
- [5] C. Doudard, S. Calloch, F. Hild, S. Roux, "Identification of heat source fields from infrared thermography: determination of "self-heating" in a dual-phase steel by using a dog bone sample". Mech Mater 42(1), (2010), 55-62
- [6] R. Munier, "Etude de la fatigue des aciers laminés à partir de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique : essais, observations, modélisation et influence d'une prédéformation plastique", PhD UBO Brest, (2012).

## ***Communications par affiche***



# **Caractérisation expérimentale et contribution à la modélisation numérique de l'endommagement en cisaillement des aciers HLE. Applications au procédé de poinçonnage**

Mohamed ACHOURI <sup>(1)</sup>, Guenael GERMAIN <sup>(1)</sup>, Philippe DAL SANTO <sup>(1)</sup>,  
Delphine SAIDANE <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> ENSAM, 02 bld de Ronceray Angers, [mohamed.achouri@ensam.eu](mailto:mohamed.achouri@ensam.eu)

<sup>(2)</sup> DEVILLE ASC, Baugé, [Delphine.saidane@devillesa.fr](mailto:Delphine.saidane@devillesa.fr)

**Mots clés** : endommagement, rupture, cisaillement, poinçonnage, état de contrainte, aciers HLE.

## **Résumé**

L'objectif principal de ces travaux est de caractériser le comportement et l'endommagement d'un matériau HLE durant le procédé de poinçonnage. Ils comportent dans un premier temps, une étude expérimentale qui repose sur des observations micrographiques et des essais macroscopiques à différents états de contrainte, afin d'identifier les mécanismes physiques d'endommagement mis en jeu. Cette étude est complétée par une modélisation numérique du modèle d'endommagement de Gurson modifié en cisaillement et son implémentation dans ABAQUS/Explicit. Une stratégie d'identification des paramètres matériau basée sur une large gamme de configurations expérimentales a été mise en place. Des essais de poinçonnage ont été réalisés en faisant varier le jeu poinçon-matrice, afin de tester la capacité prédictive du modèle de Gurson modifié par rapport au modèle de GTN classique et à un critère découplé basé sur l'initiation de rupture.

L'influence du jeu poinçon-matrice sur la qualité de découpe et sur les niveaux des états de contrainte et de déformation a été également mise en évidence. Les prédictions de rupture obtenues par cette approche et pour le matériau étudié sont en bon accord avec les observations expérimentales. Il reste à valider le modèle pour des configurations de couples matériau/procédé plus étendues et à réaliser son enchaînement avec les autres procédés de mise en forme.



## Quantification de ségrégation intergranulaire par analyse par dispersion de longueurs d'ondes de rayons X (WDX)

Marion ALLART <sup>(1,2)</sup>, Frédéric CHRISTIEN <sup>(1)</sup>, René LE GALL <sup>(1)</sup>, Pawel NOWAKOWSKI<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Institut des Matériaux Jean Rouxel, rue Christian Pauc, BP 50609, 44306 Nantes Cedex 3

<sup>(2)</sup> IRT Jules Verne, chemin du Chaffault, 44340 Bouguenais, [marion.allart@irt-jules-verne.fr](mailto:marion.allart@irt-jules-verne.fr)

**Mots clés :** ségrégation intergranulaire, MEB, analyse par dispersion des rayons X, WDX

### Résumé

La ségrégation intergranulaire désigne le regroupement d'atomes de soluté sous la forme d'une couche monoatomique dans le joint de grain. Ce phénomène métallurgique est à l'origine d'endommagements bien connus (perte de ductilité, fissuration à chaud, corrosion).

Jusque récemment, la méthode privilégiée pour la quantification de ségrégation intergranulaire dans les métaux était la spectrométrie d'électrons Auger (AES). Elle comporte cependant de nombreux inconvénients parmi lesquels une sensibilité extrême à la pollution, d'où découle la nécessité d'obtenir la surface à analyser (faciès de rupture) *in situ* et celle de travailler sous ultravide.

Nous disposons aujourd'hui d'une nouvelle méthode développée au sein de l'Institut des Matériaux Jean Rouxel de Nantes qui consiste à « détourner » l'analyse par dispersion de longueurs d'ondes de rayons X (ou *Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy* WDX) [1,2].

Lorsqu'un échantillon est soumis à un faisceau électronique, il ré-émet entre autres des rayons X de longueurs d'ondes caractéristiques de la nature de l'élément émetteur. Ces rayons X sont réfléchis sur un cristal qui joue le rôle de monochromateur, suivant la loi de Bragg, et renvoie le rayon réfléchi vers un détecteur, ainsi qu'il est représenté sur la Figure 3 ci-dessous. Le nombre de photons X reçus par le détecteur pour une certaine longueur d'onde est alors fonction du nombre d'atomes excités présentant une transition électronique de cette énergie dans la zone excitée de l'échantillon.

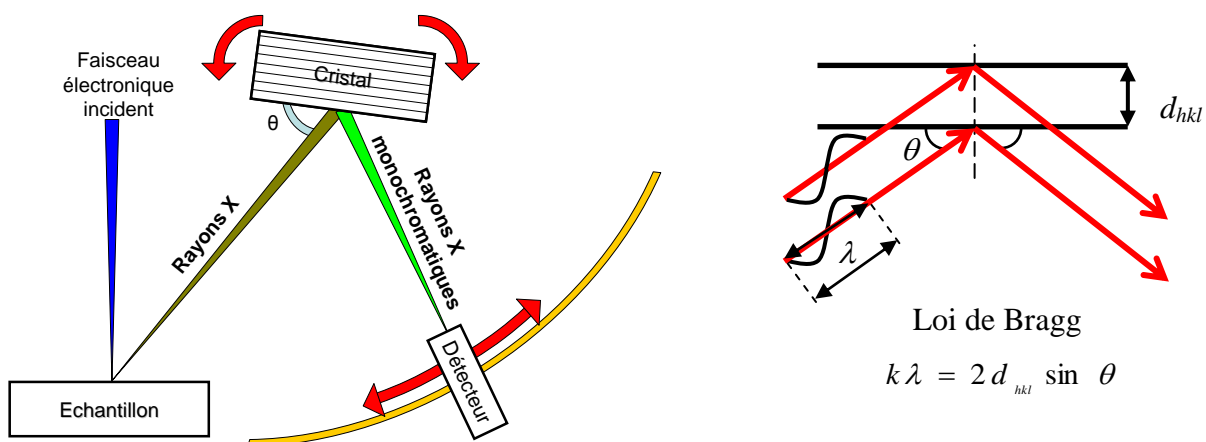


Figure 3 : Schéma du principe de fonctionnement de l'analyse par dispersion des longueurs d'ondes de rayons X (WDX)

En comparant l'intensité d'une raie avec celle obtenue sur un échantillon de référence et en prenant en compte les conditions de mesure, on peut alors remonter à la quantification de l'élément dans l'échantillon à l'endroit de la mesure. Si l'on peut négliger la contribution volumique de l'élément ségrégeant, cette technique peut être utilisée pour quantifier la ségrégation intergranulaire à la surface d'un faciès de rupture fragile intergranulaire.

Notre équipe a apporté une seconde contribution à cette technique. En effet, l'angle d'incidence entre la facette analysée et le faisceau incident a une influence non négligeable sur les mesures WDX. Novakowski et al. [2] ont développé une méthode originale permettant d'obtenir la valeur de cet angle en utilisant la mesure du courant d'échantillon, corrigeant ainsi l'effet de relief de l'échantillon.

Dans certains cas, l'AES sera une méthode plus adaptée, ou complémentaire. Le WDX ne permet en effet l'analyse que d'un seul élément à la fois, là où la spectrométrie d'électrons Auger fournit un spectre complet en quelques minutes. Le WDX n'est donc pas adapté à de l'analyse « qualitative » de surface. Deuxièmement, la mesure de ségrégation interfaciale par WDX est limitée aux éléments traces puisque nous devons négliger la contribution volumique de l'élément.

L'ordre de grandeur de la limite de détection est proche pour les deux techniques, soit approximativement 1% d'une monocouche.

Le WDX présente cependant certains avantages par rapport à l'AES. Là où l'AES nécessite un échantillon maintenu en permanence sous ultra-vide, le WDX est insensible à la contamination, permettant une préparation (fracture) et une manipulation *ex situ* ainsi qu'une analyse sous vide secondaire. Le WDX permet également de prendre en compte l'orientation géométrique de la facette analysée, chose difficile en AES.

Les exemples présentés concernent essentiellement le système nickel-soufre.

## **Références**

- [1] Christien, F. and Le Gall, R., Measuring surface and grain boundary segregation using wavelength dispersive X-ray spectroscopy. *Surface Science*, 2008. **602**(14): p. 2463-2472.
- [2] Nowakowski, P., Christien, F., Allart, M., Borjon-Piron, Y., and Le Gall, R., *Measuring grain boundary segregation using Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy: Further developments*. *Surface Science*, 2011. **605**(7-8): p. 848-858.



# Étude expérimentale des batteries au plomb et de leur régénération. Modélisation de l'évolution temporelle des performances.

François ASTIER <sup>(1)</sup>, Philippe MANDIN <sup>(1)</sup>, Gérémy BOYER <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> LIMATB, Université de Bretagne Sud, Centre de Recherche rue de Saint Maudé - BP92116  
56321 LORIENT CEDEX France, [francois.astier@univ-ubs.fr](mailto:francois.astier@univ-ubs.fr), [philippe.mandin@univ-ubs.fr](mailto:philippe.mandin@univ-ubs.fr)

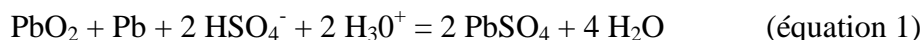
<sup>(2)</sup> BGS, 29400 Landivisiau, [b.g.s@laposte.net](mailto:b.g.s@laposte.net)

**Mots clés :** Accumulateur au plomb, électrochimie, matériaux, régénération chimique.

## Résumé

L'accumulateur au plomb, conçu par Gaston Planté en 1859 puis amélioré par de nombreuses études au cours du XX<sup>ème</sup> siècle, est l'une des technologies de stockage d'énergie électrique la plus répandue, car elle est fiable, efficace et peu chère. Elle tient aujourd'hui une place importante dans l'industrie automobile [1] et d'autres secteurs tels que les engins élévateurs ou de traction, le nautisme, les relais de secours et le stockage d'énergies intermittentes pour l'habitat.

On cherche donc à augmenter leur durée de vie, initialement de 3 à 5 ans (500 cycles environ), au maximum afin de réduire les consommations énergétiques, l'approvisionnement en matières premières et l'impact du plomb toxique pour l'homme et l'environnement. Dans le but de prolonger la durée de vie des batteries plusieurs procédés empiriques, chimiques et /ou électrochimiques, ont été mis au point [2]. Ces procédés sont capables de régénérer les électrodes d'une batterie au plomb d'une sulfatation (équation 1) irréversible trop importante, principale cause de détérioration des performances dans le temps. Par exemple, de nombreuses recherches de formulation d'additif chimique mélangé à l'électrolyte sont en cours, qui permettraient d'augmenter la durée de vie, jusqu'à 10 ans, et de réduire le temps de charge de 30% [3].



Le but des ces travaux, est de modéliser une batterie et son vieillissement, de simuler l'évolution de ses performances dans le temps et d'optimiser les procédés de régénération.

Une cellule unitaire, à différents espaces inter-électrodes, représentative d'un accumulateur au plomb est utilisée pour les mesures expérimentales. Cette cellule est constituée de parois transparentes en PMMA afin de suivre, par caméras rapides, le dépôt et la dissolution de la couche de sulfate au cours des cycles de charges/décharges. De plus dans le but de valider et d'affiner le modèle numérique, d'autres techniques expérimentales telles que la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) et la PIV sont couplées aux tests de cyclages.

La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) est largement utilisée pour l'étude des systèmes électrochimiques et des matériaux. Le signal excitateur appliqué est de la forme  $x(t) = A \sin(\omega t)$  et la réponse du système est  $Y(t) = B \sin(\omega t + \Phi)$  avec une fréquence  $f$ , une pulsation  $\omega = 2\pi f$  et un déphasage  $\Phi$ . L'impédance électrochimique se définit comme étant une fonction complexe  $Z(\omega)$  résultant du rapport de la réponse électrique  $\Delta E(\omega)$  sur l'impulsion de courant  $\Delta I(\omega)$  (équation 2).

$$Z(\omega) = \Delta E(\omega) / \Delta I(\omega) = \text{Re}Z + j \text{Im}Z \quad (\text{équation 2})$$

Usuellement on représente l'impédance dans un diagramme de Nyquist en reportant sa partie imaginaire en fonction de sa partie réelle (Figure 1a). Concernant notre étude, et appliquée à l'électrode positive ou négative, l'utilisation de l'EIS permet de suivre l'évolution des matériaux d'électrode, la formation des couches de sulfate de plomb, la jonction entre les deux matériaux ainsi que l'interface avec l'électrolyte liquide. Elle permet de mesurer la résistance interne de l'échantillon considéré et de déterminer la contribution due à l'électrolyte et celle due aux différentes interfaces avec les électrodes. Les différentes contributions sont calculées à partir des circuits électriques équivalents (Figure 2b) [4]. De plus c'est une technique non intrusive et qui va permettre de suivre l'évolution électrique des couches minces de sulfate de plomb au cours d'un cycle mais également de suivre l'évolution électrique des matériaux d'électrode. On va pouvoir détecter la cause majeure du vieillissement (corrosion des grilles, *sulfatation...*) du système étudié [5].

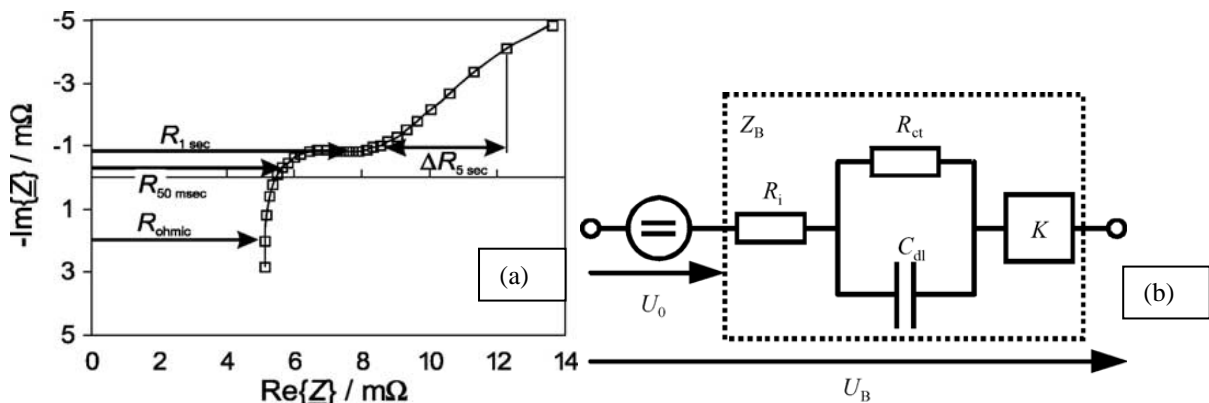


Figure 4: Exemples de diagramme de Nyquist (a) et de circuit électrique équivalent (b)

L'EIS ainsi que la voltamétrie cyclique (CV) permet l'étude et l'identification des phénomènes de transfert (diffusion, migration et convection) et des phénomènes réactifs (chimiques et/ou électrochimiques, de surface et/ou en volume) et leur couplage.

La mesure du champ hydrodynamique dans l'espace inter électrode occupé par l'électrolyte liquide est étudiée avec la technique de Particle image velocimetry (PIV). Cette technique consiste à ensemercer ou non le liquide, à éclairer un plan avec une nappe laser, et de filmer avec une caméra rapide l'interaction entre la lumière laser et les particules mises en mouvement dans le champ de vitesse liquide. Cette technique permet d'accéder au champ de vitesse local et instationnaire.

## Références

- [1] Rapport ADEME, *Rapport annuel du registre des piles et accumulateurs, 2011*
- [2] Rapport ADEME, *État de l'art des technologies de dé-sulfatation des accumulateurs au plomb, 2011*
- [3] <http://www.batteries-global-services.com/medias/pdf/BGS-duree-de-vie-batteries.pdf>
- [4] Holger Blanke & all, *Impedance measurements on lead-acid batteries for state-of-charge, state-of-health and cranking capability prognosis in electric and hybrid electric vehicles*, Journal of Power Sources 144 (418–425), 2005
- [5] Cadex Electronics Inc. *Capacity Measurements in 15-Seconds. A look at emerging rapid-test technologies for truck batteries, 2008*

## Nouveaux matériaux nanoporeux à base de nanoparticules minérales et/ou cellulosiques : relation structure / propriétés

Dounia BENDAHOU <sup>1,2)</sup>, Abdelkader BENDAHOU <sup>1)</sup>, Hamid KADDAMI <sup>2)</sup>, Yves GROHENS <sup>1)</sup>

1) Université de Bretagne - Sud, Centre de recherche Christiaan Huygens, Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne (LIMATB), Rue de Saint Maudé BP 92116, 56 321 LORIENT Cedex (France), [abdelkader.bendahou@univ-ubs.fr](mailto:abdelkader.bendahou@univ-ubs.fr)

2) Université Cadi Ayyad, Laboratoire de Chimie Organométallique et Macromoléculaire – Matériaux Composites (CO2MC), Faculté des Sciences et Techniques Guéliz, Avenue Abdelkrim Khattabi-BP 549 40000 Marrakech (Maroc)

**Mots clés :** aérogel, matériau biosourcé, matériaux nanoporeux

### Résumé

Le développement technologique actuel conduit les industriels à utiliser des matériaux de plus en plus performants. La recherche est alors motivée par les exigences de ces acteurs pour la conduite d'études sur des nouveaux matériaux. Parmi ceux-ci, les milieux poreux forment une famille de matériaux potentiellement intéressants, notamment grâce à un large panel d'étonnantes propriétés physiques.

L'aérogel biosourcé est un matériau nanoporeux aux propriétés physiques remarquables : mécanique et thermique. Nous allons nous intéresser à leur performance isolante en vue de les utiliser dans le domaine du bâtiment. Pour se rendre compte du potentiel de ces aérogels, il faut les comparer à d'autres matériaux plus classiques par exemple : l'aérogel de silice.

Depuis quelques années déjà, on observe une tendance particulière à l'utilisation des fibres de naturelles comme renfort de certains matériaux. En effet, les fibres de palmier dattier ne sont pas uniquement attrayantes de par leurs propriétés mécaniques intéressantes mais elles le sont également du fait de leur faible coût, leur abondance et leur forte spécificité de déformation et de recyclage. Le palmier dattier est également utilisé comme renfort dans un souci écologique car il minimise l'impact sur l'environnement. Les ulves de la fibre de palmier dattier ont été utilisées dans ce travail comme source originale de cellulose. Les nanoparticules de cellulose sont obtenues à partir de la cellulose native.

L'objectif de notre projet dans un premier temps, est d'extraire les microfibrilles de cellulose des fibres de palmier dattier de bonne qualité et de façon reproductible. Dans un second temps, l'objectif a donc été d'utiliser des nanozéolithes et de les injecter dans les MFC oxydés pour en étudier leurs propriétés morphologiques et structurales par microscopie électronique à balayage (MEB) et par NanoSIMS, puis leurs caractéristiques mécaniques (traction DMA) et thermiques (conductivimétrie).



## Étude des propriétés structurales et rhéologiques de composites polyamide/nanotalc synthétique

Quentin BEUGUEL<sup>(1)</sup>, Julien VILLE<sup>(1)</sup>, Jérôme CREPIN-LEBLOND<sup>(2)</sup>, Pascal MEDERIC<sup>(1)</sup>, Thierry AUBRY<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> *Equipe Rhéologie – Laboratoire d’Ingénierie des Matériaux de Bretagne EA 4250 – Université de Bretagne Occidentale – 6 Avenue Victor le Gorgeu – CS 93837 - 29238 Brest cedex 3*

<sup>(2)</sup> *Imerys Talc, 2 Place Édouard Bouillères, 31036 Toulouse cedex 1*

[quentin.beuguel@wanadoo.fr](mailto:quentin.beuguel@wanadoo.fr)

**Mots clés** : Elaboration – structure – rhéologie – thermoplastique - nanotalc

### Résumé

Les composites à matrice thermoplastique chargée de particules micrométriques de talc naturel sont largement utilisés dans les secteurs de l'automobile, de l'alimentaire et de l'électroménager. Un procédé de délaminage des talcs naturels a été mis au point afin d'obtenir des charges plus fines, et par conséquent plus lamellaires. Cependant, l'épaisseur moyenne de ces particules est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres, présentant de plus une distribution en épaisseur très large. Par conséquent, est apparue l'idée d'élaborer des composites constitués d'une matrice thermoplastique chargée de particules lamellaires de nanotalc synthétique, qui pourraient concurrencer les nanocomposites à base de montmorillonite organiquement modifiée [1,2]. Dans cette optique, un hydrogel constitué de particules lamellaires de talc, épaisses de quelques nanomètres, obtenu par réaction hydrothermale, a été utilisé [3].

Le procédé de mélangeage de la matrice polyamide (PA) et du gel constitué de nanoparticules de talc, ainsi que les effets des conditions de mélangeage sur la structure et la dispersion des différentes charges (talc naturel, nanotalc synthétique et montmorillonite modifiée) dans la matrice PA, sont étudiés. Les composites sont obtenus par malaxage à l'état fondu, soit au mélangeur interne à 200°C pendant 6 minutes et à des taux de cisaillement de 32 s<sup>-1</sup> ou 100 s<sup>-1</sup>, soit à la mini-extrudeuse à 220°C pendant 6 minutes et à un taux de cisaillement de 750 s<sup>-1</sup>.

Les propriétés structurales et rhéologiques des composites PA/nanotalc sont comparées à celles des microcomposites PA/talc naturel et des nanocomposites PA/montmorillonite modifiée.

Les résultats structuraux obtenus par microscopie électronique en transmission et à balayage montrent une structure nanométrique des composites PA/nanotalc, relativement proche de celle des nanocomposites PA/montmorillonite modifiée. En effet, l'épaisseur moyenne des charges lamellaires présentes dans chacun des nanocomposites est inférieure à la dizaine de nanomètres. Toutefois deux différences existent entre ces deux systèmes. D'abord, la distribution en taille des nanoparticules de talc est plus large que celle des nanoparticules de montmorillonite modifiée. Enfin, la diffraction des rayons X ne montre pas de structure intercalée pour les nanocomposites PA/talc, contrairement aux nanocomposites PA/montmorillonite modifiée, pour lesquels les chaînes de polyamide s'intercalent dans l'espace interfoliaire de l'argile, favorisant son exfoliation.

L'étude en viscoélasticité linéaire révèle que les conditions de mélangeage n'ont pas d'influence sur la structure des composites PA/talc naturel alors que celles-ci affectent légèrement la structure des nanocomposites PA/montmorillonite modifiée, en jouant sur le phénomène d'exfoliation des particules de montmorillonite [1].

Les composites PA/nanotalc élaborés au mélangeur interne, bien qu'ayant une structure à l'échelle nanométrique, présentent un comportement rhéologique proche de celui des microcomposites PA/talc sur la plage de fractions volumiques de charges étudiée (de 0 à 8%). Par contre, à ces fractions volumiques, la viscosité Newtonienne des nanocomposites PA/nanotalc élaborés à la mini-extrudeuse est supérieure à celle des microcomposites PA/talc. Toutefois, ces matériaux ne présentent pas de comportement de fluide à seuil, généralement observé dans le cas des nanocomposites PA/montmorillonite modifiée faiblement chargés (~1%) [2].

La suite de cette étude devra permettre d'améliorer le protocole de mélangeage du PA et du gel de nanotalc, en tentant notamment de mieux appréhender le rôle joué par l'eau lors du mélangeage et de mieux comprendre les interactions matrice-nanocharge.

### **Références**

[1] **P. Médéric, T. Razafinimaro, T. Aubry**, « Influence of Melt-Blending Conditions on Structural, Rheological and Interfacial Properties of Polyamide-12 Layered Silicate Nanocomposites », *Polymer Engineering and Science*, 46, 986-994, 2006.

[2] **T. Aubry, T. Razafinimaro, P. Médéric**, « Rheological Investigation of the Melt State Elastic and Yield Properties of a Polyamide-12 layered Silicate Nanocomposite », *Journal of Rheology*, 49, 425-440, 2005.

[3] **C. Lèbre**, « Elaboration et caractérisation de talcs synthétiques pour l'amélioration des propriétés physiques des matériaux composites industriels », *Thèse de doctorat, Université Toulouse III*, 2007.

## Approche du comportement viscoélastique d'une fibre de lin par nanoindentation et microscopie à force atomique

Alain BOURMAUD, Vincent KERYVIN et Christophe BALEY

*Laboratoire Ingénierie des Matériaux de Bretagne (LIMATB),  
Université de Bretagne Sud, Rue de Saint Maudé, BP 92116, 56321 Lorient Cedex, France.  
[alain.bourmaud@univ-ubs.fr](mailto:alain.bourmaud@univ-ubs.fr), [vincent.keryvin@univ-ubs.fr](mailto:vincent.keryvin@univ-ubs.fr), [christophe.baley@univ-ubs.fr](mailto:christophe.baley@univ-ubs.fr)*

**Mots clés :** Nanoindentation, parois végétales, lin, microscopie à force atomique, visco-élasticité

### Résumé

En raison de leurs nombreux avantages environnementaux [1] et leurs bonnes propriétés mécaniques spécifiques les fibres végétales utilisées comme renforts de matériaux composites sont en forte expansion, en particulier dans le secteur des transports terrestres ou maritimes.

La courbe contrainte déformation d'une fibre élémentaire de lin se caractérise par une région non linéaire dans sa première partie; ce comportement peut s'expliquer par le glissement des micros fibrilles de cellulose qui s'alignent progressivement avec l'axe de la fibre lors de leur sollicitation [2]. En effet, la paroi cellulaire des fibres de lin est majoritairement constituée de la couche S2 qui est constituée de micros fibrilles de cellulose cristalline arrangées en spirales au sein d'une matrice polysaccharidique amorphe constituée d'hémicelluloses et de pectines [3]. Cette conformation hélicoïdale se caractérise par un angle micro fibrillaire formé par l'inclinaison des fibrilles avec l'axe de la fibre.

La nanoindentation permet de caractériser le comportement mécanique longitudinal et transverse des fibres végétales [4], Elle présente l'avantage de pouvoir sonder spécifiquement certaines couches de la fibre et donne accès à des informations très locales au sein même des parois végétales. Lors de ces travaux nous avons analysé le recouvrement d'une empreinte de nanoindentation effectuée dans la couche S2 d'une fibre de lin. Afin d'obtenir des informations sur le recouvrement des empreintes à différents temps, nous avons suivi l'évolution de ce recouvrement par analyse du déplacement de la pointe ; nous avons complété ces mesures par des images post expérimentales des indents réalisées en mode Scanning Probe Microscopy (SPM).

### Références

- [1] Le Duigou A, Davies P, Baley C. Environmental Impact Analysis of the Production of Flax Fibres to be Used as Composite Material Reinforcement. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*. 2011;5:1-13.
- [2] Baley C. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2002;33:939-48.
- [3] Morvan C, Andème-Onzighi C, Girault R, Himmelsbach DS, Driouich A, Akin DE. Building flax fibres: more than one brick in the walls. *Plant Physiology and Biochemistry*. 2003;41:935-44.
- [4] Bourmaud A, Baley C. Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling. *Polymer Degradation and Stability*. 2009;94:297-305.





## Modélisation des phénomènes couples lors du frittage-assemblage par courants pulsés

Elodie BRISSON<sup>(1)</sup>, Kevin PALLEZ<sup>(1)</sup>, Philippe ROGEON<sup>(1)</sup>, Henri DESPLATS<sup>(1)</sup>, Patrick CARRE<sup>(1)</sup>, Vincent KERYVIN<sup>(1)</sup>, Alexandre BONHOMME<sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> LIMatB, Université de Bretagne Sud, rue de saint Maudé,  
56321 LORIENT CEDEX, [elodie.brisson@univ-ubs.fr](mailto:elodie.brisson@univ-ubs.fr)

<sup>(2)</sup> Schneider Electric Industries, Electropole-31, rue Pierre Mendès France,  
38080 GRENOBLE CEDEX 9

**Mots clés** : modélisation, frittage, courants pulsés.

### Résumé

Ce travail s'inscrit dans le projet ANR « IMPULSE » qui a débuté en janvier 2010. Ce projet compte deux industriels Schneider Electric Industries (SEI) et la Société des Céramiques Techniques (SCT), quatre partenaires académiques et le Centre d'Études Techniques Industrielles et Mécaniques. Le but de ce projet est de mettre en évidence les différents mécanismes qui ont lieu lors du frittage-assemblage d'une céramique ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ou d'un matériau composite ( $\text{AgSnO}_2$ ) sur un support métallique afin de développer les applications industrielles.

Le LIMatB a pour rôle de développer un modèle numérique macroscopique qui tienne compte de l'ensemble des phénomènes physiques couplés (électrique, thermique, microstructural et mécanique) au sein de la matière et aux interfaces. Le modèle doit permettre de prédire les champs de température et les déformations dont le retrait de densification.

Concernant le modèle mécanique, deux approches sont proposées. Dans la première approche, la densification et les déformations viscoplastiques sont calculées séparément. L'évolution du taux de densification est calculée par une loi mathématique et permet le calcul d'une déformation de thermo-densification. Les paramètres de la loi sont identifiés à partir d'essais de frittage isothermes sous charge réalisés grâce à une machine Gleeble. Ces essais sont réalisés dans la configuration étudiée, dans ce cas la compression oedométrique (en matrice) à 60MPa (*Figure 1a*), pour différentes températures. Lors d'un essai, une charge constante est appliquée et une température constante est régulée grâce à un thermocouple serti dans l'échantillon. Le retrait de densification longitudinal est mesuré grâce à un extensomètre et permet d'identifier les paramètres de la loi mathématique qui décrit l'évolution du taux de densification.

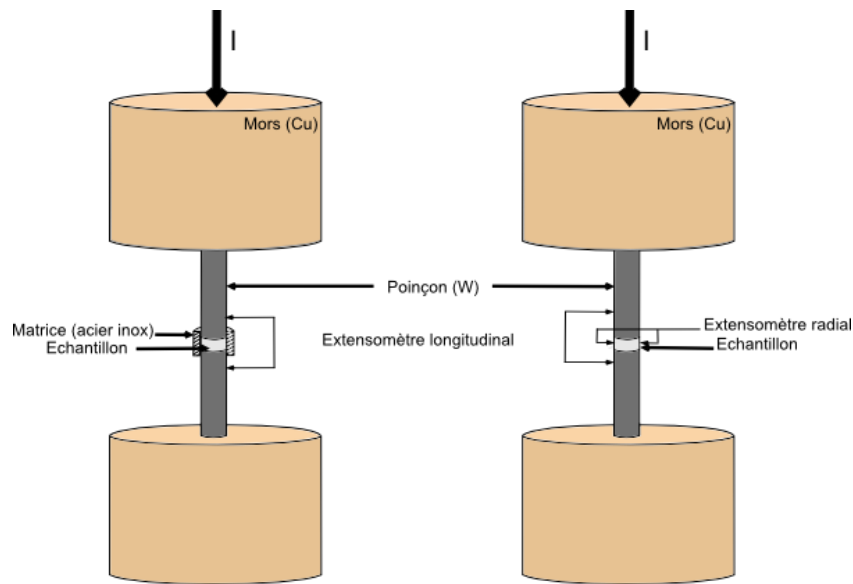


Figure 1 : a) Schéma du montage expérimental dans le cas de la compression oedométrique, b) Schéma du montage expérimental dans le cas de la compression simple.

Au contraire, dans la seconde approche, les déformations viscoplastiques et de densification sont calculées simultanément. Dans cette seconde approche, une loi viscoplastique de type Norton et le critère de Green sont utilisés pour décrire à la fois la densification et les déformations viscoplastiques [1] [2]. Le critère de Green permet de considérer le caractère compressible du matériau poreux. Le logiciel SiDoLo est utilisé pour identifier les paramètres de la loi par méthodes inverses. Des tests isothermes de fluage et de compression à vitesse de déplacement imposée sans matrice sont réalisés sur le matériau dense (*Figure 1b*). Les mesures de déplacement longitudinal obtenues pour une température donnée permettent d'identifier les paramètres élasto-viscoplastiques d'une loi de type Norton avec écrouissage isotrope de type Voce à cette température. Concernant le matériau poreux, des essais de frittage en compression simple à température et contrainte constante sont réalisés (*Figure 1b*). Les déplacements longitudinal et radial sont mesurés grâce à des extensomètres et sont utilisés pour déterminer les paramètres du critère de Green.

## Références

- [1] Besson J., Simulation numérique de la mise en forme des céramiques : Application à la compaction à chaud, Thèse de l'école nationale supérieure des mines de Paris, 1990
- [2] Gaillard G. & al., Modélisation de la compaction isostatique à froid d'une poudre d'hydrure de lithium, Matériaux 2006, 13-17 Novembre 2006 – Dijon, France

## Characterization of precipitation upon cooling in 2618 aluminium alloy by DSC and resistivity measurements

Nicolas CHOBAUT<sup>(1)</sup>, Romain LE JALLÉ<sup>(2)</sup>, Denis CARRON<sup>(2)</sup>,  
Peter SAELZLE<sup>(3)</sup>, Jean-marie DREZET<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> *Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Laboratoire de Simulation des Matériaux, station 12, 1015 Lausanne, Switzerland*

<sup>(2)</sup> *LIMatB, Université de Bretagne-Sud, Centre de Recherche Ch. Huygens, Rue de Saint-Maudé, 56321 Lorient, France*

<sup>(3)</sup> *ABB Turbo Systems AG, Haselstr. 16, 5400 Baden, Switzerland*

**Keywords :** age hardening aluminium alloys, AA 2618, residual stresses, precipitation, DSC, resistivity

### **Abstract**

In the current trend toward thicker aluminium components, one major concern is the build-up of high residual stresses during quenching, causing unacceptable distortions during machining. To set-up reliable numerical simulations of the stress generation during quenching, a basic understanding of the mechanical behaviour in dependence of microstructure (heterogeneous and homogeneous precipitates, grain size) is necessary [1]. A thermomechanical model of quenching should include thus possible precipitation if its impact on stress generation is significant. Residual strains in a 2618 aluminium alloy (AA) compressor were measured by neutron diffraction. Quenching in boiling water gives birth to relatively low residual stresses in the as-quenched state, but does not prevent precipitation during quenching. The heterogeneous and homogeneous precipitation phenomena are revealed by differential scanning calorimetry measurements at cooling rates similar to the industrial ones. A continuous cooling precipitation diagram can thus be recorded [2]. The solute loss is monitored by interrupted quench resistivity measurements performed in a Gleeble machine. These results will be used to calibrate the precipitation model intended to be included in the numerical model for residual stress prediction.

### **References**

- [1] N. Chobaut, J. Repper, T. Pirling, D. Carron and J-M. Drezet,. Residual Stress Analysis in AA7449 As-Quenched Thick Plates Using Neutrons and FE Modelling, 13rd International Congress on Aluminium Alloys ICAA-13, June 3-7, 2012 • Carnegie Mellon University • Pittsburgh, USA, doi:10.1002/9781118495292.ch44
- [2] B. Milkereit et al., Recording of continuous cooling precipitation diagrams of aluminium alloys, *Thermochimica Acta*, 2009, 492: p. 73-78

The Gleeble 3500 machine at University of South Brittany was co-financed by the European Regional Development Fund (ERDF).



# Experimental Investigation of Two-Phase Electrolysis Processes

Zine DERHOUMI <sup>(1)</sup>, Philippe MANDIN <sup>(1)</sup>, Hervé ROUSTAN <sup>(2)</sup>

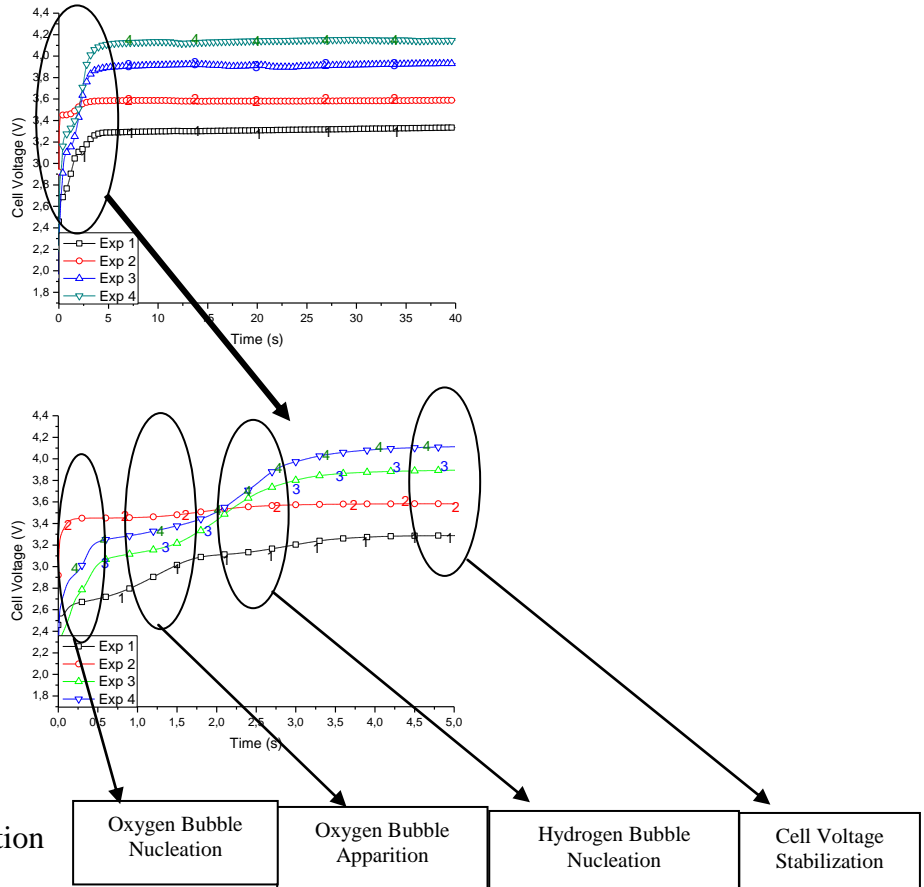
<sup>(1)</sup> LIMatB EA4250, Université de Bretagne Sud, Centre de recherche rue de Saint-Maudé, 56100 Lorient, France, [philippe.mandin@univ-ubs.fr](mailto:philippe.mandin@univ-ubs.fr)

<sup>(2)</sup> Rio Tinto - Alcan – Centre de Recherche de Voreppe -725 rue Aristide Bergès - BP 27 – 38341 Voreppe Cedex, France

**Keywords:** two-phase, electrochemical, processes

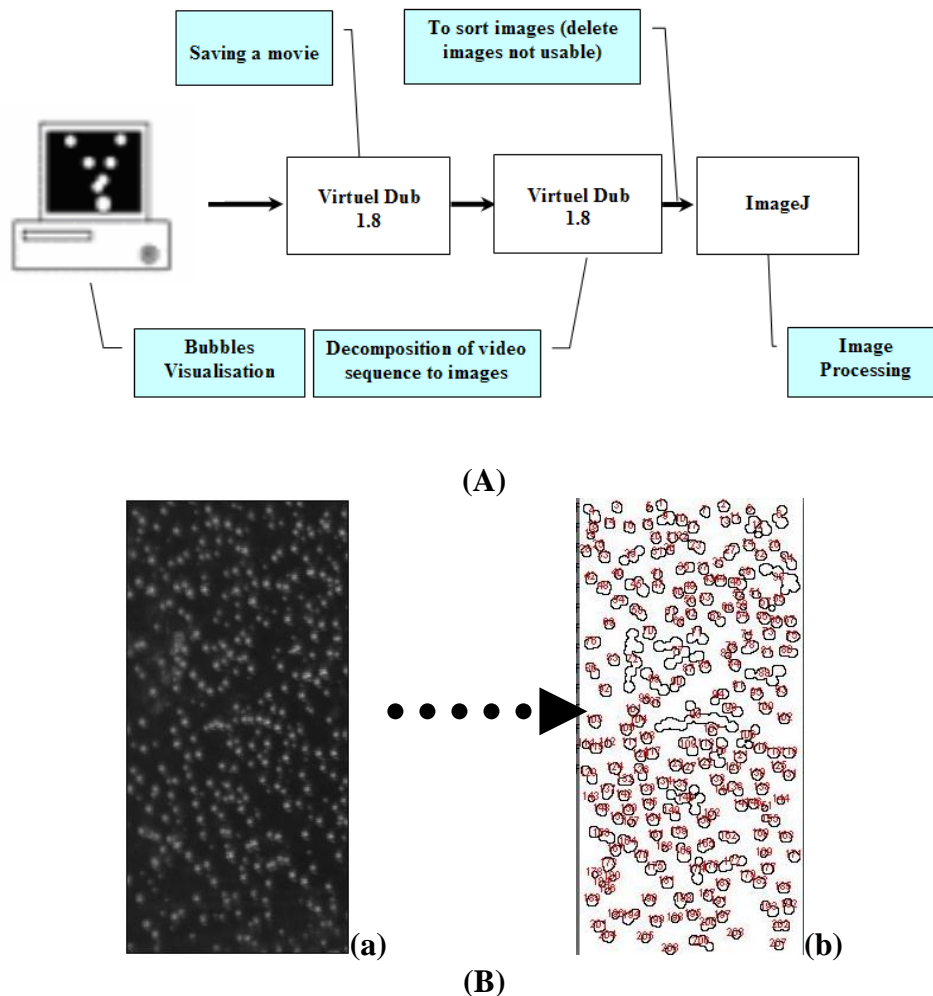
## Abstract

During two-phase electrolysis for the production of oxygen and hydrogen, it is generally observed production of bubbles at one or two electrodes which indicates a change in electrical and hydrodynamic properties of the electrolyser. In the presence of gravity, the production of bubbles at the electrodes induces a macro-convection in the electrolyser. This leads to a variable distribution of the bubbles void fraction and of the current density  $j$  at the electrodes. The absence of gravity eliminates the natural convection and by the same frictional forces. The electrolysis is performed using a potentiostat PGSTAT302N. The formation of gas bubbles at the anode is observed by two cameras Giant Dragon CCD. The aim of this study is to predict the evolution laws of the electrochemical cell voltage and of the bubble diameter during a two-phase electrolysis depending on the two presently explored inputs: current density and gravity.



**Figure 1.** Cell Voltage Evolution with time

Image processing requires the development of a specific tool. For this reason, the **ImageJ**<sup>®</sup> software is used, that allows different modules image processing to reconstruct the bubble story and to calculate the desired parameters like the size or the number of bubbles.



**Figure 2.** **A-**Movies processing strategy; **B-**O<sub>2</sub> Image thresholding process: **a-** Image extract from CCD movie; **b-** treated image with software **ImageJ**<sup>®</sup>.

The **ImageJ**<sup>®</sup> software allows the creation of user defined program in Java language using its processing functions. This program calculates, from photography and some input parameters (pixels / mm scale, brightness level ...), the average bubble diameter  $d$  (mm) and its standard deviation  $\Delta d$  (mm), the average bubble population density  $N$  (bubbles number  $\text{cm}^{-2}$ ).

### References

1. K. Azumi, T. Mizuno, T. Akimoto and T. Ohmori, *J. Electrochem. Soc.*, **146**, p. 3374 (1999).
2. H. Vogt, J. Eigeldinger, *Electrochimica Acta.*, **45**, **27**, p. 4449-4456 (2000).
3. H. Matsushima, K. Kuribayashi, T. Nishida, Y. Konishi, Y. Fukunaka, Y. Ito, *Electrochimica Acta.*, **48**, **28**, p. 4119-4125 (2003).
4. H. Matsushima, Y. Fukunaka, K. Kuribayashi, *Electrochimica Acta.*, **51**, **20**, p.4190-4198 (2006).
5. Ph. Mandin, G. Picard, J. Hamburger, S. Bessou, *Electrochimica Acta.*, **51**, **6**, p.1140-1156 (2005).
6. Ph. Mandin, H. Roustan, R. Wuthrich, Z. Derhoumi, *J. of Applied Fluid Mechanics*, **4**, p. 81-87 (2011).

## Estimation de la zone plastique en pointe de fissure par la technique de nanoindentation pour alliage d'aluminium 2024T351

Tien-Dung DO (\*), Florent CHALON, Damien JOLY, René LEROY,  
Narayanaswami RANGANATHAN

LMR, Université François Rabelais de Tours, Polytech'Tours,  
7 Avenue Marcel Dassault, 37200 Tours (\*) [tiendung.do@etu.univ-tours.fr](mailto:tiendung.do@etu.univ-tours.fr)

**Mots clés :** zone plastifiée, pointe de fissure, nanoindentation.

### Résumé

La taille de la zone plastique en pointe de fissure dans un matériau est directement liée au facteur d'intensité de contrainte pour une configuration donnée (cf. Fig 1) [1] [2]. Cette étude utilise la technique d'indentation avec une très faible charge afin d'étudier la taille de la zone plastique cyclique et monotone au voisinage de la fissure. La zone plastique est caractérisée par la relation entre la dureté, le module réduit, le travail élastique, le travail plastique, l'indice de plasticité et la distance par rapport à la pointe de fissure [3]. Les essais ont été menés sur une éprouvette CT [4][5] (compact tension) pour un alliage d'aluminium 2024T351. Les essais de nanoindentation ont été effectués sur des échantillons ayant subi des essais de fatigue pour des amplitudes de facteurs d'intensité de contrainte de  $\Delta K=16,17 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  et  $19,85 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . La taille de la zone plastique à proximité de la fissure est mesurée suivant trois directions à  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$  (cf. Fig 3). La zone plastique est également observée à l'aide d'un système de profilage optique.

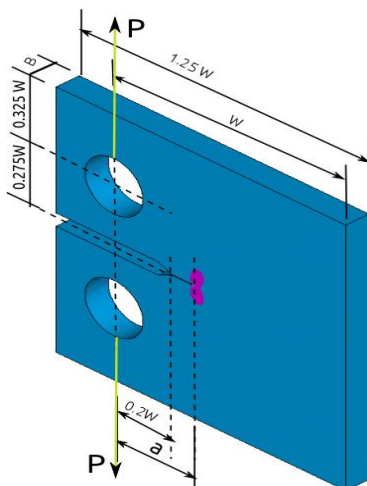


Figure 1. Eprouvette CT d'après la norme ASTM E647

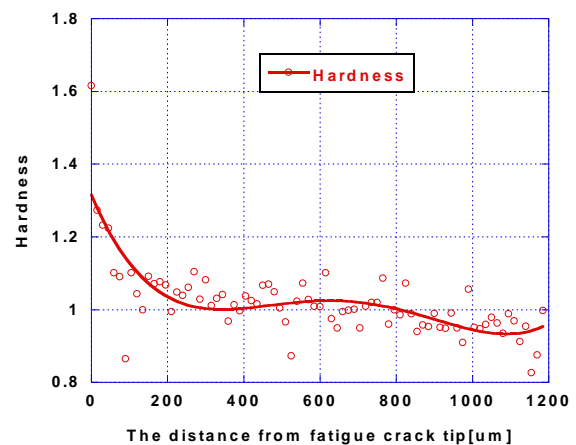


Figure 2. Dureté à partir de la pointe de fissure dans le prolongement de celle-ci

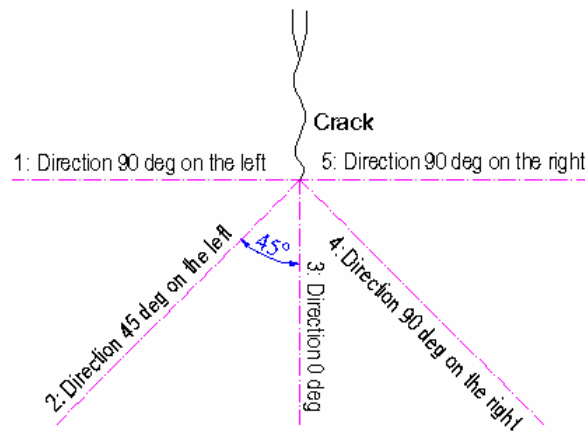


Figure 3 : Direction de nanoindentation par rapport à la fissure

### **Références**

- [1] B. Ould Chikh et al, “Influence of the cyclic plastic zone size on the propagation of the fatigue crack”. Computational Materials Science 43 (2008) 1010–1017
- [2] Shafique M.A. Khan et al. “A new criterion for mixed mode fracture initiation...”. International Journal of Plasticity. Volume 20, Issue 1, January 2004, Pages 55–84
- [3] K.Golos and B.Wasiluk, “Role of plastic zone in crack growth direction criterion under mixed mode loading”. International journal of Fracture: 102, 341-353, 2000
- [4] ASTM E647, “Standard Test Method for Measurement of fatigue crack growth rates”
- [5] ASTM STP 637, “Cyclic Stress-Strain and Plastic Deformation Aspects of Fatigue Crack Growth”



## Etude du micro-formage par extensométrie vidéo 3D

Pierre-Antoine DUBOS, Gwendoline FLEURIER, Eric HUG

Laboratoire CRISMAT/ENSICAEN/UCBN/CNRS, UMR 6508, 6bd du Maréchal Juin,  
14050 CAEN, [pierre-antoine.dubos@ensicaen.fr](mailto:pierre-antoine.dubos@ensicaen.fr), [gwendoline.fleurier@ensicaen.fr](mailto:gwendoline.fleurier@ensicaen.fr)

**Mots clés** : effets de taille, miniaturisation, micro-formage, chargements complexes, extensométrie vidéo 3D, essais Nakazima.

### Résumé

La miniaturisation croissante des dispositifs électromécaniques pousse à s'intéresser à leurs procédés particuliers de micro-formage. C'est pourquoi cette étude porte sur les effets de taille vis-à-vis de chargements complexes (expansion biaxiale et traction plane) sur le cuivre et le nickel de haute pureté. Pour cela, c'est le nombre de grains dans l'épaisseur de la tôle noté  $t/d$  (avec  $t$  l'épaisseur de la tôle et  $d$  la taille de grain) qui a été observé.

Pour mener à bien cette étude, les techniques expérimentales mises en œuvre sont tout d'abord l'EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) pour la caractérisation microstructurale des échantillons, puis la réalisation d'essais Nakazima couplés à un extensomètre vidéo 3D qui permet de suivre l'évolution de la déformation tout au long du chargement.

Il a donc été montré via une relation pseudo-Hall-Petch (force en fonction de l'inverse de la racine carrée de la taille de grain) qu'il existe un certain nombre de grains dans l'épaisseur de la tôle appelé  $t/d$  critique propre à chaque matériau, en dessous duquel les propriétés mécaniques se détériorent indépendamment du trajet de chargement. Cependant, celui-ci a une influence sur le niveau de déformation à partir duquel le  $t/d$  critique apparaît. Pour chaque métal, une carte des effets de taille pour les trajets de chargement étudiés a été tracée afin d'optimiser les conditions de micro-formage.



## Conjugated organic push-pull systems for nonlinear optics

H. EL OUAZZANI<sup>(1)</sup>, K. ILIOPOULOS<sup>(1)</sup>, O. KRUPKA<sup>(2)</sup>,  
V. SMOKAL<sup>(2)</sup> and B.SAHRAOUI<sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Institut des Sciences et Technologies Moléculaires d'Angers, MOLTECH ANJOU,  
CNRS UMR 6200, University of Angers, 2 Bd Lavoisier, 49045 Angers cedex

<sup>(2)</sup> Kyiv Taras Shevchenko National University, 60 Volodymyrska, 01033 Kyiv Ukraine

[hasnaa.elouazzani@univ-angers.fr](mailto:hasnaa.elouazzani@univ-angers.fr)

### Abstract

Recently polymer/azobenzene nonlinear optical (NLO) systems are widely investigated, as they can be of great importance for a variety of applications [1,2]. In this work, we present the experimental and theoretical studies of the linear and nonlinear optical properties (second and third order) of novel conjugated systems. The systems have different chain length with donor and acceptors units, which allowed us to study the dependence of the non linear properties on the charge transfer of the systems.

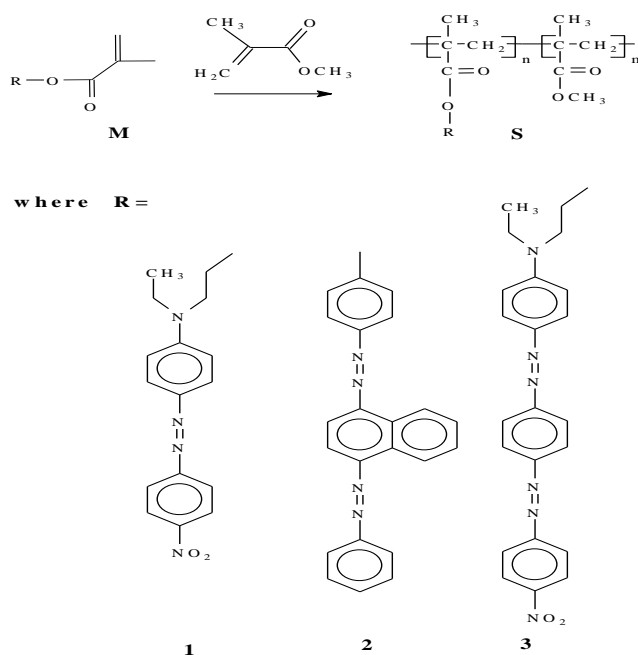


Figure 1: Structures of azopolymers.

Thin films of the systems S1, S2, and S3 were obtained by spin coating technique. The principle of deposition is based on a homogeneous spreading out of the solution on the rotating substrate with an angular speed of 800 rpm. We used as solvent 1,1,2- trichloroethane for the quality of thin film formation.

## NON LINEAR OPTICAL EXPERIMENTS

The second/third-order nonlinear optical response was studied by the SHG/THG Maker fringes setup in transmission employing the fundamental exit (1064 nm) of a 30 ps mode-locked Nd:YAG laser with 10 Hz repetition rate.

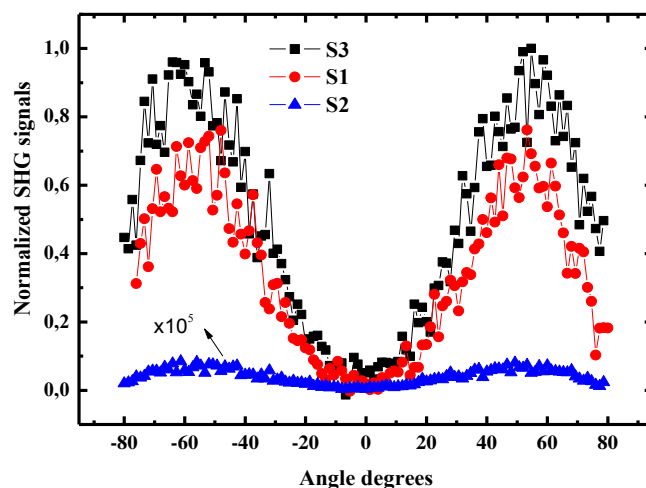


Figure 2: Normalized SHG Maker fringes curves enabling the comparison between the systems S1, S2, and S3 under identical experimental conditions.

Concerning the second order nonlinearity measurements have been carried out before and after orienting the molecules using the corona poling technique and by employing different polarizations of the laser beam.

## REFERENCES

- [1] Czaplicki, R.; Krupka, O.; Essaidi, Z.; El-Ghayoury, A.; Kajzar, F.; Grote, J. G.; Sahraoui, B. *Opt. Express* 2007, 15, 15268.
- [2] Gindre, D.; Boeglin, A.; Fort, A.; Mager, L.; Dorkenoo, K. D. *Opt. Express* 2006, 14, 9896.
- [3] H. El Ouazzani, K. Iliopoulos, M. Pranaitis, O.Krupka, V.Smokal, A. Kolendo, and B.Sahraoui, "Second- and Third-Order Nonlinearities of Novel Push-Pull Azobenzene Polymers", *J. Phys. Chem. B*, 2011, 115 (9), pp 1944–1949.

## Caractérisation structurale d'isolants fibreux bio-sourcés par tomographie aux rayons X

Rayane EL-SAWALHI, Jérôme LUX, Patrick SALAGNAC

Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement, Université de La Rochelle,  
Avenue Michel Crépeau, 17042 La Rochelle Cedex 1 France – [jerome.lux@univ-lr.fr](mailto:jerome.lux@univ-lr.fr)

**Mots clés :** laine de chanvre, segmentation d'images, tomographie rayons X, caractérisation de la microstructure.

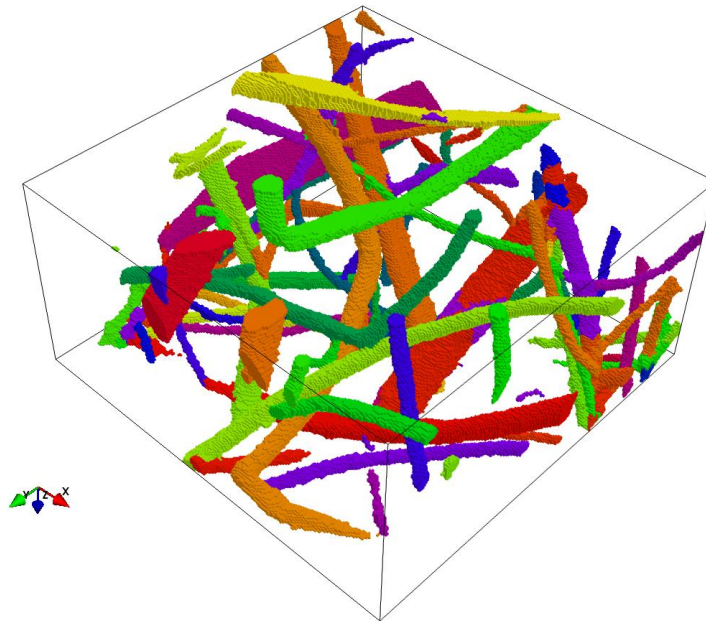
### Résumé

Depuis quelques années, l'utilisation de matériaux à base de fibres végétales (bois, chanvre, lin) pour l'isolation des bâtiments, connaît un essor important lié au développement de produits performants à faible impact environnemental. Contrairement aux laines minérales qui sont produites industriellement et dont les caractéristiques sont bien connues, les fibres végétales sont très hétérogènes et peu d'études ont été réalisées pour caractériser leurs propriétés macroscopiques (thermiques, mais aussi mécaniques). L'optimisation des propriétés de ces matériaux constitue un enjeu industriel et économique important qui passe par l'analyse de la relation entre le procédé de fabrication et leur microstructure.

Dans cette optique, la tomographie aux rayons X est un outil de choix pour l'analyse quantitative de la structure tridimensionnelle du réseau de fibres d'une part et fournit un support adéquat pour le calcul numérique des propriétés effectives d'autre part (conductivité thermique [1], diffusivité, perméabilité [2], etc.).

Dans ce travail, nous nous intéressons en particulier à la caractérisation d'isolants à base de chanvre. La tomographie est utilisée afin de reconstruire et visualiser en trois dimensions le réseau de fibres de la laine de chanvre. Des outils d'analyse d'images issues de la morphologie mathématique [3] sont tout d'abord mis en œuvre afin de mesurer certaines caractéristiques géométriques [4] comme la porosité, la distribution de taille des pores et de rayon des fibres, l'orientation locale [5] et les longueurs de corrélation. Afin d'analyser plus finement l'architecture du réseau fibreux, nous avons développé un algorithme de segmentation dédié aux milieux fibreux complexes pouvant présenter des fibres de tailles très différentes [6], comme c'est souvent le cas pour les composites à base de fibres naturelles. Cet algorithme, basé sur la carte des distances et le squelette de l'image, permet d'identifier chacune des fibres présentes dans l'image (Figure 1) et d'accéder par exemple à des paramètres comme le nombre de contacts entre fibres, la longueur, la tortuosité ou encore la distribution d'orientation des fibres.

Cet ensemble de données permet dans un premier temps de caractériser finement l'architecture du réseau de fibres ainsi que son anisotropie. Les mesures peuvent ensuite être exploitées afin de déterminer la taille d'un échantillon représentatif qui pourra être utilisé afin de calculer les propriétés thermo-physiques effectives directement sur l'image tomographique [1][2].



*Figure 1. Visualisation d'une image segmentée. Chaque fibre identifiée est colorée aléatoirement.*

### **Références**

- [1] J. Lux , A. Ahmadi ,C. Gobbé , C. Delisée, Macroscopic thermal properties of real fibrous materials : volume averaging method and 3D image analysis, Int. J. of Heat and Mass Transfer, Volume 49, Issues 11-12, (June 2006), pp. 1958-1973.
- [2] C. Delisée, J. Lux, J. Malvestio, 3D Morphology and Permeability of Highly Porous Cellulosic Fibrous Material
- [3] J. Serra, Image Analysis and Mathematical Morphology, New-York, Academic Press, (1982).
- [4] J. Lux, C. Delisée, X. Thibault, 3D characterization of wood based fibrous materials: an application, Image Analysis and Stereology, 25:25-35, (2006).
- [5] H. Altendorf, and D. Jeulin, 3D Directional Mathematical Morphology for Analysis of Fiber Orientations. Image Analysis & Stereology, [S.l.], v. 28, n. 3, p. 143-153, (may. 2011). ISSN 1854-5165.
- [6] J. Lux, Automatic segmentation and structural characterization of low density fiberboards. Accepted for publication in Image Analysis and Seterology, 2013.

## Etude microstructurale de la déformation par extrusion à froid d'un alliage d'aluminium AA5083

H. FRANCILLETTE<sup>(1)</sup>, A. GAVRUS<sup>(2)</sup>, D.T. PHAM<sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup>SCR/CM-INSA, UMR CNRS 6226

<sup>(2)</sup>LGCGM, EA 3913

INSA Rennes, Université Européenne de Bretagne,  
20 Avenue des Buttes de Coësmes, CS 70839, F - 35708 Rennes Cedex 7

[Henri.Francillette@insa-rennes.fr](mailto:Henri.Francillette@insa-rennes.fr), [Adinel.Gavrus@insa-rennes.fr](mailto:Adinel.Gavrus@insa-rennes.fr)

**Mots clés :** Extrusion à froid, Frottement, Aluminium, Diffraction des rayons X, EBSD.

### Résumé

Les alliages d'aluminium présentent une très bonne ductilité à la température ambiante ce qui permet leur utilisation dans divers applications industrielles, notamment pour la fabrication de pièces par des procédés de formage volumique. Leur comportement mécanique résulte de l'activation des systèmes de glissement à l'échelle des grains du polycristal qui conduisent à des mécanismes de durcissement liés à l'écrouissage intragranulaire et aux interactions intergranulaires.

Cette étude propose d'analyser le comportement rhéologique et tribologique d'un alliage de la nuance AA5083 à travers un procédé de mise en forme particulier représenté par une opération d'extrusion à froid. La géométrie du dispositif a été optimisée de manière à ce que l'on puisse étudier précisément l'influence des phénomènes de frottement au niveau du comportement mécanique et de la microstructure du matériau aux interfaces outil-pièce [1-2]. Ainsi, pour caractériser l'alliage, plusieurs techniques expérimentales ont été mises en œuvre : la microdureté Vickers afin de suivre localement les effets durcissant, la diffraction des rayons X pour suivre les évolutions de texture globales et la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) pour pouvoir comparer la microstructure de différentes zones : au centre du matériau où le comportement mécanique et la microstructure sont sensibles plutôt à la rhéologie, et au bord des éprouvettes où le comportement mécanique et la microstructure sont sensibles plutôt au frottement. Pour les textures globales, les figures de pôles expérimentales {111}, {200}, {220} et {311} ont systématiquement été déterminées à l'aide d'un diffractomètre Philips utilisant la radiation  $K\alpha_1$  du cuivre ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ). Les figures de pôles recalculées ont ensuite été déterminées à partir des mesures de bruit de fond et de défocalisation. Pour les mesures par EBSD les échantillons ont été préparés avec soin par polissage mécanique et chimique de manière à cartographier avec précision différentes zones.

Les cartographies et les figures de pôles déterminées par EBSD (Figure 1) mettent en évidence une influence marquée des phénomènes de frottement sur la dureté des substrats définissant l'interface métal-outil. En Figure 2, on montre ce qui se passe à 2 mm du bord et très près du bord. La morphologie des grains est plus perturbée au bord. De plus, on constate que dans cette zone il y a quantitativement beaucoup plus d'orientations dont les pôles de type {110} s'orientent selon la normale de la surface d'étude comparativement à l'autre zone. On a également peu d'orientations proches des directions de type {111} au bord.

Les composantes correspondant aux directions de type  $\{100\}$  sont aussi beaucoup moins présentes au bord surtout lorsqu'on effectue des comparaisons avec différentes cartographies à l'état initial. Les profils de microdureté Vickers mesurés dans des différentes zones ont permis de corroborer les changements microstructuraux. En effet, on a pu déterminer des augmentations de la dureté pouvant atteindre environ 50% dans la zone près du bord.

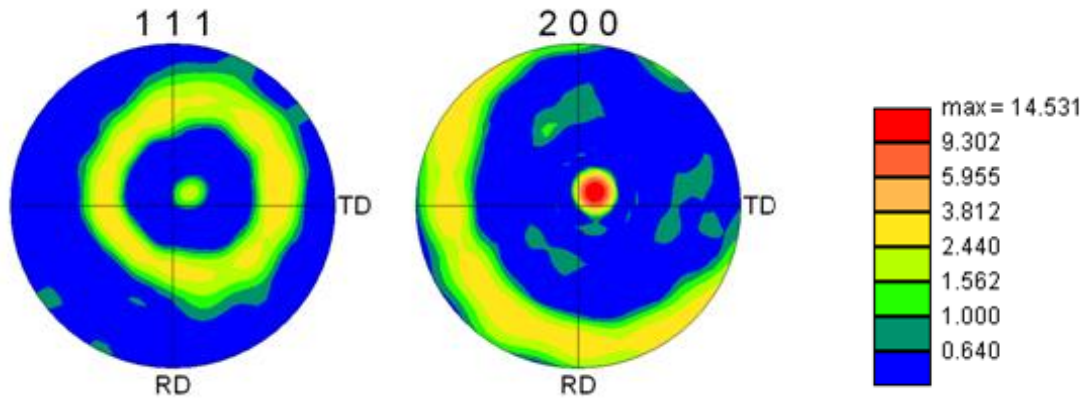


Figure 1 : Figures de pôles  $\{111\}$  et  $\{200\}$  dans une zone proche du bord (EBSB).

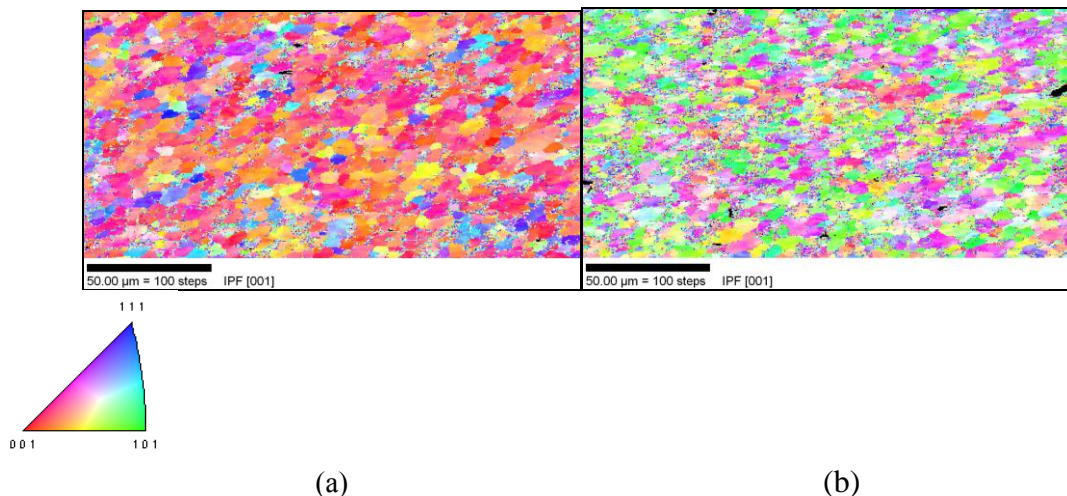


Figure 2 : Cartographies EBSD des orientations cristallines de la section extrudée : (a) à 2 mm du bord et (b) près du bord.

### Références

- [1] A. Gavrus, H. Francillette, D.T. Pham, “An optimal forward extrusion device proposed for numerical and experimental analysis of materials tribological properties corresponding to bulk forming processes”, Tribology International 47 (2012) 105-121.
- [2] A. Gavrus, D.T. Pham, H. Francillette, “Identification of friction parameters from the inverse analysis of a direct extrusion test”, International Conference on Advances in Materials and Processing Technologies, AIP Conference Proceedings, vol. 1315 (2011) 1455-1460.



## Durée de vie résiduelle des ponts métalliques anciens en fer puddlé

### Perspectives dans la modélisation des mesures par auto-échauffement : application aux rivets provenant du pont métallique de Louhans (1883)

Linamaría GALLEGOS MAYORGA <sup>(1,2)</sup>, Stéphane SIRE <sup>(3)</sup>, Sylvain CALLOCH <sup>(1)</sup>,  
Suzhe YANG<sup>(2)</sup>, Luc DIELEMAN<sup>(2)</sup>, Jean-Luc MARTIN<sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup> LBMS – Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes,  
ENSTA Bretagne, 2 rue François Verny, 29200 BREST.

<sup>(2)</sup> SNCF – Société Nationale des Chemins de Fer Français, Direction de l'ingénierie –  
Département des Ouvrages d'Art, 6 rue François Mitterrand, 93574 LA PLAINE – ST DENIS.  
[linamaria.gallegos\\_mayorga@sncf.fr](mailto:linamaria.gallegos_mayorga@sncf.fr)

<sup>(3)</sup> LBMS – Laboratoire Brestois de Mécanique et des Systèmes, UBO – Université de Bretagne  
Occidentale, 6 avenue le Gorgeu, 29200 BREST.

**Mots clés :** Auto-échauffement, durée de vie résiduelle, fatigue à grand nombre de cycles (HCF), fer puddlé, ouvrages d'art, rivetage à chaud.

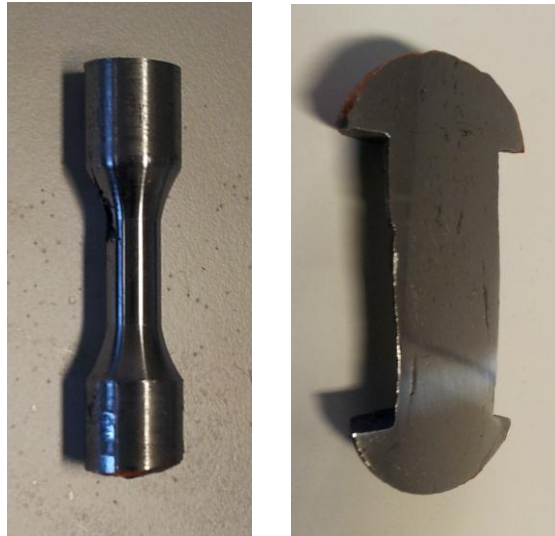
### Résumé

Largement utilisé entre la fin du XIX<sup>ème</sup> et le début du XX<sup>ème</sup> siècle comme méthode d'attache permanente, le rivetage à chaud est employé dans de multiples domaines où la sécurité et fiabilité des assemblages sont critiques. Parmi ces domaines, on trouve la construction et maintenance des ouvrages d'art ferroviaires. En considérant que la plupart de ces structures ont au moins 100 ans de service, la détermination de la vie résiduelle est d'une grande importance. D'où un modèle pertinent qui soit capable de décrire tel comportement (fatigue à grand nombre de cycles) doit être formulé.

Construit en fer puddlé entre 1880 et 1883, le pont de Louhans (structure rivetée à chaud) a été démoli en 2010. Certaines pièces ont été récupérées afin d'étudier le comportement des rivets aux chargements cycliques en utilisant la méthode de caractérisation par auto-échauffement [1]. Pour cela, des éprouvettes ont été usinées à partir des rivets provenant du pont et elles ont été soumises à des paliers de chargement croissants. Lors de chaque palier, la température maximale stabilisée de chaque éprouvette a été mesurée et son évolution a été étudiée. Avec ces données, un certain nombre de courbes d'auto-échauffement a été tracé et la présence d'un écart dû à l'hétérogénéité du matériau a été constatée.



**Figure 1 :** Le pont de Louhans



**Figure 2** : Éprouvettes usinées à partir des rivets du pont de Louhans.

Afin d'obtenir le comportement du fer puddlé aux chargements cycliques [2], un modèle utilisant des spécimens virtuels a été proposé en prenant en compte une approche probabiliste à deux échelles, où un « site » élasto-plastique (région dans laquelle la micro-plasticité arrive) est contenu dans une matrice élastique. Ce modèle est basé sur la détermination de la densité de dissipation à l'intérieur du matériau. Cette dernière découlera de l'expression donnée pour la dissipation dans chaque « site » qui dépendra cette fois-ci de la limite élastique ( $\sigma_y$ ) des inclusions et de l'amplitude de la charge imposée ( $\Sigma_0$ ). Pour le cas particulier du fer puddlé, les caractéristiques (mécaniques et géométriques) de ces inclusions seront décrites par distributions de Weibull.

Les résultats obtenus nous permettent de remarquer deux choses : les difficultés de la caractérisation d'un matériau hétérogène, orthotrope et fragile ainsi que de confirmer la méthode de caractérisation par auto-échauffement comme un outil efficace capable de diminuer la quantité nécessaire d'éprouvettes pour déterminer la limite à la fatigue à grand nombre de cycles. Cette étude nous donne également des informations importantes qui permettront de poursuivre une étude plus complexe des assemblages rivetés sur structure.

### **Références**

- [1] C. DOUDARD, Thèse de Doctorat : Détermination rapide des propriétés à la fatigue à grand nombre de cycles à partir d'essais d'auto-échauffement.
- [2] S. SIRE, C. DOUDARD et S. CALLOCH. Determination of the mean fatigue limit of a French railway bridge puddle iron by self-heating measurements under cyclic loadings, IABMAS 2012, Stresa (ITALY), July 2012

**Auteur principal** : Linamaría GALLEGOS MAYORGA, Doctorante.

E-mail : [linamaria.gallegos\\_mayorga@sncf.fr](mailto:linamaria.gallegos_mayorga@sncf.fr)

Tel : +33 1 55 93 31 68.

Stéphane SIRE, Docteur, [stephane.sire@univ-brest.fr](mailto:stephane.sire@univ-brest.fr)

Sylvain CALLOCH, HDR, [sylvain.calloch@ensta-bretagne.fr](mailto:sylvain.calloch@ensta-bretagne.fr)

Suzhe YANG, Docteur, [suzhe.yang@sncf.fr](mailto:suzhe.yang@sncf.fr)

Luc DIELEMAN, [luc.dieleman@sncf.fr](mailto:luc.dieleman@sncf.fr)

Jean-Luc MARTIN, [jean-luc.martin@sncf.fr](mailto:jean-luc.martin@sncf.fr)

## Extension of the applications of the bulge test experiment

Vincent GROLLEAU <sup>(1)</sup>, Gérard RIO <sup>(1)</sup>, Bertrand GALPIN <sup>(1,2)</sup>,  
Arnaud PENIN <sup>(1)</sup>

(1) LIMATB, Université de Bretagne Sud, Lorient, France

(2) CREC, Ecoles de St-Cyr–Coëtquidan, Ecoles Militaires de Coëtquidan, Guer, France

[vincent.grolleau@univ-ubs.fr](mailto:vincent.grolleau@univ-ubs.fr)

**Mots clés :** sheet metal, high strain rate, bulge test, multiaxial.

### Résumé

Metal sheets are subject to multi-axial and dynamic tensile loading during automobile crash tests or even stamping. Moreover, numerical modeling of crash tests is widely used in the automotive industry. It requires the use of a reliable constitutive model which can be used with large strains (up to 20%) and large strain rates in the range of  $1.s^{-1}$  to  $1000.s^{-1}$ . However, there are few experimental techniques that are able to test the material properties for both types of loading, i.e. uni-axial and bi-axial dynamic tensile loading. The aim of this work is to compare the strain rate sensitivity of a dual-phase steel –DP 450– under uniaxial and biaxial high strain rate loading conditions.

Uni-axial tensile tests are performed using the dynamic tensile test presented by Mouro et al. [1], and biaxial tests used the high strain rate bulge test presented by Grolleau et al. [2]. Samples are made of dual-phase steel, DP450, used for automotive industry, and machined from a 0.8 mm thick sheet. Quasi static tests are performed using the same geometrical conditions as the high strain rate one's, but the load is applied thanks to a hydraulic testing machine. A series of experiments has been carried out at an equivalent plastic strain rate in the range  $[10^{-3}; 700] s^{-1}$ . Uni-axial tests are performed thanks to a special SHPB set-up where tension is produced in a very similar way to what occurs with the classical compression technique. Loading is applied to the

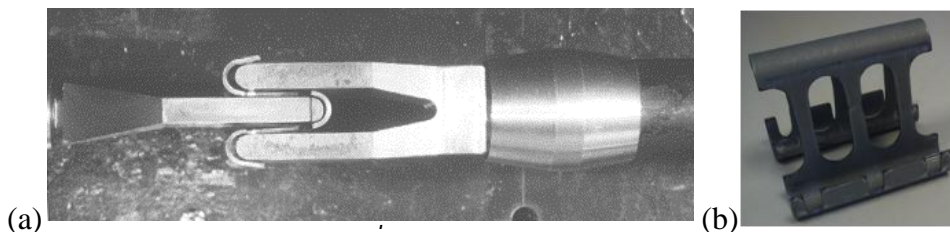


Figure 1 : (a) The hat specimen and special supports between the input and the output bars,  
(b) the shaped specimen.

incident bar in the form of a compressive wave and tension is induced in the specimen using a hat-shaped geometry (fig 1a). This set-up made it possible to obtain a constant impedance while the waves are traveling along the bars on both sides of the specimen. A specific insert, the "pusher", is connected to the tip of the input bar to load the bottom of the hat specimen. Likewise, a second insert, the "support" is connected to the output bar. As the incident and transmitter inserts cannot have the same cross section for geometrical reasons (see fig. 1a), the two bars do not have the same impedance. The specimen (fig.1b) is connected by means of screws to each external face of the support. The final shape of the initially flat-machined specimen is obtained by

means of a folding technique, taking care that no plastic strain of the necked area occurs, and lead to a six gage section specimen. To ensure satisfactory contact conditions right from the onset of the dynamic loading, the whole assembly is statically pre-stressed before the test.

A dynamic bulge testing cell for split Hopkinson pressure bar systems has been developed to perform high strain rate biaxial tensile tests on sheet metal [2], see fig. 2. The original idea is to make use of the input bar to apply and measure the fluid pressure in a dynamic bulging experiment. Careful analysis of the proposed testing system has demonstrated that conventional metallic bar systems cannot provide sufficient measurement accuracy. Instead, bars made from low impedance materials such as nylon must be employed. A custom-made nylon input bar has been employed to achieve a pressure measurement uncertainty of less than 0.5 %.

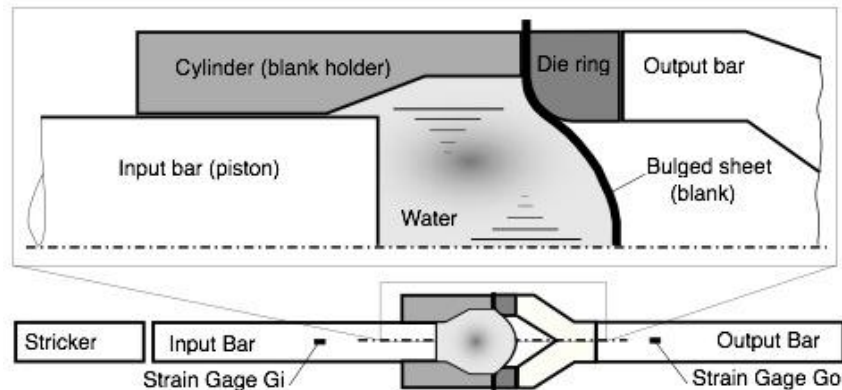


Figure 2 : axisymmetric bulge cell for dynamic testing

Detailed finite element models of the testing systems are been used to determine the parameters of a J2 rate-dependent plasticity model through inverse analysis. The parameters of the rate-dependent material model are then identified through inverse analysis to provide the best estimate of the experimental data time histories. The pressure-time history and the strain-time history are chosen to define the objective function of the inverse analysis algorithm. The optimal coefficients are found from minimizing the objective function using the gradient method of Levenberg-Marquardt.

Finally, the effect of strain rate on the inelastic behavior of DP450 steel is discussed. It appears that the strain rate sensitivity is well represented by a function of the equivalent plastic strain rate, and that the strain rate sensitivities are identical for the uni-axial and the bi-axial tensile tests performed. It may be concluded from this study that the proposed dynamic bulge testing technique provides an attractive alternative to conventional dynamic tensile tests.

### **Références**

- [1] V. Grolleau, G. Gary, D. Mohr ; Biaxial Testing of Sheet Materials at High Strain Rates Using Viscoelastic Bars ; *Experimental Mechanics*, vol. 48(3), 2008, 253-377.
- [2] P. Mouro, G. Gary, H. Zhao ; Dynamic tensile testing of sheet metal ; *EURODYMAT 2000* , J. Phys. IV, Vol. 10, PR9, Septembre 2000, pp 149-154.

## Étude mécanique de films minces nanostructurés sous déformation biaxiale contrôlée

R. GUILLOU<sup>1</sup>, E. LE BOURHIS<sup>1</sup>, P. GOUDEAU<sup>1</sup>, P.-O. RENAULT<sup>1</sup>, D. FAURIE<sup>2</sup>, C. MOCUTA<sup>3</sup>, D. THIAUDIERE<sup>3</sup>, G. GEANDIER<sup>4</sup>, F. HILD<sup>5</sup>

<sup>1</sup>*Institut PPRIME – CNRS/Université de Poitiers/ENSMA, Futuroscope, France*  
[raphaelle.guillou@univ-poitiers.fr](mailto:raphaelle.guillou@univ-poitiers.fr), [eric.le.bourhis@univ-poitiers.fr](mailto:eric.le.bourhis@univ-poitiers.fr)

<sup>2</sup>*LSPM – Université Paris 13, Villetaneuse, France*

<sup>3</sup>*Synchrotron SOLEIL, Gif sur Yvette, France*

<sup>4</sup>*IJL – CNRS/Université de Lorraine, Nancy, France*

<sup>5</sup>*LMT Cachan – ENS Cachan/CNRS/UPMC/PRES UniverSud Paris, Cachan, France*

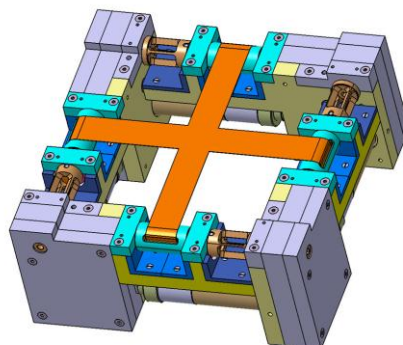
**Mots clés :** Films minces, synchrotron, propriétés mécaniques, nano-composite W/Cu

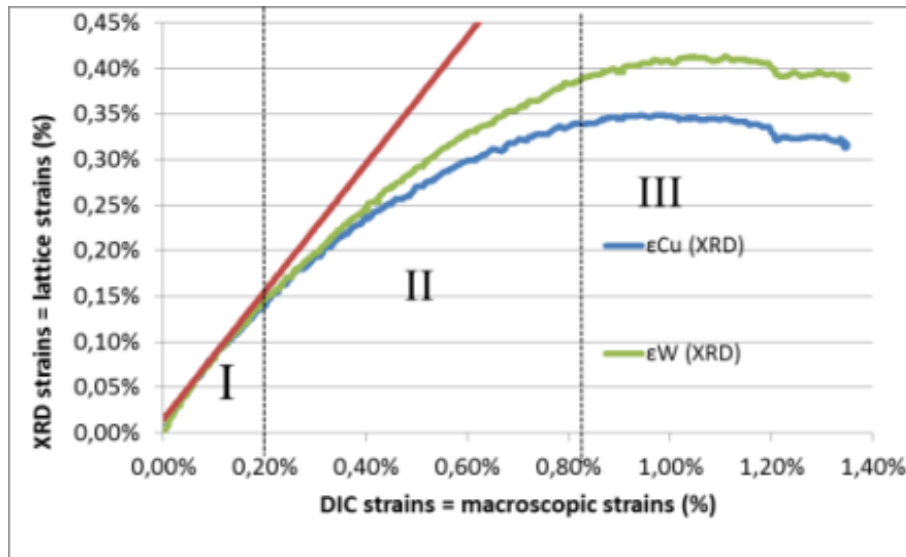
### Résumé

Les films minces sont utilisés dans diverses applications technologiques et notamment dans l'électronique flexible [1]. Les propriétés mécaniques des films minces dépendent de la microstructure de celui-ci (taille de grain, texture...). Dans le but de reproduire les conditions de chargement de ces matériaux lors de leur utilisation, nous avons effectué des essais de traction biaxiale contrôlée sur des composites constitués de films minces métalliques déposés sur des substrats polyimide (Kapton). Nous présenterons les résultats obtenus pour un essai equi-biaxial effectué sur un nano-composite de W/Cu. Le film a été obtenu par pulvérisation ionique et possède une épaisseur de 150 nm (7 x (6 nm W+18 nm Cu)).

Pour effectuer ces expériences, nous avons utilisé l'instrument de traction biaxiale de la ligne DiffAbs au synchrotron SOLEIL [2].

Pendant l'essai, les déformations appliquées dans le plan sont mesurées en même temps par diffraction des rayons X (pour la déformation élastique du film mince) et par corrélation d'images numériques (pour la déformation macroscopique du substrat). On peut alors tracer les déformations élastiques (dans les phases cristallines du film mince) en fonction de la déformation macroscopique du substrat [3].





Trois domaines de déformation ont été mis en évidence [4] :

**Domaine I:** Les déformations élastiques des sous couches de Cu et W sont égales à la déformation macroscopique du substrat. La déformation est transmise en intégralité à travers l'interface métal/polyimide: Ce domaine correspond au domaine élastique.

**Domaine II:** Les trois composants du composite continuent de se déformer mais la déformation du substrat est au-dessus des déformations élastiques des composants du film mince. Le tungstène se déforme plus élastiquement que le cuivre. Est-ce que la déformation du cuivre nanométrique devient plastique ? Y a-t-il amorçage de fissures ?

**Domaine III :** Les déformations élastiques mesurées par RX pour le W et le Cu possèdent un plateau et/ou décroissent alors que la déformation macroscopique continue d'augmenter : domaine de propagation des fissures.

## Références

- [1] R. Libanori, R.M. Erb, A. Reiser, H. Le Ferrand, M. J. Süess, R. Spolenak, A. R. Studart, Nat commun, 3, 1265 (2012)
- [2] G. Geandier, D. Thiaudière, R. N. Randriamazaoro et Al, Rev. Sci. Instrum. 81 (2010) 103903
- [3] S. Djaziri, P.-O. Renault, F. Hild, E. Le Bourhis, Ph. Goudeau, D. Thiaudière, D. Faurie, J. Appl. Cryst. 44 (2011) 1071-1079.
- [4] S. Djaziri, D. Faurie, E. Le Bourhis, Ph. Goudeau, P.-O. Renault, C. Mocuta, D. Thiaudière, F. Hild, Thin Solid Films, (2012) 30675.

## Utilisation d'un dispositif expérimental original pour la caractérisation d'un matériau PHA

Erwan GUITTON, Hervé LAURENT, Gérard RIO, Yves-Marie CORRE,  
Stéphane BRUZAUD, Yves GROHENS

*UNIVERSITÉ EUROPÉENNE DE BRETAGNE, Laboratoire d'Ingénierie des MATériaux de Bretagne (LIMATB), Université de Bretagne Sud - BP 92116 – 56321 Lorient Cedex, France*

[erwan.guitton@univ-ubs.fr](mailto:erwan.guitton@univ-ubs.fr)

**Mots clés :** Essais multiaxiaux, Biopolymère, PolyHydroxyAlcanoate (PHA), Calculs par éléments finis, Emballage alimentaire

### Résumé

In recent years, PolyHydroxyAlcanoate (PHA) appears as an attractive polymer for food packaging application because in addition of being thermoplastic, biodegradable, biocompostable and produced from renewable resources, it shows similar behavior in mechanical, thermal, and barrier properties comparable to the most used synthetic polymers from petrochemical industry [1]. To make this kind of polymer more attractive for food packaging industries, it is important to optimize their mechanical properties. The purpose of the present work is to investigate these properties to achieve information about its suitability in food service application.

Classically uniaxial tensile tests are used to determine the global mechanical properties of materials such as the Young modulus, the yield stress, the ultimate strength and the elongation to fracture. However, in addition to these information, structures design requires the material's 3D behavior to obtain better results with simulations by Finite Element Analysis (FEA). Indeed, it seems necessary to perform multiaxial loading conditions, such as tension (compression)-torsion with complex trajectories including proportional and non-proportional cycles, allowing to analyze materials under every paths. In such cases, the deviatoric plane can be totally scanned and the influence of the complicated loading history can be explored thanks to direction changing.

In this study, an original device has been developed to ensure these kinds of tests. Firstly, a new single specimen is designed for all tests to avoid the use of several sample shapes. Indeed, if the sample's shape changed it is hard to be sure that the structure is still the same, because the structure of a polymer is influenced by the specimen elaboration conditions and the cooling process management. Secondly, contrary to classical standard traction grip using squeezing method to lock and drive samples, blocking solutions are chosen to grip the specimen in all directions. These come from the desire to let the specimen, as far as possible, free of initial mechanical stresses. Furthermore, a digital image correlation technique is used to measure strains and analyze the homogeneity of the kinematic of the tests.

This experimental database is developed to determine the identification parameters of a 3D constitutive law, named Hyperelasto-Visco-Hysteresis model, incorporating hyperelasticity, viscosity and hysteresis aspects. This step is necessary to simulate food packaging parts by FEA.

First results and analysis will be presented as well as the validation of the experimental setup and methodology. The final aim of this work is to promote PHAs, innovative materials in terms of environmental impact.

This research was supported by the “Bretagne Region” and the “Conseil Général du Morbihan” in France. The authors would like to thank our Europlastiques industrial partner on this work.

### **Références**

[1] Y-M. Corre, S. Bruzard, J-L. Audic, Y. Grohens, *Morphology and functional properties of commercial polyhydroxyalkanoates: A comprehensive and comparative study*, Polymer Testing, 2012, 31, 226-235.



## Utilisation et caractérisation de la dissipation des alliages à mémoire de forme pour modéliser l'amortissement de la vibration de câbles de génie civil

Guillaume HELBERT <sup>(1)</sup>, Lamine DIENG <sup>(1)</sup>, Thibaut LECOMPTE <sup>(2)</sup>, Shabnam ARBAB CHIRANI <sup>(3)</sup>, Sylvain CALLOCH <sup>(4)</sup>, Philippe PILVIN <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup>SOA – IFSTTAR, Centre de Nantes - Route de Bouaye - BP: 4129, 44341 Bouguenais, France  
Tel. +332-40-33-40-82, Fax. +332-28-00-13-4, [lamine.dieng@lcpce.fr](mailto:lamine.dieng@lcpce.fr)

<sup>(2)</sup> LIMATB - Université de Bretagne Sud - Rue de Saint-Maudé,  
BP 92116 - 56321 Lorient Cedex, France

<sup>(3)</sup> LBMS - École Nationale d'Ingénieurs de Brest, Technopôle Brest-Iroise,  
CS 73862, 29238 Brest Cedex 3, France

<sup>(4)</sup>LBMS - École Nationale Supérieure des Ingénieurs des Études et Techniques d'Armement,  
2 rue François Verny, 29806 Brest Cedex 9, France

**Mots clés :** Alliages à Mémoire de Forme, Dissipation, Vibration, Amortisseurs, Génie Civil

### Résumé

Les structures à câbles de génie civil sont soumises à de sévères sollicitations mécaniques dans un environnement extérieur agressif. En particulier, la fatigue et le fretting-fatigue sont dus à des phénomènes d'instabilités aérodynamiques, provoquant la mise en vibration transversale des câbles. Pour allonger la durée de vie des câbles, il est donc préconisé d'installer des dispositifs permettant de renforcer le pouvoir amortissant intrinsèque des câbles. Les dispositifs, actuellement mis en place sur certains ouvrages d'art, s'avèrent être inefficaces voire même sévèrement détériorés pour de fortes valeurs de fréquences et d'amplitudes des oscillations. L'emploi de fils de NiTi, appartenant à la famille des Alliages à Mémoire de Formes (AMF), se présente comme un recours aux dispositifs actuels, de part leurs propriétés thermomécaniques. En particulier, les alliages à base de NiTi ont la possibilité de subir de grandes déformations réversibles tout en conservant une rigidité importante, et disposent d'un pouvoir de dissipation intrinsèque intéressant via le comportement hystérétique de la superélasticité. En effet, la transformation martensitique au sein des fils d'AMF est à l'origine d'une forte dissipation du travail mécanique en chaleur, qui se traduit donc par un fort pouvoir amortissant. De nouveaux systèmes amortisseurs ne reposant que sur l'effet superélastique de deux fils de NiTi sont testés dans les infrastructures de l'IFSTTAR-Nantes. Leur efficacité pour amortir un câble de pont de 50 m de long, soumis à une mise en vibration artificielle, est démontrée pour différentes configurations. L'étude proposée permet de faire le lien entre les caractéristiques mécaniques du matériau avec les propriétés d'amortissement du dispositif composé de ce même matériau. Ainsi, on se propose de caractériser la dissipation des fils de NiTi, dans le cadre d'un problème typique du génie civil. Pour cela, un modèle d'éléments finis du dispositif expérimental est étudié et un modèle de loi de comportement du fil de NiTi est présenté ainsi que les essais mécaniques servant de supports à ce dernier.

## **Références**

- [1] R Chaussin, Y Bournand, A Chabert, L Demilecamps, A Demonte, P Jartoux, P Labouret, D Le Gall, B Lecinq, D Lefaucheur, and C Neant. Cip recommendations on cable stays. Report, SETRA, Nov 2001.
- [2] V Torra, A Isalgue, G Carreras, F C Lovey, H Soul, P Terriault, and L. Dieng. Experimental study of damping in civil engineering structures using smart materials (niti sma): Application to stayed cables for bridges. In 1st International Conference on Mechanical Engineering (ICOME), page 6, virtual forum, 7th-21st May 2010.
- [3] M C Piedboeuf, R Gauvin, and M Thomas. Damping behaviour of shape memory alloys : strain amplitude, frequency and temperature effects. *Journal of Sound and Vibration*, 214(5):895–901, December 1998.
- [4] M Branco, L Guerreiro, KK Mahesh, and FM Braz Fernandes. Effect of load cycling on the phase transformations in niti wires for civil engineering applications. *Construction and Building Materials*, 36:508–519, 2012.
- [5] A Zbiciak. Dynamic analysis of pseudoelastic sma beam. *International Journal of Mechanical Sciences*, 52:56–64, October 2010.
- [6] O Ben Mekki and F Auricchio. Performance evaluation of shape-memory-alloy superelastic behavior to control a stay cable in cable-stayed bridges. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 46(1):470–477, 2011.
- [7] C Bouvet, S Calloch, and C Lexcellent. A phenomenological model for pseudoelasticity of shape memory alloys under multiaxial proportional and nonproportional loadings. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 23:37–61, Jan. - Fev. 2004.
- [8] HT Thai and S Kim. Nonlinear static and dynamic analysis of cable structures. *Finite Elements in Analysis and Design*, 47:237–246, 2011.
- [9] A-T Yu. Vibration damping of stranded cable. *Proceedings of the Society for experimental stress analysis*, 9:141–158, 1952.
- [10] G Dayananda and M Subba Rao. Effect of strain rate on properties of superelastic niti thin wire. *Material Science and Engineering A*, 486:96–103, 2008.
- [11] I Schmidt and R Lammering. The damping behaviour of superelastic niti components. *Material Science and Engineering A*, 378:70–75, 2004.

## Modélisation et simulation du comportement de plaques NiTi à gradient géométrique

Erwan KERGOURLAY <sup>(1)</sup>, Bashir SAMSAM SHARIAT <sup>(2)</sup>,  
Yinong LIU <sup>(2)</sup>, Gérard RIO <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Université de Bretagne Sud, Université Européenne de Bretagne, Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne, BP 92116, 56321 Lorient cedex, France, [gerard.rio@univ-ubs.fr](mailto:gerard.rio@univ-ubs.fr)

<sup>(2)</sup> The University of Western Australia, School of Mechanical and Chemical Engineering, Laboratory for Functional Materials, Crawley, WA 6009, Australia

**Mots clés :** Shape Memory alloy, NiTi, functionally graded material.

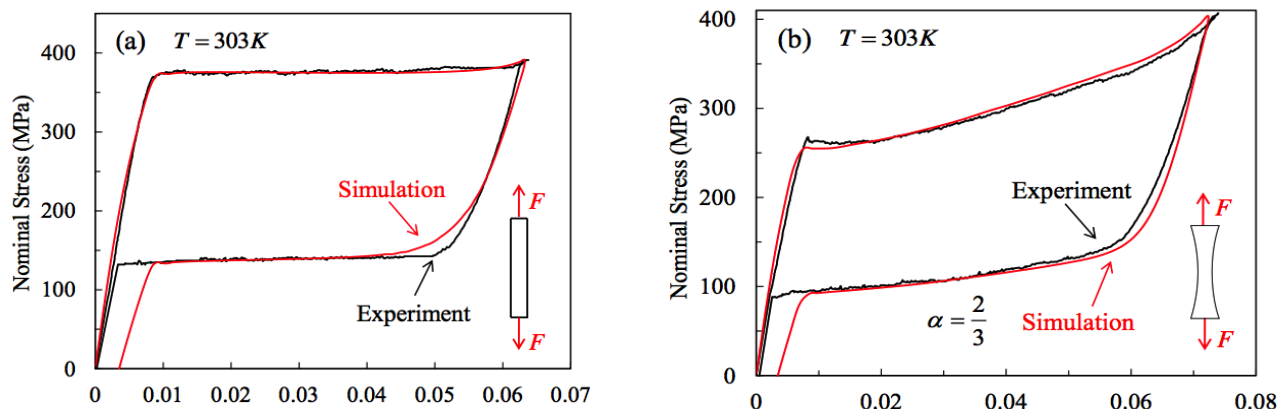
### Résumé

Pour améliorer la contrôlabilité de composants en alliage à mémoire de forme (SMA), il est intéressant de créer une large plage progressive de transformation austénite-martensite. Cette progressivité peut être obtenue par un comportement inhomogène issu soit d'un traitement thermique différencié spatialement [1-2], soit d'effets de structures dus à l'utilisation de géométries particulières [3-4], ce qui est l'objet du travail présenté.

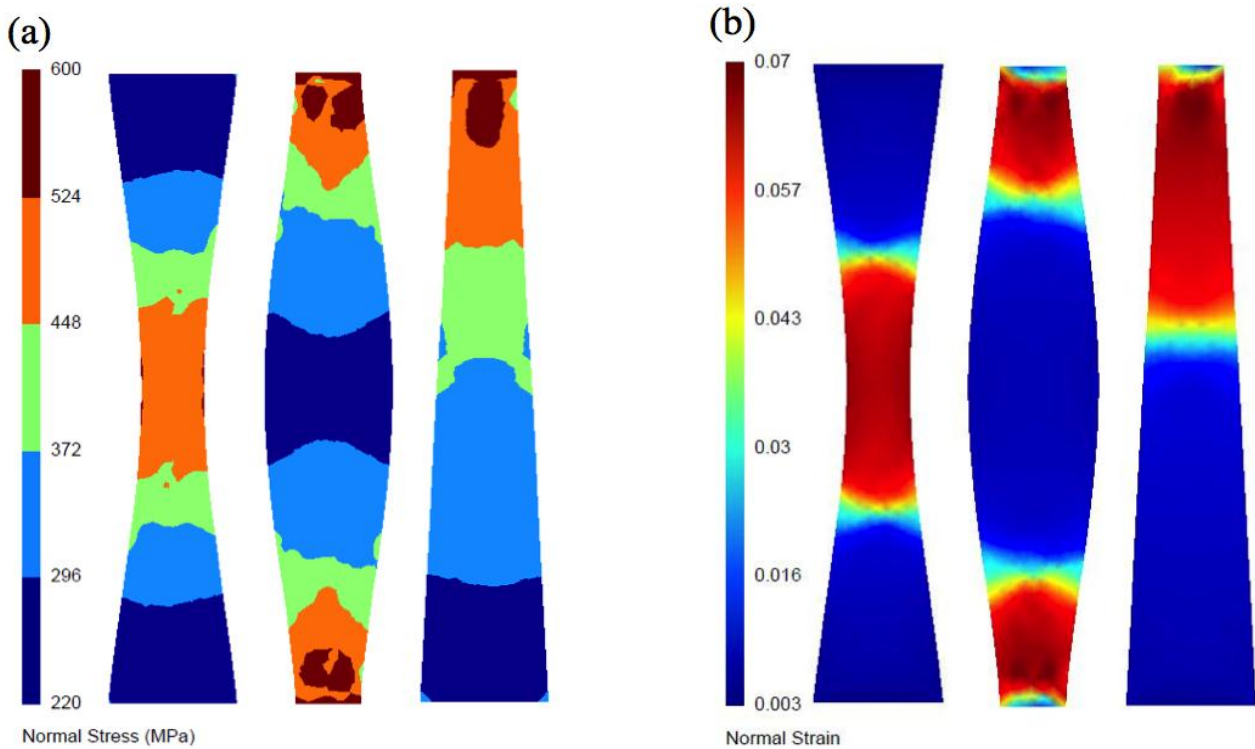
Le gradient géométrique conduit à des gradients de déplacement et des gradients en chargement de transformation dans la structure. Le travail présenté concerne une étude d'un alliage NiTi en phase superélastique.

Trois types de géométrie d'éprouvette plane à deux niveaux de température ont été retenus pour l'investigation expérimentale. Les éprouvettes ont ainsi une forme de bande plane, de largeur variable, contrôlée par une courbe d'évolution, linéaire ou quadratique, usinée par électroérosion.

Un premier modèle numérique 1D [4], permet d'estimer sous forme analytique, une réponse relativement précise de la structure. Un second modèle utilisant une simulation numérique par éléments finis [5] avec une loi d'élastohystérésis [6] permet d'approcher avec précision le comportement final de la structure. Dans tous les cas on observe que la forme des géométries retenues, conduit à éviter l'apparition d'un plateau pendant toute la transformation, rendant ainsi possible un contrôle en déplacement ou en effort de la structure. La pente de la réponse déplacement-effort peut être ajustée à l'aide des dimensions géométriques.



(a) Identification du modèle, (b) Comparaison avec l'expérimental pour une découpe concave.



Simulation de bandes en NiTi, à 3% de déformation nominale : (a) : contraintes normales, (b) : déformations normales.

## Références

- [1] A. S. Mahmud, H. Yang, S. Tee, G. Rio, and Y. Liu. Effect of annealing on deformation-induced martensite stabilisation of NiTi. *Intermetallics*, 2008, 16: 209-214.
- [2] B. S. Shariat, Y. Liu, and G. Rio. Thermomechanical modelling of microstructurally graded shape memory alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2012, 541: 407–414.
- [3] B. Samsam, Y. Liu and G. Rio. Computational modelling of deformation of NiTi plates with circular holes. *Mater. Sci. Forum*, 2010, 654-656: 2091-2094.
- [4] B. S. Shariat, Y. Liu and G. Rio. Mathematical modelling of pseudoelastic behaviour of tapered NiTi bars. *Journal of Alloys and Compounds*, 2012, <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.12.151>.
- [5] G. Rio. Herezh++: FEM software for large deformations in solids. Laboratoire d'ingénierie des matériaux de Bretagne (UEB-UBS), dépôt APP (Agence pour la Protection des Programmes) - Certification IDD.N.FR.010.0106078.000.R.P.2006.035.20600, 2011.
- [6] D. Favier, P. Guélin, P. Pegon. Thermomechanics of hysteresis effects in shape memory alloys *Mater. Sci. Forum*, 1990, 56-58: 559-564.

## La détermination de la transformation de phase dans les aciers métastables par la méthode de résistivité

Mohamed LAKRIT <sup>(1)</sup>, Laurent PINO <sup>(2)</sup>, Luc SAINT-SULPICE <sup>(2)</sup>,  
Shabnam ARBAB CHIRANI <sup>(2)</sup> and Sylvain CALLOCH <sup>(1)</sup>

(1) LBMS-ENSTA, 2, rue François Verny 29806 BREST CEDEX 9  
[, mohamed.lakrit@ensta-bretagne.fr](mailto:mohamed.lakrit@ensta-bretagne.fr)

(2) LBMS-ENIB, 945 Avenue du Technopole 29280 PLOUZANE

**Mots clés :** fraction volumique, austénite, martensite, résistance électrique, cinétique de transformation.

### Résumé

La microstructure des aciers métastables varie en fonction de l'histoire thermomécanique de ces derniers. Plusieurs phases peuvent exister dans un même matériau lors d'un chargement thermomécanique. Cette microstructure influence le comportement macroscopique de ce dernier. De ce fait, il s'avère indispensable de déterminer la fraction de chaque phase afin de comprendre la cinétique de transformation de phase. Toutefois, les techniques utilisées pour le suivi de la transformation de phase telle que la Diffraction de neutrons [1] ou de rayons-X [2] demande des moyens très coûteux. Notre étude, grâce à des mesures de résistance électrique, permet de déterminer la fraction volumique des différentes phases. Cette méthode de mesure s'avère moins coûteuse et fournit des résultats proches des deux méthodes citées ci-dessus. Le matériau que nous avons étudié est un acier inoxydable de type 301.

### Références

[1] P. Šittner, V. Novák, Experiment feedbacks in micromechanics modeling of thermomechanical behaviors of SMA polycrystals. Script. Mater. 51 (2004) 321-326.

[2] F. Bruneseaux, E. Aeby-Gautier, G. Geandier, J. Da costa Teixeira, B. Appolaire, P. Weisbecker, A. Mauro, In situ characterizations of phase transformations kinetics in the Ti17 titanium alloy by electrical resistivity and high temperature synchrotron X-ray diffraction, Mater. Sci. Eng. A 476 (2008) 60-68.



## Influence de la pression de travail sur la structure et les propriétés mécaniques de film Cr obtenus par pulvérisation

A. LE PRIOL<sup>(1,2)</sup>, E. LE BOURHIS<sup>(1)</sup>, P.-O. RENAULT<sup>(1)</sup>,  
P. MULLER<sup>(2)</sup> et H. SIK<sup>(2)</sup>

(1) Institut P', CNRS – Université de Poitiers, BP 30179, 86962 Futuroscope, France

(2) SAGEM Défense Sécurité – 72-74 rue de la Tour Billy, BP 72, 95101 Argenteuil, France

[arnaud.le.priol@univ-poitiers.fr](mailto:arnaud.le.priol@univ-poitiers.fr)

**Mots clés :** Film mince, chrome, microstructure, indentation

### Résumé

Les films minces de chrome sont réputés offrir de bonnes propriétés d'adhésion et de résistance à la corrosion. L'effet de la pression de travail est reporté comme l'un des paramètres majeurs de l'élaboration d'un film métallique, influençant de nombreuses propriétés dont les contraintes résiduelles du film et la composante de texture. Le contrôle des contraintes résiduelles est un paramètre important car celles-ci affectent la tenue mécanique du matériau et la fiabilité d'un assemblage.

Des analyses de contraintes résiduelles (par Diffraction des Rayons X) et de la microstructure (Texture et observations MET) des films minces de chrome ont été réalisées afin de définir les conditions d'élaboration optimums pour incorporer celui-ci dans un assemblage existant. Une transition des contraintes résiduelles de compression à tension est observée suivie d'une relaxation lorsque la pression de travail est augmentée.

Outre l'effet sur les contraintes résiduelles, la pression de travail influence également la composante de texture du film. Une composante de texture {110} est attendue pour un matériau à structure cristallographique cubique centrée, celle-ci est bien retrouvée à basse pression pour le film mince de chrome et s'atténue à haute pression pour laisser place à une composante de texture {111} inattendue. L'apparition de fortes contraintes de compression et le développement de la texture de fibre {110} liés au bombardement très énergétique à faible pression engendrent un film mince de Cr possédant une dureté élevée. L'augmentation de la pression de travail diminuant l'énergie des atomes pulvérisés arrivant à la surface de l'échantillon engendre d'une part une diminution des contraintes de compression et d'autre part une évolution de la composante de texture. Un film mince de chrome possédant un état de contrainte en tension et une texture de fibre {111} présente une dureté relativement faible.





## Caractérisation multiaxiale des élastomères pour la modélisation du comportement de pièces de suspension moteur en grandes déformations et basses fréquences

Anne-Sophie LECTEZ<sup>(1,2)</sup>, Erwan VERRON <sup>(1)</sup> , Bertrand HUNEAU <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> LUNAM Université, Ecole Centrale de Nantes, GeM-UMR CNRS 6183, Nantes

<sup>(2)</sup>RENAULT, DIESC, 1, avenue du Golf, Guyancourt

[anne-sophie.lectez@ec-nantes.fr](mailto:anne-sophie.lectez@ec-nantes.fr), [erwan.verron@ec-nantes.fr](mailto:erwan.verron@ec-nantes.fr)

**Mots clés** : élastomères, stéréo-corrélation, grandes déformations.

### Résumé

La validation d'un nouveau système de suspension du moteur ou de la ligne d'échappement d'un véhicule nécessite des essais sur véhicules et bancs, couplés avec des étapes de calcul. Or, la réduction des coûts et délais de développement des nouveaux véhicules impose de minimiser le nombre de prototypes et d'essais, au profit de la simulation ; d'où la nécessité de développer les outils de calcul.

Plus exactement, une modélisation du comportement mécanique des élastomères constituant les pièces anti-vibratoires plus précise que ce qui se fait actuellement est nécessaire. Alors que les outils actuels pour la prédiction du comportement du véhicule intègrent des lois « filiformes » effort/débattement pour modéliser le comportement des pièces, l'objectif est de construire des macro-éléments implantables dans les outils de simulation multi-corps, à partir d'essais cycliques multiaxiaux.

Le travail préparatoire à ces essais est constitué de quatre étapes principales :

1. Tout d'abord une éprouvette de traction/torsion (Figure 1) a été conçue en suivant des règles de dimensionnement régies par des objectifs d'homogénéité, de stabilité, de plage de déformations d'une part, et par la machine d'essais utilisée d'autre part ;



Figure 1 : Vue 3D de l'éprouvette conçue pour les essais de traction – torsion.

- Parallèlement à cela, des essais sur véhicule ont été réalisés afin d'enregistrer les débattements, efforts et fréquences vus par la pièce pour tous les tronçons de route standards.

- Les sollicitations à appliquer sur l'éprouvette sont calculées via les modèles éléments finis de celle-ci et de la pièce, afin de reproduire les états de déformation les plus sévères via les invariants du tenseur de Hencky [1].

- Des essais de stéréo-corrélation d'images sur une éprouvette sollicitée en traction-torsion permettent de déterminer la relation entre les déplacements axiaux et angles appliqués par la machine et les déformations locales au niveau de la zone utile de l'éprouvette.

Une loi de comportement hyperélastique sera ensuite identifiée afin de représenter au mieux les essais multiaxiaux quasi-statiques [2]. Enfin, une base de données d'essais dynamiques multiaxiaux autour d'une précharge sera constituée, à partir de laquelle sera identifiée une loi visco-hyperélastique [3].

### **Références**

[1] Criscione, J. C., Humphrey, J. D., Douglas, A. S., Hunter, W. C., "An invariant basis for natural strain which yields orthogonal stress response terms in isotropic hyperelasticity." *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 48 (2000) 2445 – 2465.

[2] Rivlin, R. S., & Saunders, D. W., "Large Elastic Deformations of Isotropic Materials.VII. Experiments on the Deformation of Rubber." *Royal Society of London Philosophical Transactions Series A* 243 (1951 ) 251-288.

[3] Haupt, P. and Sedlan, K., "Viscoplasticity of elastomeric materials: experimental facts and constitutive modelling." *Archive of Applied Mechanics* 71 (2001) 89-109.

## Elastic behavior of a polystyrene open-cell foam

L. MAHEO<sup>1,2</sup>, P. VIOT<sup>3</sup>, D. BERNARD<sup>4</sup>, A. CHIRAZI<sup>4</sup>, G. CEGLIA<sup>5</sup>, O. MONDAIN-MONVAL<sup>5</sup>, V. SCHMITT<sup>5</sup>

<sup>1</sup>LIMATB – Université de Bretagne-Sud, rue Saint Maudé BP 92116, 56321 Lorient cedex  
[laurent.maheo@univ-ubs.fr](mailto:laurent.maheo@univ-ubs.fr)

<sup>2</sup>CREC – Ecoles de Saint-Cyr Coëtquidan, 56381 Guer cedex

<sup>3</sup>I2M, Arts et Metiers ParisTech, esplanade des Arts et Métiers, 33405 Talence.

<sup>4</sup>ICMCB, Université de Bordeaux, 87 avenue Schweitzer, 33608 Pessac.

<sup>5</sup>CRPP, Université de Bordeaux, 115 avenue Schweitzer, 33600 Pessac.

**Keywords :** Foams, Image analysis, Elastic behavior, Nano-structure, Modelling.

### Abstract

The mechanical properties of cellular materials are still the object of theoretical and experimental investigations [1, 2]. In particular, due to a lack of experimental techniques to produce foams of independently controlled size and relative density in the micrometric range, the variation of their elastic response as a function of the cell size has not made the object of systematic studies, except in [3, 4]. In this work, the elastic behavior of open-cell foams was studied as a function of the relative density and the size of the spherical interconnected porosities.

For this study, a chemical procedure is established to produce polystyrene open-cell foams of different relative densities and with several average diameters of cells. The preparation of the cellular material of controlled cell size is based on the formulation of calibrated Polymerized-Internal-Phase Emulsion [5, 6].

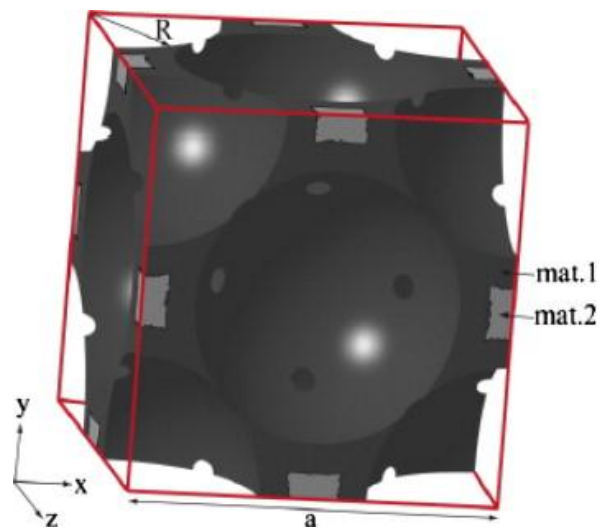
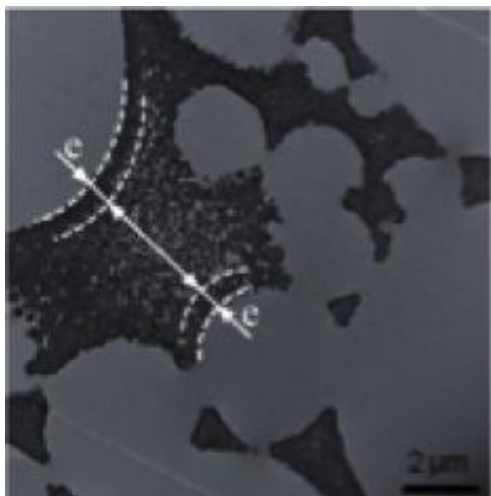


Figure 1: TEM image of the structure of an open-cell foam.

Figure 2: FEM modeling of the open-cell foam.

Transmission electron microscopy (TEM, Hitachi H600) observations (Figure 1) show that the polymerized zones had a heterogeneous texture that was nano-porous in the center of the strut. We believe that this difference of texture reflected different polymerization modes inside the walls. From these observations, a simplified model of the material can be proposed, assuming that the struts of the cells are constituted of two different materials. A first material located at the surface of the cell surrounds a second nano-porous material that is mainly localized in the center of the strut. It can be considered that the outer layer is characterized by a thickness  $e$  (Figure 1). The determination of this thickness and other parameters have been studied and discussed.

The behavior of the cellular material was studied for different values of cell diameter and for different relative densities or solid fractions. The global behavior of the foam depends on the cell size, especially the elastic modulus. This result is in sharp contrast with the Gibson and Ashby model that predicts no dependence of elastic modulus with cell size [7].

In a first step, the analytical Gibson-Ashby (GA) model [7] has to be reconsidered to take into account the multi-scale structure of this cellular material. The equation of the GA model can be reconsidered by taking into account the specific structure of the cell strut. The size of the cell is then characterized by its length  $l$  and the square section of an edge by its side  $t$  and the thickness  $e$  of the skin of material 1. The density of the cell,  $\rho_f$ , and its elastic rigidity,  $E_f$ , must be recalculated by considering the local density,  $\rho_i$ , and the elastic modulus,  $E_i$ , of each material,  $i$ , constituting the beams of the cellular material. Considering material 1 as the reference material, the previous expression can be modified to look like the relation proposed by Gibson and Ashby:

$$\frac{E_f}{E_1} \propto \left(\frac{\rho_f}{\rho_1}\right)^2 \frac{\left[1 - \left(1 - 2\frac{e}{t}\right)^4 + \frac{E_2}{E_1} \left(1 - 2\frac{e}{t}\right)^4\right]}{\left[1 - \left(1 - 2\frac{e}{t}\right)^2 + \frac{\rho_2}{\rho_1} \left(1 - 2\frac{e}{t}\right)^2\right]^2}$$

In a second step, numerical simulations of the compression of this open-cell foam has been performed. A face-centered cubic (Figure 2) and a body-centered cubic packings were chosen for the localization of the porosities and can be considered as representative volumes. Numerical and analytical results were compared and show good agreement with experiments.

## References

- [1] Mills, N.J.; Gilchrist, A.; Properties of bonded-polypropylene-bead foams: data and modelling, *J Mater Sci*, 42:3177–3189, 2007.
- [2] Viot, P.; Bernard, D.; Plougonven, E.; Polymeric foam deformation under dynamic loading by the use of the microtomographic technique, *J Mater Sci* 42:7202–7213, 2007.
- [3] Yu, H.; Guo, Z.; Li, B.; Yao, G.; Luo, H.; Liu, Y.; Research into the effect of cell diameter of aluminium foam on its compressive and energy absorption properties, *Mater Sci Eng A* 454-455:542–546, 2007.
- [4] Deqing, W.; Weiwei, X.; Xiangjun, M.; Siyuan, S.; Cell structure and compressive behavior of an aluminium foam, *J Mater Sci* 40:3475–3480, 2005.
- [5] Cameron, N.; Sherrington, D.; *Biopolymers Liquid Crystalline Polymers Phase Emulsion*, Springer Verlag 163–214, 1996.
- [6] Mabile, C.; Leal-Calderon, F.; Bibette, J.; Schmitt, V.; Monodisperse fragmentation in emulsions: mechanisms and kinetics, *Europhys Lett* 61:708–714, 2003.
- [7] Gibson, L.J.; Ashby, M.F.; *Cellular solids. Structure and properties*, Cambridge University Press, 175–234, 1997.

## Caractérisations avancées du soudage : cas de la thermographie IR et de l'imagerie haute-vitesse

Pascal PAILLARD<sup>1</sup>, Alexandre BENOIT<sup>1,2</sup>, Thierry BAUDIN<sup>2</sup>, Jean-Baptiste MOTTIN<sup>3</sup>, Frédéric DESCHAUX-Beaume<sup>4</sup>, Fabien SOULIE<sup>4</sup>

(<sup>1</sup>) Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN), CNRS Université de Nantes, Site de la Chantrerie, Polytech Nantes, BP 50609, 44306 Nantes Cedex3, [pascal.paillard@univ-nantes.fr](mailto:pascal.paillard@univ-nantes.fr)

(<sup>2</sup>) Université Paris-Sud, ICMO, UMR CNRS 8182, Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Bâtiment 410, 91405 Orsay cedex.

(<sup>3</sup>) SNECMA - Usine de Châtellerault - Z.I. Nord - rue Maryse Bastié BP 129 - 86101 Châtellerault Cedex

(<sup>4</sup>) Laboratoire de Mécanique et de Génie Civil de Montpellier (LMGC), CRNS Université de Montpellier 2, CC 048 Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier cedex 5

**Mots clés :** Soudage, métallurgie, procédé MIG, thermographie infra rouge, caméra très grande vitesse.

### Résumé

La modélisation et la simulation des procédés de soudage passent par une caractérisation fine de ces procédés. En effet, une bonne connaissance des transferts de métal, des énergies de soudage et des interactions de l'arc électrique avec la matière permet d'optimiser les termes sources des simulations. Les travaux de thèse d'Alexandre Benoit ont porté sur le développement du soudage MIG CMT<sup>®</sup> (Cold Metal Transfer) pour la réparation de pièces aéronautiques en alliages base aluminium 6061. Au cours de cette étude, nous avons mis en place, simultanément au cours de l'opération de soudage, des mesures du champ thermique dans la pièce par thermographie infra rouge multi spectrale à grande vitesse, des mesures fines des paramètres électriques et une visualisation du transfert de métal dans l'arc électrique. Nous présentons aussi des résultats comparatifs pour différents procédés de soudage : MIG, MIG pulsé, MIG CMT pulsé, MIG CMT et TIG.

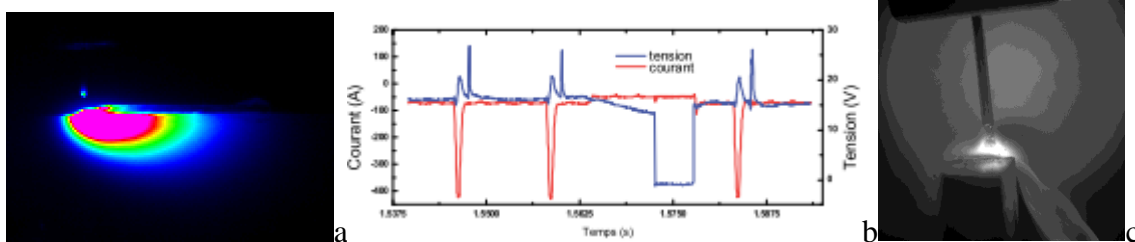


Figure 1 : Soudage MIG CMT pulsé d'un alliage 6061 - mesure du champ thermique dans la tôle par thermographie infra rouge rapide multi-spectrale (a), mesure du signal électrique (b) et observation à l'aide d'une caméra à grande vitesse du transfert de métal dans l'arc électrique (c).



# Comportement mécanique de tôles métalliques ultra-minces en traction et cisaillement simple

C.H. PHAM, S. THUILLIER, P.Y. MANACH

LIMATB, Université de Bretagne-Sud - rue de Saint Maudé BP 92116 F-56321 Lorient Cedex  
Tél. +33297874570

[cong-hanh.pham@univ-ubs.fr](mailto:cong-hanh.pham@univ-ubs.fr), [sandrine.thuillier@univ-ubs.fr](mailto:sandrine.thuillier@univ-ubs.fr), [pierre-yves.manach@univ-ubs.fr](mailto:pierre-yves.manach@univ-ubs.fr)

**Mots clés :** tôle ultra-mince, comportement mécanique, traction, cisaillement simple

## Résumé

L'objectif général de ce travail de thèse est l'étude expérimentale et numérique du vrillage de pièces en forme de U, de longueur 100 mm et d'épaisseur 0,15 mm [1]. Les caractéristiques mécaniques des tôles ultra-minces utilisées jouent un rôle très important en emboutissage et retour élastique et sont fournies par des essais mécaniques comme la traction et le cisaillement simple. Toutefois, la faiblesse de l'épaisseur des éprouvettes provoque des difficultés expérimentales comme le glissement de l'éprouvette dans les mors ou le phénomène de flambage en cisaillement. Cette présentation est centrée sur le comportement mécanique en conditions quasi-statiques et à température ambiante, en traction et cisaillement simple, de tôles en acier inoxydable d'épaisseur 0,15 mm et dans un deuxième temps, sur l'identification des paramètres matériau.

Les essais de caractérisation ont tous été menés sur une machine d'essai INSTRON 8803 d'une capacité de 500 kN. Les mesures d'efforts sont effectuées par une cellule de force de 50 kN avec une précision de  $\pm 0,1\%$  de la force affichée.

Des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes rectangulaires de dimensions 14 x 70 mm<sup>2</sup>. Les essais de traction monotone jusqu'à rupture sont réalisés dans la direction de laminage (DL). Les mesures de déformation sont réalisées en utilisant une technique de corrélation d'images numériques avec le logiciel Aramis (GOM GmbH), avec une précision sur la mesure de l'ordre de  $5 \cdot 10^{-4}$ .

Les essais de cisaillement simple sont réalisés sur des éprouvettes rectangulaires de dimensions 28 x 18 mm<sup>2</sup>. La largeur utile  $h$  (distance entre les deux mors) est égale à 1,4 mm pour éviter le phénomène de flambage. Des essais jusqu'à rupture et des essais d'inversion de la charge sont réalisés, pour caractériser le comportement en cisaillement ainsi que la contribution cinématique de l'érouissage du matériau. La déformation en cisaillement est également mesurée avec le système de corrélation d'images.

Une loi de comportement avec érouissage mixte associé à un critère de plasticité isotrope (von Mises) est retenue pour cette étude. Une identification directe des paramètres de la loi de comportement est effectuée, en utilisant un cube élémentaire d'un côté 1 mm défini dans le logiciel Abaqus et des conditions aux limites telles que l'essai soit homogène. La loi d'érouissage mixte est la combinaison de la loi d'érouissage isotrope non-linéaire de type Voce ( $\sigma_0$ ,  $Q$ ,  $b$ ) et la loi d'érouissage cinématique de Chaboche-Ziegler ( $C_i$ ,  $\gamma_i$  avec  $i = 1, 2, 3$ ). Ces neuf paramètres sont déterminés en utilisant la base de données des essais de traction et cisaillement simple et vérifiés par l'essai d'inversion de la charge en cisaillement pour différentes valeurs de pré-déformation. Le comportement mécanique du matériau est bien décrit par cette loi de comportement.

## Références

[1] C.H. Pham, S. Thuillier, P.Y. Manach; Twisting analysis of very thin metallic sheets; submitted in Journal of Materials Processing Technology (2013)





## **Etude expérimentale, théorique et numérique du module élastique d'un composite chaux-chanvre**

Thanh Hung PHAM, Julien FEREC, Vincent PICANDET, Philippe PILVIN

*Laboratoire d'Ingénierie des MATériaux de Bretagne (LIMATB),  
Université de Bretagne-Sud, Université Européenne de Bretagne  
Centre de Recherche Christiaan Huygens, BP 92116, 56321 LORIENT Cedex*

[thanh-hung.pham@univ-ubs.fr](mailto:thanh-hung.pham@univ-ubs.fr), [julien.ferec@univ-ubs.fr](mailto:julien.ferec@univ-ubs.fr),  
[vincent.picandet@univ-ubs.fr](mailto:vincent.picandet@univ-ubs.fr), [philippe.pilvin@univ-ubs.fr](mailto:philippe.pilvin@univ-ubs.fr)

**Mots clés :** Module d'élasticité, Chanvre, Chaux, Composites, Homogénéisation, Eléments finis.

### **Résumé**

Le béton de chanvre est un matériau de construction qui présente l'avantage d'être performant pour ses propriétés thermiques lors de son utilisation, et sur le plan environnemental dans la globalité de son cycle de vie. Ses propriétés mécaniques, quant à elles, diffèrent à bien des égards des matériaux traditionnels de construction. Cette étude présente l'effet des inclusions végétales sur les modules d'élasticité de composites chaux-chanvre. Des approches théoriques et numériques sont confrontées aux résultats expérimentaux obtenus pour des pâtes de chaux avec des concentrations volumiques de chènevotte allant de 0 à 35%.

Les modules d'élasticité sont déterminés par des essais de compression : les allongements axial et circonférentiel sont mesurés par un outil spécialement développé pour ce type de matériau. Sur le plan numérique, les simulations effectuées par éléments finis en 3D s'intéressent au comportement mécanique d'une matrice comportant des inclusions sphériques disposées selon plusieurs configurations (périodiques ou aléatoires). La surestimation des prédictions numériques vis-à-vis des observations expérimentales est attribuée à la non prise en compte de l'ensemble de la porosité du matériau dans les simulations. La dernière partie de l'étude propose des solutions théoriques déduites des méthodes d'homogénéisation classiques (Mori-Tanaka, auto-cohérent et Hashin-Shtrikman). La cohérence des résultats obtenus valide l'application des théories utilisées aux composites chaux–chanvres étudiés.



## Fissuration par fatigue du caoutchouc naturel : étude expérimentale au synchrotron soleil

Pierre RUBLON (<sup>1,2</sup>), Bertrand HUNEAU (<sup>1</sup>), Erwan VERRON (<sup>1</sup>)

(<sup>1</sup>) LUNAM Université, Ecole Centrale de Nantes, GeM-UMR CNRS 6183, Nantes

(<sup>2</sup>) Michelin, Centre Technique de Ladoux, Clermont-Ferrand

[pierre.rublon@ec-nantes.fr](mailto:pierre.rublon@ec-nantes.fr), [bertrand.huneau@ec-nantes.fr](mailto:bertrand.huneau@ec-nantes.fr)

**Mots clés :** caoutchouc naturel, cristallisation sous tension, fissure.

### Résumé

Le caoutchouc naturel (NR) présente d'excellentes propriétés mécaniques notamment sa résistance à la fissuration en fatigue [1]. Il est aujourd'hui largement accepté que cette propriété est liée au phénomène de cristallisation sous tension, et plus particulièrement en pointe de fissure. Certains auteurs ont étudié par le passé la zone cristallisée en pointe de fissure. Cependant, ces études sont peu nombreuses et ne s'intéressent qu'à des fissures sous chargement quasi-statique, et non en fatigue [2].

Dans la présente étude, les caractéristiques de la cristallisation sous contrainte du NR sont mesurées en temps réel au voisinage de la pointe d'une fissure, au cours d'un essai de fatigue in-situ au synchrotron Soleil (ligne DiffAbs) [3]. L'utilisation du rayonnement synchrotron permet de réduire le temps d'exposition nécessaire à l'obtention d'un cliché de diffraction et de réaliser ainsi une « cartographie » de la cristallinité autour de la pointe de fissure. Ces mesures sont effectuées sans arrêter l'essai de fatigue, en enregistrant chaque cliché de diffraction au maximum de déplacement de chaque cycle, l'éprouvette se déplaçant alors par rapport au faisceau entre deux mesures pour acquérir le prochain cliché au point suivant de la cartographie, comme le résume la figure 1.

Ces cartographies permettent alors de délimiter la zone cristallisée autour de la pointe de fissure de fatigue, d'en déterminer la forme, la taille mais également le volume, l'épaisseur de l'échantillon étant connu par l'intermédiaire du faisceau transmis de rayons X. On montre alors que le volume cristallisé en pointe de fissure dépend de plusieurs paramètres de chargement, comme notamment la déformation maximale atteinte durant les cycles de fatigue, mais aussi de la déformation minimale dans le cas où l'essai de fatigue n'est pas totalement relaxant. Différents taux de charge (noir de carbone) incorporés au mélange ont également été étudiés, et les résultats montrent une forte influence sur la zone cristallisée en pointe de fissure. Cette étude permet donc de mettre clairement en évidence un phénomène uniquement supposé jusqu'alors, à savoir la cristallisation sous tension au niveau d'une fissure dans un caoutchouc naturel pendant un essai fatigue.

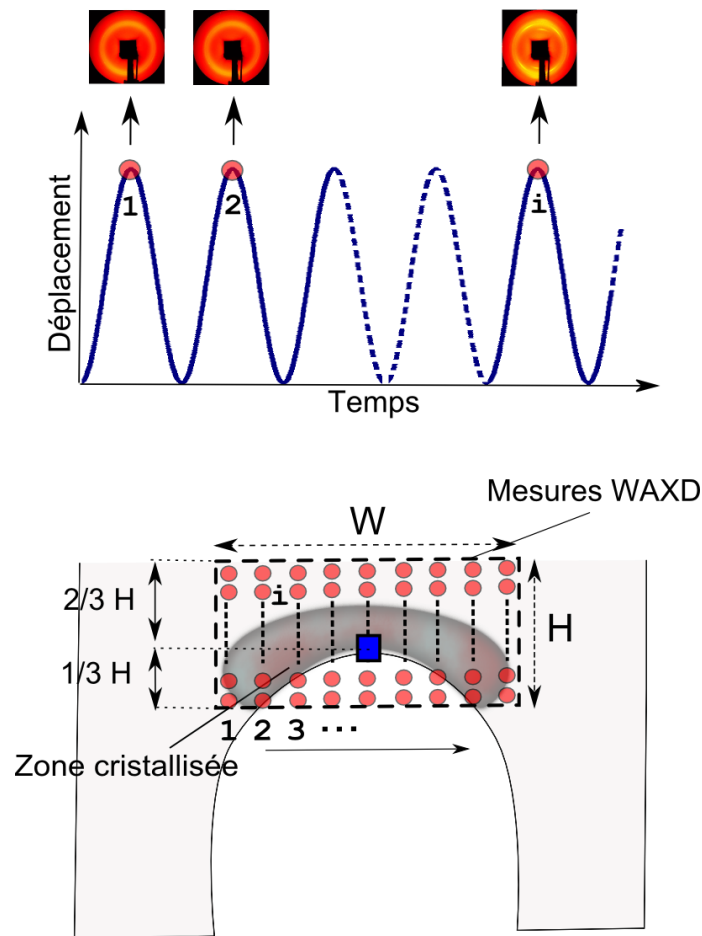


Figure 1: Mesures WAXD pendant l'essai de fatigue. En haut: chaque cliché de diffraction est enregistré au maximum de déplacement de chaque cycle. En bas: entre deux mesures, l'éprouvette se translate par rapport au faisceau pour atteindre le prochain point de mesure de la cartographie.

## Références

- [1] G.J. Lake : "Fatigue and fracture of elastomers", *Rubber Chemistry and Technology* 68 (1995) 435-460.
- [2] S. Trabelsi, P.A. Albouy, J. Rault : "Stress-induced crystallization properties of natural and synthetic cis-polyisoprene". *Rubber Chemistry and Technology* 77 (2004) 303-316.
- [3] P. Rublon, B. Huneau, E. Verron, N. Saintier, S. Beurrot, A. Leygue, C. Mocuta, D. Thiaudière, D. Berghezan : "In situ synchrotron wide-angle X-ray diffraction investigation of fatigue cracks in natural rubber". *Journal of Synchrotron Radiation*, 20 (2013) 105-109.

## Parameter identification procedure to model the anisotropy, hardening and rupture of a mild steel

Nelson SOUTO<sup>1,2</sup>, António ANDRADE-CAMPOS<sup>2</sup>, Sandrine THUILLIER<sup>1</sup>

<sup>1</sup>LIMATB – Université de Bretagne-Sud, rue Saint Maudé BP 92116 56321 LORIENT Cedex  
[sandrine.thuillier@univ-ubs.fr](mailto:sandrine.thuillier@univ-ubs.fr)

<sup>2</sup>Grids – University of Aveiro, Campos Universitário de Santiago 3810-193 AVEIRO  
[nelson.souto@ua.pt](mailto:nelson.souto@ua.pt)

**Keywords** : inverse methodology, parameters identification, constitutive models

### **Abstract**

The main aim of this PhD work is the mechanical design of a unique test able to characterize the mechanical behavior of sheet metals under several strain paths and strain amplitudes. A numerical investigation of such a test will first be performed, demanding as an input the material parameters of the constitutive model. Such a model should take into account the main characteristics, i. e. initial anisotropy and its evolution with strain, hardening and final rupture. Mild steel DC04 has been chosen and the aim of this presentation is to focus on the modeling of its mechanical behavior up to rupture.

The non-quadratic *Yld2004-18p* yield criterion [1] combined with a mixed isotropic-nonlinear kinematic hardening law is used to reproduce the anisotropic plastic behavior of the DC04 steel. This phenomenological model is characterized by a very accurate description of the anisotropic properties, flow stresses and r values of sheet metallic materials, which is essential for realistic predictions of deep drawing and springback results obtained in numerical simulations. A macroscopic rupture criterion, like Rice and Tracey, is also considered.

However, the quality of the results coming from the numerical simulations depends on the quality of the input material parameters. Therefore, an efficient parameter identification procedure is also needed in order to determine accurately constitutive parameters for well describing the mechanical behavior of the material. In this way, an inverse methodology based on finite element method updating is developed to identify the material parameters of the studied DC04 steel. This identification framework is based on an interface program developed in Fortran that links the optimization software SDL with the finite element code Abaqus. This methodology compares the experimental data [2] of (i) uniaxial tensile and shear tests at 5 different orientations with the rolling direction, (ii) 3 shear/bauschinger tests and (iii) bulge test with the results obtained numerically. An objective function is defined in the least square sense and the Levenberg-Marquardt gradient-based optimization method is used for updating the material parameters in order to minimize the objective function value.

A visual comparison of model predictions and experiments is carried out in order to evaluate the quality of the identified parameters. The constitutive model considered can show some difficulties in reproducing the work-hardening stagnation present in this kind of material.

### **References**

- [1] Barlat, F.; Aretz, H.; Yoon, J. W.; Karabin, M. E.; Brem, J. C.; Dick, R. E.; Linear transformation-based anisotropic yield functions, *International Journal of Plasticity* 21:1009–1039, 2005.
- [2] Zang, S. L.; Thuillier, S.; Port, A. L.; Manach, P. Y.; Prediction of anisotropy and hardening for metallic sheets in tension, simple shear and biaxial tension, *International Journal of Mechanical Science* 53:338–347, 2011.



## Caractérisation expérimentale et modélisation du formage superplastique d'un alliage d'aluminium 7475

Jian YANG, Serge BOUDE, Eliane GIRAUD, Philippe DAL SANTO

Arts et Métiers ParisTech - LAMPA, 2 Bd du Ronceray – BP 93525, 49035 ANGERS

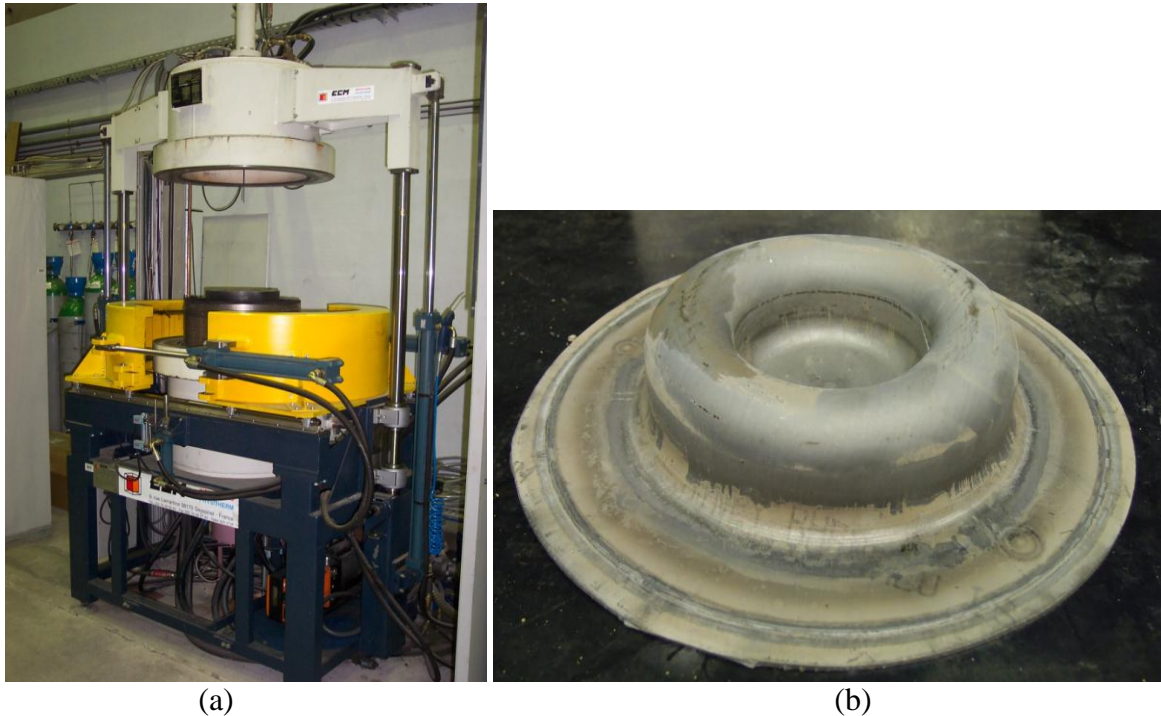
[jian.yang@ensam.eu](mailto:jian.yang@ensam.eu)

**Mots clés :** superplasticité, alliage d'aluminium, essais de traction, essais de gonflage

### Résumé

Les alliages d'aluminium de la série 7xxx, qui sont couramment employés dans l'aéronautique, peuvent présenter, sous certaines conditions, un comportement superplastique lors de leur déformation. Cette aptitude à atteindre de grandes déformations (pouvant aller jusqu'à 400%) avant rupture permet ainsi d'élaborer des pièces de formes complexes à partir de simples tôles [1, 2]. La tôle, initialement portée à haute température, est en fait déformée en appliquant une pression variable jusqu'à épouser parfaitement la forme d'un moule donné. Deux conditions doivent alors être remplies pour garantir une déformation superplastique : (i) la température de la tôle doit avoisiner la moitié de la température de fusion et (ii) la vitesse de déformation doit demeurer à l'intérieur d'une certaine gamme au cours du processus [3, 4, 5, 6]. Les principales problématiques résident donc dans la prédiction de la répartition de l'épaisseur finale au sein de la pièce et dans la détermination de la loi de pression à appliquer au cours de la déformation. Des simulations par éléments finis permettent, en règle générale, d'apporter des éléments de réponse. Toutefois, pour garantir la bonne prédiction de ces simulations, il est primordial de connaître le comportement du matériau dans le domaine superplastique comme les paramètres rhéologiques, l'évolution de la taille de grain, la loi d'endommagement...

Les travaux réalisés ici ont donc pour principal objectif de présenter une analyse expérimentale du comportement superplastique d'un alliage 7475 et de valider celle-ci par des simulations numériques. Des lois de comportement (prenant en compte l'endommagement) ont ainsi été déterminées par méthode inverse à partir de données issues d'essais de traction [7]. Les essais de traction ont été réalisés à trois températures (477°C, 497°C et 517°C) et quatre niveaux de vitesse de déformation ( $0.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ). Des observations microstructurales ont aussi été réalisées afin d'étudier les éventuelles transformations pouvant intervenir au cours de la déformation. Le comportement identifié est ensuite validé en considérant des pièces de géométrie axisymétrique présentant des formes complexes. La validation est obtenue en comparant les résultats de simulations numériques à des résultats issus d'essais de gonflage. Les simulations numériques sont réalisées sous ABAQUS et le gonflage est simulé en se plaçant à la vitesse de déformation optimale déterminée lors des essais de traction. Le principal objectif de ces simulations réside dans l'obtention d'une loi de pression. Cette loi est ensuite utilisée lors de la réalisation d'essais de gonflage sur un prototype développé au sein de l'ENSAM (Fig. 1a) [3, 4, 5]. Ce-dernier permet de mettre en forme des pièces superplastiques de formes complexes (Fig. 1b) de 200mm de diamètre sur une profondeur maximale de 200mm tout en pilotant la pression de gonflage, pression obtenue à l'aide d'un gaz inerte d'argon et pouvant aller jusqu'à 12 MPa  $\pm$  0.01. L'obtention d'une pièce présentant la forme voulue sans défauts (déchirures...) permet de valider les travaux réalisés (loi de comportement et d'endommagement, loi de pression, simulation).



(a) (b)  
 FIG. 1. (a) Machine de gonflage ; (b) Loi de pression utilisée.

### **Références**

- [1] Michel Bellet, 1988. Modélisation numérique du formage superplastique de tôles. *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [2] Jean-Jacques Blandin, Michel Suery, 1996. Superplasticité. M613, *Traité Matériaux métalliques*, Techniques de l'Ingénieur.
- [3] Serge Boude, 1994. Maîtrise du procédé de formage superplastique et réalisation d'une installation pilote. *Thèse de doctorat*, Université de Nantes, Ecole centrale de Nantes.
- [4] Ziad Boulos, 1999. Interactions matériaux - procédé dans la mise en forme superplastique d'alliages réfractaires. *Thèse de doctorat*, ENSAM centre d'Angers.
- [5] Youssef Aoura, 2004. Contribution à la modélisation du comportement superplastique des alliages métalliques pour les procédés de mise en forme. *Thèse de doctorat*, 2004-20, Arts et Métiers ParisTech.
- [6] Camille Robert, 2009. Contribution à la simulation numérique des procédés de mise en forme – Application au formage incrémental et au formage superplastique. *Thèse de doctorat*, 2009 ENAM 0028, Arts et Métiers ParisTech.
- [7] Bellet Michel, Massoni Elisabeth, Boude Serge, 2004. Identification of rheological and tribological parameters by inverse method. *Proc. NUMIFORM'2004, 8th Int. Conf. on Numerical Methods in Industrial Forming Processes*, Columbus (OH, USA), 13-17 juin 2004, S. Ghosh, J.M. Castro & J.K. Lee (eds.), American Institute of Physics, New York, 2004, p. 1142-1147.



## Characterization of sheet metal plastic anisotropy by cross biaxial tensile test

Shunying ZHANG <sup>(1)</sup>, Lionel LEOTOING <sup>(1)</sup>, Dominique GUINES <sup>(1)</sup>,  
Sandrine THUILLIER <sup>(2)</sup>

<sup>(1)</sup>LGCGM, INSA de Rennes, 20 avenue des Buttes de Coësmes, 35708 Rennes Cedex  
[shunying.zhang@insa-rennes.fr](mailto:shunying.zhang@insa-rennes.fr), [lionel.leotoing@insa-rennes.fr](mailto:lionel.leotoing@insa-rennes.fr), [dominique.guines@insa-rennes.fr](mailto:dominique.guines@insa-rennes.fr)

<sup>(2)</sup> LIMATB, Université de Bretagne-Sud, rue de Saint Maudé, BP 92116, 56321 Lorient Cedex  
[sandrine.thuillier@univ-ubs.fr](mailto:sandrine.thuillier@univ-ubs.fr)

**Keywords** : Material parameter identification, Plastic anisotropy, Cross biaxial tensile test

### **Abstract**

Sheet metal forming represents a class of important processes widely used in the manufacture industry. Sheet metals usually exhibit a plastic anisotropy due to previous processes like rolling and annealing. Yield functions are frequently applied to describe the plastic behavior of metallic sheets due to their simplicity and easy implementation into finite element codes. In this research, Bron and Besson yield criterion [1] has been used to investigate the plastic anisotropic behavior of an aluminum alloy AA5086. This criterion, expressed in plane stress conditions, involves 12 parameters, 4 controlling the shape of the yield function and 8 its anisotropy.

Biaxial tensile tests with cruciform specimen have been introduced in the identification process of Bron and Besson yield criterion. This test seems particularly interesting since different strain paths can be obtained simultaneously with a unique specimen. Different from the conventional analytical identification method, which requires several types of conventional tests, material parameters can be identified with only biaxial tensile tests.

A cruciform specimen has been designed and experiments have been carried out with a servo-hydraulic testing machine. Simultaneously, finite element simulations of the biaxial test have been carried out with the commercial software ABAQUS. In the numerical simulation, experimental force is imposed on the cruciform specimen and principal strain field along the diagonal direction of the specimen's central gauge area has been analysed. Concerning the identification process, inverse analysis has been performed with the software MODEFRONTIER to minimize the experimental and simulated principal strain difference to get a proper parameter set for Bron and Besson yield criterion. Up to now, a preliminary result has been obtained and compared with the isotropic von Mises yield criterion.

### **Références**

- [1] F. Bron and J. Besson, A yield function for anisotropic materials Application to aluminum alloys, International Journal of Plasticity. 20 (2004) 937–963.

## LISTE DES PARTICIPANTS A LA JOURNEE SF2M OUEST

4 AVRIL 2013 - LORIENT

Mohamed	<b>ACHOURI</b>	LAMPA	mohamed.achouri@ensam.eu
Anne-Lise	<b>ADENOT-ANGELVIN</b>	CEA LR	anne-lise.adenot-engelvin@cea.fr
Marion	<b>ALLART</b>	IRT Jules Verne	marion.allart@irt-jules-verne.fr
François	<b>ASTIER</b>	LIMATB	francois.astier@univ-ubs.fr
Anaïs	<b>BARASINSKI</b>	GeM	anais.barasinski@ec-nantes.fr
Dounia	<b>BENDAHOU</b>	LIMATB	dounia.ben-dahou@univ-ubs.fr
Cédric	<b>BERNARD</b>	LIMATB	cedric.bernard@univ-ubs.fr
Quentin	<b>BEUGUEL</b>	LIMATB	quentin.beuguel@wanadoo.fr
Alain	<b>BOURMAUD</b>	LIMATB	alain.bourmaud@univ-ubs.fr
Elodie	<b>BRISSON</b>	LIMATB	elodie.brisson@univ-ubs.fr
Sylvain	<b>CALLOCH</b>	LBMS	sylvain.calloch@esta-bretagne.fr
Muriel	<b>CARIN</b>	LIMATB	muriel.carin@univ-ubs.fr
Denis	<b>CARRON</b>	LIMATB	denis.carron@univ-ubs.fr
Fabrice	<b>CHAUSSE</b>	IMN	fabrice.chausse@irt-jules-verne.fr
Noluenn	<b>CHAUVIN</b>	LIMATB	noluenn.chauvin@univ-ubs.fr
Frédéric	<b>CHRISTIEN</b>	IMN	frederic.christien@univ-nantes.fr
Romain	<b>CREAC'HCADec</b>	LBMS	romain.creachcadec@ensta-bretagne.fr
Laurent	<b>DEJAEGHERE</b>	LIMATB	laurent.dejaeghere@univ-ubs.fr
Zine	<b>DERHOUMI</b>	LIMATB	zine.derhoumi@univ-ubs.fr
Matthieu	<b>DHONDT</b>	LBMS	matthieu.dhondt@ensta-bretagne.fr
Tieng-Dung	<b>DO</b>	LMR	tiendung.do@etu.univ-tours.fr
Cédric	<b>DOUDARD</b>	LBMS	cedric.doudard@ensta-bretagne.fr
Pierre-Antoine	<b>DUBOS</b>	CRISMAT	pierre-antoine.dubos@ensicaen.fr
Hasnaa	<b>EL OUAZZANI</b>	MOLTECH	hasnaa.elouazzani@etud.univ-angers.fr
Rayane	<b>EL SAWALHI</b>	LaSIE	rayan.el_sawalhi@univ-lr.fr
Gwendoline	<b>FLEURIER</b>	CRISMAT	gwendoline.fleurier@ensicaen.fr
Pierrick	<b>FLORIN</b>	LBMS	pierrick.florin@ensta-bretagne.fr
Henri	<b>FRANCILLETTE</b>	SCR	Henri.Francillette@insa-rennes.fr
Pascal	<b>GADAUD</b>	Institut P'	pascal.gadaud@ensma.fr
Linamaria	<b>GALLEGOS MAYORGA</b>	LBMS-SNCF	linamaria.gallegos_mayorga@sncf.fr
Eliane	<b>GIRAUD</b>	LAMPA	eliane.giraud@ensam.eu
Arnaud	<b>GIRAUDET</b>	IMN	arnaud.giraudet@irt-jules-verne.fr
Grégory	<b>GIRAULT</b>	LIMATB	gregory.girault@univ-ubs.fr
Baptiste	<b>GIRAULT</b>	GeM	baptiste.girault@univ-nantes.fr
David	<b>GLOAGUEN</b>	GeM	david.gloaguen@univ-nantes.fr
Patrick	<b>GLOUANNEC</b>	LIMATB	patrick.glouannec@univ-ubs.fr

Moussa	<b>GOMINA</b>	<i>CRISMAT</i>	moussa.gomina@ensicaen.fr
Philippe	<b>GOUDEAU</b>	<i>Institut P'</i>	philippe.goudeau@univ-poitiers.fr
Vincent	<b>GROLLEAU</b>	<i>LIMATB</i>	vincent.grolleau@univ-ubs.fr
Jean-Luc	<b>GROSSEAU-POUSSARD</b>	<i>LaSIE</i>	jlgrouss@univ-lr.fr
Raphaële	<b>GUILLOU</b>	<i>Institut P'</i>	raphaelle.guillou@univ-poitiers.fr
Jean-Pierre	<b>GUIN</b>	<i>LARMAUR</i>	jean-pierre.guin@univ-rennes1.fr
Erwan	<b>GUITTON</b>	<i>LIMATB</i>	erwan.guitton@univ-ubs.fr
Guillaume	<b>HELBERT</b>	<i>IFSTAR-LIMATB</i>	guillaume.helbert@ifstar.fr
Eric	<b>HUG</b>	<i>CRISMAT</i>	eric.hug@ensicaen.fr
Bertrand	<b>HUNEAU</b>	<i>GeM</i>	bertrand.huneau@ec-nantes.fr
Erwan	<b>KERGOURLAY</b>	<i>LIMATB</i>	erwan.kergourlay@yahoo.fr
Vincent	<b>KERYVIN</b>	<i>LIMATB</i>	vincent.keryvin@univ-ubs.fr
Mohamed	<b>LAKRIT</b>	<i>LBMS</i>	mohamed.lakrit@ensta-bretagne.fr
Tristan	<b>LE BIHAN</b>	<i>CEA LR</i>	tristan.lebihan@cea.fr
Eric	<b>LE BOURHIS</b>	<i>Institut P'</i>	eric.le-bourhis@univ-poitiers.fr
Romain	<b>LE JALLE</b>	<i>LIMATB</i>	romain.le-jalle@univ-ubs.fr
Anne-Sophie	<b>LECTEZ</b>	<i>GeM</i>	anne-sophie.lectez@ec-nantes.fr
Anaëe	<b>LEFEUVRE</b>	<i>LIMATB</i>	anaele.lefeuvre@univ-ubs.fr
Tahar	<b>LOULOU</b>	<i>LIMATB</i>	tahar.loulou@univ-ubs.fr
Jérôme	<b>LUX</b>	<i>LaSIE</i>	jerome.lux@univ-lr.fr
Laurent	<b>MAHEO</b>	<i>LIMATB</i>	laurent.maheo@univ-ubs.fr
Laetitia	<b>MAROT</b>	<i>LIMATB</i>	laetitia.marrot@univ-ubs.fr
Nicolas	<b>MARTIN</b>	<i>LIMATB</i>	nmartin@univ-ubs.fr
Nicolas	<b>MARTIN</b>	<i>LIMATB</i>	nicolas.martin2@univ-ubs.fr
Pierre-Damien	<b>MASSON</b>	<i>PSA</i>	pierredamien.masson1@mpsa.com
Xavier	<b>MILHET</b>	<i>Institut P'</i>	xavier.mihet@ensma.fr
Simon	<b>MORVILLE</b>	<i>LIMATB</i>	simon.morville@univ-ubs.fr
François-Pierre	<b>NINOVE</b>	<i>IFP-EN</i>	francois-pierre.ninove@ifpen.fr
Pascal	<b>PAILLARD</b>	<i>IMN</i>	pascal.paillard@univ-nantes.fr
Thanh-Hung	<b>PHAM</b>	<i>LIMATB</i>	thanh-hung.pham@univ-ubs.fr
Conh-Hanh	<b>PHAM</b>	<i>LIMATB</i>	cong-hanh.pham@univ-ubs.fr
Cédric	<b>POUVREAU</b>	<i>LIMATB</i>	cedric.pouvreau@univ-ubs.fr
Gérard	<b>RIO</b>	<i>LIMATB</i>	gerard.rio@univ-ubs.fr
Philippe	<b>ROGEON</b>	<i>LIMATB</i>	philippe.rogeon@univ-ubs.fr
Pierre	<b>RUBLON</b>	<i>GeM</i>	pierre.rublon@ec-nantes.fr
Nelson	<b>SOUTO</b>	<i>LIMATB</i>	nelson.souto@ua.pt
David	<b>THEVENET</b>	<i>LBMS</i>	david.thevenet@ensta-bretagne.fr
Sandrine	<b>THUILLIER</b>	<i>LIMATB</i>	sandrine.thuillier@univ-ubs.fr
Jian	<b>YANG</b>	<i>LAMPA</i>	jian.yang@ensam.eu
Shunying	<b>ZHANG</b>	<i>LGCGM-LIMATB</i>	shunying.zhang@insa.rennes.fr