POLYPUBLIE
Polytechnique Montréal

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL
UNIVERSITÉ D'INGÉNIERIE

Titre: Title:	Etude de fibres NiTi superélastiques et mise en forme d'un composite avec ces fibres
Auteur: Author:	Marie-Christine Piedboeuf
Date:	1997
Type:	Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis
Référence: Citation:	Piedboeuf, M.-C. (1997). Etude de fibres NiTi superélastiques et mise en forme d'un composite avec ces fibres [Ph.D. thesis, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie. https://publications.polymtl.ca/6827/

Document en libre accès dans PolyPublie
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: PolyPublie URL:	https://publications.polymtl.ca/6827/
Directeurs de recherche: Advisors:	Raymond Gauvin
Programme: Program:	Unspecified

Ce fichier a été téléchargé à partir de PolyPublie, le dépôt institutionnel de Polytechnique Montréal
This file has been downloaded from PolyPublie, the institutional repository of Polytechnique Montréal

https://publications.polymtl.ca

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DE FIBRES NiTi SUPERÉLASTIQUES ET MISE EN FORME D'UN COMPOSITE AVEC CES FIBRES

MARIE-CHRISTINE PIEDBOEUF
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR (Ph.D.)
(GÉNIE MÉCANIQUE)
NOVEMBRE 1997

©Marie-Christine Piedboeuf, 1997.

National Library of Canada
Bibliothèque nationale du Canada

Acquisitions and Bibliographic Services
Acquisitions et services bibliographiques

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-33022-2

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée:

ÉTUDE DE FIBRES NiTi SUPERÉLASTIQUES ET MISE EN FORME D'UN COMPOSITE AVEC CES FIBRES

présentée par: PIEDBOEUF Marie-Christine

en vue de l'obtention du diplôme de: Philosophiae Doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de:

M. TROCHU François, Ph.D., président

M. GAUVIN Raymond, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. THOMAS Marc, Ph.D., membre et co-directeur de recherche

M. TURENNE Sylvain, Ph.D., membre

M. TATIBOUËT Jacques, Ph.D., membre

M. LAFLEUR Pierre, Ph.D., représentant du doyen

DÉDICACE

Je dédie cette thèse à mes enfants, Éric, Jean-François et Catherine qui par leur présence ont contribué à égayer ces années d'études et m'ont donné le courage de poursuivre jusqu'à la fin. J'espère qu'ils auront aussi le courage et la persévérance pour aller jusqu'au bout de leurs rêves.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier mon directeur, monsieur Raymond Gauvin, et mon co-directeur, monsieur Marc Thomas, pour la confiance qu'ils m'ont accordée, le support et les conseils qu'ils m'ont donnés et pour leur appui financier. Les connaissances et l'expérience que j'ai acquises en leur compagnie me seront un atout précieux.

Je tiens à remercier les professeurs de génie mécanique à l'École Polytechnique, monsieur François Trochu, monsieur Bernard Sanschagrin, monsieur Bo Fisa, monsieur Rachid Boukili, madame Marie Bernard, ainsi que mes collègues à l'École de Technologie Supérieure, monsieur Jacques Masounave, monsieur Dao Thien My, madame Françoise Marchand et tous les autres pour leur support constant.

Mes remerciements s'adressent également à tous les membres du CRASP ainsi que le personnel du département de génie mécanique de l'ÉTS, plus spécialement Jacques Beausoleil, Lyne Loiselle, Maxime Thibault et Vladimir Brailovski pour leur apport technique, leur présence et leur support qui furent très appréciés. Je pense également à tous mes collègues qui ont étudié avec moi, qui m'ont permis d'évoluer dans un milieu stimulant et très multiculturel, m'apprenant beaucoup. J'ai beaucoup apprécié l'opportunité qui me fut donnée, à travers ce travail, de rencontrer un grand nombre de personnes et de me faire des amitiés qui me sont très précieuses.

Je remercie le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada ainsi que le programme de Formation de Chercheurs et Aide à la Recherche du Québec pour le soutien financier qu'ils m'ont apporté. Je remercie également mon directeur chez Bauer inc., Robert Laroche, qui m'a donné son support pour terminer cette thèse.

Finalement, je tiens à remercier tout particulièrement mes parents sans la présence et le support de qui je n'aurais jamais pu arriver à accomplir cette tâche. Ils ont toujours été là quand j'avais besoin d'eux et je m'en estime extrêmement chanceuse. Je pense également à ma famille, mes frères et ma soeur qui m'ont toujours supportée et les remercie.

RÉSUMÉ

De façon générale, dans un composite à matrice polymère, les fibres augmentent la rigidité de l'ensemble mais en diminuent sa capacité d'amortissement. L'utilisation de fibres en alliage à mémoire de forme, ayant une capacité d'amortissement semblable à celle des polymères et une rigidité semblable aux fibres de verre, devrait pouvoir pallier à cet inconvénient. Le but de cette recherche est d'étudier cette possibilité tout en arrivant à une meilleure compréhension des fibres AMF et de leur comportement dans un composite. La recherche se divise donc en deux parties, l'étude du comportement des fibres et l'élaboration ainsi que l'étude du comportement des composites. Même si les alliages à mémoire de forme sont connus depuis plusieurs années, il y a encore plusieurs lacunes dans la connaissance de leur comportement, principalement dues au manque d'analyses expérimentales. Cette recherche est donc à orientation fortement expérimentale, de façon à obtenir une meilleure connaissance de ces matériaux et arriver à connaître leurs limites pour mieux définir leurs applications.

Les renforts des matériaux composites devant être aussi mince que possible, des fils NiTi de 100 μm de diamètre sont choisis. Ces fils sont austénitiques, donc superélastiques à température ambiante. La première partie de la recherche consiste en l'étude du comportement de ces fils. Ils sont testés en tension, ce mode de sollicitation simple permettant une meilleure étude de l'effet des diverses variables. Tous les échantillons sont précyclés afin de stabiliser l'effet superélastique.

Les fils sont d'abord testés à vitesse de déformation constante. Ces tests constituent une étude exhaustive de l'effet de la vitesse (de 0,00017 à 0,17 s^{-1}), de la déformation maximale (de 2 à 4%) et de la température (25 et 35°C) sur le comportement des AMF superélastiques. Les quatre paramètres étudiés plus spécifiquement sont le module de Young E, la contrainte moyenne au plateau supérieur σ_L et les contraintes de début et de fin de transformation austénitique σ_{As} et σ_{Af} respectivement. Un plan expérimental complet est utilisé et 120 échantillons sont testés afin d'étudier tous les effets possibles. Les méthodes d'analyse statistique sont utilisées afin de déterminer les effets et les interactions entre les diverses variables. Des modèles empiriques permettant de prédire avec précision les paramètres étudiés en fonction des variables de test sont proposés.

Les résultats de ces tests présentés au chapitre 2 montrent qu'une augmentation de la température ambiante produit une augmentation de toutes les contraintes de transformation tel que prévu par l'équation de Clausius-Clapeyron. Une légère augmentation de la vitesse produit une augmentation de l'hystérésis de contrainte entraînant une augmentation de la contrainte moyenne du plateau supérieur et une diminution des contraintes de transformation austénitique. Lorsque la vitesse continue d'augmenter jusqu'à 0,17 s^{-1} l'hystérésis en contrainte diminue avec une augmentation des contraintes et de la pente du plateau inférieur. Ces phénomènes sont influencés par la déformation maximale.

Les effets de vitesse observés dans les alliages à mémoire de forme sont généralement

attribués à un effet de température résultant des transformations de phases exo- et endothermiques. Afin de déterminer la contribution de cet effet aux résultats, un modèle d'analyse thermique est développé au chapitre 3. Ce modèle tient compte de la génération d'énergie des transformations et des pertes de chaleur par convection, les autres modes de dissipation étant considérés négligeables. Les résultats montrent que malgré le fait que les fils sont très petits, l'échauffement interne à haute vitesse est élevé. Cependant, même en tenant compte de ces effets d'échauffement, les contraintes de transformation montrent encore une sensibilité à la vitesse. L'ensemble de ces analyses démontre donc que les alliages à mémoire de forme sont sensibles à la vitesse, particulièrement durant la transformation de phase.

Afin d'étudier leur capacité d'amortissement, les fils sont testés en sollicitation harmonique et l'énergie dissipée ainsi que le facteur de perte sont mesurés. Les effets de la fréquence (0,001 à 10 Hz), de l'amplitude de déformation et de la température sur ces paramètres sont étudiés et présentés au chapitre 4. L'analyse montre un maximum d'énergie dissipée et du facteur de perte autour de 0,1 Hz, suivi d'une diminution importante lorsque la fréquence continue d'augmenter. Cette variation est plus importante à une amplitude de 4%. L'analyse thermique permet de démontrer que ces variations sont une conséquence de la variation de température produite par les transformations exo- et endothermiques. Finalement, un modèle en série de Fourier à trois harmoniques est proposé afin de prédire simplement le comportement dynamique des AMF. Ce modèle tient compte des effets de la fréquence, de la température et de l'amplitude et permet de prédire l'énergie dissipée et le facteur de perte.

Pour la deuxième partie de la recherche, une méthode d'élaboration de composites NiTi/PU est mise au point et ces composites sont testés également en tension, aux mêmes vitesses et déformations maximales que les fils. Les résultats sont présentés au chapitre 5. La première observation est que la déformation de ce composite n'est pas uniforme, la transformation débutant à une extrémité et se propageant à travers l'échantillon. La deuxième observation principale est que le comportement du composite est moins sensible à la vitesse que ne l'était celui des fils. Des mesures de températures dans la matrice mettent en évidence le fait que dans la matrice polymère, les fils sont pratiquement isolés et que leur échauffement à basse vitesse est presque aussi important qu'à haute vitesse. La différence entre le comportement à basse et haute vitesse est donc moins importante. La matrice exerce également une contrainte compressive qui a pour effet de diminuer les contraintes de transformation dans les fils. En dehors de ces effets, la loi des mélanges s'applique bien à ces composites. Quelques tests sont également effectués sur des composites NiTi/verre/PU mais les résultats ne sont pas encourageants quant à l'utilisation potentielle de ce genre de composite.

Malgré le faible pourcentage de fibres AMF (5 %), l'énergie dissipée dans les composites est relativement importante. Le fait que cette énergie soit moins sensible à la vitesse est également intéressant. Il faut cependant noter qu'il faut atteindre des déformations linéaires supérieures à 2% pour obtenir un amortissement intéressant. Les applications envisageables dans ces conditions sont l'isolation séismique et l'augmentation de la résistance à l'impact.

ABSTRACT

Generally, in a matrix composite, the introduction of the fibre reinforcement, while increasing the strength, reduces the energy absorption of the matrix. The use of a certain amount of SMA reinforcement, with a damping coefficient to some of the polymers, should give better damping capacities while maintaining a high strength. The main goal of this research is thus to study this possibility while gaining a better understanding of the SMA fibers and of their behaviour while embedded in a polymeric matrix. The first part of this project is the throughout study of the behaviour of the SMA fibers while the second part is the preparation and the study of the NiTi/PU composite. Even if the shape memory alloys have been known for a while, a complete understanding of their behaviour is still lacking, mainly due to a lack of experimental analysis in some fields. This research is thus mainly an experimental analysis, the goal being to get a better understanding of these materials in order to be able to find their right applications.

In order to be used as fiber reinforcement, very small diameter wires are needed and 100 μm NiTi wires were chosen. These wires are austenitic at room temperature, and thus have a superelastic behaviour. The first part of the research is the study of the behaviour of these wires. They are tested in tensile solicitation, this being the simplest solicitation to study. All the samples are precycled to stabilize the superelastic effect.

An exhaustive study of the effect of strain rate (0,00017 s^{-1} to 0,17 s^{-1}), ambient temperature (25°C and 35°C) and maximum strain (2, 3 and 4%) on the behaviour of NiTi shape memory alloys wires is undertaken. The parameters studied were the Young modulus **E**, the upper plateau stress on loading σ_L, and the stresses to start and finish the austenitic transformation σ_{As} and σ_{Af} respectively. A full experimental design is used and the analysis of variance gives a complete figure of the phenomena. Numerous sample are tested. New empirical models for the determination of the observed parameters are proposed and presented in chapter 2.

The results show that the effect of an increase in temperature is to increase the transformation stresses as predicted by the Clausius-Clapeyron equation. For a moderate increase in strain rate, the stress hysteresis increases, increasing the upper plateau stress and lowering the austenitic transformation stresses. For higher strain rates, the stress hysteresis decreases while the stresses and the slope of the lower plateau increase. This phenomenon is strain dependent.

Strain rate effects observed in shape memory alloy are usually attributed to a temperature effect resulting from the exo-, endothermic phase transformation. To determine the contribution of temperature effect to the observed strain rate effect, a thermal analysis is performed in chapter 3. These analysis account for the energy generated by the transformations and for the dissipation of heat by convection, other dissipation process being negligible. Results show that the temperature effect is limited due to the small size of the wires, but is still present at the higher strain rates. But even with these temperature variations

taken into consideration, a definite strain rate effect is still present. These analysis thus indicate a definite strain rate sensitivity of the shape memory alloys specially during the phase transformation.

To study their damping capacity, these wires are tested in harmonic tensile solicitation and the dissipated energy as well as the loss factor are measured. An extensive study of the effect of frequency and strain amplitude as well as the temperature on these parameters is done in chapter 4. Analysis shows a maximum in the dissipated energy and in the loss factor around 0,1 Hz. Both factors then decrease as the frequency continues to increase. This variation is more important at 4% of strain amplitude. The thermal analysis shows that these effects are due to an important temperature variation produced by the energy generated during the transformation. Finally, a three harmonic Fourier sine series model is proposed to model simply the shape memory alloy dynamic behaviour. Frequency, amplitude and temperature effects are taken into account and the dissipated energy as well as the loss factor can be determined from this model.

For the last part of the research, NiTi/PU composites are prepared and tested in tensile solicitation to the same strain rate as well as maximum deformation than the NiTi wires and presented in chapter 5. The deformation of the composite is observed to be non uniform in the transformation zone, starting at one end of the sample and travelling through it. The second important observation is that the composite is less strain rate sensitive than the plain

NiTi wires. Temperature measurement in the matrix put in evidence the fact that the NiTi wires are almost thermally isolated and this results in a higher temperature variation at low strain rates for the wires embedded in the composite than for the plain wires. The difference in behaviour of the NiTi at low and high strain rate thus becomes less important. Some compressive stress due to the non uniform deformation eases the transformation and lower the upper plateau stress in the embedded SMA. Apart from these effects, the rule of mixture predicts reasonably well the composite behaviour. Some tests were also made on NiTi/fiberglass/PU composites but the results do not indicate a good perspective for that kind of composites.

Even with such a small fraction (5%) of SMA fibers, the dissipated energy in these composites is relatively high. The fact that this energy is less sensitive to the strain rate is also good. However, linear deformation higher than 2% are needed to obtain an appreciable damping capacity. Possible applications in these conditions are aseismic isolation or impact isolation.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE iv

REMERCIEMENTS v

RÉSUMÉ vii

ABSTRACT xi

TABLE DES MATIÈRES xv

LISTE DES ANNEXES xxi

LISTE DES TABLES xxiii

LISTE DES FIGURES xxv

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS xxix

AVANT-PROPOS xxxiv

INTRODUCTION 1

CHAPITRE 1
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE 10

1.1 LE COMPORTEMENT DES AMF 10

1.1.1 Effet de l'amplitude de déformation 13

1.1.2 Effet de la température ambiante 13

1.1.3 Effet du taux de déformation 14

1.1.4 La fatigue des AMF 16

1.2 L'AMORTISSEMENT DES AMF 17

1.2.1 Les théories d'amortissement dans les AMF 17
1.2.2 L'amortissement en condition isotherme 19

1.3 LES THÉORIES DE VISCOÉLASTICITÉ 21
1.3.1 Mesure de l'énergie 21
1.3.2 Visocélasticité linéaire 22
1.3.3 Vibrations non forcées 24

1.4 LES COMPOSITES AMF 25
1.4.1 Comportement des AMF dans un composite 26
1.4.2 Effet de la mise en forme 27
1.4.3 Les composites AMF en impact 29

1.5 CONCLUSION DE LA REVUE 30

CHAPITRE 2
SUPERELASTICITY OF NiTi SHAPE MEMORY ALLOYS: STRAIN RATE, TEMPERATURE AND STRAIN EFFECTS.
PART I: EXPERIMENTAL RESULTS 32

ABSTRACT 32

2.1 INTRODUCTION 33

2.2 THEORY 35

2.3 EXPERIMENTAL PROCEDURE 38
2.3.1 Samples 38
2.3.2 Precycling 39
2.3.3 Equipment 41
2.3.4 Experimental design and testing procedure 41

2.4 RESULTS AND DISCUSSION 43
2.4.1 Tests Results 43

2.4.2 Statistical analysis results 46
2.4.2.1 Temperature and strain rate interaction on the Young modulus 46
2.4.2.2 Temperature and strain rate effects on upper plateau stress 48
2.4.2.3 Strain effect and temperature and strain rate interaction on σ_{As} 49
2.4.2.4 Interaction effects on σ_{Af} 51
2.4.3 Discussion on strain rate effect and strain dependency 51

2.5 EMPIRICAL PREDICTION MODELS 52

2.6 CONCLUSIONS 54

ACKNOWLEDGEMENT 55

REFERENCES 55

CHAPITRE 3
SUPERELASTICITY OF NiTi SHAPE MEMORY ALLOYS:STRAIN RATE, TEMPERATURE AND STRAIN EFFECTS. PART II: THERMAL ANALYSIS 59

ABSTRACT 59

3.1 INTRODUCTION 60

3.2 EXPERIMENTAL RESULTS 62

3.3 THERMAL ANALYSIS 64
3.3.1 Theory 64
3.3.2 Simulation 67
3.3.3 Results 73

3.4 DISCUSSION 76

3.5 CONCLUSIONS 81

ACKNOWLEDGEMENT 82

REFERENCES 82

CHAPITRE 4
DAMPING BEHAVIOUR OF SHAPE MEMORY ALLOYS: STRAIN AMPLITUDE, FREQUENCY AND TEMPERATURE EFFECTS 84

ABSTRACT 84

4.1. INTRODUCTION 85

4.2. EXPERIMENTAL PROCEDURE 90

4.2.1 Samples 90

4.2.2 Equipment 90

4.2.3 Experimental design and testing procedure 91

4.3. RESULTS 93

4.3.1 Tests results 93

4.3.2 Statistical analysis 95

4.3.2.1 Temperature effect and amplitude and frequency interaction on dissipated energy 96

4.3.2.2 Temperature effect and amplitude and frequency interaction on the loss factor (η) 99

4.4 THERMAL ANALYSIS 100

4.4.1 Theory 100

4.4.2 Simulation 101

4.4.3 Results 105

4.5. DYNAMIC MODELING 108

4.5.1 Theory 108

4.5.2 Fast Fourier transform model for SMA 109

4.5.3 Determination of ΔW and h from the FFT model 111

4.6. CONCLUSIONS 114

ACKNOWLEDGEMENT 116

REFERENCES 116

CHAPITRE 5
TENSILE BEHAVIOUR OF SHAPE MEMORY ALLOYS REINFORCED COMPOSITES 119

ABSTRACT 119

5.1 INTRODUCTION 120

5.2 EXPERIMENTAL PROCEDURE 125

5.2.1 Samples preparation 125

5.2.2 Equipment 130

5.2.3 Experimental Design and Testing Procedure 132

5.3 PU/SMA RESULTS 133

5.3.1 Tests results 133

5.3.2 Parameters 136

5.3.3 Temperature measurement 137

5.4. DISCUSSION 140

5.5. NiTi/FIBERGLASS/PU COMPOSITES 143

5.6 CONCLUSION 146

ACKNOWLEDGEMENT 148

REFERENCES 148

CONCLUSION 151

RÉFÉRENCES 170

ANNEXES 181

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A

COMPLÉMENT AU CHAPITRE 2 181

A.1 MONTAGE DES ÉCHANTILLONS 181

A.2 PRÉCYCLAGE DES FILS 181

A.3 ACQUISITION DES DONNÉES 184

A.4 ANALYSE STATISTIQUE 186

A.4.1 Théorie 186

A.4.2 Résultats de l'analyse statistique 190

ANNEXE B

COMPLÉMENT AU CHAPITRE 3 193

B.1 SIMULATION 193

ANNEXE C

COMPLÉMENT AU CHAPITRE 4 201

C.1 DÉFINITION DU FACTEUR D'AMORTISSEMENT 201

C.1.1 Théorie générale 201

C.1.2 Application aux AMF 205

C.2 ACQUISITION DE DONNÉES 206

C.3 SIMULATION THERMIQUE 207

C.4 FAST FOURIER TRANSFORM DES SIGNAUX 208

ANNEXE D
COMPLÉMENT AU CHAPITRE 5 213

D.1 MISE EN FORME DES ÉCHANTILLONS 213

D.1.1 Moulage du PU 213

D.1.2 Préparation des tissus NiTi 215

D.1.3 Moulage des échantillons AMF/PU 222

D.1.4 Moulage des échantillons NiTi/verre/PU 226

D.2 RÉSULTATS 228

LISTE DES TABLES

TABLE 2.1: Levels of independent variables 42

TABLE 2.2: Main effects of an increase of temperature (25→35°C), deformation (2→4%) and strain rate (0,00017→0,17s^{-1}) on the dependent variables. 47

TABLE 3.1: Values of the coefficients used in the thermal simulation. * ε_{max} is the maximum deformation. 72

TABLE 3.2: Simulation results for the temperature reached at ε_{max}, ε_{As} and ε_{Af} for each level of maximum deformation and strain rate at 25 °C. 75

TABLE 4.1: Levels of independent variables used in the tests 92

TABLE 4.2: Anova and F-ratio for dissipated energy ΔW. (d.f.: degree of freedom) . . 97

TABLE 4.3: Anova and F-ratio for the loss factor η 97

TABLE 4.4: Values of the coefficients used in the thermal simulation. 106

TABLE 5.1: Volumetric fractions of the componants in the NiTi/fiberglass/PU composites 129

TABLE 5.2: Young modulus and upper plateau stress from the tests results and calculated by the rule of mixture for the NiTi/fiberglass/PU composite 145

TABLE C.1: Températures obtenues par simulation en fonction de l'amplitude de déformation et de la fréquence pour une température ambiante de 25 °C. . 209

TABLE D.1 : Résultats de l'ANOVA pour le module de Young du PU 229

TABLE D.2 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau supérieur σ_L du PU 229

TABLE D.3 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau inférieur σ_U du PU 230

TABLE D.4 : Résultats de l'ANOVA pour le module de Young du composite AMF/PU 230

TABLE D.5 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau supérieur σ_L du composite AMF/PU 230

TABLE D.6 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau inférieur σ_U du composite AMF/PU 231

LISTE DES FIGURES

FIGURE 1.1: Sollicitation et réponse d'un matériau linéaire. La réponse peut être décomposée en une partie réelle et une partie visqueuse 23

FIGURE 2.1: a) State diagram showing the martensitic and austenitic regions as well as the transition temperatures. b) Superelastic curves resulting from the stress applied to an austenitic alloy as shown in a). σ_{Ms} and σ_{As} are the stresses at wich the transformations begin 36

FIGURE 2.2: Curves obtained after 1, 50, 100, 125, 125 and 200 cycles at 3 % and 4,5 % of precycling deformation 40

FIGURE 2.3: Stress-strain curves at a strain rate of 0,017 s^{-1} for the three maximum deformations and the two temperatures tested 44

FIGURE 2.4: Stress-strain curves at 25 °C with a maximum deformation of 4% for four different strain rates. σ_L: upper plateau stress on loading, σ_{As} and σ_{Af}: stresses to begin and end the austenitic transformation respectively 44

FIGURE 2.5: Variation of stresses σ_L, σ_{As} and σ_{Af} with the variables for the significant effects and interactions 50

FIGURE 2.6: Models results for the variations of σ_L, σ_{As} and σ_{Af} with the strain rate . 53

FIGURE 3.1: Stress-strain curves at 25°C and 4% of maximum deformation for four different strain rates. σ_L is the upper plateau stress on loading. σ_{As} and σ_{Af} are the stresses to begin and end the austenitic transformation respectively . 64

FIGURE 3.2: Variation of the stresses σ_L, σ_{As} and σ_{Af} with the strain rate for each deformation level 65

FIGURE 3.3: a)Exothermic martensitic and endothermic austenitic transformations in SMA. b)Superelastic stress-strain curves obtained at low strain rate (solid lines) and high strain rate (dotted lines). 66

FIGURE 3.4: Sample temperature a a function of strain at four levels of strain rate as determined by the simulations. The maximum temperature reached in each case is shown. 74

FIGURE 3.5: Variation of the mean values of the stresses as determined by the tests results (solid lines) and when the temperature effect is taken into account (dotted lines). 77

FIGURE 3.6: a)Variation of the Maxwell stress with the strain rate as computed from the results (solid lines) and with the temperature effect taken into account (dotted lines). b)Slight difference in the behaviour at 25 and 35 °C 80

FIGURE 4.1: Superelastic stress-strain curve of a shape memory alloy. σ_{Ms} and σ_{As} are the stresses to start the martensitic and the reverse austenitic transformation respectively. The dashed curve is for a sollicitation at a higher temperature 88

FIGURE 4.2: Superelastic curve in tension (——) and in compression (-----). ΔW and W are respectively the dissipated energy and the maximum strain energy in a tensile loading unloading sollicitation. U is the maximum potential energy in a tension-compression sollicitation. 93

FIGURE 4.3: Stress-strain curves at a frequency of 0,1 Hz for the three amplitudes and two temperatures. 94

FIGURE 4.4: Stress-strain curves at 25°C and 4 % of amplitude for four different frequencies. 95

FIGURE 4.5: Variation of the average values of the dissipated energy 98

FIGURE 4.6: Variation of the average values of the loss factor 98

FIGURE 4.7: Variation of the average values of the maximum potential energy 100

FIGURE 4.8: Sample temperature as a function of strain at four levels of frequency and two amplitudes as determined by the simulations 107

FIGURE 4.9: Fourier three harmonic sine series simulation of the stress-time experimental results at 25 °C and 4 % of strain amplitude at four different frequencies. The

2.4.2 Statistical analysis results 46
2.4.2.1 Temperature and strain rate interaction on the Young modulus 46
2.4.2.2 Temperature and strain rate effects on upper plateau stress 48
2.4.2.3 Strain effect and temperature and strain rate interaction on σ_{As} 49
2.4.2.4 Interaction effects on σ_{Af} 51
2.4.3 Discussion on strain rate effect and strain dependency 51

2.5 EMPIRICAL PREDICTION MODELS 52

2.6 CONCLUSIONS 54

ACKNOWLEDGEMENT 55

REFERENCES 55

CHAPITRE 3
SUPERELASTICITY OF NiTi SHAPE MEMORY ALLOYS:STRAIN RATE, TEMPERATURE AND STRAIN EFFECTS. PART II: THERMAL ANALYSIS 59

ABSTRACT 59

3.1 INTRODUCTION 60

3.2 EXPERIMENTAL RESULTS 62

3.3 THERMAL ANALYSIS 64
3.3.1 Theory 64
3.3.2 Simulation 67
3.3.3 Results 73

3.4 DISCUSSION 76

3.5 CONCLUSIONS 81

FIGURE C.2: Énergie potentielle définie à partir du maximum de déformation dans le cas d'une sollcitation tension-compression (a) et tension seulement (b). . . 205
FIGURE C.3: Variation de la température en fonction de la déformation à différentes fréquences pour une amplitude de vibration en déformation de 3 % et une température ambiante, tel qu'obtenu par simulation. 208
FIGURE C.4:Simulation par une série de Fourier à trois harmoniques des résultats contrainte-temps à 25 °C et 2% d'amplitude. 212
FIGURE C.5:Simulation par une série de Fourier à trois harmoniques des résultats contrainte-temps à 25 °C et 3% d'amplitude. 212
FIGURE D.1:Schéma du montage pour l'élaboration des tissus 216
FIGURE D.2: Photo du montage d'enroulement 217
FIGURE D.3:Peigne utilisé pour guider les fils et produire un faisceau de largeur désirée 219
FIGURE D.4:Ensemble de guidage des fils. Tiges de guidage et vis d'avancement qui assurent le déplacement du système 219
FIGURE D.5: Fils alignés sur le tambour. À droite, densité de 6 fils/mm, au centre 4 fils/mm et à gauche 2 fils/mm 220
FIGURE D.6: Fente de découpage. La zone ombrée est la résine époxy 220
FIGURE D.7: Vue de côté du tambour indiquant les points où le tissu est collé et ceux où il est découpé 221
FIGURE D.8: Début du remplissage du moule en partant de la droite 224
FIGURE D.9: Moule rempli au ¾ 224
FIGURE D.10: Moule complètement rempli et prêt à être fermé 225
FIGURE D.11: Moule fermé 225
FIGURE D.12: Poids assurant une tension sur les fils 226
FIGURE D.13: Variation de la courbe contrainte-déformation du PU en fonction de la température 231

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

A	Austénite
A_1, A_2	Amplitudes de deux pics successifs d'une oscillation amortie
A_f	Température de fin de transformation austénitique
A_s	Température de début de transformation austénitique
ANOVA	Analyse de variances (Analysis Of Variance); Méthode d'analyse statistique
AMF	Alliage à Mémoire de Forme
c	Chaleur spécifique
CRASP	Centre de Recherche Appliquée en Science des Polymères
d.f.	Degré de liberté (Degree of Freedom)
D	Diamètre
DMA	Dynamic Mechanical Analyser
E	Module de Young
E*	Module complexe ou apparent
E'	Module de conservation
E"	Module de perte
E_{cal}	Module de Young calculé par la loi des mélanges
E_{mes}	Module de Young mesuré
E_{PU}	Module de Young du polyuréthanne
E_{SMA}	Module de Young des fibres AMF
E_g	Énergie générée
$E_{g(FI)}$	Énergie générée par la friction interne
$E_{g(tr)}$	Énergie générée par la transformation de phase
E_{out}	Énergie quittant le corps, à travers sa surface
E_{st}	Énergie emmagasinée
f_m	Fréquence de résonnance du $n^{ième}$ mode

Δf_n	Amplitude de demi-puissance
$\Delta f(\varepsilon)$	Fraction d'énergie générée durant un intervalle de temps Δt
F	Ratio de la moyenne des carrés d'un facteur à la moyenne des carrés des résidus (statistique due à Fisher)
FI	Frottement Interne
FI_{INT}	Frottement interne intrinsèque
FI_{TP}	Frottement interne de transition de phase
FI_{TR}	Frottement interne transitoire
FFT	Transformée de Fourier rapide (Fast Fourier Transform)
h	Coefficient de transfert de chaleur par convection
h_∞	Coefficient de transfert de chaleur par convection à température ambiante
Δhys	Taux de dissipation de l'énergie par unité de déformation
HYS	Énergie dissipée proportionnelle à l'hystérésis de surface de la courbe contrainte-déformation
ΔH	Enthalpie de transformation
ΔHYS	Énergie générée par le frottement interne en un temps Δt
I	Indice pour la partie imaginaire d'une réponse ou sollicitation
L	Longueur
M	Martensite
M_f	Température de fin de transformation martensitique
M_s	Température de début de transformation martensitique
MTS	Material Testing System (trade name)
NiTi	Alliage Nickel Titane
n	Nombre d'harmoniques
p	Probabilité
PU	Polyuréthanne
Q^{-1}	Facteur de qualité
R	Indice pour la partie réelle d'une réponse ou d'une sollicitation

R^2	Coefficient de détermination
S	Somme des résidus (analyse statistique)
SDC	Capacité d'amortissement spécifique (Specific Damping Capacity)
SMA	Shape Memory Alloy
t	Temps
Δt	Intervalle de temps
T°, T	Température
T_∞	Température ambiante
ΔT	Variation de température durant un temps Δt
U	Énergie potentielle maximale, énergie de déformation ou énergie élastique
v	Vitesse de déplacement
v_f	Fraction volumique de fibres
v_m	Fraction volumique de la matrice
V	Volume
V_{aust}	Volume de l'austénite
V_{mart}	Volume de la martensite
ΔV_{tr}	Déformation volumétrique de transformation
W	Énergie de déformation
ΔW	Énergie dissipée par unité de volume et par cycle
δ(ou Λ)	Décrément logarithmique (en amortissement)
δ	Déphasage entre la réponse et la sollicitation (pour une sollicitation harmonique)
$d\sigma/dT$	Taux de contrainte; Taux de variation des contraintes de transformation avec la température
ε	Déformation
$\Delta\varepsilon$	Incrément de déformation en un temps Δt
$\dot{\varepsilon}$	Strain rate

ε_0	Amplitude de déformation
ε_{Af}	Déformation à la fin de la transformation austénitique
ε_{As}	Déformation au début de la transformation austénitique
ε_{Ms}	Déformation au début de la transformation martensitique
ε_{max}	Déformation maximale
ε_p	Déformation permanente
ϕ	Diamètre
η	Facteur de perte
ρ	Densité
σ	Contrainte
σ_0	Amplitude de contrainte
σ^*	Contrainte complexe
σ_{Af}	Contrainte de fin de transformation austénitique
σ_{As}	Contrainte pour débuter la transformation austénitique
σ_{cal}	Contrainte calculée par la loi des mélanges
σ_{hys}	Contrainte égale à la moitié de l'hystérésis de contrainte entre les deux plateaux
σ_L	Contrainte moyenne du plateau supérieur sur la courbe d'un AMF superélastique
σ_{max}	Contrainte maximale
σ_{mes}	Contrainte mesurée
σ_{Ms}	Contrainte pour débuter la transformation martensitique
σ_{comp}	Contrainte dans le composite
σ_{PU}	Contrainte dans le Polyuréthanne
σ_{SMA}	Contrainte dans les fibres AMF
σ_U	Contrainte moyenne du plateau inférieur sur la courbe d'un AMF

	superélastique
tg δ	Coefficient de perte
w	Fréquence radiale

AVANT-PROPOS

Les alliages à mémoire de forme suscitent depuis plusieurs années un grand intérêt dans les milieux industriel et universitaire. Découverts il y a environ une cinquantaine d'années, ils sont utilisés dans les industries aéronautiques, électroniques ou médicales pour assembler, actionner, contrôler des structures ou encore amortir des vibrations. Suite à l'expiration du brevet sur le Nitinol en 1981, les alliages à mémoire de forme en nickel-titane ont rapidement envahi le marché des AMF, ce qui a conduit à une explosion de la recherche dans ce domaine.

Une première conférence provinciale à Montréal en 1993 introduisait ces alliages sur le marché québécois. Un consortium était formé entre diverses industries, universités, ainsi que le gouvernement du Québec, afin de promouvoir le développement et l'application de ces alliages au Québec. L'École Polytechnique s'est impliquée depuis le début dans ce groupe, et un groupe d'étude et de modélisation des alliages à mémoire de forme, le gem3f, a été formé à l'intérieur du département de génie mécanique. En 1994 avait lieu à Québec une conférence internationale sur les alliages à mémoire de forme organisée par ce consortium.

Parallèlement au développement des alliages à mémoire de forme, un nouveau domaine voyait le jour il y a une dizaine d'années, celui des "matériaux intelligents". Ces matériaux doivent pouvoir répondre à certaines sollicitations de façon appropriée et contrôlée et peuvent contenir des détecteurs ou actuateurs. Les alliages à mémoire de forme entrent donc dans

cette catégorie. Les composites contenant des alliages à mémoire de forme ont fait leur apparition et, à l'École Polytechnique, une première étude sur la résistance à l'impact des composites renforcés par des alliages à mémoire de forme était effectuée. La capacité d'amortissement de tels composites était également abordée dans une autre recherche. Ces premières études ont démontré la faisabilité de tels composites et l'intérêt à poursuivre la recherche dans cette direction. Cette thèse vient donc s'inscrire dans ce contexte et se veut une étude plus approfondie du potentiel des composites renforcés par des alliages à mémoire de forme.

INTRODUCTION

Les matériaux composites sont de plus en plus répandus de nos jours. Leur versatilité et leur légèreté en font des matériaux de choix pour les demandes exigeantes du monde moderne. Cependant, l'introduction des fibres de renfort, si elles leur donnent la rigidité recherchée, a aussi pour effet de les rendre plus sensibles à l'impact et de diminuer leur capacité d'amortissement. Les alliages à mémoire de forme, d'un autre côté, possèdent une capacité d'amortissement semblable aux polymères tout en ayant la rigidité exigée des renforts. Cependant, ce sont des alliages assez coûteux, ce qui freine considérablement leur utilisation à grande échelle. Leur combinaison avec une matrice polymère permet d'éliminer certains de ces inconvénients tout en tirant parti des propriétés intéressantes de chacune des composantes.

Les alliages à mémoire de forme (AMF) sont caractérisés par une grande variation de leurs propriétés associée à un changement de phase austénite→martensite. Ce changement de phase peut être produit par une variation de la température ou de la contrainte. Le module, la résistivité et la capacité d'amortissement vont varier de façon caractéristique tout au long de cette transition. Le module, par exemple, augmente de 3 à 4 fois lors de la transition martensite→austénite. Si ces matériaux sont déformés plastiquement en phase martensitique, puis chauffés de façon à les faire passer à la phase austénitique (phase mère), ils retourneront à leur forme initiale; c'est l'effet mémoire de forme. De plus, si la déformation initiale est

maintenue constante tout au long de la transition de phase, la contrainte dans l'alliage augmentera de façon très appréciable (350 MPa). Ceci permet de les utiliser comme actuateurs. A l'état austénitique, l'alliage peut également être transformé en martensite sous l'effet d'une contrainte. Malgré le fait que le comportement est non linéaire, la déformation est réversible jusqu'à 6 à 8 %; ce phénomène est la superélasticité. Lors de ces changements de phase, il se produit à l'intérieur de l'alliage des réorientations des structures, des variantes et des grains. A ces réorientations est associée une grande dissipation d'énergie. C'est ce qui confère à ces matériaux leur capacité d'amortissement exceptionnelle. L'amortissement est plus élevé au moment de la transition de phase. Il est donc possible de l'obtenir en faisant varier la température ou en induisant de la martensite dans un alliage superélastique.

Les composites renforcés par des alliages à mémoire de forme ont fait leur apparition il y a une dizaine d'années, en même temps que les matériaux intelligents (Fanuci, 1991; Ahmad, 1988; Rogers et al., 1988). Dans de telles structures, différentes propriétés des AMF peuvent être utilisées: la possibilité de changer leur rigidité et leur amortissement de façon contrôlée, leur action comme actuateurs ou leur capacité d'amortissement. Actuellement, ils ont principalement été étudiés pour des applications en contrôle actif, c'est-à-dire dans des situations ou certains paramètres sont modifiés de façon contrôlée afin d'obtenir la réponse désirée. Le principal domaine d'application de ces composites est le contrôle actif des vibrations et du bruit dans le domaine de l'aérospatiale, du transport ou de la construction. La variation contrôlée de la rigidité des AMF avec la température permet de déplacer les

fréquences naturelles de résonance d'une structure ou les maxima de transmission acoustique (Rogers et al., 1988; Liang et al., 1989). Si les AMF sont déformés plastiquement préalablement à leur introduction dans le composite, ils peuvent être utilisés comme actuateurs et servir à contrôler les fréquences de résonnance ou à diminuer l'amplitude des vibrations de façon contrôlée (Anders et al., 1991; Baz et al., 1990; Chandra et al., 1993). Le contrôle actif avec des actuateurs AMF peut également être utilisé pour contrôler la forme et le déplacement des composites (Escher et Hornbogen, 1991; Lagoudas et Tadjbakhsh, 1992).

Les références données ici ne sont que quelques exemples des nombreuses applications qui ont été envisagées pour de tels composites en contrôle actif. Mais ce genre d'application doit faire face à plusieurs problèmes. Afin d'activer les AMF, ils sont chauffés, généralement à l'aide d'un courant électrique. Leur refroidissement cependant ne peut être contrôlé, et à l'intérieur d'un composite il est très lent, ce qui limite grandement la possibilité d'utiliser ces composites à haute fréquence. Deuxièmement, afin de pouvoir exercer un contrôle efficace, il faut connaître et pouvoir prédire le comportement de ces composites. Mais le comportement des AMF est très complexe, et même si beaucoup de progrès ont été effectués dans ce domaine, il est encore très difficile de pouvoir tenir compte de tous les paramètres et de pouvoir prédire leur comportement dans des situations aussi complexes que la vibration. Finalement, la plupart des recherches effectuées sont à caractère fortement théorique et peu d'expérimentation a été faite avec de réels composites AMF. Le comportement des alliages

à mémoire de forme à l'intérieur d'un composite est donc mal connu.

Ces problèmes ont freiné la recherche dans le domaine du contrôle actif pour les composites AMF. Les intérêts se sont tournés plus récemment vers le contrôle passif, c'est à dire l'utilisation des caractéristiques intrinsèques des AMF tel que leur capacité d'amortissement élevée. Les propriétés d'amortissement de la phase martensitique des AMF sont plus élevées que celles de la phase austénitique, mais c'est lors du changement de phase que le maximum d'amortissement est atteint. Un fil austénitique qui subit un changement de phase sous l'effet d'une contrainte présente donc une capacité d'amortissement élevée (Misra et al., 1992). Des fils placés dans un composite de façon à subir une déformation maximale permettent d'obtenir un composite amortissant (Srinivasan et al., 1991). Maclean, Patterson et Misra (1990) ont simulé cet effet sur l'oscillation d'un bras de robot et les résultats étaient intéressants et prometteurs.

Compte tenu de tout ceci, il a été décidé d'orienter cette recherche du côté du contrôle passif, c'est à dire d'étudier la possibilité d'intégrer des renforts AMF amortissant aux composites afin d'augmenter leur capacité d'amortissement. Le but de cette recherche est donc:

- **d'élaborer un composite renforcés avec des alliages à mémoire de forme**
- **d'étudier le comportement de ce composite et de déterminer dans quelles conditions ce système a une capacité d'amortissement intéressante.**

Dans sa recherche sur les composites AMF, Pomerleau (École Polytechnique, 1994) avait utilisé comme renfort des AMF cuivreux de 0,8 mm de diamètre. Une constatation qui avait été faite était que de telles fibres étaient trop grosses lorsque comparées aux fibres de renfort traditionnellement utilisées dans les composites. De plus, les propriétés des alliages cuivreux sont beaucoup moins bonnes que celles des alliages NiTi. Afin de pallier à cet inconvénient, des fibres NiTi ayant un diamètre de 100 μm ont été choisies pour cette recherche. Ce choix est un compromis entre le besoin d'avoir un petit diamètre et le coût élevé et inversement proportionnel à la taille des fibres. Elles sont austénitiques à température ambiante car il est très difficile d'obtenir des fibres de si petit diamètre à l'état martensitique. L'avantage des fibres austénitiques est qu'elles ont un comportement parfaitement élastique jusqu'à des déformations de 6 à 8 % et qu'un amortissement élevé peut être obtenu lorsqu'elles sont soumises à une contrainte suffisante élevée pour obtenir une transformation de phase. Cependant le niveau de déformation qu'il faut appliquer pour arriver à cet amortissement est supérieur à 1 %. De plus la température a un effet sur le comportement de ces alliages et la plage d'utilisation en température peut être limitée. Il faut donc déterminer dans quelles limites ce genre d'alliage offre des propriétés amortissantes intéressantes et de quelle façon son comportement sera affecté par son introduction dans une matrice.

Comme le montrera la revue bibliographique du premier chapitre, il y a encore beaucoup de lacunes dans la connaissance du comportement des AMF particulièrement dans des sollicitations caractéristiques de l'amortissement, c'est-à-dire où la vitesse n'est pas constante.

Lorsqu'un matériau est sélectionné pour son amortissement, les caractéristiques qui doivent être connues et qui détermineront son domaine d'application sont:

- le comportement en fonction de la fréquence, l'amplitude et la température,
- la stabilité du comportement,
- la vie en fatigue.

De plus, pour un alliage à mémoire de forme, les propriétés dépendent du traitement que l'alliage a subi pour arriver à sa forme finale. Il faut donc étudier et bien comprendre le comportement des fils avant de penser à fabriquer des composites renforcés avec ces alliages. Une fois que ce comportement est bien compris, des composites peuvent être élaborés et leur comportement étudié. Ce travail représente une recherche fondamentale qu'il est nécessaire d'effectuer afin de pouvoir déterminer des conditions d'utilisation appropriées pour de tels matériaux. L'expérience passée avec les AMF a montré que ce sont des alliages complexes et qu'il faut arriver à déterminer exactement l'application qui leur convient pour réussir dans cette voie.

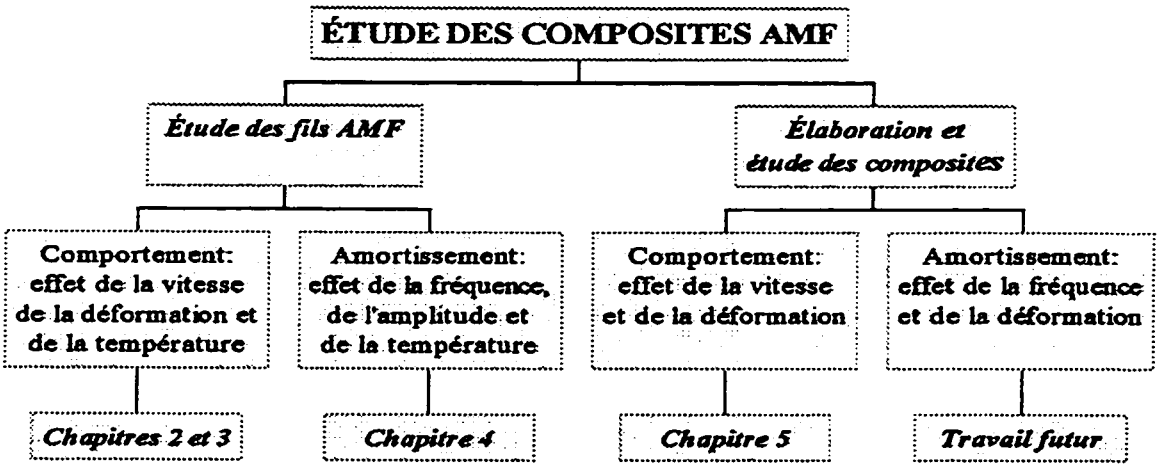
Ce travail peut donc être séparé en deux parties, la première étant l'étude des fils AMF qui serviront de renforts et la deuxième, l'élaboration et l'étude des composites. Afin de bien pouvoir caractériser le comportement des fils, ils sont tout d'abord étudiés lors de sollicitations à vitesse constante. Cela permet d'analyser l'effet des paramètres de sollicitation sur le comportement, et plus particulièrement l'effet du taux de déformation, de la déformation maximale et de la température ambiante. Les taux de déformation utilisés varient

de 0,00017 s^{-1} à 0,17 s^{-1} ce qui permet de couvrir un large domaine. Les résultats de cette étude font l'objet du chapitre 2. Cette étude est poussée plus loin au chapitre 3 lorsqu'un modèle thermique est développé afin de simuler l'échauffement produit par les transformations de phase exo et endothermiques. Cet effet devient important lorsque la vitesse de sollicitation augmente et cette partie a pour but de déterminer la contribution de l'échauffement aux résultats obtenus lors des essais. Afin d'étudier la capacité d'amortissement de ces fils, ils sont ensuite testés en sollicitation harmonique. L'effet de la fréquence, de l'amplitude et de la température ambiante sur l'énergie dissipée et la capacité d'amortissement est analysé et présenté dans le chapitre 4. Un modèle permettant de prédire le comportement dynamique des AMF est également développé. Les chapitres 2, 3 et 4 traitent donc de l'étude des fils NiTi et représentent la première partie de la recherche. Cette partie de la recherche a pris plus d'ampleur que ce qui avait été initialement prévu dû à l'intérêt des résultats qui ont été obtenus.

La deuxième partie de la recherche traite de l'élaboration et de la caractérisation des composites AMF. La mise au point d'une méthode de mise en forme des composites a pris plusieurs mois. Elle est décrite brièvement au chapitre 5 et plus en détails à l'annexe D. Des composites NiTi/PU ont été moulés et testés en tension, à vitesse constante aux mêmes vitesses que celles utilisées pour les tests sur les fibres. Les résultats de ces essais sont présentés au chapitre 5. L'effet du taux de déformation et de la déformation maximale sur le composite y sont étudiés. La différence de comportement entre le fil AMF seul et le fil moulé

dans un polymère y est également étudiée. Finalement, quelques composites contenant un certain pourcentage de fibres de verre en plus des fibres AMF ont été testés.

Vu l'ampleur du travail, le comportement dynamique des composites n'a pu être inclus dans cette thèse. Cependant, cela reste un aspect important car l'un des objectifs de ces composites est de les utiliser en amortissement. L'étude effectuée au chapitre 5 apporte certaines réponses quant à cet aspect des choses. Mais la recherche dans cette voie se poursuit. La capacité d'amortissement de ces composites sera étudiée plus en détail et les résultats de ces travaux seront présentés dans un article, suite au dépôt de cette thèse. L'organigramme suivant illustre les étapes de cette recherche.



Cette thèse est présentée par articles. Les annexes A, B, C et D sont des compléments à ces

articles et donnent les renseignements et détails qui n'ont pu être inclus dans les articles. Les résultats obtenus au cours de cette recherche permettent de répondre à certaines questions:

- *Le comportement des AMF est-il affecté par la vitesse de sollicitation, l'amplitude de déformation et la température?*
- *L'amortissement des AMF varie-t-il avec la fréquence?*
- *Est-il possible de produire un composite AMF possédant des propriétés intéressantes et dans quelles conditions?*

Ces résultats sont un premier jalon dans cette voie et la conclusion de cette thèse propose des voies de recherche dans le but de poursuivre ce travail.

CHAPITRE 1

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Les sujets traités dans cette thèse peuvent être regroupés en 3 domaines:

- ⇨ le comportement des AMF, particulièrement à l'état austénitique,
- ⇨ l'amortissement des AMF,
- ⇨ les théories de viscoélasticité,
- ⇨ les composites AMF.

Ce chapitre présente une revue de la bibliographie existante sur ces sujets, en s'intéressant plus particulièrement au comportement superélastique puisque c'est cet aspect qui est traité dans cette thèse. Dans chacun des articles, une revue bibliographique spécifique au sujet traité est également présentée. Une synthèse de ces revues ainsi que des renseignements complémentaires, des références qui n'étaient pas disponibles au moment de la rédaction des articles ou qui les complètent seront présentées ici.

1.1 LE COMPORTEMENT DES AMF

Les alliages à mémoire de forme sont caractérisés par la présence de 2 phases: l'austénite est la phase haute température ou phase mère et la martensite est la phase basse température. Les températures de transition entre ces deux phases peuvent se situer entre - 100 °C et 200 °C selon la composition de l'alliage. La Figure 2.1 a) illustre le diagramme d'état σ - T°

caractéristique des AMF. Le comportement de l'alliage dépend de la température à laquelle il se trouve:

- **en phase martensitique, sous M_f** il y a réorientation des variantes de martensite sous l'application d'une contrainte. Lorsque cette contrainte est enlevée, il y a une déformation plastique importante qui disparaîtra si l'alliage est chauffé en phase austénitique, puis refroidi. C'est l'effet mémoire de forme.
- l'alliage est partiellement austénitique et partiellement martensitique entre M_s et M_f au refroidissement et entre A_s et A_f au chauffage
- **en phase austénite, en haut de A_f** la martensite peut être induite sous contrainte. Cependant, puisqu'elle est instable à cette température, il y aura retour aux conditions initiales lors du déchargement. C'est le comportement superélastique qui est illustré à la Figure 2.1 b).
- si la température est trop élevée, la contrainte nécessaire pour induire la martensite sera plus élevée que la contrainte d'écoulement de l'austénite. Il y aura alors déformation plastique de l'austénite.

L'effet superélastique peut donc être obtenu dans un domaine limité de température. Pour les NiTi, utilisés dans cette recherche, la plage de température utile est d'environ 60 °C (Duerig et Zadno, 1990). Cette valeur peut varier légèrement avec le travail à froid, le recuit et le vieillissement de l'alliage.

La courbe de traction illustrée à la Figure 2.1 est caractérisée par deux plateaux. Les valeurs caractéristiques de cette courbe sont la contrainte moyenne au plateau supérieur σ_L, la contrainte moyenne au plateau inférieur σ_U, ainsi que les contraintes de début et de fin de transformation. L'hystérésis entre les deux plateaux est important et témoigne de l'importance de la dissipation d'énergie dans ce matériau. Le comportement de l'alliage est affecté par de nombreux facteurs tels que l'histoire thermomécanique, le % de Ni et Ti, l'ajout d'un troisième composant, le travail à froid, les températures de recuit et le vieillissement (Duerig et Zadno, 1990; Todoroki et Tamura, 1987; Melton, 1990; Abujudom et al., 1990; Fariabi et al., 1990). Il est possible d'augmenter la plage d'utilisation de l'effet superélastique ou d'améliorer les propriétés par différentes combinaisons de ces traitements. Les résultats de ces études ne seront pas décrits en détails ici car le but de cette recherche n'est pas d'étudier ces effets. Ces études démontrent cependant le besoin de caractériser chaque alliage étudié puisque les propriétés ne peuvent être prédites exactement. Les alliages NiTi utilisés pour cette recherche sont dopés avec 0.2 % de chrome et le traitement thermique est effectué par le fournisseur.

En dehors des facteurs mentionnés précédemment, il y a trois facteurs qui peuvent affecter le comportement des AMF: ce sont la température, l'amplitude de déformation et le taux de déformation. Il y a également une variation de la courbe contrainte-déformation avec le nombre de cycles, surtout lors des premiers cycles. Afin de stabiliser le comportement superélastique, il est donc nécessaire de précycler les alliages. Ce point est traité plus en détail

au chapitre 2. Pour des applications en amortissement, le comportement en fatigue des alliages est un autre point à considérer et il sera donc abordé dans cette revue.

1.1.1 Effet de l'amplitude de déformation

Les alliages NiTi ont un comportement superélastique pour des déformations allant jusqu'à 8 %. Si l'amplitude de déformation dépasse cette valeur, des glissements se produisent dans l'alliage et la déformation permanente augmente (Duerig et Zadno, 1990; Graesser et Cozzarelli, 1991). Tobushi et al. (1994) ont pour leur part observé une augmentation de la déformation permanente avec l'amplitude de déformation pour des amplitudes de déformation aussi basse que 2 %. Les échantillons testés dans cette recherche n'ayant pas été précyclés, ceci est probablement dû au fait que le comportement superélastique n'était pas stabilisé. Duerig et Zadno (1990) ont de plus observé que pour des amplitudes de déformation sous le seuil de 8 %, il y avait une diminution de la contrainte moyenne au plateau inférieur avec l'augmentation de l'amplitude de déformation. L'amplitude de déformation a également un effet évident sur l'énergie dissipée par l'alliage et sur la vie en fatigue.

1.1.2 Effet de la température ambiante

Le comportement des alliages à mémoire de forme est fortement dépendant de la température. C'est un de leurs désavantages quant à l'utilisation de la superélasticité. Comme il a été

mentionné précédemment, l'effet superélastique ne peut être obtenu que dans une plage limitée de température. De plus, si la température augmente, les contraintes de transformations augmentent également tel qu'illustré à la Figure 2.1. La variation de la contrainte de transformation avec la température est une caractéristique fondamentale des AMF appelée le taux de contrainte $d\sigma/dT$ (Wayman et Duerig, 1990). Pour un NiTi, les valeurs typiques du taux de contrainte varient de 3 à 20 MPa/°C selon la composition de l'alliage (Melton, 1990).

1.1.3 Effet du taux de déformation

Le taux de déformation est le facteur le plus intéressant et le plus controversé. Généralement, un changement dans le comportement de l'alliage est observé avec l'augmentation de la vitesse de sollicitation. Plus particulièrement, les pentes des plateaux augmentent avec la vitesse de sollicitation. Cet effet est attribué à l'échauffement de l'alliage produit par les transformations de phase. Tel qu'illustré à la Figure 3.3 a), la transformation austénite→martensite est exothermique, tandis que la transformation martensite→austénite est endothermique. L'énergie générée par cette transformation n'a pas le temps d'être dissipée lorsque la vitesse de sollicitation est élevée et l'alliage s'échauffe. Les contraintes de transformation étant sensible à la température sont donc affectées tel que montré à la Figure 3.3 b).

Ces points sont abordés au chapitre 2 et étudiés plus en détails au chapitre 3 où l'effet de cet échauffement est analysé. Les différentes études se rapportant à ce sujet y sont discutées et ne seront donc pas reprises en détail ici. Certains auteurs arrivent à la conclusion que le taux de déformation a un effet sur le comportement, mais la variation de température n'ayant pas été mesurée lors de ces études, il est difficile de dire si cet effet n'est pas dû à l'échauffement (Witting et Corazelli, 1993). Dans les études où la température des échantillons est mesurée, il est observé qu'elle augmente avec la vitesse de sollicitation et cause donc une variation des contraintes de transformation. Il faut noter cependant que les échantillons sont généralement relativement gros, ce qui résulte en un échauffement important pouvant masquer tout autre effet. De plus les plages de vitesse testées ne sont généralement pas très grandes et le nombre d'échantillons est limité.

Deux études plus récentes ne sont pas mentionnées dans les chapitre 2 et 3. Ce sont la thèse de Witting (1994) et l'article de Wu et al. (1996). Dans sa recherche, Witting a testé des fils de NiTi d'un diamètre de 0,381 mm à des taux de déformation variant de 0,000023 s^{-1} à 0,23 s^{-1}. Il a observé une augmentation des contraintes de transformation du plateau supérieur et une diminution des contraintes du plateau inférieur avec l'augmentation de la vitesse. Dans ses tests, l'échantillon était maintenu en tension à la fin de l'essai et il a observé que lorsque l'échantillon avait été sollicité à haute vitesse, la contrainte décroissait avec le temps de relaxation. La température n'a jamais été mesurée lors de ces tests, mais cette décroissance de la contrainte semble indiquer un refroidissement de l'échantillon après une sollicitation rapide qui aura produit un échauffement.

Wu et al. ont testé des fils NiTi de très faible diamètre, 0,0254 mm, à des taux de déformation variant de 10^{-4} à 10^{-2} s^{-1}. Afin de maximiser la dissipation de chaleur, ces fils étaient placés dans un environnement liquide . Dans ces conditions, ils n'ont observé aucun effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement des alliages à mémoire de forme. Il ne semble pas y avoir de présence de germination multiple dans ces échantillons. De plus, le diamètre des fils est de l'ordre de grandeur des grains dans le NiTi, ce qui peut possiblement produire un comportement différent des échantillons de plus grosses dimensions. Wu et al. ont également recalculé les variations de températures lors des tests de Witting par simulation et en sont arrivés à la conclusion que l'augmentation de température dans ces échantillons était responsable des effets observés. Les renseignements fournis dans l'article ne sont pas suffisants pour juger de la pertinence de ce calcul.

De façon générale, l'effet du taux de déformation semble être attribué à un effet d'échauffement. Cependant, les études ne sont pas assez nombreuses, et ne couvrent pas toujours d'assez larges domaines de vitesse pour pouvoir affirmer que ce soit réellement le cas. Les facteurs tels que la taille, l'histoire thermomécanique,..., affectent probablement ces résultats et il est difficile de généraliser avec si peu de données.

1.1.4 La fatigue des AMF

Un des défauts majeurs des alliages à mémoire de forme est leur mauvaise tenue en fatigue.

Ceci a fortement limité leur application dans le domaine des vibrations. La durée de vie en fatigue peut varier de 10^3 à 10^5 cycles pour les NiTi superélastiques, dépendant du traitement thermique et des amplitudes de sollicitation (Miyazaki et al., 1989; Miyazaki, 1990; Misra et al., 1992; Hagemeister et al., 1994). Lors d'une sollicitation à grande déformation, avec induction de martensite, la rupture se produit généralement de façon brutale. Ceci est dû au fait que la réorientation continuelle des variantes introduit des défauts et des champs de contrainte élevés. Il faut cependant noter que Escher et Hornbogen (1991) ont observé une amélioration de la vie en fatigue lorsque l'alliage est placé dans un polymère.

1.2 L'AMORTISSEMENT DES AMF

Les alliages à mémoire de forme sont reconnus pour leur grande capacité d'amortissement. Cette propriété a été beaucoup étudiée à l'aide de tests de DMA, où l'échantillon est sollicité à une fréquence fixe en subissant un balayage en température. Les théories découlant de ce genre d'étude sont présentées brièvement ici (1.2.1). L'amortissement lors d'une sollicitation isotherme a été beaucoup moins étudié. Une revue de ce qui est connu sur le sujet est présentée au point 1.2.2.

1.2.1 Les théories d'amortissement dans les AMF

L'amortissement des AMF est souvent caractérisé par des mesures de DMA et la capacité

d'amortissement de ces alliages est mesurée à l'aide du frottement interne, FI, donné par:

$$FI = 1/2\pi \cdot (\Delta W/U) \tag{1.1}$$

où ΔW est l'énergie dissipée par cycle et par unité de volume et U est l'énergie de déformation ou potentielle. Le FI est donc égal au facteur de perte généralement mesuré en amortissement. Pour les alliages à mémoire de forme, les auteurs identifient trois composantes qui contribuent à l'amortissement (Gremaux et al., 1987; De Batist, 1992; Stoiber et al., 1992; Bidaux et al., 1989), soit:

$$FI = FI_{TR} + FI_{INT} + FI_{TP} \tag{1.2}$$

où FI_{TR} est la composante transitoire du frottement interne, FI_{INT} est le frottement interne intrinsèque des deux phases et FI_{TP} est le frottement interne de transition de phase. Le premier terme dépend du taux de chauffage, de la fréquence de sollicitation et de la fraction de matière transformée. Sa valeur est importante, particulièrement dans la zone de transition et c'est la composante du frottement interne qui a été le plus étudiée. Cependant, comme l'indique son nom, cette composante transitoire n'est présente que lorsque l'alliage est chauffé ou refroidi, ce qui ne correspond pas à une situation pratique d'utilisation où les sollicitations se font à température constante. Ce n'est donc pas un aspect de l'amortissement qui nous intéresse ici.

Le frottement interne intrinsèque, FI_{INT} dépend des fractions des deux phases en présence et du frottement intrinsèque de chacune de ces phases. En phase martensitique, l'amortissement est relativement élevé, surtout lorsque l'amplitude de déformation augmente (Pomerleau, 1994; Dejonghe et al., 1977; De Batist, 1992). Ce frottement interne élevé est dû à l'énergie

dissipée par la réorientation des différentes variantes de martensite. En phase austénitique (sans transformation de phase), l'amortissement est semblable à celui des métaux conventionnels, donc faible.

Finalement, le dernier terme, le frottement interne de transformation de phase apparaît lorsque le premier terme devient négligeable (condition isotherme) ou lorsque la fréquence de sollicitation est très élevée (Dejonghe et al., 1977; De Batist, 1992; Bidaux et al., 1989). Dans de telles conditions, des maxima de frottement interne sont observés au voisinage des températures de transition, après le début de la transformation. Ce phénomène est attribué à une dissipation d'énergie au niveau de l'interface martensite-austénite.

1.2.2 L'amortissement en condition isotherme

Au point de vue de l'application en vibration, c'est la capacité d'amortissement en condition isotherme, donc les deux derniers termes de l'équation 1.2, qui sont le plus intéressant. Les alliages utilisés dans cette étude sont austénitique et comme mentionné précédemment, la phase austénitique a une capacité d'amortissement intrinsèque assez faible. Pour obtenir un amortissement intéressant, il faut solliciter l'alliage à une contrainte assez élevée pour induire une transformation de phase, mais la déformation nécessaire pour y arriver peut être assez élevée. Quelques auteurs ont étudié cet aspect de l'amortissement (Dejonghe et al., 1977; De Batist, 1992; Regelbrugge, 1994).Une des applications envisagée pour les AMF

superélastiques est l'isolation des vibrations séismiques qui sont de grandes amplitudes. Une autre est la résistance à l'impact. L'énergie dissipée dans un cycle est donnée par la surface du cycle d'hystérésis ΔW et le facteur de perte est donné par l'équation 1.1. Dans leur étude sur l'amortissement, Dejonghe et al.(1991) ont observé que l'énergie dissipée par cycle n'était pas affectée par la température mais que la capacité d'amortissement diminuait avec l'augmentation de température. L'énergie dissipée et le facteur de perte augmentent également avec l'amplitude de déformation (Dejonghe et al., 1977; De Batist, 1992; Tobushi et al., 1994). L'effet de la fréquence n'est pas connu et doit donc être analysé.

Une étude différente est celle effectuée par Stoiber et al. (1991). Un échantillon est soumis à une force en tension augmentant à un taux constant en plus d'une oscillation en torsion de très faible amplitude. L'énergie dissipée et l'amortissement durant chaque oscillation sont mesurés en fonction de la contrainte appliquée à cet instant là. Un maximum de la capacité d'amortissement est observé après le début de la transformation martensitique lorsque la charge augmente, et après le début de la transformation austénitique lorsque la charge diminue. Cette capacité d'amortissement est, de plus, sensible au taux de variation de la contrainte et diminue fortement lorsque la contrainte de tension ne varie plus. C'est la seule étude du genre et il y a encore beaucoup d'inconnues sur le comportement des AMF dans une telle situation. Ce genre de sollicitation se rapproche de la situation où l'alliage serait précontraint avant d'être placé dans une situation de vibration et présente donc un certain intérêt.

1.3 LES THÉORIES DE VISCOÉLASTICITÉ

Les propriétés dynamiques des matériaux peuvent être déterminées par différentes méthodes donnant différents facteurs d'amortissement. Le frottement interne FI, le facteur de qualité Q^{-1}, le décrément logarithmique δ (ou Λ), les coefficients de perte tg δ ou η et la capacité d'amortissement spécifique SDC sont quelques un des paramètres utilisés. Idéalement, ces différentes méthodes de mesure donnent le même résultat, une fois que les relations entre les coefficients ont été établies et si les conditions de validité ont été respectées (Read et Dean, 1978). Le but de cette section est de présenter brièvement les relations pouvant exister entre ces différents facteurs ainsi que leurs limites.

1.3.1 Mesure de l'énergie

Lorsqu'un matériau est cyclé harmoniquement, la surface de la courbe contrainte-déformation est égale à l'énergie dissipée par cycle et par unité de volume (ΔW). Cette énergie est une mesure de l'amortissement qui est valable pour tous les types de matériaux. Pour un alliage à mémoire de forme superélastique, cette énergie est importante comme il peut être observé à la figure 2.1. La capacité d'amortissement spécifique d'un matériau est fonction de cette énergie et est donnée par:

$$SDC = \Delta W/U \tag{1.3}$$

où U est l'énergie de déformation, l'énergie élastique ou l'énergie potentielle selon les

définitions (ASA STD, 1976). Le plus souvent, cette énergie est donnée par:

$$U = \frac{1}{2}\, \varepsilon_0 \bullet \sigma_0 \tag{1.4}$$

où ε_0 et σ_0 sont les amplitudes de déformation et de contrainte. Cette dernière relation est valable pour les matériaux linéaires et dont l'amortissement n'est pas trop élevé seulement. La capacité d'amortissement est plus souvent spécifiée par le facteur de perte:

$$\eta = 1/2\pi(\Delta W/U) \tag{1.5}$$

définition qui est égale à celle du FI défini pour les AMF. Dans les cas où l'on désire plutôt minimiser l'amortissement, on préférera travailler avec le facteur de qualité qui est l'inverse du facteur de perte:

$$Q^{-1} = \eta \tag{1.6}$$

1.3.2 Visocélasticité linéaire

Un matériau ayant un comportement élastique linéaire et soumis à une sollicitation sinusoïdale aura une réponse sinusoïdale. Si ce matériau est amortissant, il aura un comportement en partie visqueux, et sa réponse sera déphasée d'un angle δ par rapport à la sollicitation. Ce sont les caractéristiques d'un comportement viscoélastique linéaire. Dans une telle situation, les relations dynamiques peuvent être exprimées sous forme complexe:

$$\sigma^* = E^* \varepsilon^* \tag{1.7}$$

où $\varepsilon^* = \varepsilon_0 \exp(i\omega t)$, $\sigma^* = \sigma_0 \exp\,[i(\omega t+\delta)]$ et E^* est le module complexe ou module apparent. Les parties réelles de ces fonctions complexes représentent les sollicitation et réponse. À

partir de ces équations, il est possible de définir le module de conservation E', le module de perte E" et le coefficient de perte tg δ comme suit:

$$E^* = E' + iE'' \qquad \text{tg}\,\delta = E''/E'$$

$$E' = |E| \cos\delta \qquad E'' = |E| \sin\delta \tag{1.8}$$

Les relations entre ces composantes sont illustrées à la Figure 1.1. E' est relié à la composante de la réponse en phase avec la sollicitation tandis que la composante de E" est déphasée de 90° par rapport à la sollicitation.

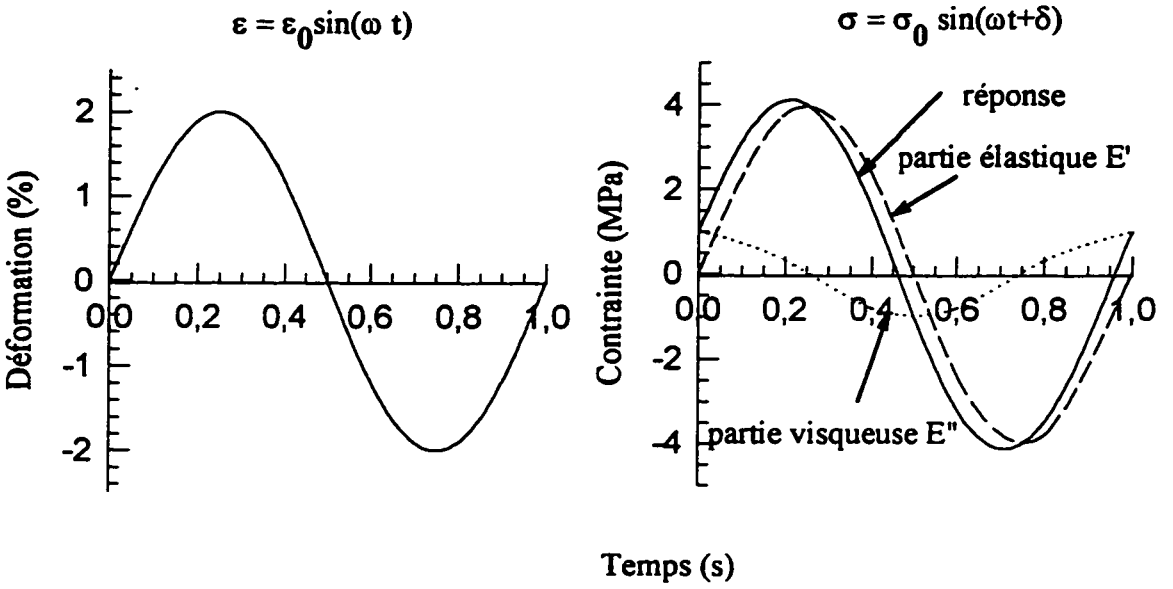


FIGURE 1.1: Sollicitation et réponse d'un matériau linéaire. La réponse peut être décomposée en une partie réelle et une partie visqueuse

Le module de conservation représente la rigidité réelle du matériau et est proportionnel à l'énergie potentielle tandis que le module de perte est proportionnel à l'énergie dissipée par

cycle. Les relations sont données par:

$$U = \frac{1}{2}\sigma_0^2 E' \qquad \Delta W = \pi \sigma_0^2 E''$$

$$\Delta W/U = 2\pi \, tg\delta \tag{1.9}$$

d'où l'on peut voir que le coefficient de perte tg δ est égal au facteur de perte η. Ces relations entre les facteurs et les modules complexes sont valides pour autant que le matériau ait un comportement linéaire.

1.3.3 Vibrations non forcées

Toutes les relations précédentes sont définies pour des cas de sollicitation harmoniques forcées. L'amortissement peut également être mesuré dans le cas de vibrations libres où une déformation est imposée au matériau puis relâchée. Le matériau oscillera alors autour de sa position d'équilibre avec une amplitude décroissante et proportionnelle à l'amortissement du matériau. Cette décroissance ayant une forme exponentielle, le décrément logarithmique est une mesure de l'amortissement donnée par:

$$\Lambda = \ln(A_1/A_2) \tag{1.10}$$

où A_1 et A_2 représentent les amplitudes de deux pics successifs. Si le comportement est linéaire et l'amortissement peu élevé (<30%), ce facteur peut-être relié à l'angle de perte par la relation:

$$\Lambda = \pi \, tg\delta \tag{1.11}$$

Cette réponse peut également être transformée en réponse fréquentielle par une transformée

de Fourier. L'amortissement est alors défini en fonction de la fréquence par la bande passante de résonance correspondant à l'amplitude de demi-puissance Δf_n :

$$\eta = \Delta f_n / f_m \tag{1.12}$$

où f_m est la fréquence de résonance du $n^{ième}$ mode.

Il existe donc diverses méthodes pour mesurer l'amortissement, les principales ayant été présentées ici. Il faut remarquer que la plupart de ces relations sont valables pour des matériaux ayant un comportement linéaire, et se limitent à des matériaux ayant des faibles valeurs d'amortissement dans plusieurs cas. Pour des matériaux non linéaires, la mesure de l'énergie dissipée est toujours valable.

1.4 LES COMPOSITES AMF

Malgré tout l'intérêt généré par les composites AMF, il y a relativement peu d'études où des composites AMF ont réellement été mis en forme et testés. Beaucoup de recherches, principalement dans le domaine du contrôle actif, sont des modélisations du comportement qu'aurait un composite AMF. Il n'y a donc pas beaucoup de renseignements sur la problématique de la mise en forme de ces composites, et sur l'effet de la mise en forme et de la présence d'une matrice sur le comportement des AMF. Dans cette partie de la revue bibliographique, les résultats connus sur le comportement des AMF dans une matrice seront présentés. Une des applications possibles des composites AMF sans contrôle actif est une

meilleure résistance à l'impact. Quelques recherches ayant été faites dans ce domaine, les résultats seront également présentés ici.

1.4.1 Comportement des AMF dans un composite

Un des premiers articles qui a paru sur les composites AMF avait pour but l'étude de l'effet mémoire de forme pour des feuilles d'AMF moulées dans du silicone (Thumann et al., 1986). Il fut observé que le silicone améliore l'effet mémoire de forme en emmagasinant de l'énergie lors de la déformation initiale et produit par la suite une force de rappel. Si le rapport silicone-AMF est approprié, l'effet mémoire double-sens peut-être obtenu sans qu'il soit nécessaire d'éduquer l'AMF (Escher et Hornbogen, 1991; Escher et al., 1992). De plus la dégradation des propriétés de l'AMF en fatigue est beaucoup moins prononcée dans le composite que pour un AMF seul.

Bidaux, Venkatesh et al. (Venkatesh et al., 1992; Bidaux et al., 1993; Bidaux et al. 1994, Bidaux et al., 1995) ont également effectué tout un programme de recherche sur le comportement dynamique des composites AMF. Une partie de ces recherches consiste à tester par DMA des AMF purs et des composites avec une fraction volumique de fibres AMF de 2,6 %. Le comportement général du composite est semblable à celui de l'AMF pur, le début de la transformation étant légèrement déplacé. Ceci peut être expliqué par la présence de contraintes résiduelles résultant du refroidissement de la matrice lors de la mise en forme

et des différences de coefficient d'expansion thermiques entre la matrice et les fibres. Lors du chauffage, le module du composite diminue légèrement au lieu d'augmenter comme dans l'AMF pur et l'amortissement dans la zone de transition est légèrement plus élevé pour le composite que pour l'AMF seul. Ce phénomène est dû à l'assouplissement de la matrice avec l'augmentation de la température.

L'autre partie de leur recherche porte sur le contrôle actif des vibrations par déplacement des fréquences de résonances. Des fibres AMF précontraintes sont placées dans un composite et activées par un courant électrique de façon à augmenter la rigidité du composite et à changer la fréquence de résonnance. Une augmentation de la fréquence de 50 % peut être effectuée dans une poutre de 150x10x0,7 mm contenant 5% de fibres AMF. Cependant, le chauffage de la matrice produit une relaxation des contraintes internes imposées par l'actuation des fibres et le comportement du composite est non réversible. Ces recherches montrent donc que la matrice peut affecter le comportement des AMF en exerçant des contraintes ou en étant modifiées par le comportement des AMF.

1.4.2 Effet de la mise en forme

La mise en forme dans un composite implique souvent le maintien à des températures élevées pendant un certain temps. Les propriétés des AMF étant fortement reliées à leurs traitements thermomécaniques, elles risquent donc d'être affectées par le moulage. Paine et Rogers

(1991) ont effectué une étude sur l'effet de différents cycles de mise en forme sur les propriétés des AMF. Deux cycles sont étudiés; une température de cuisson de 400 °C pour simuler le moulage dans un thermoplastique et une température de cuisson de 120 °C suivi d'une température de maintien de 180 °C pour simuler le moulage d'un polymère thermodurcissable. Le cycle des thermoplastiques affecte légèrement le matériau, produisant une élévation des températures de transition et une diminution des contraintes résiduelles. L'effet du cycle de moulage des thermodurcissables est négligeable.

Hornboger et Escher(1991) ont pour leur part étudié l'effet de la préparation de l'interface. Pour un moulage dans du silicone, ils ont testé les situations où le métal était soit poli, soit attaqué à l'acide pour le rendre rugueux. La rugosité de la surface augmente légèrement l'adhésion, mais le type de silicone, mou ou élastique, a une influence plus grande sur le type d'interface. Lagoudas et Tadjbakhsh (1993) ont également effectué des tests de "pull-out" sur des fibres AMF moulées dans du silicone et dans du polyuréthanne. Afin d'assurer une bonne adhésion, les fibres étaient sablées et recouvertes d'un agent de pontage approprié. Il fut observé que les choix permettant d'obtenir une interface idéale dépendent des conditions d'utilisation (isotherme ou avec chauffage des fibres). Généralement, l'adhésion des fibres AMF à la matrice n'a jamais été considérée comme problématique.

La présence de la matrice peut affecter le comportement de l'AMF. Hedayat et al. (1992) ont étudié l'effet de la présence d'une couche de carbone sur le comportement des AMF. Ils

observent que les températures de fin de transformation martensitique et début de transformation austénitique diminuent en présence de cette couche. La contrainte de surface exercée par le carbone plus rigide freine la transformation A→M et aide la transformation M→A en exerçant une contrainte de rappel. Des recherches faites par d'autres auteurs(Kakeshita et al., 1992; Jacobus et al., 1996) montrent également que la transformation de phase est affectée par la présence d'une pression hydrostatique et par l'état de contrainte. Dans un alliage NiTi, la transformation de phase austénite à martensite se fait avec une diminution de volume et des contraintes facilitant ou freinant, selon le cas, ce changement de volume affectent le comportement. La matrice, de par les contraintes qu'elle exerce, peut donc affecter le comportement des AMF.

1.4.3 Les composites AMF en impact

Les alliages à mémoire de forme sont reconnus pour leur très bonne résistance à l'impact, particulièrement l'impact balistique. Leur utilisation dans des composites afin d'améliorer la résistance à l'impact a donc été testée (Paine et al., 1994; Kiesling et al., 1996). La présence de fibres AMF augmente l'énergie absorbée à l'impact et la force d'impact maximale de composites graphite/époxy. Même dans le cas où ce composite AMF est comparé à un composite amélioré pour l'impact avec des fibres de Kevlar, les performances du composite AMF sont nettement supérieures. Cette amélioration est due à la capacité des AMF de subir de grandes déformations avant de se rompre. Lorsque les autres fibres se rompent, ou sont

arrachées de la matrice, les fibres AMF continuent à supporter la charge sans rupture et sans problème d'adhésion. L'énergie d'impact est donc répartie sur une plus grande surface. L'analyse par C-scan montre en effet une zone endommagée plus importante dans les composites contenant des fibres NiTi.

Lorsque normalisées par l'épaisseur, la charge maximale et l'énergie d'initiation de fissures ne semblent pas tellement affectées par la présence des fibres NiTi. C'est principalement l'énergie de propagation de fissures qui est augmentée par la présence de ces fibres. L'utilisation de fibres AMF pour une meilleure résistance à l'impact est donc bénéfique dans des situations d'impact avec rupture.

1.5 CONCLUSION DE LA REVUE

Cette revue a permis de mettre en évidence les points connus et inconnus sur le comportement des AMF. L'effet de la température est bien connu, celui de l'amplitude de déformation un peu. Le point le plus controversé est l'effet du taux de déformation. Il y a encore de la recherche à faire à ce niveau. La possibilité d'interaction entre ces divers facteurs n'a jamais été étudiée non plus.

Le comportement des AMF en sollicitations harmoniques est très peu connu. Une mesure exacte du facteur de perte a besoin d'être définie. L'effet des variables de sollicitation sur

l'énergie dissipée et le facteur de perte doivent être étudiés plus en détails.

Finalement, le comportement de l'AMF dans un polymère a besoin d'être mieux étudié. Les quelques études présentées semblent indiquer que la présence de la matrice risque d'affecter le comportement de l'AMF. C'est donc un point intéressant à analyser.

CHAPITRE 2

SUPERELASTICITY OF NiTi SHAPE MEMORY ALLOYS: STRAIN RATE, TEMPERATURE AND STRAIN EFFECTS. PART I: EXPERIMENTAL RESULTS

Piedboeuf M.C.[1], Gauvin R.[1], Thomas M.[2]

(1) Centre de recherche appliquée sur les polymères,
École Polytechnique de Montréal
CP 6079, Succ."Centre-ville",Montréal,Québec, H3C 3A7
(2) École de Technologie Supérieure
1100, rue Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, H3C 1K3

ABSTRACT

An extensive study of the effect of strain rate, ambient temperature and maximum strain on the superelastic behaviour of NiTi shape memory alloy wires was undertaken. The effect of an increase in ambient temperature is to increase the transformation stresses. For a moderate increase in strain rate, the stress hysteresis increases and then decreases as the lower plateau increases for higher strain rates. This phenomenon is strain dependent. Finally, empirical models to predict the Young modulus, the upper plateau stress, and the stresses to begin and end the martensitic transformation as a function of the variables are proposed.

2.1 INTRODUCTION

In the past decade, smart structures and intelligent materials have become a subject of expanding interest. This domain promises innovations in various applications: vibration control of flexible structures in aerospace, impact resistance improvement, noise control in ground transportation or earthquake control in civil engineering. For all those applications, actuators, sensors and damping materials are needed.

Several studies on the use of Shape Memory Alloys (SMA) in smart structures have been published (Rogers et al., 1988; Chandra, 1993). Most of this research concentrated on the use of SMA as actuators to exert some active control on damping noise, shape or buckling (Venkatesh et al., 1992; Anders et al., 1991; Esher et al., 1992;Thompson and Griffin, 1993). One of the biggest problem in this field is still the modeling of the behaviour of SMA in smart structures (Luo et al., 1989).

Due to the complexity of the active control of SMA and the lack of fundamental knowledge on their properties, the research as shifted to less spectacular, but simpler applications. Recently, there has been some interest in the passive control capacities of SMA since they have very good damping characteristics (Misra et al., 1992; Kiesling et al., 1996). The perspectives in that area are very promising and open to research. However, a better

understanding of the SMA basic properties and damping characteristics is still necessary before they could be use in smart structures in an appropriate way.

In our laboratory, a research project on the use of SMA reinforcement to add passive damping to a polymer matrix composite is underway. Generally, in a polymer matrix composite, the introduction of the fibre reinforcement, while increasing the strength, reduces the energy absorption of the matrix. The use of a certain amount of SMA reinforcement, with a damping coefficient similar to some of the polymers, should give better damping capacities while maintaining a high strength, this being the long term goal of this research. The first part of the project, presented in this paper, is to study the superelastic behaviour of the wires that will be used in the composite.

The objectives of this study are to investigate the effects and interactions of deformation, strain rate and temperature on the Young modulus, the upper plateau stress, and the stresses to begin and end the martensitic transformation. An experimental design is used and the analysis of variance (ANOVA) gives a complete figure of the phenomena. Finally, new empirical models for the determination of the observed parameters are proposed.

2.2 THEORY

Shape memory alloys are two phases alloy with the austenite being the high temperature or parent phase and the martensite being the low temperature phase (Figure 2.1 a). The transition temperatures between these two phases (As, the austenite start and Ms, the martensite start) can be anywhere between -100 °C and 200 °C depending on the composition of the alloy. Each phase behaviour is quite particular; the shape memory effect is a characteristic of the martensitic phase while the austenitic phase gives the superelastic effect.

For this project, austenitic NiTi wires, 100 μm in diameter, were chosen. Since they will be used as fibre reinforcement in a composite material, the SMA wires diameter needs to be as small as possible. The martensite can be produced in an austenitic alloy either by cooling the SMA below Ms or by stress inducing it at temperature higher than Af. As the stress-induced martensite is unstable in these conditions, the alloy will revert to the austenitic phase upon removal of the stress (Figure 2.1 b). Even if the stress-strain curve is not linear, there will be no permanent deformation; This is known as the superelastic effect. The hysteresis and the energy absorption during this phase transition is quite large, and this give rise to the interesting damping capacities of these alloys.

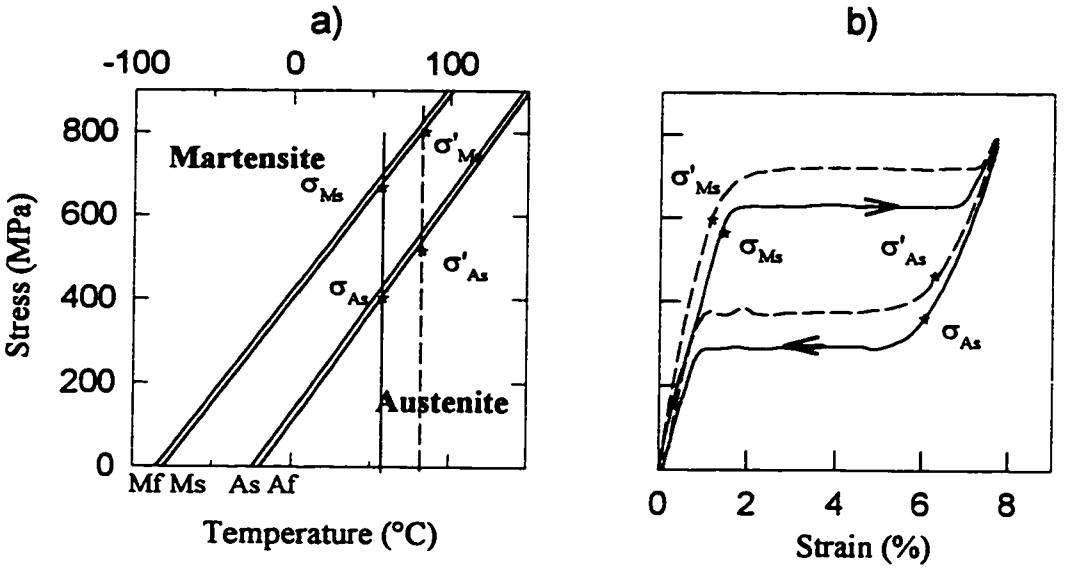


FIGURE 2.1: a) State diagram showing the martensitic and austenitic regions as well as the transition temperatures. b) Superelastic curves resulting from the stress applied to an austenitic alloy as shown in a). σ_{Ms} and σ_{As} are the stresses at which the transformations begin

The superelastic behaviour of NiTi SMA under cyclic monotonic testing was studied. Recently, a few papers on this subject were published, with an increasing interest on using those alloys for passive damping (Thomson et al., 1994; Graesser and Cozzarelli, 1991). Since superelastic NiTi can sustain large deformation (up to 8 %) without permanent deformation, while absorbing a lot of energy during their phase transformation, one of the application they are sought for is aseismic insulation. So there is a growing interest in knowing more about the superelastic hysteretic behaviour of NiTi and the effect of strain, temperature and strain rate on this behaviour.

The more evident and more known effect is the temperature effect that can be seen with the dashed lines on Figure 2.1. As the temperature increases, so does the transformation stress σ_{Ms} needed to induce the martensite, and σ_{As}, the stress at which the reverse transformation will start (Wayman and Duerig, 1990). The rate of increase is linear and follows the Clausius-Clapeyron equation. Duerig and Zadno (1990) have shown that an increase in the total deformation can produce an increase in the stress hysteresis between the loading and unloading plateau. A definite strain rate effect has not been shown yet, as it is usually demonstrated that the strain rate dependency sometimes seen is due to an increase in the sample temperature at higher strain rates (Rodriguez and Brown, 1975).

Graesser and Cozzarelli (1993) did a study of the strain rate and amplitude effect on the hysteresis of NiTi SMA. Cyclic tension-compression testing of Nitinol was carried out at amplitudes of ±1,5% up to ±3% and strain rates varying from 0,000075 s^{-1} to 0,0003 s^{-1}. For this range of strain rate, there was no strain rate effect detected on σ_{Ms}, the stress needed to induce the martensite, but the slope of the upper plateau increased with the increase in strain rate. As the sample diameter was large (ϕ = 10,16 mm), this could be due to a temperature effect, but it was not verified.

In this study, tests are made at three levels of maximum deformation (2, 3, 4%), over four decades of uniform strain rates (0,00017, 0,0017, 0,017, 0,086 and 0,17 s^{-1}) and at two

temperature levels (25 and 35 °C). All possible combination of these variables are tested. The results are statistically analyzed and empirical models for the parameters studied (Young modulus, upper plateau stress on loading, stresses to begin and end the austenitic transformation) are proposed. Due to the small diameter of the samples (100 μm), the temperature effect is minimised and this should give the opportunity to detect any strain-rate effect.

2.3 EXPERIMENTAL PROCEDURE

2.3.1 Samples

As was mentioned before, in order to be used as fiber reinforcement, very small diameter wires were needed, and 100 μm wires were chosen. These wires are straight annealed and chrome doped (0,2 %) for a better superelastic effect. Their transition temperatures were determined by testing in tension, at a strain rate of 0,0017 s^{-1} (10 mm/min) for different temperatures. These transition temperatures are approximately - 25°C for the austenitic start (As) and - 81°C for the martensitic start (Ms).

Since the sample diameter is very small, the wires had to be mounted in a special way to be able to test them properly. The method adopted was suggested from the ASTM D3379

standard for testing high-modulus single-filament materials usually used in composite materials. As the wires tested are larger than the fibres usually tested by this method (100 μm vs 5-15 μm), the mounting had to be adapted to insure proper testing. In the method that was adopted after different tests, a cardboard (13 mm x 153 mm) was used as tab. To obtain a good grip, the wires were glued, with two parts epoxy, through the gripping area. This assured that there was no slipping of the wires, and that the rupture occurred near the middle of the samples. The gage length was 100 mm. Once the sample was mounted and well aligned in the testing machine, the cardboard was cut in the center area to leave the wire under tension.

2.3.2 Precycling

Deformation cycling of a superelastic SMA produces a gradual change of the stress-strain curve (Saburi, 1988; Hornbogen, 1990). Yield stress and hysteresis of the loop decrease and permanent elongation increases. Although the shape change of the superelastic loop is significant in early cycles, it diminishes after about 100 cycles for NiTi alloys. Thus, it has been suggested that training by deformation cycling prior to the use is effective to stabilize the superelasticity.

To determine the best training program for the wires, tensile cycling of the samples was made

at 5 Hz, 25 °C, with up to 200 cyclic deformations varying from 3 to 5 %. Stress-strain curves were obtained at a strain rate of 0.0017 s^{-1} and a maximal deformation of 4 %, after 0, 50, 100, 125, 150 and 200 cycles. Four samples were tested in each case. Figure 2.2 shows stress-strain curves obtained for 3 % and 4,5 % of cyclic deformation. It can be seen from these curves that to insure a good stabilization of the stress-strain curves up to 4 % (the maximum that would be used in the composites), precycling needs to be done at a deformation superior to 4 %. The upper plateau stress on loading σ_L, the lower plateau stress on unloading σ_U (average values of the plateau) and ε_p the permanent deformation were measured for each of these curves. A variation of these parameters was observed for the first 100 cycles, and a stabilization was obtained afterward. So, the training program that was adopted was: 100 cycles at 5 Hz and 4,5 % cyclic deformation at room temperature.

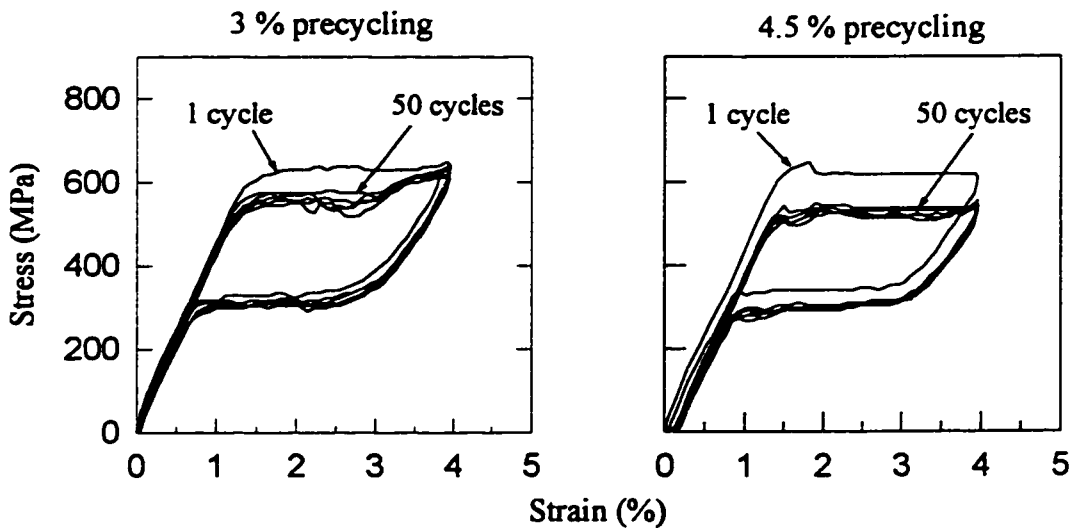


FIGURE 2.2: Curves obtained after 1, 50, 100, 125, 125 and 200 cycles at 3 % and 4,5 % of precycling deformation

2.3.3 Equipment

Test were made on a servohydraulic machine equipped with a 50 N load cell. Data acquisition was made at a sampling rate of 1000 samples/sec on each test. The deformation was measured as the overall displacement of the cross head; the difference between this measurement and the actual wire extension is negligible due to the stiffness of the loading frame and the small loads and large deformations present in the wire. Tests were run in a controlled temperature chamber.

2.3.4 Experimental design and testing procedure

The samples were loaded and unloaded at a constant strain rate in a deformation controlled mode. A full factorial design was selected so that all interactions between the independent variables could be effectively investigated. The independent variables in this study were: strain rate, maximum deformation and ambient temperature of the samples. The levels of the independent variables are shown in Table 2.1. 4 % was chosen as the maximum deformation tested since it is roughly the maximum deformation a glass fiber can withstand in a composite. Four samples were tested for each set of testing parameters, for a total of 60 samples tested. All these samples were tested first at 25°C and then at 35°C. So, in order to perform all possible variables combinations, a total of 120 experiments were made.

TABLE 2.1 : Levels of independent variables

Variable	Unit	Level 1	2	3	4	5
Strain rate $\dot{\varepsilon}$	s^{-1}	0,00017	0,0017	0,017	0,086	0,17
Maximum deformation ε	%	2	3	4		
Temperature T°	°C	25	35			

The parameters studied (dependent variables) were: the modulus E, the upper plateau stress on loading σ_L, and the stresses to start and finish the austenitic transformation σ_{As} and σ_{Af} respectively. σ_L is the mean value of the upper plateau on loading evaluated at ε = 2 % where the value of the plateau was stable (at ε=1,7 % for tests made at 2 % of maximum deformation). The martensitic-austenitic transformation starts at the end of the linear elastic unloading of the martensite, and is completed at the beginning of the final elastic unloading of the austenite. The σ_{As} and σ_{Af} points were then estimated as the points where the slope was about 95 % of the value in the linear elastic regions. The value of σ_{As} was the more difficult to determine since the change in slope is very gradual (Figure 2.4).

ANOVA was applied to investigate the main effects of the independent variables ($\dot{\varepsilon}$, ε, T°) together with their three-levels interaction effects on dependent variables.

2.4 RESULTS AND DISCUSSION

2.4.1 Tests Results

Since Anova analysis revealed that there was no significant variation between the samples, the graphical results presented here are for one typical sample and not average values. To illustrate the effect of temperature and maximum deformation, the stress-strain curves obtained for the various deformations and temperatures at a strain rate of 0,017 s^{-1} are shown in Figure 2.3. The most evident observation that can be made from these curves is the effect of the 10 °C increase in temperature. It produces a similar shift of the stress-strain curves for all the maximum deformation tested. This follows the shape memory alloy theory of a linear increase in the transformation stresses with an increase in temperature. On these curves, an increase of the Young modulus with the temperature can also be noticed.

Figure 2.4 illustrates the effect of strain rate by showing the results of samples tested at 25°C and 4 % of maximum deformation at four different strain rates. On each of the curves, the upper plateau stress on loading σ_L, and the stresses to begin and end the austenitic transformation σ_{As} and σ_{Af} are shown. There is a definite evolution of the stress-strain curves with an increase in strain rate. An increase of the stress hysteresis between the two plateau can be observed for strain rates up to 0,017 s^{-1}. At the higher strain rates, the slope of the lower plateau increases, and the stress hysteresis decreases.

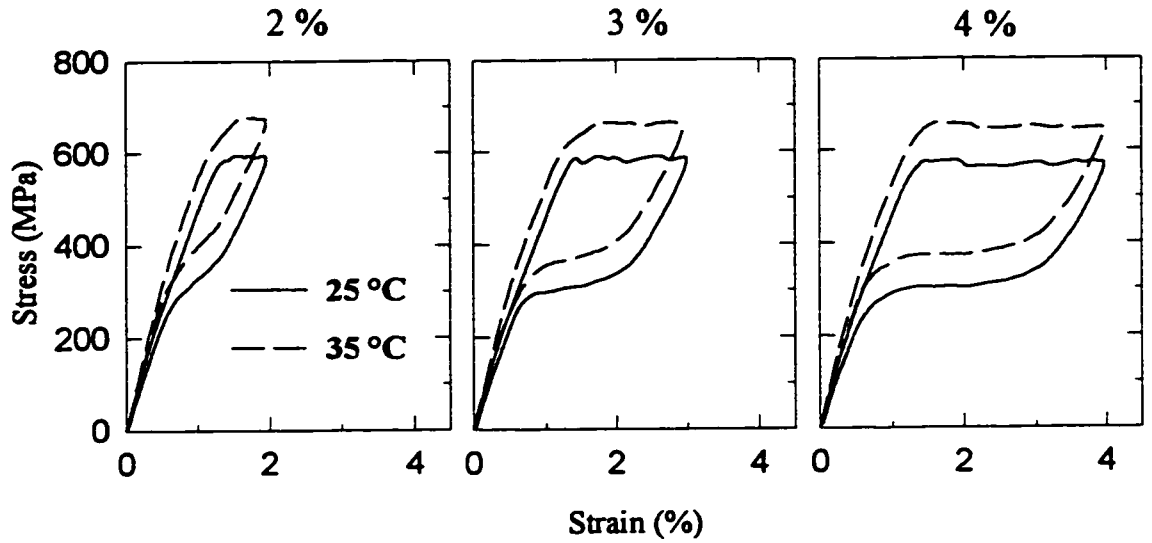


FIGURE 2.3: Stress-strain curves at a strain rate of 0,017 s^{-1} for the three maximum deformations and the two temperatures tested

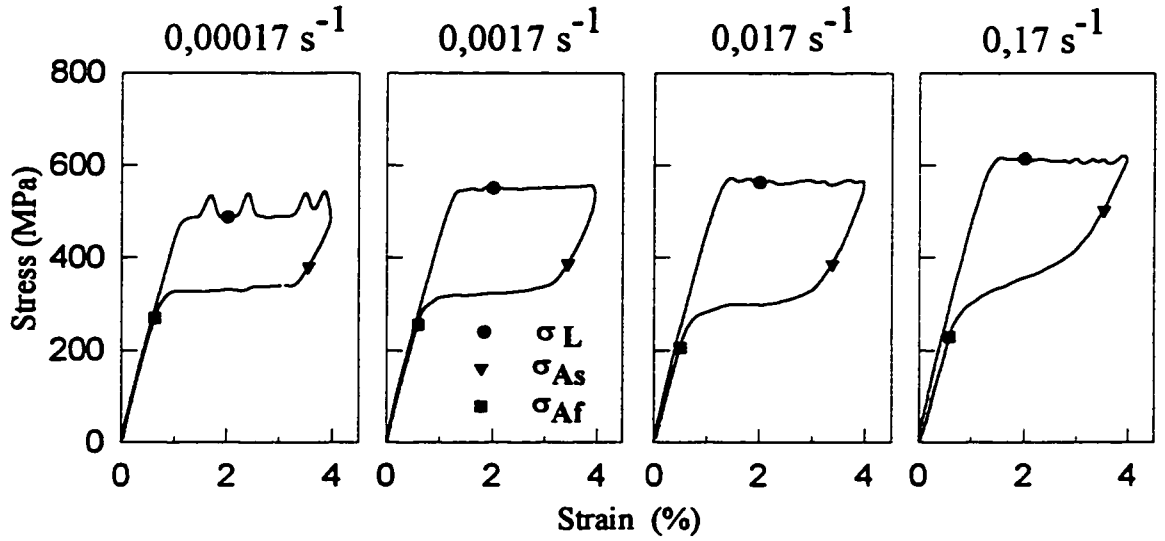


FIGURE 2.4: Stress-strain curves at 25 °C with a maximum deformation of 4% for four different strain rates. σ_L: upper plateau stress on loading, σ_{As} and σ_{Af}: stresses to begin and end the austenitic transformation respectively

At the lower strain rate, the upper plateau curve is irregular. This phenomenon is sometimes seen in twinning deformation, when the stress needed to nucleate the transformation is higher than the stress for growth (Reed-Hill, 1964). The rapid growth of the twins that will then occur causes a decrease in the load. In this case, the presence of chrome in the SMA can explain the peaks as the transformation will have a tendency to nucleate at the chrome atom location. The disappearance of these peaks with the increase in strain rate is a sign that the nucleation and the growth mechanisms are affected differently by the strain rate.

The upper plateau stress, σ_L, increases up to a certain limit, as the transformation is becoming more difficult with the increase in strain rate. This phenomenon is observed in general materials (Reed-Hill, 1964), and often follows Eyring's theory which predicts an increase of the yield stress with a strain rate increase. The increase in the required energy to initiate the displacement of the atoms with higher strain rates is the cause of that behaviour. From the curves, it can also be observed that the stress to start the austenitic transformation, σ_{As}, first decreases with an increase in stress hysteresis and then increases in a way similar to σ_L. The variation of σ_{Af}, the stress to end the austenitic transformation, is more complex.

2.4.2 Statistical analysis results

When there are many test results to analyze, it may be difficult to see clearly the effects of the variables. Is the variation of the observed response really due to the variation of the variable, or is it simply a normal variation from the mean response, due to experimental error for instance? Moreover, when more than one variable is changed, there may be some interactions between the variables. ANOVA analysis is an effective method to analyse these complex and numerous results by determining the probabilities of the effects of the variables and of their interactions. Table 2.2 is a summary of the main effects of the various testing variables on the material properties as determined by the statistical analysis. All the observed effects have a statistical probability of more than 99 %, which is very significant. Significant results are plotted in Figure 2.5 with their 95 % confidence interval.

2.4.2.1 Temperature and strain rate interaction on the Young modulus (E)

Table 2.2 shows that Young modulus is mainly affected by temperature and at a lower level by the strain rate. Both the temperature and the strain rate increase will cause an increase in the modulus. The temperature effect on the modulus is obvious in Figure 2.3. The average modulus is 50 GPa at 25°C and 62 GPa at 35°C (± 0,14 GPa). A similar increase of modulus with the temperature can be observed on a DMA curve of a SMA. There is a slight interaction

between the strain rate and temperature effects at low strain rates. The variation of modulus versus the strain rate differs slightly at these two temperatures, but for both temperatures, the real increase in modulus occurs when the strain rate increases from 0,0017 s^{-1} to 0,017 s^{-1}. This increase is slight and may be due to a greater difficulty to deform elastically the material at higher strain rates.

TABLE 2.2: Main effects of an increase of temperature (25→35°C), deformation (2→4%) and strain rate (0,00017→0,17s^{-1}) on the dependent variables.

	↑ T (°C)	↑ ε (%)	↑ ε (s^{-1})
E (GPa)	↑ 0.8 GPa/°C	No effect	↑ 2 GPa max
σ_L (MPa)	↑ 8.4 MPa/°C	↓ slightly	↑ 70 MPa max (ε interaction)
σ_{As}(MPa)	↑ 8.7 MPa/°C	↑ 20 Mpa max	↑ 112 MPa max (T° interaction)
σ_{Af} (MPa)	↑ 3.4 MPa/°C	↓ depend of T	↓ up to 0.017 s^{-1} then increase (ε interaction)

2.4.2.2 Temperature and strain rate effects on upper plateau stress (σ_L)

The upper plateau stress is mainly affected by the temperature, and to a lesser degree by the strain rate. The deformation effect on σ_L is very small. The upper plateau stress σ_L increases with the temperature (Figure 2.3). The average rate of increase is 8,4 MPa/°C. It is a medium value for NiTi which can have a stress rate up to 17 MPa/°C. This is good because it means that the temperature sensitivity of this alloy is not too high.

The upper plateau stress is also affected by the deformation and the strain rate. Moreover, there is an interaction between the strain rate and the maximum deformation. Figure 2.5 (right) shows the variation of this parameter with the strain rate at the three tested deformations. The difference in behaviour at each deformation can be seen on this graph. The variation of the upper plateau stress with the deformation seems strange at first glance, as does the interaction between deformation and strain rate. This can be explained by two factors. First, σ_L is an average value of the stress at 2 % of deformation, except for the tests where the maximum deformation was 2 %, in which case the average value was taken at 1,7 %. It has been observed by other authors (Graesser and Cozzarelli, 1993) that a slight stress relaxation may occur after the yield point. This will cause the values taken at 1,7 % deformation (close to the yield point) to be higher than the ones taken at 2 % (after the yield point). The second factor that can explain the strange curves obtained in Figure 2.5 is the

irregular stress plateau at the lower strain rate (0,00017 s^{-1}). The measured value will be affected by the presence of the peaks and can produce an apparent interaction. So to determine the real effects of deformation and strain rate on σ_L, the values taken at 2% deformation, as well as the ones at 0,00017 s^{-1} should be omitted. Statistical analysis then shows that there is no more deformation effect and no interaction with the strain rate. It can then be concluded that the upper plateau stress is affected by the temperature and the strain rate only, without interactions.

2.4.2.3 Strain effect and temperature and strain rate interaction on σ_{As}

Table 2.2 shows that the stress to start the austenitic transformation is mainly affected by the temperature and by the strain rate. The strain affects σ_{As} at a lower level. σ_{As} increases with the temperature with an increase of the same order as σ_L, 8,6 MPa/°C. The increase in deformation causes an increase of σ_{As} as seen in Figure 2.5 since there is more martensite to transform back into austenite. The strain rate also affects σ_{As}. In the lower range, an increase in strain rate causes an increase in stress hysteresis as was seen on Figure 2.4 and a decrease of σ_{As}. After that, the increase of σ_{As} seems to follow the increase of σ_L. The increase of the stress to start the reverse transformation is more important than the upper plateau stress. Moreover, as shown in Figure 2.5 (top left), there is a slight interaction between the temperature and the strain rate; that is, the increase with strain rate at 25 °C is more

important than the one observed at 35 °C (122 MPa vs 102 MPa). These two variables will affect the energy needed for the transformation to occur, and this can be the reason for some small interactions between them.

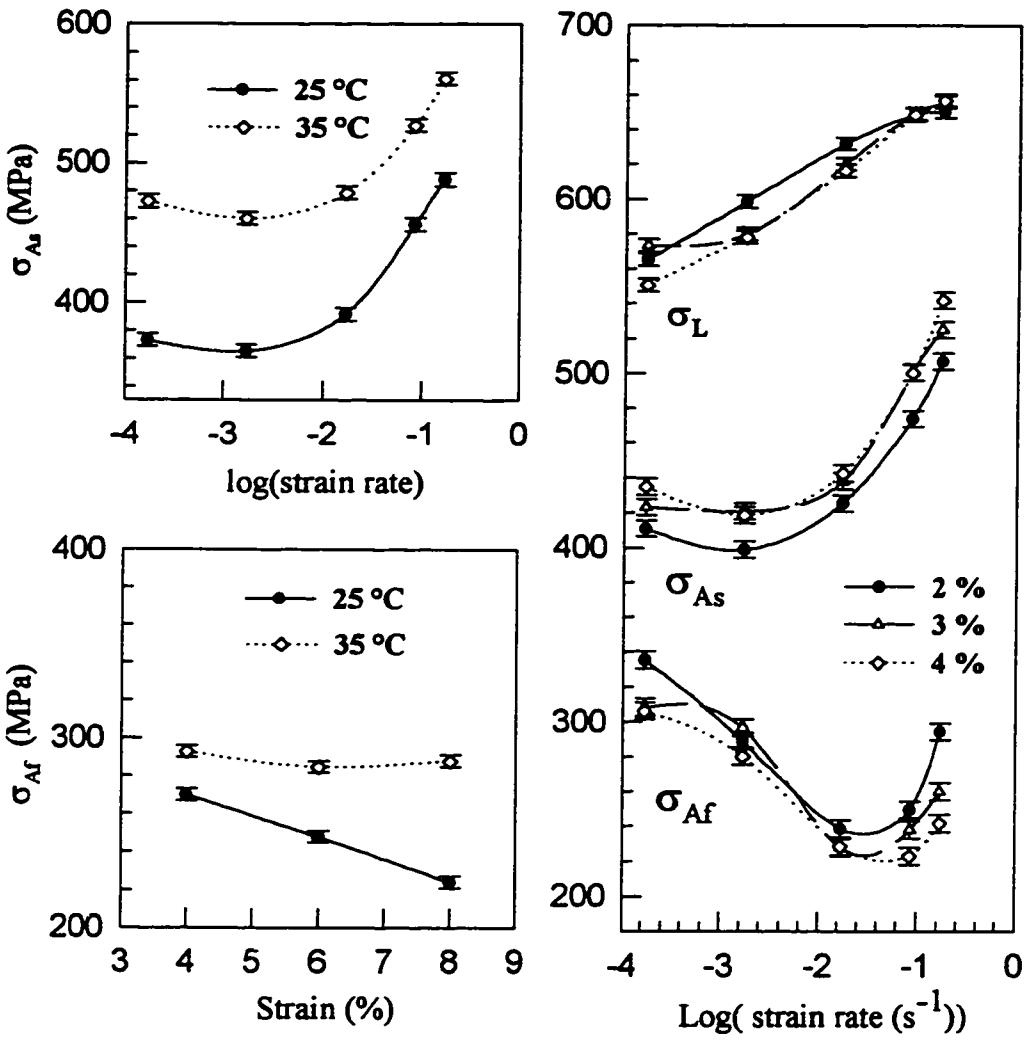


FIGURE 2.5: Variation of stresses σ_L, σ_{As} and σ_{Af} with the variables for the significant effects and interactions

2.4.2.4 Interaction effects on σ_{Af}

Table 2.2 shows that there is some interactions of the deformation with the strain rate and the temperature effects on σ_{Af}. The increase of the stress to end the austenitic transformation, σ_{Af}, with the temperature increase is not as important as the two other parameters. The stress rate is only 3,4 MPa/°C. With the increase in deformation and in martensite to transform back to austenite, σ_{Af} decreases slightly. This is true at 25 °C, but not at 35 °C where there is no effect of the deformation as shown in Figure 2.5 (Bottom left). The strain rate effect was seen in Figure 2.4, but depends on the deformation as shown in Figure 2.5. This may be due to experimental error since the value of σ_{Af} is not easy to determine, specially at 2 % of maximum deformation.

2.4.3 Discussion on strain rate effect and strain dependency

There is an important strain rate effect on all the stresses measured with some interaction with the deformation for the stresses to begin and end the austenitic transformation. It is often believed that the strain rate effects observed are due to a temperature effect. This temperature effect is caused by the energy generated during the phase transformation. The austenite-martensite transformation of the upper plateau is exothermic and the reverse martensite-austenite transformation is endothermic. The energy generated is important and this can

produce temperature variation which will affect the stresses. As the maximum deformation increases, the energy generated will be more important with more transformation occurring. This will increase the temperature variation and produce the strain interaction effects with the strain rate.

In this research, it was hoped that due to the small size of the wires, the temperature effects would be negligible. But in view of the results obtained, it does not seem to be the case and further research needs to be done on the temperature effects in the wires tested. This will be the subject of a following paper.

2.5 EMPIRICAL PREDICTION MODELS

Empirical models that will fit the experimental data were found. They represent well the general behaviour such as the increase of σ_L and the decrease followed by an increase of σ_{As} and σ_{Af} with the strain rate increase. The upper plateau stress σ_L has a simple equation with a $\ln(\varepsilon)$ dependency as predicted by Eyring's theory. But for the stresses to begin and end the austenitic transformation σ_{As} and σ_{AF}, the relations are complex and make it difficult to easily see what are the contributions of each effect. This complexity is due to all the factors that should be taken into account: nucleation and growth mechanisms, temperature and strain rate interaction etc.. Other factors like the addition of a third element and the size and property of the SMA will also affect the behaviour.

$$E = 13{,}8 + 1{,}3 \cdot T + 5{,}4 \cdot \dot{\varepsilon}^{0.1} + 22{,}51 \cdot \dot{\varepsilon}^{0.8} - 1{,}1 \cdot \dot{\varepsilon} \cdot T \quad (R^2 = 96{,}84\ \%) \tag{2.1}$$

$$\sigma_L = 437{,}7 + 8{,}4 \cdot T + 17{,}2 \cdot \ln(\dot{\varepsilon}) \quad (R^2 = 97{,}26\ \%) \tag{2.2}$$

$$\sigma_{As} = 128 + 8{,}7 \cdot T + 744 \cdot \dot{\varepsilon}^{0.5}/T^{0.05} - 230 \cdot \dot{\varepsilon}^{0.15} - 1204 \cdot \dot{\varepsilon}^2 + 49 \cdot \varepsilon - 6 \cdot \varepsilon^2 \quad (R^2 = 94{,}54\ \%) \tag{2.3}$$

$$\sigma_{Af} = 382 + 3{,}35 \cdot T - \varepsilon\,(1{,}8 \cdot T - 24) + \varepsilon^2\,(0{,}64 \cdot T - 16) - 1050 \cdot \dot{\varepsilon}^2 - 375 \cdot \dot{\varepsilon}^{0.15} + 1047 \cdot \dot{\varepsilon}/\varepsilon^{0.1} \quad (R^2 = 86{,}40\ \%) \tag{2.4}$$

Figure 2.6 shows these equation fit for the strain rate effect. The correlation is very good as can be seen with the R^2 coefficients of determination and all the effects that were detected can be predicted with these relations.

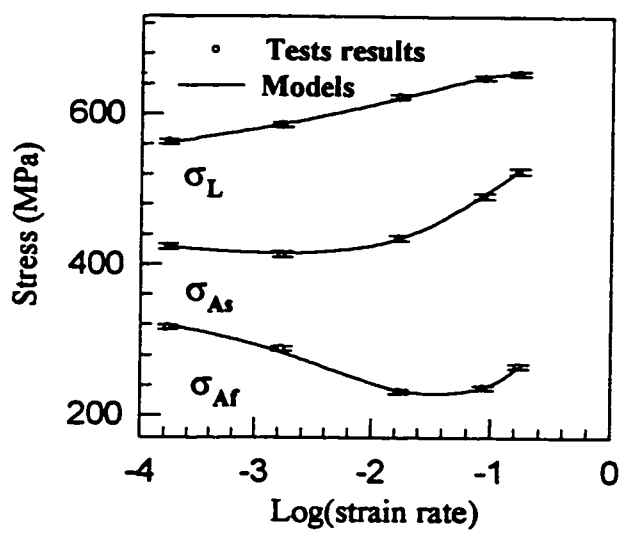


FIGURE 2.6: Models results for the variations of σ_L, σ_{As} and σ_{Af} with the strain rate

2.6 CONCLUSIONS

An extensive study of strain rate, temperature and strain effects on Young modulus, upper plateau stress and stresses to begin and end the austenitic transformation was done on a NiTi shape memory alloy. It was shown that the Young modulus increases with the temperature and slightly with the strain rate. All the transformation stresses increase with the temperature, but the increase of the stress to end the austenitic transformation is less important than the one observed for the other stresses. The variation of the stresses to begin and end the austenitic transformation with strain rate is complex. There is an increase in stress hysteresis with the strain rate for the lower range (up to 0,17 s^{-1}), which produces an increase in the upper plateau stress which seems to follows Eyring's theory, and a decrease in the stresses to begin and end the austenitic transformation. It is followed by a general increase in stress values for higher strain rates, causing an increase in the lower plateau stresses and slope and a decrease in the stress hysteresis. These phenomena are strain dependent for the austenitic transformation, since there is more martensite formed as the strain increases. The stress to end the austenitic transformation decreases with the increase in strain, but only at ambient temperature (25°C). At a higher temperature (35°C), this stress level is independent of the strain. A temperature effect due to the energy generated by the transformation seems to be present and this could be the reason for the strain rate dependency observed. Further analysis on this subject will be done in a following paper.

Finally, empirical models with very good coefficients of determination were derived from the experimental data to estimate the Young modulus, the upper plateau stress and the stresses to begin and end the austenitic transformation as a function of temperature, strain and strain rate.

ACKNOWLEDGEMENT

This work is financially supported by the Natural Science and Engineering Research Council (NSERC) of Canada and the Québec government program FCAR (Formation de Chercheurs et Aide à la Recherche).

REFERENCES

Anders, W.S., Rogers, C.A., Fuller, C.R., 1991 "Control of Sound Radiation from Shape Memory Alloy Hybrid Composite Panels by Adaptive Alternate Resonance Tuning", *AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamical and Material Conference*, Apr. 8-10, Baltimore, Proceedings, pp. 159-168.

Chandra, R., 1993 "Active Strain Energy Tuning of Composite Beams Using Shape Memory Alloy Actuators", *Smart Structures and Materials; Smart Structures and Intelligent Systems*, Feb 1-4, Albuquerque, Proceedings, pp. 267-284.

Duerig, T.W. and Zadno, R., 1990 "An Engineer's perspective of pseudoelasticity", *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, edited by T.W. Duerig, pp. 369-393.

Escher, K., Hornbogen, E., Mertmann, M., 1992 "The Two-way Effect in Homogeneous Alloys and Composites for Robotic Applications", *ICOMAT 92, International Conference on Martensitic Transformations*, Proceedings.

Graesser, E.J. and Cozzarelli, F.A., 1993 "Fully Cyclic Hysteresis of a NiTi Shape Memory Alloy", *Proceedings of Damping 1993*, February 1993, San Fransisco, ECD-1.

Graesser, E.J. and Cozzarelli, F.A., 1991 "Shape-Memory Alloys as New Materials for aseismic Isolation", *Journal of Engineering Mechanics*, Vol. 117, No. 11, pp. 2590-2608.

Hornbogen, E., 1990 "Thermo-Mechanical Fatigue and Rupture of Shape Memory Alloys (SMA)", *Proceedings of the National Sciences Council ROC (A)*, Vol. 14, No. 5, pp. 350-356.

Kiesling, T.C., Chaudry, Z., Paine, J.S.N., Rogers, C.A., 1996 "Impact Failure Modes of Thin Graphite Epoxy Composites Embedded with Superelastic Nitinol", *AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC 37th SDM Conference*, Salt Lake City, UT, April 15-17, pp. 1-.

Luo S.Y., Gordaninejad F., Hong C.D., 1990, "Constitutive Relation of Shape Memory Flexible Composites", *Proceedings of the 5th Japan-US conference on Composite Materials*, June 24-27, Tokyo, pp. 437-444.

Misra, M.S., Carpenter, B. Maclean, B., 1992 "Adaptive Structure Design Employing Shape Memory Actuators", *Smart Structures for Aircrafts*, AGARD conference Proceedings, 15-1.

Reed-Hill, R.E., 1964 "Physical Metallurgy Principles", *D. Van Nostrand Company Inc.*, p. 571.

Rodriguez, C. And Brown, L.C., 1975 "The Mechanical Properties of SME Alloys", *Shape Memory Effects in Alloys*, Edited by Jeff Perkins, pp. 29-57.

Rogers, C.A., Liang, C., Barker, D.K., 1988 "Dynamic Control Concepts Using Shape Memory Alloy Reinforced Plates", *Smart Materials, Structures and Mathematical Issues*, Sept. 15-16, Virginia, pp. 39-62.

Saburi, T., 1988 "Structure and Mechanical Behaviour of Ti-Ni Shape Memory Alloys", *MRS international meeting on advanced materials*; Proceedings, Vol. 9, may 31 - june 3, Tokyo, pp. 77-91.

Thompson, D.M.and Griffin Jr., O.H., 1993 "Finite Element Predictions of Active Buckling Control of Stiffened Panel", *Journal of Intelligent Materials Systems and Structures*, Vol. 4, No. 2, pp. 243-247.

Thomson, P., Balas, G.J., Leo, P.H., 1994 "Pseudoelastic Hysteresis of Shape Memory Wires for Passive Structural Damping: Theory and Experiments", *Smart Structures and Materials 1994: Passive Damping*, SPIE Vol. 2193, pp. 316-324.

Venkatesh, A., Hilborn, J., Bidaux, J.E., Gotthardt, R., 1992 "Active Vibration control of Flexible Mechanisms Using Shape Memory Alloy Fibre Reinforced Composites", *1st*

European Conference on Smart Structures and Materials, Glasgow, session 5, pp. 185-188.

Wayman,C.M. and Duerig, T.W., 1990 "An Introduction to Martensite and Shape Memory", *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, edited by T.W. Duerig, pp. 3-20.

CHAPITRE 3

SUPERELASTICITY OF NiTi SHAPE MEMORY ALLOYS:STRAIN RATE, TEMPERATURE AND STRAIN EFFECTS. PART II: THERMAL ANALYSIS

Piedboeuf M.C.[1], Gauvin R.[1], Thomas M.[2]

(1) Centre de recherche appliquée sur les polymères,
École Polytechnique de Montréal
CP 6079, Succ."Centre-ville", Montréal, Québec, H3C 3A7
(2) École de Technologie Supérieure
1100, rue Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, H3C 1K3

ABSTRACT

Strain rate sensitivity observed in shape memory alloys are usually attributed to a temperature effect resulting from the exo-, endothermic phase transformation. Tests performed on NiTi wires over four range of strain rate showed strain rate effects with some strain interactions. To determine the contribution of temperature effect to the strain rate sensitivity, a thermal analysis was performed. It showed that the temperature effect is limited due to the small size of the wires, but is still present at the higher strain rates. But even with these temperature variations taken into consideration, a definite strain rate sensitivity was demonstrated.

3.1 INTRODUCTION

Shape memory alloys (SMA) are two phases alloys with the austenite being the high temperature phase and the martensite being the low temperature phase. In an austenitic alloy, the martensite can be stress induced, and this transformation is reversible with no permanent deformation when the stress is released. This behaviour is nonlinear and is called the superelastic effect (see Figure 3.1). The stress hysteresis between the austenite-martensite transformation plateau and the martensite-austenite reverse transformation plateau may be quite large, resulting in an important energy dissipation during this process. For this reason, shape memory alloys are sought for damping applications.

The austenite to martensite transformation is exothermic while the martensite to austenite transformation is endothermic. This may produce a temperature variation of the shape memory alloy when the energy thus generated does not have the time to dissipate. Since SMA are temperature sensitive, that is the transformation stress increases linearly with the increase in temperature, the temperature variation resulting from the energy generated may cause an apparent strain rate sensitivity when the strain rate is increased.

Several studies on the effect of strain rate and the temperature effect resulting from the strain rate increase were done over the years (Duerig and Zadno, 1990: Rodriguez and Brown,

1975). A study of the combined effect of strain rate, deformation amplitude and temperature on the hysteresis of pseudo-elastic copper SMA was done by Van Humbeeck and Delaey (1981). Samples were tested at different amplitudes, for three temperatures and strain rates varying from 0,000033 s^{-1} to 0,067 s^{-1}. The gage diameter of the samples was 6,25 mm and an increase of the sample temperature was measured with the increase in strain rate. From these experiments it was concluded that the pseudo elastic hysteresis is temperature and amplitude independent for low strain rate. The strain-rate dependency and the increase in hysteresis seen for the higher strain rate was attributed to the heating and cooling effects.

Leo and al. (1993) studied the transient heat transfer effect due to the increase in strain rates. Tests were done on NiTi wires (ϕ = 650 μm) at strain rates varying from 0,000064 to 0,0064 s^{-1}. Modeling of the superelastic behaviour was done assuming the propagation of a single transformation interface. Transformation occurring at this interface causes a release of energy resulting in heating up the interface. It produces the increase of the upper plateau stress observed in their tests. The hypothesis of a single front is concordant with the microscopic observations at the lower strain rates and their model works well for the prediction of the loading plateau at these rates. For higher strain rates however, the observations showed the presence of multiple active transformation fronts and the model cannot predict as well this loading behaviour.

The studies on SMA and strain rate effects have generally been performed on relatively large samples and sometimes over a limited strain rate range. This limited the possibility to detect any strain rate effect. In our research, 100 μm diameter wires were tested over four ranges of strain rate (0,00017 to 0,17 s^{-1}) at three levels of maximum deformation (2, 3 and 4%) and two ambient temperatures (25°C and 35°C). It was believed that the small wires size would facilitate the energy dissipation and limit the temperature effect. But to make sure of this, and since the temperature can not be measured on such small samples, a thermal analysis needs to be done.

3.2 EXPERIMENTAL RESULTS

The 100 μm NiTi wires were tested in tension, at a uniform strain rate with a servo-hydraulic machine and a 50 N load cell. The wires were precycled prior to the testing, so to stabilize the superelastic effect. All possible combinations of strain rate, maximum strain and temperature were tested, with four samples for each combination, for a total of 120 experiments. The results of these tests are presented in a previous paper (Part I : Experimental results). The parameters that were studied are: the Young Modulus **E**, the upper plateau stress on loading σ_L and the stresses to begin and end the austenitic transformation, σ_{As} and σ_{Af}. σ_L is the mean value of the upper plateau on loading evaluated at ε = 2 % where the value of the plateau was stable (at ε=1,7 % for tests made at 2 % of maximum deformation).

The martensitic-austenitic transformation starts at the end of the linear elastic unloading of the martensite, and is completed at the beginning of the final elastic unloading of the austenite. The σ_{As} and σ_{Af} points were then estimated as the points were the slope was about 95 % of the value in the linear elastic regions. These values are depicted in Figure 3.1. The strain rate effect on the stress-strain curve can be seen in Figure 3.1 which shows the results for samples tested at 4% of maximum deformation and 25°C. The variation of the stresses measured with the strain rate is shown on Figure 3.2 for each maximum deformation. It was explained in the previous paper that for the upper plateau stress, the results for the tests at 2 % of maximum deformation (where the plateau stress was taken at 1,7% deformation instead of 2 % for the other maximum deformations) and at 0,00017 s^{-1} (where there is a lot of irregular peaks in the plateau) were introducing artificial errors and should not be considered. That is why for the upper plateau stress, these results were omitted from the curves.

From these two figures (3.1 and 3.2), it can be seen that there is a strong variation of the stresses with the strain rate. The increase in the slope of the lower plateau with the increase in strain rate is typical of a temperature variation in the sample. So, before concluding to the presence of a strain rate effect, an analyse of the thermal effect needs to be done.

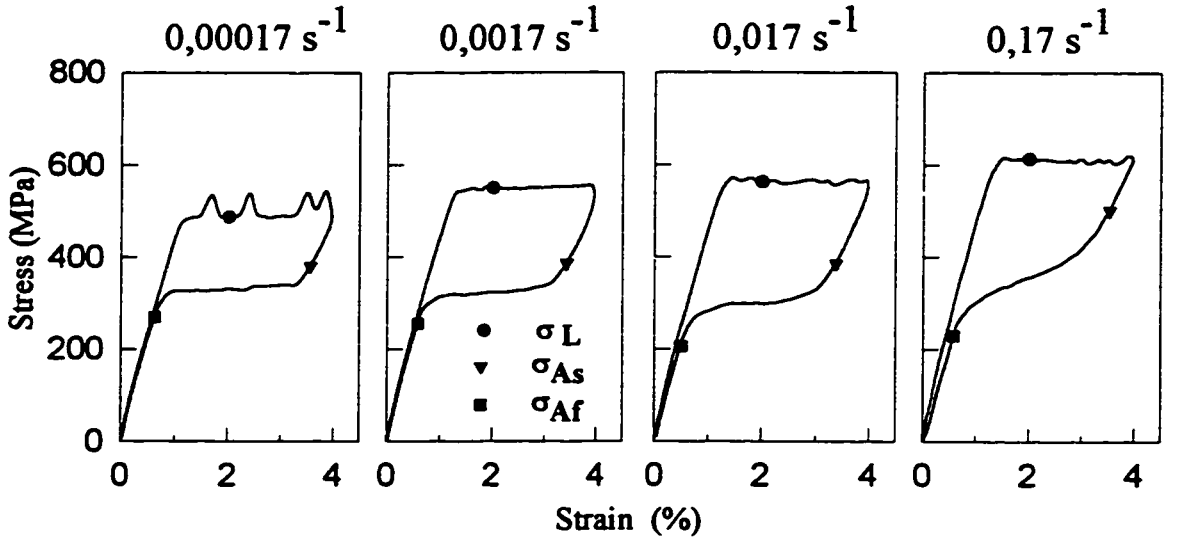


FIGURE 3.1: Stress-strain curves at 25°C and 4% of maximum deformation for four different strain rates. σ_L is the upper plateau stress on loading. σ_{As} and σ_{Af} are the stresses to begin and end the austenitic transformation respectively.

3.3 THERMAL ANALYSIS

3.3.1 Theory

It has been mentioned that strain rate effects observed at high strain rates may be a temperature effect due to the nature of the transformation. The austenite-martensite transformation is exothermic and the martensite-austenite transformation is endothermic, as shown in Figure 3.3 a). The energy generated is proportional to the volume fraction of

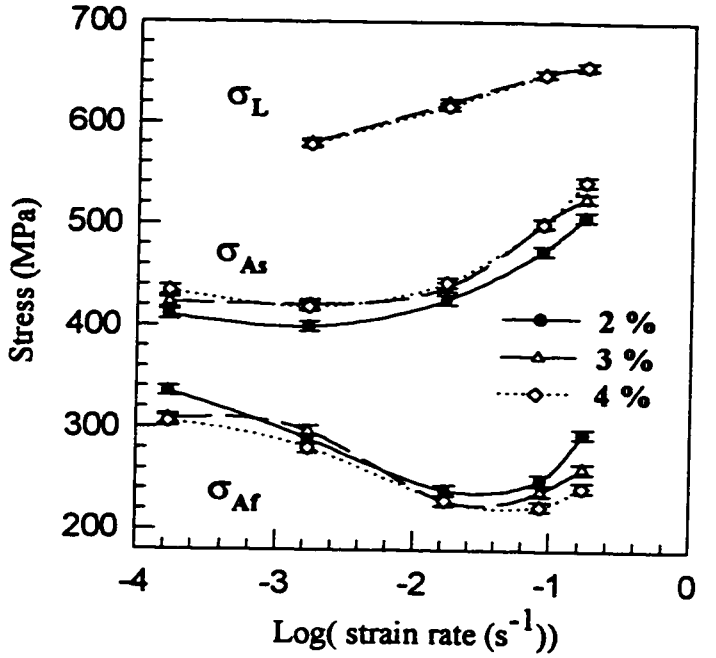


FIGURE 3.2: Variation of the stresses σ_L, σ_{As} and σ_{Af} with the strain rate for each deformation level (from chapter 2)

martensite formed and is at its maximum in the middle of the transformation. At high strain rate, the heat generated by the austenitic-martensitic transformation may not have the time to dissipate and this will cause the sample temperature to increase. So, the transformation stress will rise and produce an increase of the slope of the upper plateau in the stress strain curve. This is shown in Figure 3.3 b), where the dashed curve is for a sample tested at high strain rate. During the reverse transformation, the mechanism will be similar with a cooling of the specimen which will not have the time to absorb enough heat at high strain rate.

The importance of this phenomenon depends on the quantity of heat generated, which is a property of the material, and of the size of the specimen. For large samples, the temperature effect will be predominant with a higher difficulty to dissipate the energy, while for small sample it may be minimised to a certain limit. In this study the size of the samples is very small but the increase in the slope of the lower plateau at high strain rate seen in Figure 3.1 seems to indicate the possibility of a temperature effect. Therefore, a simplified thermal analysis was performed to determine the importance of that effect.

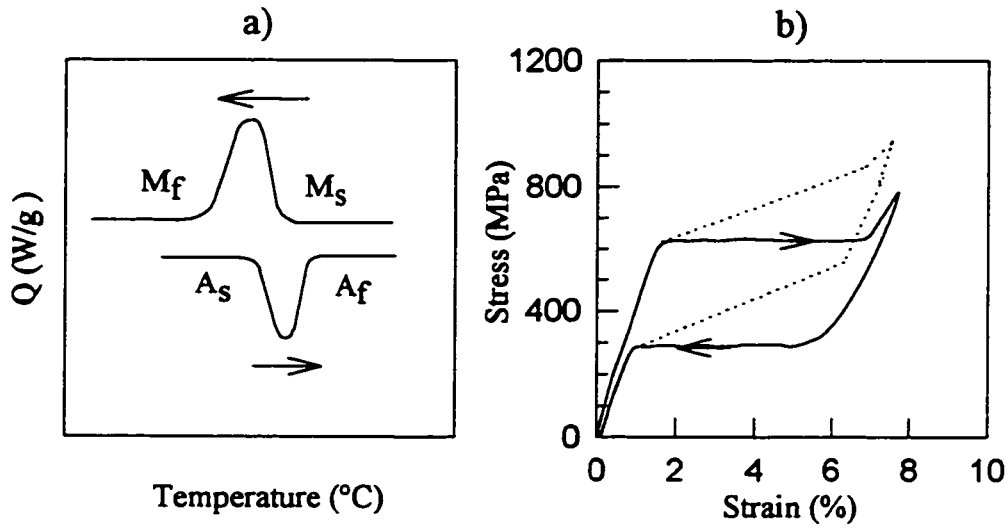


FIGURE 3.3: a)Exothermic martensitic and endothermic austenitic transformations in SMA. b)Superelastic stress-strain curves obtained at low strain rate (solid lines) and high strain rate (dotted lines).

3.3.2 Simulation

The problem is to determine the temperature of a long rod having a large length to diameter ratio, 100 mm over 0,1 mm. Thermal energy is generated in the specimen by the transformation and by the internal friction. This energy can usually be dissipated by convection, radiation and conduction. Due to the small area of the wire, the dissipation by radiation is negligible as well as the radial conduction. For the conduction through the gripping fixture, since the samples are very long compare to their diameter and are fixed on cardboard with epoxy glue which make a good thermal insulation, it is assumed to be negligible as well. So the only significant heat dissipation process considered in this case is the convection process.

With the assumptions that at any time t the temperature of the wire is uniform and that constant properties exist, the conservation of energy law can be applied. For a time interval Δt small enough for the assumptions to be valid, it is expressed in a discreet form as:

$$E_g - E_{out} = \Delta E_{st} \tag{3.1}$$

where E_g is the energy generated, E_{out} is the energy leaving through the surface and ΔE_{st} is the variation of energy stored within the volume.

The energy outflow is due to convection and is given by:

$$E_{out} = h \cdot (\pi DL) \cdot (T - T_{\infty}) \tag{3.2a}$$

where h is the convection heat transfer coefficient, D and L are the diameter and the length of the wire respectively, and $(T - T_{\infty})$ is the difference between the sample temperature T and the room temperature T_{∞}.

The convection heat transfer coefficient is a function of the temperature difference $(T - T_{\infty})$ (Incropera and DeWitt, 1990). This relation can be expressed as:

$$h = h_{\infty} \cdot (T - T_{\infty})^{1/3} \tag{3.2b}$$

with h_{∞} and h being the convection coefficients at room temperature and at the sample temperature respectively.

The variation in thermal energy storage is due to the temperature change in the sample, and is given by:

$$\Delta E_{st} = \rho V c \cdot \Delta T \tag{3.3}$$

where ρ is the density, V the volume of the sample and c the specific heat. ΔT is the sample temperature change over the time interval Δt.

As said previously, the energy generation is due to two phenomena, $E_{g(tr)}$ and $E_{g(FI)}$ which are the austenitic-martensitic transformation energy and the internal friction energy respectively.

The energy generated by the transformation for a time Δt is given by:

$$E_{g(tr)} = \rho V \cdot \Delta H \cdot \Delta f(\varepsilon) \tag{3.4}$$

where ΔH is the transformation enthalpy and $\Delta f(\varepsilon)$ represents the fraction of energy generated during the time interval Δt. The form of the energy generation is linked to the transformation mechanism. As the martensitic transformation begins, there is a transition between the elastic deformation of the austenite and the uniform transformation to martensite that occurs when the upper plateau is reached in the stress-strain curve. During this transition, the transformation accounts for part of the total deformation only, and the rate of energy generation increases slowly. Once the plateau is reached, and since all deformations are due to the transformation, the rate of energy generation is uniform. This rate of energy generation can be modeled with a linear increased followed by a uniform plateau and ending with a linear decrease at the end of the transformation. The results obtained with this model are concordant with results obtained by other authors, either by tests or modeling (Rodriguez and Brown, 1975; Van Humbeek and Delaey, 1981; Leo and al., 1993).

The second energy generation term is due to the dissipative process associated with the phase change in the material. It occurs during the transformation and is mainly due to atoms displacements, and is proportional to the surface hysteresis of the stress-strain curve *HYS* (J/m^3). This energy generation term is given by:

$$E_{g(FI)} = V \cdot \Delta HYS \tag{3.5}$$

where ΔHYS is the energy generated during the time interval Δt. Half the hysteresis energy is dissipated during loading and the other half during unloading. If this dissipation process is assumed uniform, the rate of viscous energy dissipation by unit of strain, Δhys, can be determined from the tests results. ΔHYS is then given by:

$$\Delta HYS = \Delta hys \cdot \Delta \varepsilon \tag{3.6}$$

where $\Delta \varepsilon$ is the increment of strain during the time interval Δt.

By using equations 3.2 through 3.6 in conjunction with equation 3.1, the increment in temperature for a time interval Δt can be determined. Since the superelastic effect is strain dependent, the time interval is changed to a strain interval

$$\Delta t = \Delta \varepsilon / \varepsilon \tag{3.7}$$

ε being the strain rate, which is uniform in this case. The sample temperature can be determined for each strain level during the cyclic deformation by incrementing the strain by $\Delta \varepsilon$ and computing the new temperature reached for each increment.

All the values used for this computation are given in Table 3.1. The coefficients h_c, c, and ΔH were taken from references (Holman, 1986; Waran, 1992; Patoor and Berveiller, 1990). In our case, the convection heat transfer coefficient was increased in the controlled temperature chamber since a fan was used to insure a uniform air temperature distribution. For the specific

heat coefficient c, the same value was used for the austenite and the martensite phases, so an average value of the austenitic and martensitic coefficients was taken.The other values in the table were obtained from the tests results. To simplify the problem, these values were supposed independent of strain rate and ambient temperature, and the following assumptions were made:

- ε_{Ms}, ε_{As} and ε_{Af} are the same for all cases.
- For ΔHYS the average value of the tests made at 4 % of deformation, 25°C and 0,0017 s^{-1} was taken. Δhys was determined from this value and assumed constant for all cases.

Since the values of the strain to begin and end the transformations are not very much affected by the tests conditions, the first assumption can be justified. As for the second assumption, the value of the hysteresis is strongly dependent on strain rate as can be seen in Figure 3.1. But since this energy generation term is an order of magnitude smaller than the energy generated by the transformation, its influence is not important and a constant value can be assumed.

To make sure this choice of coefficients and models for the energy generation were valid, several simulations were done. Different values for the convection coefficient, specific heat and transformation enthalpy, in a reasonable range, were used. Three models for the energy

generation were tested: sinusoïdal increase, constant and the one described earlier. The results obtained in each case differed by a few degrees, but the general behaviour was the same. The results obtained with the coefficients chosen here agree very well with Leo's simulation results (1993) and with Van Humbeek's measures (1981) for the general behaviour.

TABLE 3.1 : Values of the coefficients used in the thermal simulation. * ε_{max} is the maximum deformation.

Property	Symbol, source	Value
Diameter	D	1×10^{-4} m
Length	L	0,1 m
Density	ρ	6.500 kg/m^3
Convection	h_∞	32,5 W/m^2°C
Specific heat	c	750 J/kg°C
Transformation enthalpy	ΔH	25 kJ/kg
Internal friction	ΔHYS	2.600 kJ/m^3
Martensitic start	ε_{Ms}	1 %
Austenitic start	ε_{As}	ε_{max}*-0,5 %
Austenitic end	ε_{Af}	0,5 %
Strain increment	$\Delta\varepsilon$	1×10^{-4} m/m

3.3.3 Results

Figure 3.4 shows the sample temperature versus the deformation for each strain rate at 4% of maximum deformation and 25°C. The behaviour is the same at 25 and 35°C, so only the results at 25°C are presented. Up to 0,0017 s^{-1}, an equilibrium is established between the energy generation and the energy outflow so that the sample quickly reaches a stable temperature. The increase in temperature at this point is not very important (≈3°C). At the higher strain rate, the energy does not have enough time to dissipate, and the sample temperature increases steadily. During unloading at the intermediate strain rate, the sample temperature will get lower than the room temperature. For the low and high strain rates, an equilibrium is reached and by the end of the transformation the sample is almost back at room temperature.

For the three maximum deformations tested, Table 3.2 gives the temperature values at the maximum deformation ϵ_{max} and at the strains to begin and end the reverse transformation ϵ_{As} and ϵ_{Af} respectively. At high strain rates, the temperature increase is quite important. The small diameter of the wires may have eliminated the problem of radial conduction, but at the same time it reduces the surface through which the energy can flow away and limit the energy outflow. Since the energy generation is quite important in the martensitic transformation, it will always produce an increase of temperature at high strain rate, although

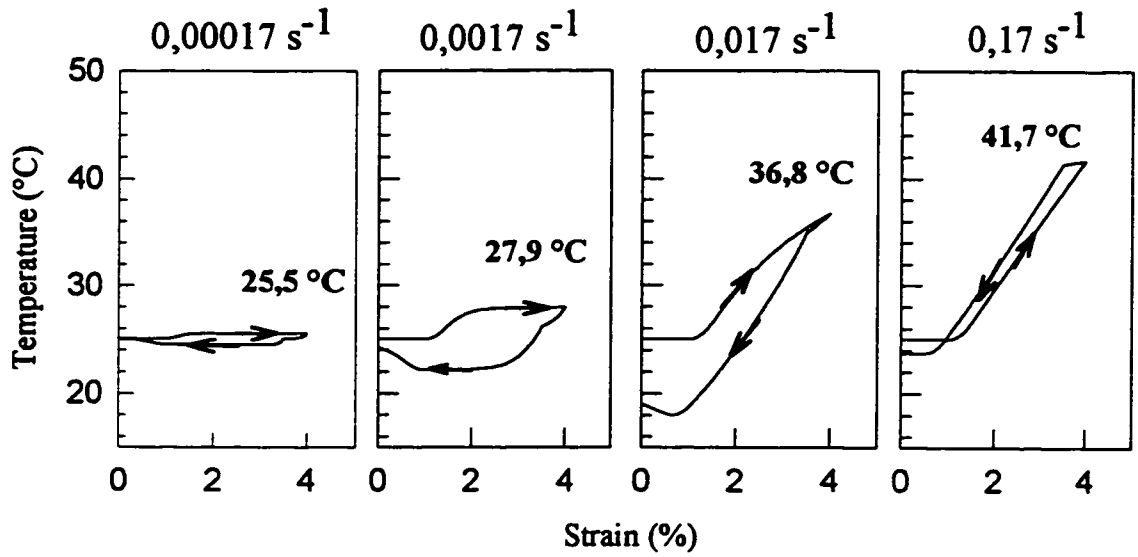


FIGURE 3.4: Sample temperature a a function of strain at four levels of strain rate as determined by the simulations. The maximum temperature reached in each case is shown.

limited for small samples.

The temperature effect is most important at the maximum deformation and at the beginning of the reverse transformation. So it will affect mostly the stress to start the reverse transformation, σ_{As}. At the end of the transformation, the effect is less important since the endothermic transformation will cancel out the heat generated by the exothermic

transformation. Chrysochoos and al. (1993) obtained similar results with a return of the sample temperature to ambient temperature at the end of a cycle on experimental results.

TABLE 3.2: Simulation results for the temperature reached at ε_{max}, ε_{As} and ε_{Af} for each level of maximum deformation and strain rate at 25 °C.

ε (s^{-1})	ε_{max} (%)	T° at ε_{max} (°C)	T° at ε_{As} (°C)	T° at ε_{Af} (°C)
0,00017	2	25,5	25,0	24,9
	3	25,5	25,0	24,9
	4	25,5	25,0	24,9
0,0017	2	27,5	26,0	23,5
	3	27,9	26,1	23,2
	4	27,9	26,1	23,1
0.,17	2	29,3	28,8	24
	3	33,8	32,6	21,3
	4	36,8	34,9	18,2
0,17	2	29,7	29,6	24,9
	3	35,8	35,6	24,6
	4	41,7	41,4	23,7

The increase in maximum deformation produces an increase in maximum sample temperature as there is more energy generated by the transformation. With the high temperature reached for the higher strain rate, the assumption of a good thermal insulation at the gripping area may not be entirely valid. When the temperature difference between the sample and the gripping fixture is high, the heat loss through the gripping area will be more important than the heat loss by convection in the air. So at high strain rates, the maximum temperatures will be slightly less than the one computed with the simulation and the difference between the temperatures at ε_{max} and ε_{As} at the three maximum deformations for the high strain rates will not be as important.

3.4 DISCUSSION

The increase in stress with the increase in temperature, were determined in the previous paper (Chapter 2) for the three stresses measured. They are equal to 8,4 MPa/°C for σ_L, 8,6 MPa/°C for σ_{As} and 3,4 MPa/°C for σ_{Af}. By using these stress rates and the temperatures obtained from the simulation, the stress variations due to the temperature effect can be determined for the three parameters studied and substracted from the results. Figure 3.5 shows the tests results that were shown in Figure 3.2 for the three stresses measured (solid lines), and the same results when the theoretical temperature effect is taken into account (dotted lines). This effect as a tendency to diminish slightly the variation of σ_L and σ_{Af}, but increases the

variation of σ_{As}.

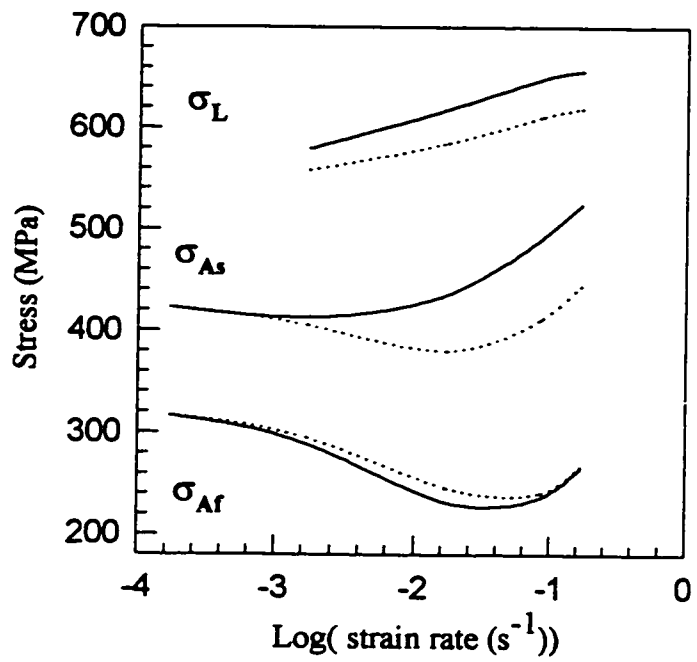


FIGURE 3.5: Variation of the mean values of the stresses as determined by the tests results (solid lines) and when the temperature effect is taken into account (dotted lines).

It should be taken into account, however, that the thermal modeling used here assumed a global energy generation during the transformation. In reality, the energy generation occurs at the active transformation interface. At this point, the temperature will be higher (or lower during the reverse transformation) than the sample global temperature. This is the base of

Leo's modeling of the transient heat effect (1993). Assuming a single active interface, he was able to link the temperature increase at this interface to the stress increase measured for the lower strain rate range studied here (≈ up to 0,0017 s^{-1}). This phenomenon causes the increase in stress hysteresis observed for this range of strain rates.

When there is multiple nucleation events, as it is the case here (the peaks in the upper plateau at low strain rate are a sign of multiple nucleation which occurs at a higher energy than the growth of the transformation), this localised heat effect cannot explain entirely the observed behaviour. To understand the reasons for this, the two mechanisms that make up the transformation, the nucleation of the transformation and its growth, should be considered separately. The growth mechanism is affected by the localised temperature effect since it occurs at the active transformation interface. Due to the local heat effect, the growth energy increases to the level of the nucleation energy and produces a uniform plateau. It is the reason for the disappearance of the peaks in the upper plateau with a strain rate increase. During the reverse transformation, the only mechanism present is the growth (or ungrowth) mechanism as there is no nucleation events (and no peaks). The unloading plateau is therefore more sensitive to the localised heat effect. The global sample temperature is still superposed to this effect.

The nucleation mechanism is linked to the global sample temperature as nucleation can

happen anywhere in the sample. In the upper plateau, there is a combination of nucleation events and growth mechanisms, which make it difficult to see the difference of the effect of temperature of both mechanisms. One parameter that is more representative of the nucleation mechanism and less sensitive to the transient or localised heat effect is the Maxwell stress. This stress is derived from the Helmholtz free energy function (Hornbogen, 1990). The Maxwell stress is the value at which the austenite is transformed into martensite at a constant stress level. The stress-strain curve derived from the Helmholtz free energy function has no stress hysteresis since it assumes an identical value for the austenite-martensite and for the martensite-austenite transformation stresses. To take into account the hysteresis, a stress σ_{hys} equal to half the hysteresis between the loading and unloading plateau is added (subtracted during unloading) to the Maxwell stress.

From the tests results, the Maxwell stress σ_M can be computed by subtracting σ_{hys} from the upper plateau stress σ_L. The variation of this Maxwell stress with the strain rate is shown by the solid lines in Figure 3.6 a). As the Maxwell stress also increases linearly with the temperature, it is affected by the global temperature and this should be taken into account by subtracting the stress increase due to the temperature increase (dotted line). If the value at 0,00017 s^{-1} is omitted, because it is difficult to measure properly as was explained earlier, it can be seen that at high strain rates the Maxwell stress increases steadily and is thus strain rate dependent. This means that the energy barrier to initiate the transformation increases with the

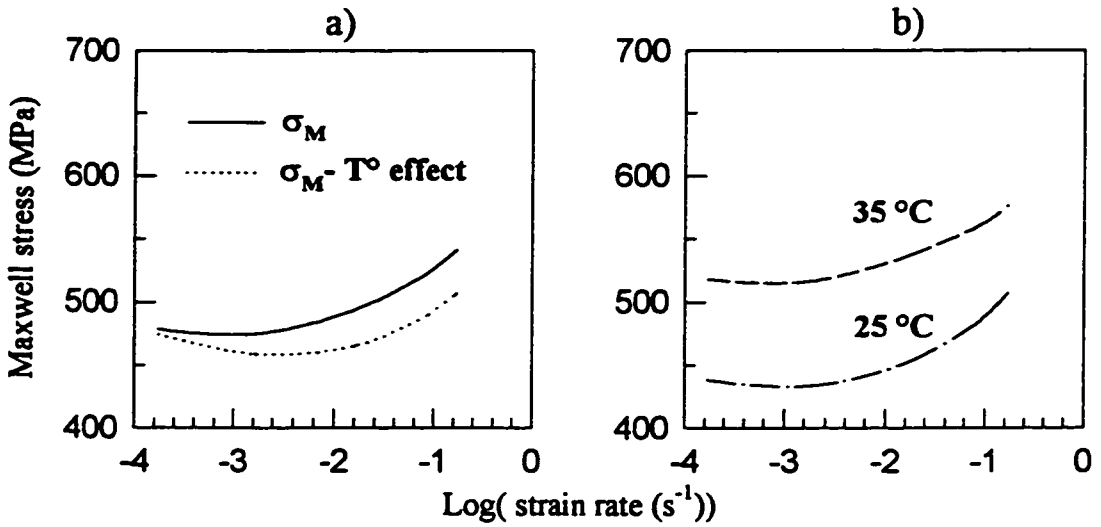


FIGURE 3.6: a)Variation of the Maxwell stress with the strain rate as computed from the results (solid lines) and with the temperature effect taken into account (dotted lines). b) Slight difference in the behaviour at 25 and 35 °C.

strain rate. This behaviour is similar to the strain rate dependency of the yielding behaviour of a lot of materials, which is not surprising as it is the same kind of mechanisms.

A phenomenon that is unusual is the constant slope of the upper plateau. At the lower strain rates (<0,0017 s^{-1}), the fact that the sample quickly reaches a stable temperature explains the flat plateau. At the higher strain rates, there is a steady increase in the temperature which is not reflected in the upper plateau slope. As the temperature increases, the strain rate effect seems to become less important, as if there was a limit in the energy increase that can be produced either by a temperature or a strain rate increase. Some indications of this interaction

between temperature and strain rate are shown for the Maxwell stress in Figure 3.6 b) where it can be seen that the increase of the Maxwell stress with the strain rate is less important at 35°C than at 25°C. This may be a reason for the flat upper plateau observed.

3.5 CONCLUSIONS

A theoretical thermal analysis taking into account the energy generation due to the transformation allowed for the determination of the global shape memory alloy temperature as a function of strain rate. The results obtained from this simulation are very good and it was observed that even with such small samples, the temperature increase at high strain rate was important. Furthermore, it was pointed out that there is two kinds of temperature effects, a localised transient temperature effect due to the propagation of an active transformation interface as showed by Leo and al. (1993) and a global temperature effect as determined here. The localised temperature effect will affect the growth mechanism. It will produce a stress hysteresis increase for the lower strain rate range and an increase in slope of the lower plateau for the higher strain rate range. The global temperature will affect the nucleation mechanism as this mechanism can happen anywhere in the sample. At low strain rate, the localised temperature effect is predominant while the global temperature effect is more important at high strain rates. The increase in strain will cause a slight increase in temperature as there is more energy generated by the transformation and this can explain some of the observed strain

dependency in the experimental results presented in the previous paper.

After the temperature effects were taken into account, it was shown that a strain rate effect exists. The increase in strain rate will affect the nucleation mechanism since the energy barrier of this mechanism increases with strain rate. The Maxwell stress, which represents well the nucleation stress, will therefore increase with the strain rate.

ACKNOWLEDGEMENT

This work is financially supported by the Natural Science and Engineering Research Council (NSERC) of Canada and the Québec government program FCAR (Formation de Chercheurs et Aide à la Recherche).

REFERENCES

Chrysochoos, A., Pham, H. And Maisonneuve, O., 1993, "Une analyse expérimentale du comportement thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme de type Cu-Zn-Al", *C.R. Académie des Sciences, Paris, Mécanique des milieux continus,* Tome 316, Série II, pp. 1031-1036.

Duerig, T.W. and Zadno, R., 1990, "An engineer's perspective of pseudoelasticity", *Engineering aspects of shape memory alloys*, Butterworth-Heinemann Ltd, pp. 369-393.

Holman, J.P., 1986, "Heat Transfer", *McGraw-Hill*, New York.

Hornbogen, E., 1990, "Thermo-Mechanical Fatigue and Rupture of Shape Memory Alloys (SMA)", *Proceedings of the National Sciences Council ROC (A)*, Vol.14, No. 5, pp.350-356.

Incropera, F.P. and DeWitt, D.P., 1990, "Fundamentals of heat and mass transfer", *John Wiley & Sons, Inc.*, chap. 9, p. 529.

Leo, P.H., Shield,T.W. And Bruno, O.P., 1993, "Transient Heat Transfer Effects on the Pseudo elastic Behavior of Shape-Memory Wires", *Acta Metallurgical Material*, Vol. 41, No. 8, p. 2477-2485.

Patoor, E. And Berveiller, M., 1990, "Les alliages à mémoires de forme", *Hermès*, Paris.

Piedboeuf, M.C., Gauvin, R. And Thomas, M., 1997, "Superelasticity of NiTi shape memory alloy: srain rate, temperature and strain effects. Part I: experimental results., *Journal of Engineering Materials and Technology, ASME*, submitted for publication.

Rodriguez, C. And Brown, L.C., 1975, "The Mechanical Properties of SME Alloys", *Shape Memory Effects in Alloys*, Edited by Jeff Perkins, pp. 29-57.

Van Humbeek, J. and Delaey, L., 1981, "The Influence of Strain-Rate, Amplitude and Temperature on the Hysteresis of Pseudo elastic Cu-Zn-Al Single Crystal", *Journal de Physique*, Colloque C5, Supplément au n° 10, Vol. 42 (octobre) C5-1007.

Waran, T., 1992, "Actuators Design Using Shape Memory Alloys", *T. Waran*, Canada.

CHAPITRE 4

DAMPING BEHAVIOUR OF SHAPE MEMORY ALLOYS: STRAIN AMPLITUDE, FREQUENCY AND TEMPERATURE EFFECTS

Piedboeuf M.C.[1], Thomas M.[2], Gauvin R.[1]

(1) Centre de recherche appliquée sur les polymères,
École Polytechnique de Montréal
CP 6079, Succ."Centre-ville", Montréal, Québec, H3C 3A7
(2) École de Technologie Supérieure
1100, rue Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, H3C 1K3

ABSTRACT

An extensive study of the effect of frequency and strain amplitude as well as the temperature on the damping behaviour of superelastic NiTi shape memory alloy wires was undertaken. A full factorial design taking into account the two-levels interactions between these variables has been conducted. The dissipated energy and the loss factor were analyzed. Analysis shows that an increase in temperature has no effect on the dissipated energy while it decreases slightly the loss factor. Both however increase with the increase in strain amplitude. A maximum in dissipated energy and in the loss factor is observed around 0,1 Hz. Both factors then decrease as the frequency continue to increase. This behaviour is also strain amplitude

dependent. A thermal analysis showed that the observed frequency and frequency-amplitude interaction effects are due to an important temperature variation produced by the energy generated during the transformation. Finally, a three harmonic Fourier sine series model is proposed to model the shape memory alloy dynamic behaviour. Frequency, amplitude and temperature effects are taken into account and dissipated energy and the loss factor can be determined from this model.

4.1. INTRODUCTION

With the increasing emphasis on environmental control in our days, the problem of containing severe vibration and noise in mechanical devices, either operating at high speed or during impact loading, receives considerable attention. This is why materials which are able to reduce vibration and noise are becoming more and more technologically important. The desired properties of high strength, stiffness and tolerance to adverse environments seemed to be incompatible with high internal damping for most materials. Highly viscoelastic materials do show high damping capacities but often have insufficient strength. Recently, some high damping metals have been developed which combine high inherent damping with relatively high strength properties. One of the processes that lead to high energy dissipation in metals is phase transformation, and in particular martensitic transformation which occurs in Shape Memory Alloys (SMA)(Hodgson, 1993).

Shape Memory alloys are two-phase alloys with the austenite being the high temperature phase and the martensite being the low temperature phase. Phase transformation in these alloys can either be temperature induced or stress induced. This leads to shape change. Atoms and defects move and reorientation of martensite results in large energy dissipation. In these materials, the two phases can coexist over a certain temperature range, and three main contributions to the damping are considered. They are the damping due to the thermally induced transformation, the damping related to the stress induced transformation, and finally, the intrinsic damping generated in the two coexisting phases (DeBatist, 1992). Dissipation coming from temperature variation occurs during heating or cooling. Over the past few decades, extensive research efforts have been devoted to understand this mechanism (DeBatist, 1992; Lin et al., 1993; Dejonghe et al., 1977). However, not many practical applications are found for the damping generated by thermally induced transformation.

From a practical point of view, the two other energy dissipation mechanisms offer a more interesting perspective. The intrinsic damping of the martensitic phase is quite high due to the reorientation of the martensite twin variants under stress. Some applications of martensitic alloys as dampers have been considered (Hodgson, D.E., 1993; Hodgson et Krumme, 1994; Tobushi et al., 1994). In the austenitic phase, the intrinsic damping is low but if the applied stress is high enough martensite can be stress induced and this phase transformation will lead to high energy dissipation. Figure 4.1 shows the stress-strain curve of an austenitic shape memory alloy . When the stress reaches the transformation level σ_{Ms}, martensite will be

induced and this transformation will go on until all the austenite has been transformed at an almost constant stress level. Upon release of the stress, the martensite unload elastically down to a stress level σ_{As} where it will transform back to austenite, once again at an almost constant stress level. Once this transformation is completed, there is a final elastic unloading of the austenite phase. This is known as the superelastic effect since there is no permanent deformation even if the behaviour is non-linear. The surface hysteresis which is equal to the volumetric energy dissipated in a cycle during this transformation is quite high and gives rise to the interesting damping capacities of these alloys. If the martensite is stress induced at a higher temperature, the transformation stresses will increase linearly and shift the curve upward as shown by the dashed lines in Figure 4.1. Applications of superelastic SMA to increase damping have also been considered (Hodgson, D.E., 1993; Hodgson et Krumme, 1994; Tobushi et al., 1994) with a special interest for aseismic isolation (Witting et Cozzarelli, 1993) or passive structural damping of beam (Thomson et al., 1995). SMA are much stronger than most viscoelastic materials and relatively insensitive to environmental hazard. One of the advantage of using them in the austenitic or superelastic state is that they can provide a restoring force which helps restore the overall structure to its original position after any imposed deformation. The usefulness of such materials will be governed by the temperature-frequency-vibration amplitude ranges in which the damping capacity are sufficiently elevated, and by the stability of the damping under operating conditions.

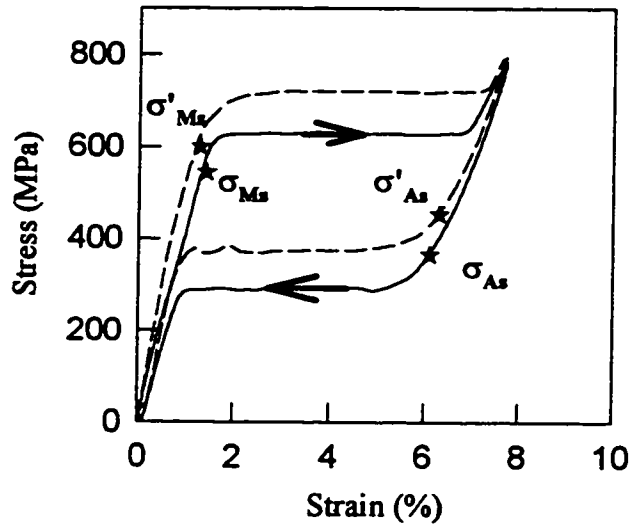


FIGURE 4.1: Superelastic stress-strain curve of a shape memory alloy. σ_{Ms} and σ_{As} are the stresses to start the martensitic and the reverse austenitic transformation respectively. The dashed curve is for a sollicitation at a higher temperature.

Yet not much has been done to study the superelastic damping capacities of SMA. Dejonghe et al. (1977) performed a series of tests to study the mechanisms of energy dissipation in Copper SMA. Among them, tensile tests where martensite was stress induced in an austenitic alloy allowed the calculation of the dissipated energy ΔW from the surface of the energy hysteresis, and of an internal friction factor defined as $\delta = \frac{1}{2}(\Delta W/W)$ where W is the strain energy. This factor decreased exponentially with the temperature due to the fact that strain energy increases with temperature because there is an increase in transformation stresses with the temperature. Tobushi and all. (1994) performed tensile tests on superelastic NiTi SMA and studied the dissipated energy as a function of strain amplitude and temperature. They

showed that dissipated energy increases linearly with an increase in strain amplitude since there is more martensite formed in the alloy. They also observed a slight increase of this energy with the SMA temperature but no explanation of this phenomenon was given.

An interesting study was done by Van Humbeeck and Delaey (1981). Tensile tests at different uniform strain rates varying from 0,000033 s^{-1} to 0,067 s^{-1} were done on copper SMA. A maximum of the dissipated energy and the internal friction at an intermediate strain rate was observed. Temperature measurement of the samples showed that this effect could be due to the variation of temperature resulting from the exo, endo thermic martensitic transformation. It was also concluded that the energy dissipated is temperature independent.

Actually, few research has been done on NiTi alloys and still less under dynamic conditions.This study is related to an ongoing research project on the use of SMA reinforcement to add passive damping to polymer matrix composites. For this purpose, austenitic NiTi wires, 100 μm in diameter were chosen. The first part of this project was to study the superelastic behaviour of the wires in tensile testing. First under uniform strain rate (Chaptitre 2) and then, presented in this paper, under sinusoïdal loading to study their damping capacity. In this study, tests were performed at three levels of vibration amplitude (2, 3 and 4 % of strain), over four decades of frequency (0,01; 0,1;1; 5 and 10 Hz) and at two temperature levels (25 and 35 °C). All possible combinations of these variables were tested. The results are statistically analyzed and a thermal analysis is done to determine the

temperature effect contribution to the results. Finally, a simple model for the dynamic behaviour of the SMA using Fourier series is proposed and used to evaluate the dissipated energy and the loss factor.

4.2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

4.2.1 Samples

The 100 μm NiTi wires are straight annealed and chrome doped (0,2 %) for a better superelastic effect. Their transition temperatures were determined by testing them in tension, at a strain rate of 0,0017 s^{-1} (10 mm/min) for different temperatures. These transition temperatures were found to be - 25 °C for the austenitic start (As) and - 81 °C for the martensitic start (Ms).

To get a good grip on the wires for the tensile tests, they were glued on cardboard tab (Chapitre 2). Prior to testing, so as to stabilize the superelastic effect, each wire had to be precycled for 100 cycles at 5 Hz and 4,5 % cyclic deformation.

4.2.2 Equipment

Tests were made on a servo hydraulic machine equipped with a 50 N load cell. Data acquisition was made at a sampling rate of 1000 samples/sec on each test. The deformation

was measured as the overall displacement of the cross head; the difference between this measurement and the actual wire extension is negligible due to the stiffness of the loading frame and the small loads and large deformations present in the wire. Tests were run in a controlled temperature chamber.

4.2.3 Experimental design and testing procedure

The samples were loaded under a cyclic tensile sinusoïdal deformation $\varepsilon = \varepsilon_0(1-\cos(\omega t))$ in a deformation controlled mode. A full factorial design was selected so that all interactions between the independent variables could be effectively investigated. The independent variables in this study were: the frequency of excitation, the maximum peak to peak strain amplitude and the temperature of the chamber. The levels of these independent variables are shown in Table 4.1. 4 % was chosen as the maximum peak to peak vibration amplitude since it is roughly the maximum deformation a glass fiber can withstand in a composite. Four samples were tested for each set of testing parameters, for a total of 60 samples tested. All these samples were tested first at 25 °C and then at 35 °C, thus resulting in a total of 120 experiments.

The parameters studied (dependent variables) are: the dissipated energy by cycle ΔW (J/m^3/cycle) which is the area of the energy hysteresis, and the loss factor defined as $\eta = (1/2\pi)(2\Delta W/U)$ where U is the maximum potential energy (Regelbrugge, 1994). These parameters are shown in Figure 4.2. Loss factor are usually defined for a full cyclic

deformation in tension compression. If such a deformation is applied on a SMA, the stress-strain curve in compression can be considered similar to the one in tension as shown by the dotted lines in Figure 4.2. In cyclic loading, the total dissipated energy is then equal to twice the energy dissipated in tension. This is the reason for the factor 2 associated to the dissipated energy ΔW in the loss factor equation presented earlier. For linear viscoelastic material with low damping, the maximum potential energy U is equal to $\frac{1}{2}\varepsilon_{max} \cdot \sigma_{max}$, but for a nonlinear material a more precise definition is $U = W - \frac{1}{2}\Delta W$ (Ungar et Kerwin, 1962) where W is the maximum strain energy at ε_{max} as shown in Figure 4.2 and $\frac{1}{2}\Delta W$ is the energy dissipated up to this point. These values were determined by numerical integration.

TABLE 4.1 : Levels of independent variables used in the tests

Variable	Unit	Level 1	2	3	4	5
Frequency f	Hz	0,01	0,1	1	5	10
Maximum amplitude $2\varepsilon_0$	%	2	3	4		
Temperature T°	°C	25	35			

Analysis of variance (ANOVA) was applied to investigate the main effects of the independent variables (ε_{max}, f, T°) together with their interaction effects on dependent variables.

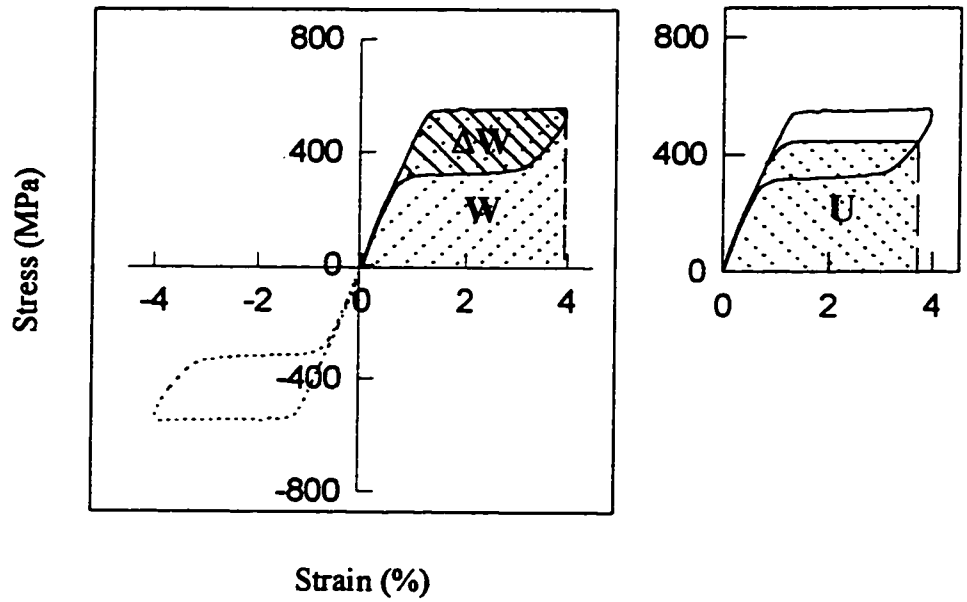


FIGURE 4.2: Superelastic curve in tension (——) and in compression (-----). **ΔW** and **W** are respectively the dissipated energy and the maximum strain energy in a tensile loading unloading sollicitation. **U** is the maximum potential energy in a tension-compression sollicitation.

4.3. RESULTS

4.3.1 Tests results

Since Anova analysis revealed that there was no significant variation between the samples, the graphical results presented here are for one typical sample and not average values. To illustrate the interaction effect of temperature and maximum amplitude, the stress-strain

curves obtained for the various amplitudes and temperatures at a frequency of 0,1 Hz are shown in Figure 4.3. As was said earlier, an increase in temperature causes a linear increase in transformation stresses and a shift of the stress-strain curves upward as can be seen on this figure. This will increase the maximum strain energy but there is no evident effect of temperature on the dissipated energy. The increase in amplitude causes an increase of the dissipated energy as well as an increase in maximum strain energy W as could be expected.

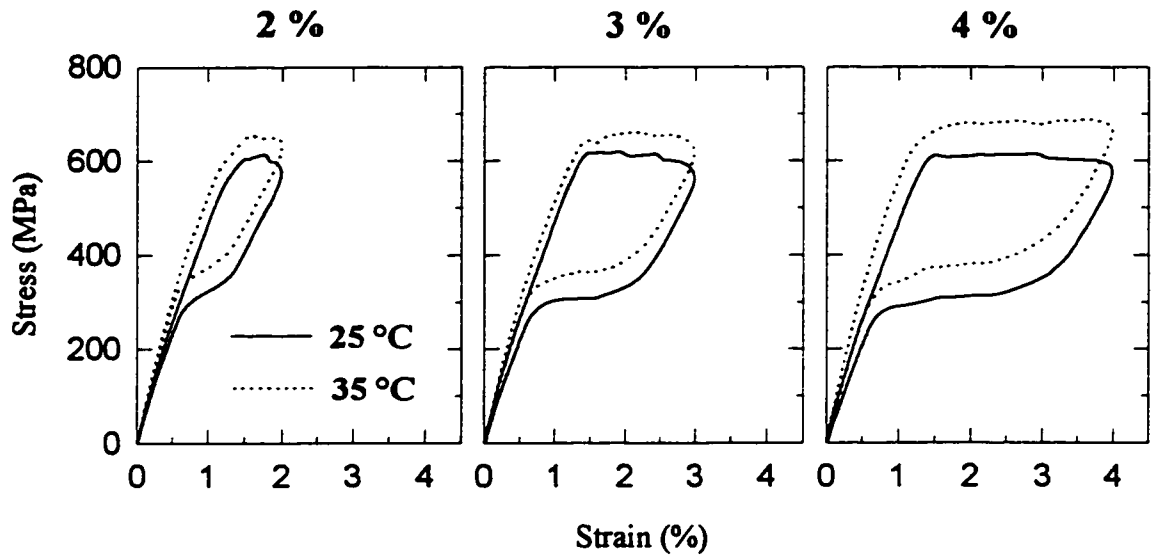


FIGURE 4.3: Stress-strain curves at a frequency of 0,1 Hz for the three amplitudes and two temperatures.

Figure 4.4 illustrates the effect of frequency by showing the results of samples tested at 25°C and 4 % of amplitude at four different frequencies. As can be observed, up to 0,1 Hz, the stress difference between the two plateaus increases producing an increase in the surface, and also in the dissipated energy; for higher frequencies, the lower plateau deforms and rises, a

pronounced reduction of the surface hysteresis. This may be due to a variation of the samples temperature and will be discussed later in this article.

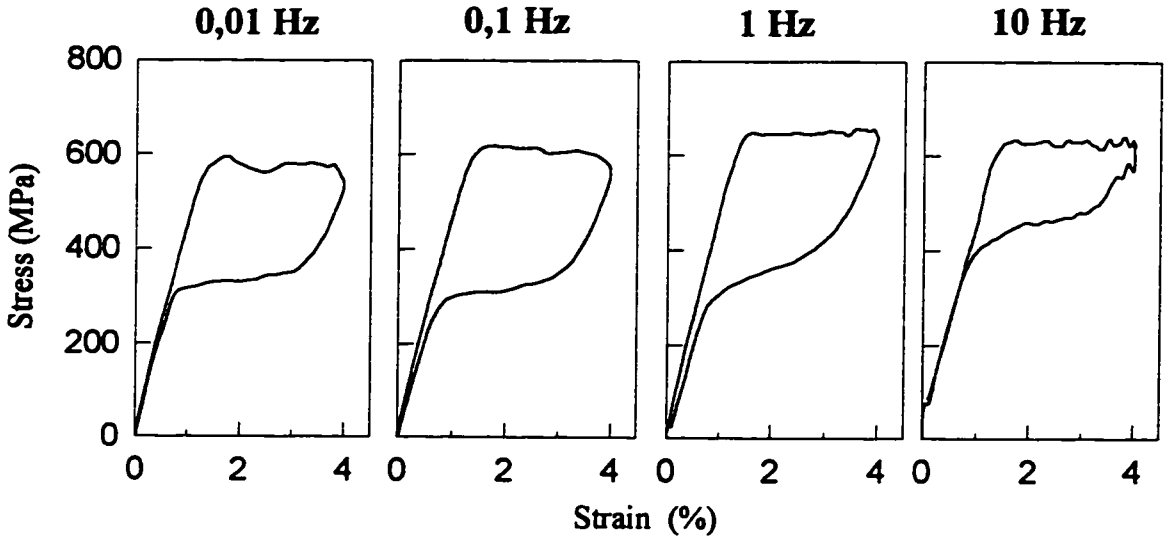


FIGURE 4.4: Stress-strain curves at 25°C and 4 % of amplitude for four different frequencies.

4.3.2 Statistical analysis

ANOVA analysis is an effective method to analyze complex and numerous results when some interactions between the independent variables may arise. Essentially, this analysis determines wether the discrepancies between the average results at the different levels of a parameter are greater than could reasonably be expected from the variation that occurs within the results at a specific level of the parameter. The analysis of variance table is a valuable device due to Fisher which allows for the evaluation of the hypothesis that there is no difference between

the results at the different levels of the parameters (Box et al., 1978). The ANOVA output and the calculated F ratio for a confidence interval of 95 % are shown in Tables 4.2 and 4.3 for the dissipated energy and the loss factors. The F-ratios compare the mean square of an effect (main or interaction) to the residual mean square; if this ratio is close to one, there is no significant difference. p is the probability to accept this hypothesis as determined from the F probability table; if this probability is lower than 0,05, then there is a significant effect. Interactions are shown only for significant effects ($p<0,05$). All the observed effects have a statistical probability of more than 99 %, wich is very significant. Results are plotted in Figures 4.5 and 4.6 with their confidence intervals.

4.3.2.1 Temperature effect and amplitude and frequency interaction on dissipated energy

Table 4.2 shows that the dissipated energy is affected by the three independent variables with some interactions between amplitude and frequency. In fact, analysis of the results has shown that the ambiant temperature effect was negligible.

As can be seen in Figure 4.3, when the amplitude increases, so does the dissipated energy. The dissipated energy is proportional to $(\varepsilon_{max} - \varepsilon_{Ms})$ where $\varepsilon_{max} = 2\varepsilon_0$ is the peak to peak vibration amplitude and ε_{Ms} is the deformation at which the martensite transformation begins.

TABLE 4.2 : Anova and F-ratio for dissipated energy ΔW. (d.f.: degree of freedom)

Source of variation	Sum of Squares	d.f.	Mean Square	F-ratio	Sig. level
MAIN EFFECTS					
A:Temperature	6,72e4	1	67203	25,19	0,0000
B:Deformation	1,1e8	2	54954357	20595,33	0,0000
C:Frequency	2,35e7	4	5876700	2202,42	0,0000
INTERACTION					
BC	4737996	8	592249	221,96	0,0000
RESIDUAL	240146	90	2668		
TOTAL(CORRECTED)	1,39e8	119			

TABLE 4.3 : Anova and F-ratio for the loss factor η (d.f.: degree of freedom)

Source of variation	Sum of Squares	d.f.	Mean Square	F-ratio	Sig. level
MAIN EFFECTS					
A:Temperature	0,00414	1	0,00414	402,32	0,0000
B:Deformation	0,047368	2	0,02368	2301,55	0,0000
C:Frequency	0,070685	4	0,01767	1717,25	0,0000
INTERACTIONS					
AC	4,083e-4	4	1,02e-4	9,92	0,0000
BC	2,921e-3	8	3,65e-4	35,48	0,0000
RESIDUAL	0,000926	90	1,03e-6		
TOTAL(CORRECTED)	0,126567	119			

Also, frequency interacts with the amplitude. For instance, at 2 % strain, there is only a slight variation in dissipated energy by varying frequency, while at 4 % the variation is more important and the maximum occurs at around 0,1 Hz. At higher frequencies, dissipated energy decreases. Moreover, at 2 % amplitude the maximum occurs at a slightly higher frequency

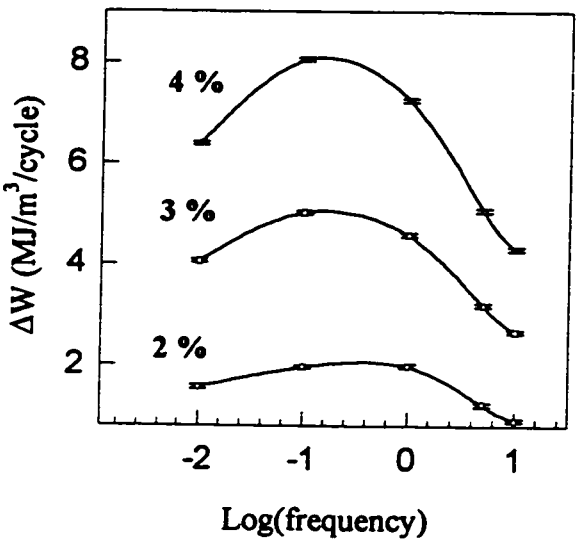


FIGURE 4.5: Variation of the average values of the dissipated energy

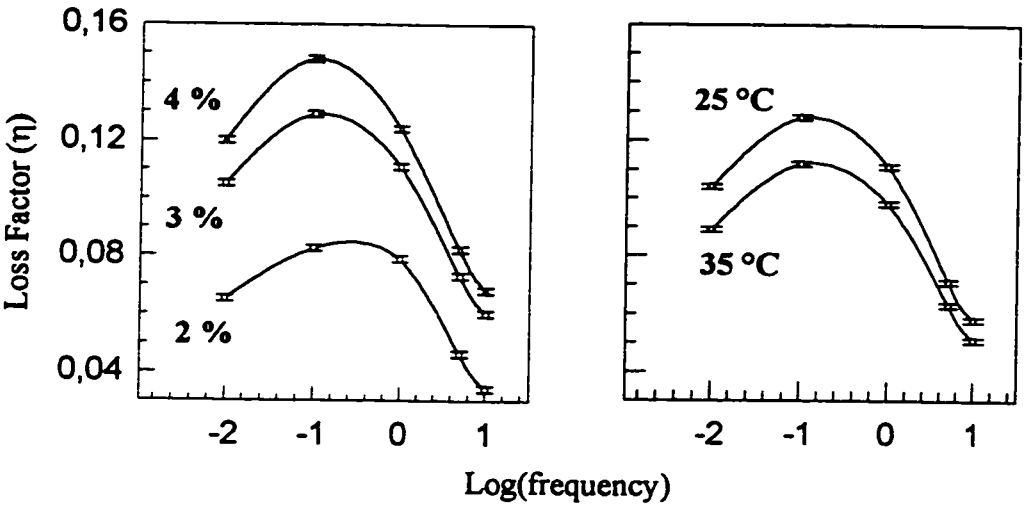


FIGURE 4.6: Variation of the average values of the loss factor

than for the higher amplitudes. As it was shown in a previous paper (Chapitre 3), there is an important temperature variation of the samples as the strain rate increases. It could be the

reason for the behaviour observed here and is studied in more details in section 4.4 of this paper.

4.3.2.2 Temperature effect and amplitude and frequency interaction on the loss factor (η)

Table 4.3 shows that the loss factor is affected by the three variables with some interactions between deformation and frequency, and temperature and frequency. As can be seen from the last graph of Figure 4.6, the difference in behaviour at 25 and 35 °C is less important at higher frequency than at the low frequency.

To get a better understanding of the loss factor variations, it helps to look at the maximum potential energy $U = W - \frac{1}{2}\Delta W$ as a function of the different variables. Figure 4.7 shows the variations of U as a function of temperature and frequency at the different amplitudes. Since the maximum strain energy W increases with ambiant temperature in the same way as does the transformation stresses while the dissipated energy ΔW is not much affected by the temperature, the potential energy U increases with temperature which causes a decrease in the loss factor as the ambient temperature increases. The maximum potential energy increases with the frequency, and this increase is more pronounced at higher amplitudes. Since dissipated energy decreases with frequency higher than 0,1 Hz, the decrease of the loss factor which is proportionnal to $\Delta W/U$ is more pronounced. The interaction with amplitude is also more pronounced for the loss factor since the increase of potential energy U is more

important at 4% of amplitude than at 2 %. These phenomena may be due to a thermal effect and will be investigated in the next section.

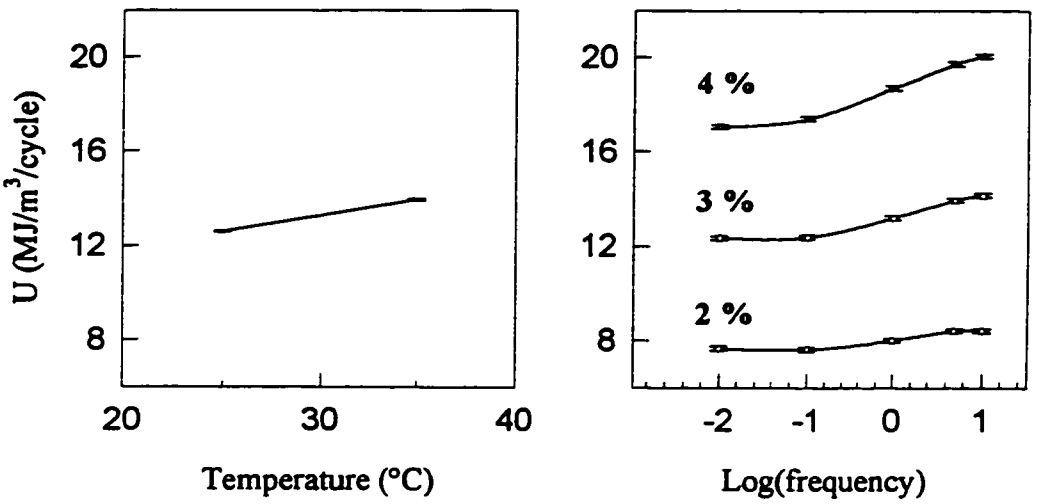


FIGURE 4.7: Variation of the average values of the maximum potential energy

4.4 THERMAL ANALYSIS

4.4.1 Theory

It has been mentioned that frequency effects and frequency-amplitude interaction may be a temperature effect due to the nature of the transformation: the austenite-martensite transformation is exothermic and the martensite-austenite transformation is endothermic. The energy generated by this transformation is proportional to the volume fraction of martensite

formed and is at its maximum in the middle of the transformation. At high strain rate, the heat generated by the austenitic-martensitic transformation may not have the time to dissipate and this will cause the sample temperature to increase. So, the transformation stress will rise which, in turn, will produce an increase of the slope of the upper plateau in the stress strain curve. During the reverse transformation, the mechanism will be similar with a cooling of the specimen which will not have the time to absorb enough heat at high strain rate. The presence of such effects was showed by different authors (Van Humbeeck et Delaey, 1981; Leo et al., 1993).

The importance of this phenomenon depends on the quantity of heat generated, which is a property of the material, and of the size of the specimen. For large samples, the temperature effect will be predominant with a higher difficulty to dissipate the energy, while for small samples it may be minimized to a certain limit. It was showed in a previous paper (Chapitre 3) that even if the wire diameter is very small, important heat effects occur as strain rate increases. Therefore, a simplified thermal analysis was performed to determine the importance of that effect in the case of a sinusoïdal loading.

4.4.2 Simulation

The problem is to determine the temperature of a long rod having a large length to diameter ratio, 100 mm over 0,1 mm. Thermal energy is generated in the specimen by the

transformation and by the internal friction. This energy can usually be dissipated by convection, radiation and conduction. Due to the small area of the wire, the dissipation by radiation is negligible as well as the radial conduction. For the conduction through the gripping fixture, since the samples are very long compared to their diameter and are fixed on cardboard with epoxy glue which make a good thermal insulation, it is assumed to be negligible as well. So the only significant heat dissipation process considered in this case is the convection process.

With the assumptions that at any time t the temperature of the wire is uniform and that constant properties exist, the conservation of energy law can be applied. For a time interval Δt small enough for the assumptions to be valid, it is expressed in a discreet form as:

$$E_g - E_{out} = \Delta E_{st} \tag{4.1}$$

where E_g is the energy generated, E_{out} is the energy leaving through the surface and ΔE_{st} is the variation of energy stored within the volume. The energy outflow is due to convection and is given by:

$$E_{out} = h \cdot (\pi DL) \cdot (T - T_\infty) \tag{4.2a}$$

where h is the convection heat transfer coefficient, D and L are the diameter and the length of the wire respectively, and $(T - T_\infty)$ is the difference between the sample temperature T and the room temperature T_∞. The convection heat transfer coefficient is a function of the temperature difference $(T - T_\infty)$(Incropera et DeWitt, 1990). This relation can be expressed as:

$$h = h_{\infty} \cdot (T - T_{\infty})^{1/3} \tag{4.2b}$$

with h_{∞} and h being the convection coefficients at room temperature and at the sample temperature respectively.

The variation in thermal energy storage is due to the temperature change in the sample,

$$\Delta E_{st} = \rho V c \cdot \Delta T \tag{4.3}$$

where ρ is the density, V the volume of the sample and c the specific heat. ΔT is the sample's temperature change of sample over the time interval Δt.

As said previously, the energy generation is due to two phenomena, $E_{g(tr)}$ and $E_{g(FI)}$ which are the austenitic-martensitic transformation energy and the internal friction energy respectively. The energy generated by the transformation for a time Δt is given by:

$$E_{g(tr)} = \rho V \cdot \Delta H \cdot \Delta f(\varepsilon) \tag{4.4}$$

where ΔH is the transformation enthalpy and $\Delta f(\varepsilon)$ represents the fraction of energy generated during the time interval Δt. It was shown (Chapitre 3) that the best model to represent this energy generation is a linear increase of energy generation during the transition between the elastic deformation of the austenite and the uniform transformation to martensite, followed by a uniform rate of energy generation once the upper plateau is reached in the stress-strain curve, and ending by a linear decrease at the end of the transformation.

The second energy generation term is due to the dissipative process associated with the phase

change in the material. It occurs during the transformation and is mainly due to displacements of atoms . It is proportional to the surface of the energy hysteresis of the stress-strain curve *HYS* (J/m^3). This energy generation term is given by:

$$E_{g(FI)} = V \cdot \Delta HYS \tag{4.5}$$

where ΔHYS is the energy generated during the time interval Δt. Half the hysteresis energy is dissipated during loading and the other half during unloading. If this dissipation process is assumed uniform, the rate of viscous energy dissipation by unit of strain, Δhys, can be determined from the tests results. ΔHYS is then given by:

$$\Delta HYS = \Delta hys \cdot \Delta \varepsilon \tag{4.6}$$

where $\Delta \varepsilon$ is the increment of strain during the time interval Δt. It is given by:

$$\Delta \varepsilon = \varepsilon(t+\Delta t) - \varepsilon(t) \tag{4.7}$$

where $\varepsilon = 2\varepsilon_0(1-\cos(\omega t))$.

By using equations 4.2 through 4.7 in conjunction with equation 4.1, the increment in temperature for a time interval Δt can be determined. The sample temperature can be determined for each strain level during the cyclic deformation by incrementing the strain by $\Delta \varepsilon$ and computing the new temperature reached for each increment.

All the values used for this computation are given in table 4.4. The coefficients h_{∞} c, and ΔH were taken from references (Holman, 1986; Waran, 1992; Patoor et Berveiller, 1990). In our case, the convection heat transfer coefficient was increased since a fan was used in the

controlled temperature chamber to insure a uniform air temperature distribution. For the specific heat coefficient c, the same value was used for the austenite and the martensite phase, so an average value of the martensitic and austenitic coefficients was taken. The other values in the table were obtained from the test results. To simplify the problem, these values were supposed to be independent of strain rate and ambient temperature, and the following assumptions were made:

- ε_{Ms}, ε_{As} and ε_{Af} are the same for all cases.
- For ΔHYS the average value of the tests made at 4 % of deformation, 25 °C and a uniform strain rate of 0,0017 s^{-1} was taken. Δhys was determined from this value and assumed constant for all cases.

Since the values of the strain to begin and end the transformations are not very much affected by the tests conditions, the first assumption can be justified. As for the second assumption, the value of the hysteresis is strongly dependent on strain rate as can be seen in figure 4.6. But since this energy generation term is an order of magnitude smaller than the energy generated by the transformation, its influence is not important and a constant value can be assumed.

4.4.3 Results

Figure 4.8 shows the sample temperature versus the deformation for each frequency at 2 % and 4 % of maximum amplitude and 25 °C. The behaviour is the same at 25 and 35 °C, so

only the results at 25 °C are presented. At 0,01 Hz, an equilibrium is established between the energy generation and the energy outflow so that the sample quickly reaches a stable temperature. The increase in temperature at this point is not very important (2°C at 4 %).

TABLE 4.4 : Values of the coefficients used in the thermal simulation.

Property	Symbol, source	Value
Diameter	D	1×10^{-4} m
Length	L	0,1 m
Density	ρ	6.500 kg/m^3
Convection	h_∞	32,5 W/m^2°C
Specific heat	c	750 J/kg°C
Transformation enthalpy	ΔH	25 kJ/kg
Internal friction	ΔHYS	2.600 kJ/m^3
Martensitic start	ε_{Ms}	1 %
Austenitic start	ε_{As}	$2\varepsilon_0^*$-0,5 %
Austenitic end	ε_{Af}	0,5 %
Time increment	Δt	1/500f s

As the frequency increases and the cycling period decreases, the energy does not have enough time to dissipate, and the sample temperature increases steadily. At 0,1 Hz, the increase in temperature during loading will produce an increase of the upper plateau stress. During unloading, the sample temperature gets lower than the room temperature which will result in a decrease of the lower plateau stress. So there is an increase in the stress hysteresis that results in higher energy dissipation as observed. With ensuing increase in frequency, the temperature during unloading will stay higher than room temperature and produce an increase

in the lower plateau stress. This is the reason for the decrease in hysteresis and dissipated energy that was observed. When the frequency reaches 1 Hz and continues to increase up to 10 Hz, the temperature variation during loading remains the same which explains the stability of the maximum strain energy as seen on Figure 4.7.

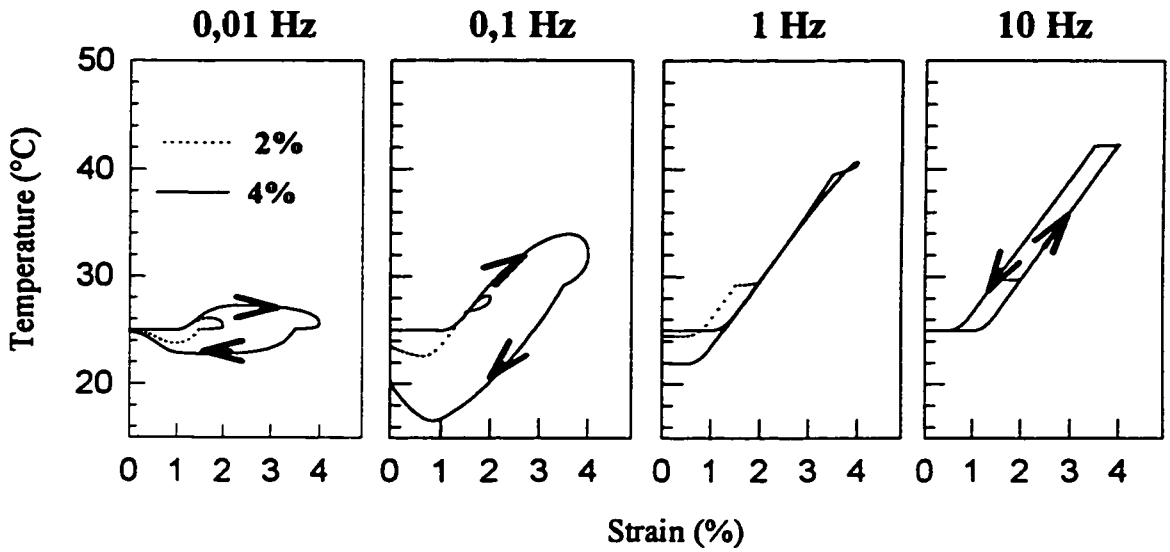


FIGURE 4.8: Sample temperature as a function of strain at four levels of frequency and two amplitudes as determined by the simulations

At 2 % of maximum amplitude, the general behaviour as a function of the frequency is similar to the one at 4 % of maximum amplitude, but the maximum temperature reached is not as important (30 °C versus 42 °C). With less martensite produced, there is less energy generated and not as much temperature variation. This is the reason for the amplitude-frequency interaction and the difference in behaviour at amplitude of 2 and 4 % observed in Figure 4.5.

So the thermal simulation shows that frequency effects and frequency-amplitude interaction are mainly temperature effects due to the energy generated during the transformation.

4.5. DYNAMIC MODELING

4.5.1 Theory

Modeling the shape memory alloys behaviour under dynamic loading is not a simple task due to the complex stress-strain-temperature relations and the numerous factors that affect this behaviour. Some models use constitutive equations based on thermomechanical relations (Brandon et Rogers, 1992; Raniecki et al., 1992), others use models based on experimental results (Luo et al., 1990). But all these models can be applied in simple cases only and at low uniform strain rate. In the litterature, we did not find any attempt to model dynamic behaviour of shape memory alloys.

Since SMA have a highly nonlinear viscoelastic behaviour, under a sinusoïdal strain variation the stress response is non-sinusoïdal. This prevents the utilisation of the parameters normally used in linear viscoelasticity such as the elastic modulus E' for the part of the response which is in phase with the sollicitation, the loss modulus E" for the other part of the response and the loss factor defined as tgδ where δ is the phase angle between the response and the sollicitation.

When nonlinearity arises, different theories have been proposed (Lockett, 1972; Christensen, 1971), such as multiple integrals theory (Green et Rivlin, 1957). They are often used with polymers since nonlinearity usually occurs even at low strain for these materials. But these theories can be applied in isothermal situations and with "simple materials"only (no yield points as an example). It was shown in the previous section that SMA behaviour is non-isothermal, so even the usual non-linear viscoelastic theories cannot be used. However, it can be observed that under sinusoïdal loading all these non-linear theory lead to a response in the form of a series of sines and cosines. This is conform to Fourier theory saying that any periodic functions may be represented as a series of sines and cosines terms. So to model the behaviour of any kind of materials a Fourier series of the form

$$Y = Y_0/2 + \sum_{i=1}^{n} Y_{iR}\cos(i\omega t) + \sum_{i=1}^{n} Y_{iI}\sin(i\omega t) \tag{4.8}$$

where the R indices are for the real part of the response, in phase with the loading, and I is for the imaginary part, out of phase with the loading can then be used. Since all the coefficients are function of the dependent variables, this form of equation is interesting if the series can be limited to a restricted number n of harmonics.

4.5.2 Fast Fourier transform model for SMA

The identification of the SMA dynamic behaviour using the Fourier series has been found

sufficiently accurate by using three harmonics in the Fourier series development. From the experimental stress results, the sine series coefficients have been calculated using a Fast Fourier Transform (FFT). It was observed that Y_0 and Y_{1R} were important, while Y_{1I} , Y_{2R} and Y_{2I} were an order of magnitude lower and Y_3 coefficients , two order of magnitude lower. The other terms were much smaller and therefore negligible. Figure 4.9 shows the stress results by comparing a test made at 4% of amplitude and 25 °C with their three harmonics series development. As can be seen, the agreement between the two curves is very good. A very simple model is then obtained where the coefficients can be easily determined from experimental results.

So, for a loading of the form given by

$$\varepsilon = 2\varepsilon_0(1-\cos(\omega t)) \tag{4.9}$$

the NiTi shape memory alloy has a stress response given by:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{1R}\cos(\omega t) + \sigma_{1I}\sin(\omega t) + \sigma_{2R}\cos(2\omega t) + \sigma_{2I}\sin(2\omega t)$$
$$+ \sigma_{3R}\cos(3\omega t) + \sigma_{3I}\sin(3\omega t) \tag{4.10}$$

The model includes seven coefficients which are function of amplitude, frequency and temperature and for which equations need to be determined. The coefficients were determined for all the tests made in this work. Empirical equations for these coefficients can then be found and are given with their coefficients of determination R^2 by:

$$\sigma_0 = 232 + 4T + 22\varepsilon_0 + 1186\sin(\log(f)) \qquad (R^2 = 92\%)$$

$$\sigma_{1R} = -250 - 1{,}8T + 24\varepsilon_0 - 54f^{0.25} + 4{,}8f \qquad (R^2 = 91\ \%)$$

$$\sigma_{1I} = 52 - 96f^{0.27} + 204f^{0.1} - 206\varepsilon_0^{-1} \qquad (R^2 = 90\%)$$

$$\sigma_{2R} = 396 - 1{,}34T - 384\varepsilon_0^{0.1} - 4{,}6\varepsilon_0^{0.8}f^{0.5} - 2{,}6f^{-0.4} \qquad (R^2 = 92\%) \qquad (4.11)$$

$$\sigma_{2I} = -48 + 0{,}2T + 5{,}2\ \varepsilon_0 f^{0.2} \qquad (R^2 = 74\%)$$

$$\sigma_{3R} = 60 - 0{,}7T - 26\varepsilon_0 + 0{,}6\log(f) \qquad (R^2 = 97\%)$$

$$\sigma_{3I} = 8 + 370\varepsilon_0^{-4} - 123f^{0.15} + 72\varepsilon_0 f^{0..5} \qquad (R^2 = 75\%)$$

R^2 is a measure of the precision of an equation to model the data. The constant σ_0 in equation 4.10 arises from the constant in the deformation. The first harmonic terms may be seen as the linear response of the material associated to the deformation imposed to the material. The other harmonics would then represent the nonlinear part of the response. Non linear response can be associated to other form of deformations such as atoms motion and transformation which may occur at a different frequency than the loading.

4.5.3 Determination of ΔW and η from the FFT model

From the FFT model, one should be able to determine the dissipated energy and the loss factor. In a stress-strain relation, the energy is given by the equation:

$$E = \int \sigma d\epsilon \qquad (4.12)$$

From the equations for stress and strain given by the relations 4.9 and 4.10, the equation for

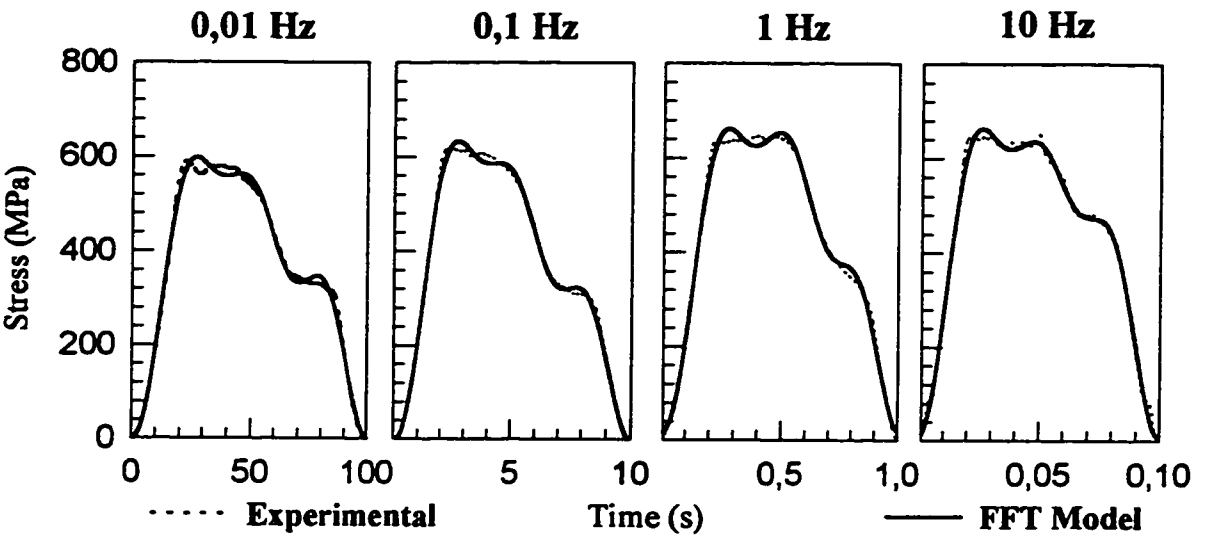


FIGURE 4.9: Fourier three harmonic sine series simulation of the stress-time experimental results at 25 °C and 4 % of strain amplitude at four different frequencies. The Fourier coefficients are determined from experimental results.

the energy with the FFT model can be determined and is given by

$$E = \varepsilon_0(-\sigma_0 cos(\omega t) - \tfrac{1}{4}\sigma_{1R}\, cos(2\omega t) + \tfrac{1}{2}\sigma_{1I}[t - \tfrac{1}{2}sin(2\omega t)]$$

$$+ \tfrac{1}{2}\sigma_{2R}[cos(\omega t) - \tfrac{1}{3}cos(3\omega t)] + \tfrac{1}{2}\sigma_{2I}[sin(\omega t) - \tfrac{1}{3}sin(3\omega t)]$$

$$+ \tfrac{1}{2}\sigma_{3R}[\tfrac{1}{2}cos(2\omega t) - \tfrac{1}{4}cos(4\omega t)] + \tfrac{1}{2}\sigma_{3I}[\tfrac{1}{2}sin(2\omega t) - \tfrac{1}{4}sin(4\omega t)]). \qquad (4.13)$$

The dissipated energy is the energy evaluated over a complete cycle. Due to the orthogonal properties of sines functions, most of the terms vanish and the relation for ΔW is given by

$$\Delta W = \pi\, \sigma_{1I}\, \varepsilon_0 \qquad (4.14)$$

This is exactly the same equation that is obtained for a linear viscoelastic material. It means

that the dissipated energy is due to the first imaginary harmonic only and a loss modulus $E_1''= \sigma_{1I}/\varepsilon_0$ can be defined for this non linear viscoelastic material.

The maximum strain energy in the present situation is equation 4.13 evaluated between 0 and π/ω. So the relation for W is given by

$$W = 2\sigma_0\varepsilon_0 + \tfrac{1}{2}\pi\,\sigma_{1I}\,\varepsilon_0 - \tfrac{2}{3}\,\sigma_{2R}\,\varepsilon_0 \qquad (4.15)$$

and since the loss factor in this case is given by $\eta = 1/\pi\,(\Delta W/U)$ where $U = (W - \tfrac{1}{2}\Delta W)$, the final equation is:

$$\eta = \sigma_{1I} / 2(\sigma_0 - \tfrac{1}{3}\sigma_{2R}). \qquad (4.16)$$

So, using equations 4.14 and 4.16 including the relations of equations 4.11 for the coefficients, the dissipated energy and the loss factor can be determined for the Fourier model. Figure 4.10 shows the results from this model versus the experimental results. The agreement is good at low amplitude but as the amplitude increase, there is more divergence between the model and the experimental results, specially for the loss factor. There is two main sources of error in the determination of ΔW and η: first, the increasing difficulty to get a perfect sinusoïdal deformation as the frequency and amplitude increase, and secondly the error introduced by the truncated Fourier model and by the utilisation of the coefficients from equations 4.11 for wich the coefficients of determination vary from 74 % to 97 %.

Even if it is not perfectly accurate, the sine series model is very efficient and very useful

mainly because the coefficients are easily determined and because it is not mathematically complex.

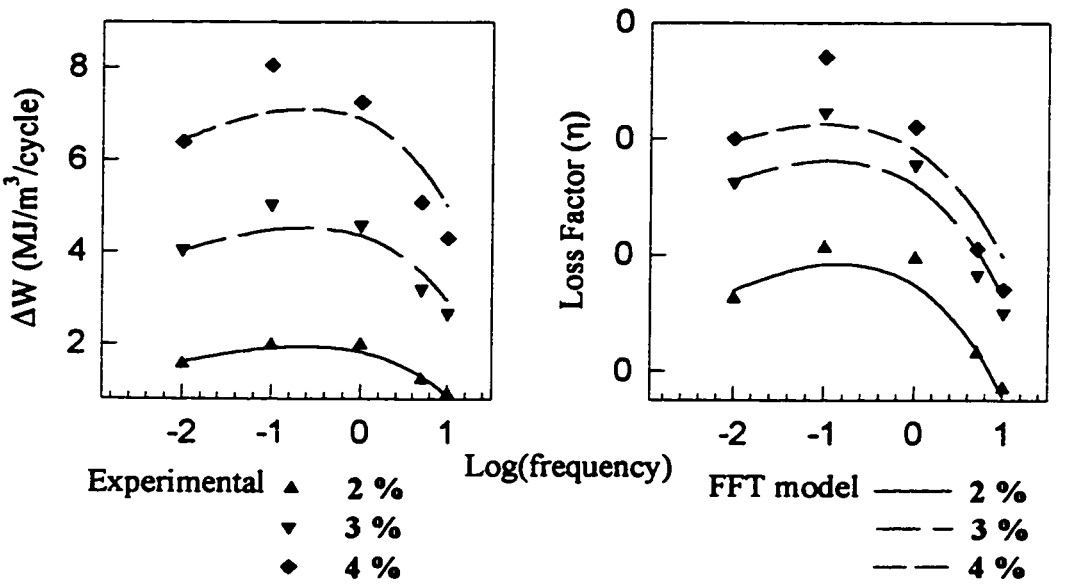


FIGURE 4.10: Dissipated energy and loss factor as determined from the FFT model for the SMA dynamic behaviour.

4.6. CONCLUSIONS

An extensive study of the effects of frequency, strain amplitude, temperature and their interactions on dissipated energy and loss factor was done on a NiTi shape memory alloy. It was found that ambient temperature has no significant effect on dissipated energy, but the loss factor decreases with an increase in temperature as the transformation stresses and so the potential energy increases with the temperature. An increase in strain amplitude produces both

an increase in dissipated energy and the loss factor. Concerning the frequency, a maximum in dissipated energy and in the loss factor was observed around 0,1 Hz. As the frequency continues to increase, there is a pronounced decrease in these two parameters and a sharp decrease of the hysteresis was observed. This behaviour is amplitude dependent, and the variations are more pronounced at 4 % than at 2 % of strain amplitude.

A theoretical thermal analysis was performed to predict the temperature variation in the samples due to the energy generated by the phase transformation. It was showed that as the frequency increase from 0,01 Hz to 0,1 Hz the shape memory alloy temperature increases in loading and decreases during unloading. This produces an increase in stress hysteresis and so of the dissipated energy and of the loss factor. For higher frequencies, the temperature during unloading increases over the ambient temperature, causing a decrease in dissipated energy. Since there is more transformation, and so more energy generated with the increase in amplitude, these effects are more pronounced at high amplitude. So it can be concluded that the frequency effects and the frequency-amplitude interaction effects are mainly due to a thermal effect.

Finally, a Fourier three harmonic sine series was successfully used to model the dynamic behaviour of the shape memory alloy as a function of frequency, amplitude and temperature. The coefficients were determined by FFT of the experimental results and empirical models for these coefficients were derived. This results in a model very easy to derive and to use. The

relations for the dissipated energy and the loss factor determined from this model are very simple.

ACKNOWLEDGEMENT

This work is financially supported by the Natural Science and Engineering Research Council (NSERC) of Canada and the Québec government program FCAR (Formation de Chercheurs et Aide à la Recherche).

REFERENCES

BOX, G.E.P., HUNTER, W.G. and STUART, J., 1978 *Statistics for experimenters: An introduction to design, data analysis and model building* John Wiley & Sons, Inc.

BRANDON, D. and R.C. ROGERS, 1992 *Journal of intelligent materials, systems, and structures* **3**, 255. Constitutive laws for pseudo-elastic materials.

CHRISTENSEN R.M. 1971 *Theory of viscoelasticity: An introduction* Academic Press Inc.

De BATIST, R. 1992 *M D: Mechanics and Mechanisms of Material Damping* **ASTM STP 1169,** 45. Mechanical energy dissipation related with martensitic transformation processes.

DEJONGHE, W.DELAEY, L. De BATIST R. and Van HUMBEECK, J., 1977 *Metal Science,* 523. Temperature and amplitude dependence of internal friction in Cu-Zn-Al alloys.

GREEN A.E. and RIVLIN R.S. 1957 *Archive of Rationnal Mechanical Analysis* **1,** 21. The

Mechanics of Non-linear Materials with Memory.

HODGSON, D.E., 1993 *Proceedings of Damping'93* San Francisco, BAA-1. Energy absorption due to cyclic deformation of shape memory alloys.

HODGSON, D.E. and KRUMME, R.C., 1994 *Proceedings of the First International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, California, USA, 371. Damping in structural applications.

HOLMAN, J.P. 1986 *Heat Transfer*. New-York, McGraw-Hill

INCROPERA, F.P.and D.P. DeWITT, 1990 *Fundamentals of heat and mass transfer*. John Wiley & Sons Inc..

LEO, P.H., SHIELD, T.W. and BRUNO, O.P., 1993 *Acta Metallurgical Material* **41**, 8, 2477. Transient heat effects on the pseudoelastic behavior of shape-memory wires.

LIN,H.C., WU, S.K. and YEH, M.T., 1993 *Mettalurgical Transactions A* **24A**, 2189. Damping characteristics of TiNi shape memory alloys.

LOCKETT F.J. 1972 *Nonlinear viscoelastic solids* Academic Press,London.

LUO S.Y., GORDANINEJAD F. And HONG C.D. 1990 *Proceedings of the 5th Japan-US conference on composite materials* **Tokyo**, 437. Constitutive relation of shape-memory flexible composites.

PATOOR, E. and M. BERVEILLER 1990 *Les alliages à mémoire de forme*. Paris, Hermès.

RANIECKI B., LEXCELLENT CH. And TANAKA K. 1992 *Archiwum mechanikstosowanej* **44**, 3, 261. Thermodynamic models of pseudoelastic behavior of shape memory alloys.

REGELBRUGGE, M., 1994 *Smart Structures and materials* CLS^3/ASME, proceedings of the conference. Smart structures and materials applications: issues and case studies.

THOMSON, P., BALAS, G.J. and LEO, P.H., 1995 *Smart Materials and Structures* **4**, 36. The use of shape memory alloys for passive structural damping.

TOBUSHI, H. LIN, P.H. TANAKA, K. MAKITA ,M. and IKAI, A., 1994 *Proceedings of the First International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies*, California, 389. Deformation behavior of NiTi superelastic alloy subjected to strain variations.

UNGAR E.E. and KERWIN E.M. Jr., 1962 *Journal of the Acoustical Society of America* **34**, 7, 954. Loss factors of viscoelastic systems in terms of energy concepts.

Van HUMBEECK, J. and DELAEY, L., 1981 *Journal de physique* **42**, C5-1007. The influence of strain-rate, amplitude and temperature on the hysteresis of pseudoelstic Cu-Zn-Al single crystal.

WARAN, T. 1992 *Actuators Design Using Shape Memory Alloys*. Canada, T. Waran.

WITTING, P.R. and COZZARELLI, F.A., 1993 *Proceedings of Damping'93* San Francisco, ECC-1. Design and seismic testing of shape memory structural dampers.

CHAPITRE 5

TENSILE BEHAVIOUR OF SHAPE MEMORY ALLOYS REINFORCED COMPOSITES

Piedboeuf M.C.[1], Gauvin R.[1], Thomas M.[2]

(1) Centre de Recherche Appliquée en Sciences des Polymères
École Polytechnique de Montréal
CP 6079, Succ. "Centre-ville"
Montréal, Québec H3C 3A7
(2) École de Technologie Supérieure
1100, Notre-Dame Ouest
Montréal, Québec H3C 1K3

ABSTRACT

An innovative study of the behaviour of Shape Memory Alloy/Polyurethane composite was undertaken. The deformation of the composite was observed to be non uniform in the transformation zone. Three parameters were studied, the Young modulus, the upper plateau stress and the lower plateau stress. These parameters are slightly strain rate sensitive but not as much as the plain NiTi SMA. Temperature measurement put in evidence the fact that the NiTi wires are almost thermally isolated. Some compressive stress eases the transformation and lowers the upper plateau stress in the SMA. The rule of mixture predicts reasonably well the composite behaviour.

5.1 INTRODUCTION

Shape memory alloy reinforced (SMA) composites have been studied since the last ten years for their use as smart materials (Rogers et al., 1988). Smart materials can be described as materials or structure which contains their own sensors, actuators and control capabilities (active control) or more simply as materials which are intelligently conceived to use and optimise interesting properties in materials (passive control). Such smart structures can be used in vibration control (Venkatesh et al., 1992; Maclean et al., 1990), sound control (Andres et al., 1991) or shape control (Scott et Weisshaar, 1991) as a few examples.

Shape memory alloys (SMA) are two phases alloys with interesting properties. The high temperature phase, the austenite, is characterized by a superelastic behaviour while the low temperature phase, the martensite, is characterized by the shape memory effect. The transition temperature between these two phases can be anywhere between -100 °C and 200 °C, depending on the composition of the alloy. The best known property of these alloys is the shape memory effect. When plastically deformed and then heated, the martensitic alloy will regain its original form while being able to exert stress which makes it an excellent actuator. As such, they have been studied to use in smart materials and quite a number of papers have been published on smart structures using shape memory alloys actuators in different ways. Most of these studies are theorical simulations with a few experimental studies. But the difficulties to properly model the actuator behaviour and to rapidly cool down these actuators

when inserted in a polymer as well as the lack of knowledge on the behaviour of the shape memory alloys embedded in a matrix have slow down the research in this field.

More recently, the interest has turn toward other properties of the shape memory alloys, that is its superelastic behaviour and its high damping capacity. Figure 5.1 shows the stress-strain curve of an austenitic alloy. Once the stress reaches the transformation level σ_{Ms}, the austenite will transform to martensite and this transformation will be pursued at an almost constant stress level until all the austenite has been transformed in martensite. As the stress-induced martensite is unstable in these conditions, the alloy will revert to the austenitic phase upon removal of the stress. This reverse transformation will begin at a lower stress level (σ_{As}) than the forward transformation and will also proceed at an almost constant stress level down to the end of the transformation (σ_{Af}). Upon complete removal of the stress, there will be no permanent deformation and as such, it is an elastic behaviour. The large hysteresis and energy absorption occurring during these phase transitions give rise to the interesting damping capacities of these alloys. Since the transformation stresses are temperature dependant, the curve will be shifted upward as the temperature increases as shown by the dashed lines on Figure 5.1.

The potential of shape memory alloys as dampers has been studied (Kaufman et al., 1975; Wutig, 1990) but a lot of these studies look at the internal friction of the alloy submitted to a temperature variation (Dejonghe et al., 1977; DeBatist, 1992). A few research have been

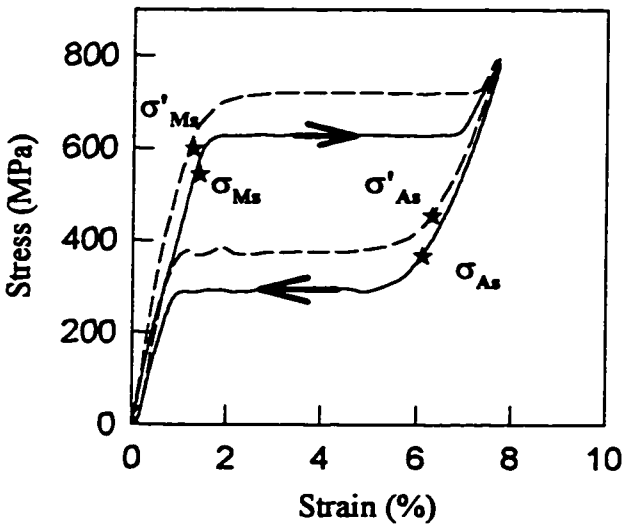


FIGURE 5.1: Superelastic stress-strain curve of a SMA. The dashed line is for a higher temperature

done on the use of superelastic wires to control the vibration of a structure and the results seem promising (Misra et al., 1992; Thomson et al., 1995). Some of the limitations to the use of these alloys as dampers are their weight and their high cost and for these reasons attempts are being made to introduce them in a composite structure, usually with a polymeric matrix. Pomerleau (1994) studied the damping and impact properties of Cu-Zn-Al shape memory alloy reinforced composites. DMA analysis was used to study the damping characteristics. The composite behaviour was similar to the shape memory alloy behaviour and showed an increase in the tg δ factor around the phase transition. In impact test on a PU/SMA composite, the presence of the shape memory alloy reinforcement gaves the opportunity to restore some of the original form of the impacted composite by using the shape memory

effect. Since it was known that the processing at high temperature may affect the properties of the shape memory alloy (Paine et Rogers, 1991), care was also taken in this research to use room temperature curing resins and to study the temperature effect on the Cu-Zn-Al.

In his study, De Santis (1995) used the modal analysis and the "Resonalyser" to determine the damping characteristics of glass fiber reinforced polycarbonate with and without shape memory alloy fiber added. The results showed some increase in the damping properties of the composite with the introduction of the shape memory alloy fibers. Bidaux and al. (1993; 1994) studied the behaviour of the SMA embedded in a polymeric matrix comparatively to the behaviour of the plain SMA. DMA analysis was performed on the plain SMA, the epoxy matrix and the composite. The phase transformations of the SMA could be observed in the composite but with some differences in behaviour: a slight shift of the onset of the R phase transformation which also seems to be partly inhibited (the R phase is a transition phase between the austenitic and martensitic phase which is present in NiTi alloys only). This was attributed to the matrix contraction during cooling from the curing temperature which leads to residual stresses resulting from the difference between the linear thermal expansion coefficient of the fiber and of the matrix. In an other research, Hedayat showed (1992) that surface constraint may have an effect on phase transformation. In this study, a layer of carbon was deposited on a SMA and the behaviour of the plain SMA was compared to the one with the carbon film on it. It was observed that the strain energy associated to the surface constraint slowed down the austenite to martensite transformation since the carbon could not

deform as easily as the SMA, thus delaying the end of the martensitic transformation while it assisted the reverse transformation which occurred earlier.

In our laboratory, a research project on the use of SMA reinforcement to add passive damping to a polymer matrix composite is underway. For this purpose, 100 μm NiTi austenitic wires were chosen as fiber reinforcement. The first part of the project was to study the behaviour of the wires in tensile solicitation at different strain rates, maximum deformations and temperatures. The effect of these parameters on the Young modulus, the upper plateau stress and the stresses to begin and end the martensite to austenite transformation was analysed (Chapitre 2). The results showed that the increase in temperature increases the stresses values while the maximum deformation has some effects on the transformation stresses and the strain rate has a strong effect on all the parameters. The strain rate effect is usually attributed to a temperature effect due to the exo or endothermic transformation. Indeed, the austenite to martensite transformation is exothermic and at high strain rate, the energy generated by this phase transformation will not have the time to dissipate thus causing an increase in the temperature of the SMA. Since the stress is temperature dependent, this will produce a variation in the stress-strain behaviour. The reverse transformation is endothermic and a similar cooling effect will be observed. These temperature effects were simulated for the 100 μm NiTi wires and the SMA temperature determined as a function of deformation for each strain rate (Chapitre 3). But even with these effects taken into account, it was shown that there was still a strain rate effect due to the

increased difficulty to induce the transformation at high strain rate.

For the second part of the project, shape memory alloy reinforced composites were produced with a Polyurethane matrix. These composites are tested in tension at different uniform strain rates and maximum deformations and the effects of these parameters on the Young modulus as well as on the upper and lower plateau stresses are investigated. The objectives of this part of the project are to study the behaviour of the SMA wires embedded in a matrix and to determine if this behaviour obey the rule of mixture. To determine the effects of the exo- and endothermic transformations, the temperature of the composites is measured with small thermocouples. Finally, a few sample of PU composites reinforced with fiberglass and different proportions of SMA fibers are also tested to look at the behaviour of the SMA in a more traditional composite.

5.2 EXPERIMENTAL PROCEDURE

5.2.1 Samples preparation

As was mentioned before, 100 μm austenitic NiTi wires are used. These wires are straight annealed and chrome doped (0,2 %) for a better superelastic effect. The wires were wind up on spool and in order to make a composite, it was necessary to form them in a more "fabric" like form. A filament winding system was developed to make an unidirectional fabric of well

aligned wires. The system is illustrated in Figure 5.2. The wires coming from the spools are wind up on a cylindrical drum and the density of wires/mm can be adjusted to the desired value. The wires guiding system travel on a rail at a rate of 1 mm/revolution. Once the desired width of wires is produced, the wires are maintained together by two 1 cm wide strips of epoxy resin applied transversally to the wires and diametrically opposed on the drum. Once the epoxy is cured, the strips are cut in the middle, along their length and two sheets of unidirectional SMA wires are obtained.

As specified by ASTM D3039M for tensile testing of composite, specimens with a thickness of 1 mm, a width of 15 mm and an overall length of 250 mm were produced. Samples were molded with two layers of NiTi wires, each layer having a density of 6 wires/mm (for a total of about 180 wires by samples). The unidirectional SMA fabric was separated in 15 mm strips and these strips were set in a mold with the tabs needed to test the composite in tension without breaking it in the grips. These tabs were made of aluminium. Small pieces of fiberglass fabric were used to maintain a distance between the two layers of NiTi wires and epoxy glue was used on each end to keep everything together. This assembly, positionned in a cavity, is shown in Figure 5.3. Six samples could be molded at the same time. Small spacers are used to maintain a distance between the samples, and a small 2 N force is applied at the end of each sample to ensure a good alignment of the fibers. The matrix chosen is a transparent, flexible polyurethane (Ciba RP 6444) which can sustain relatively high elastic

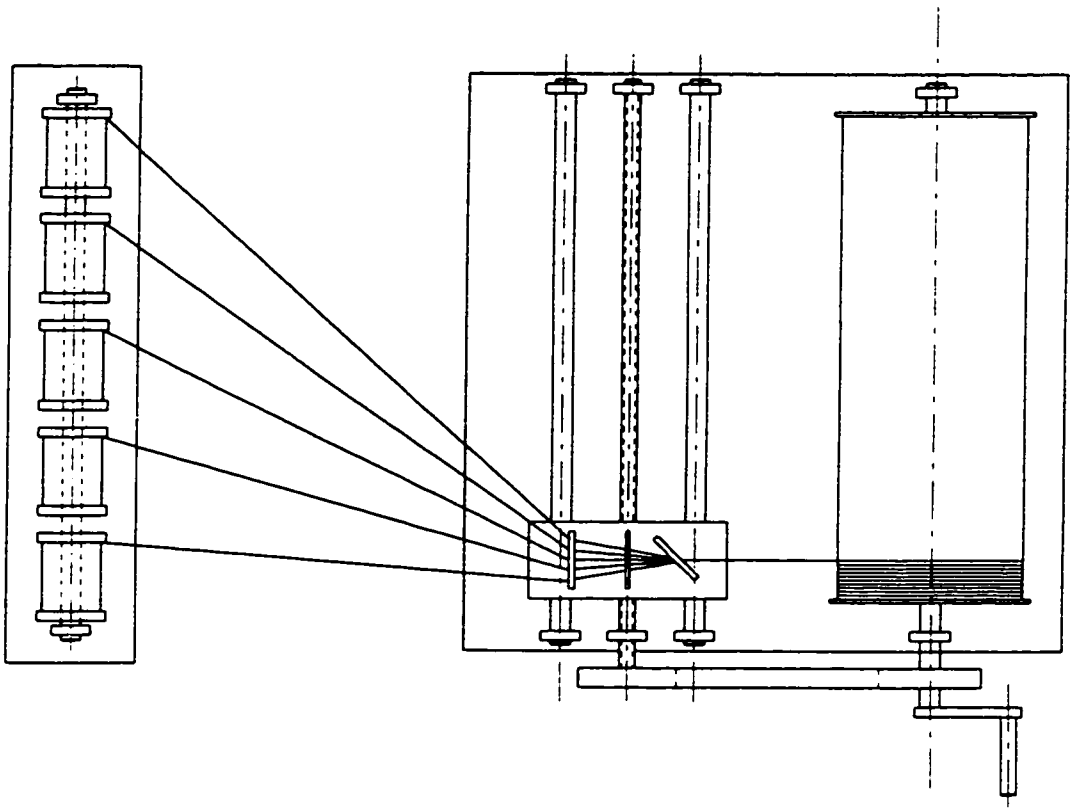


FIGURE 5.2: Filament winding system elabored to make the unidirectionnal NiTi fabric

deformation even at high strain rate. This resin was slowly poured into the mold to avoid air bubble formation. The second part of the mold was then closed and compressed to ensure a uniform 1 mm thickness of the samples. The molded plaque is shown in Figure 5.4. The samples were then carefully cut. Six plaques for a total of thirty six samples were prepared using this method. The average volume fraction of fibers in these composites samples is 5,26%.

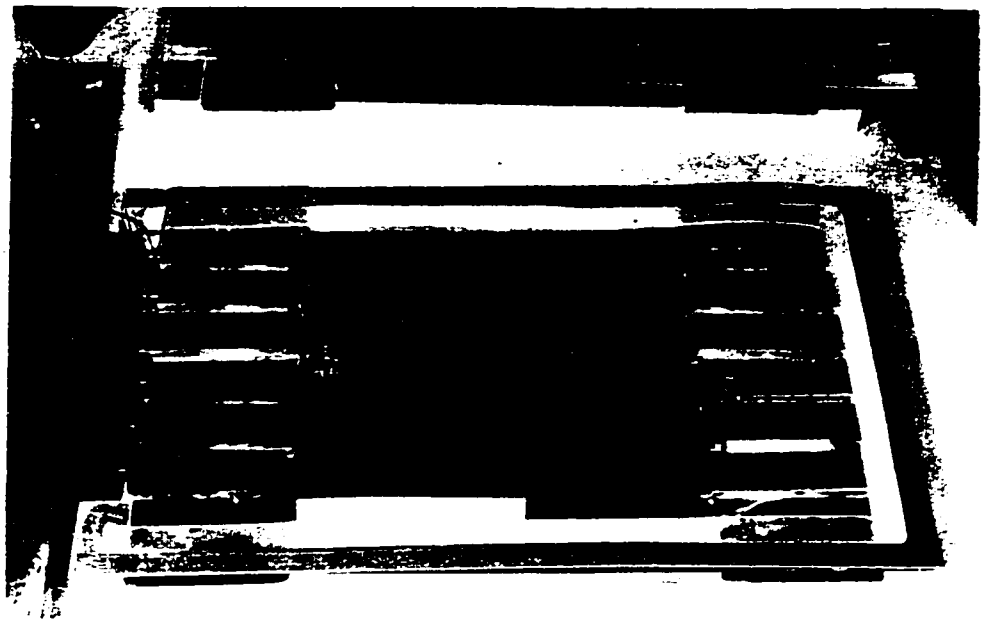


FIGURE 5.3: Mold cavity with the SMA fibers in place

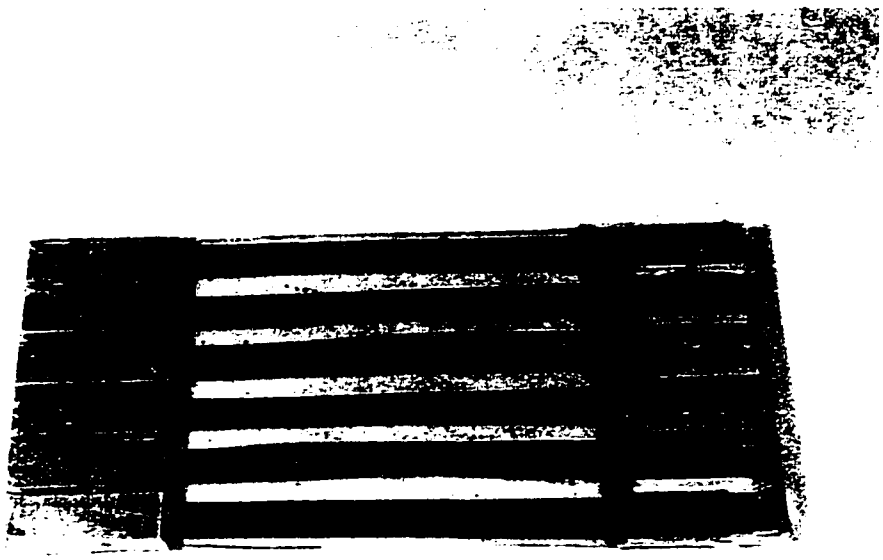


FIGURE 5.4: Molded samples

The second type of composite, the SMA/fiberglass/PU were molded by hand lay up and vacuum bag forming to ensure good wetting of the fibers and removal of the air bubbles. These composites were composed of three layers of unidirectional fiberglass and two layers of SMA fibers with varying volume fraction (0, 2, 4 and 6 NiTi wires/mm width). Since with the vacuum bag method, there is no precise control of the thickness, the samples had a slightly increasing thickness as the number of NiTi wires increased and this ended up in varying volumetric fractions of NiTi and fiberglass. The average volumetric fractions of these samples are given in Table 5.1. Sand paper was found to be the best tab material for these samples.

TABLE 5.1: Volumetric fractions of the componants in the NiTi/fiberglass/PU composites

# NiTi wires/mm	% NiTi	% fiberglass	% PU
0	0	24,6 ± 2,6	75,4 ± 2,6
2	2,2 ± 0,2	19,7 ± 0,6	78,1 ± 0,8
4	3,7 ± 0,3	17,3 ± 1,0	79,0 ± 1,3
6	4,9 ± 0,3	15,4 ± 0,8	79,7 ± 1,1

Thirty-six samples of PU were also prepared. These samples are the types M-I samples (ASTM D 638M) for tensile testing of plastics and were molded to their net shape. Four molds were available so nine preparations of resin were needed. Statistical analysis was performed to ensure that there was no significant difference between the properties of the samples from each preparation of resin.

5.2.2 Equipment

Tests were made on a servo hydraulic machine equipped with a 4,8 and a 50 kn cell. Data acquisition was made at a sampling rate of 1000 lectures/sec on each test. The tests were made in a controlled deformation mode with an uniform travelling speed of the cross head. The deformation was measured with an extensometer. For the PU samples, this resulted in an uniform strain rate. But for the NiTi/PU samples, the deformation measured was observed to be non-uniform and dependent of the location of the extensometer as shown in Figure 5.5.

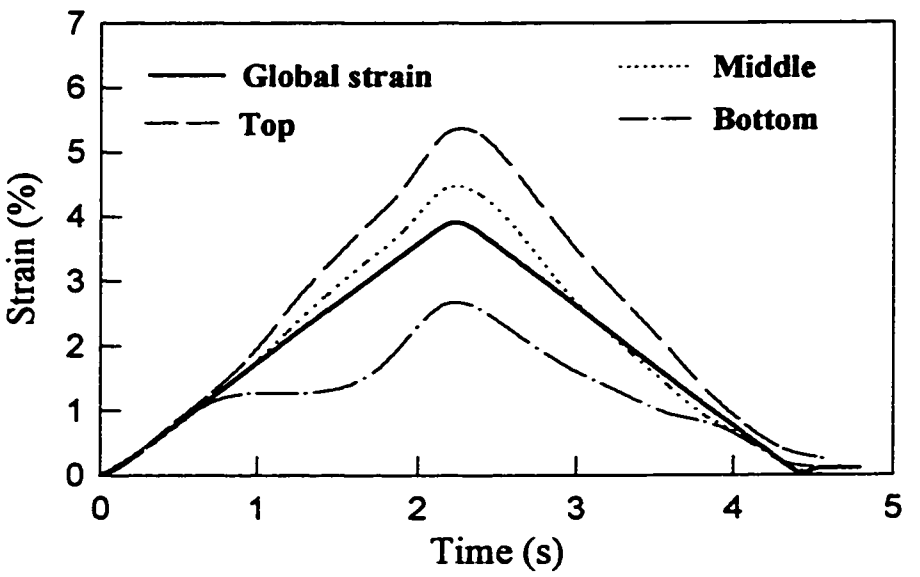


FIGURE 5.5: Strain measured at different positions on a sample as well as the global average deformation

The deformation was measured in the middle of the sample and at 25 mm from each tab. The overall deformation as obtained from the cross head displacement is also shown in this figure. Similar behaviour was observed for all the samples. The explanation of this phenomena is that once the stress reaches the martensitic transformation level, the transformation begins at one end of the sample, were there is a stress concentration due to the gripping and thus a higher stress level. Since the martensitic transformation proceeds at a constant stress level, this part of the sample will rapidly deform while the rest of the sample almost does not deform. Once it is completed in the first part, this transformation travels through the sample and this results in a non-uniform deformation throughout the sample as shown in Figure 5.5. Leo and al. (1993) observed a similar behaviour on NiTi wires. So, for this reason, the maximum deformation imposed in these tests is determined from the overall displacement of the cross head and is therefore an average deformation of the sample. This also ensured a better comparison with the tests made on the NiTi wires where the deformation was also measured as the displacement of the cross head.

To stabilize the superelastic behaviour of the NiTi wires, all the samples were precycled for 100 cycles at 4,5 % of maximum deformation and 2 Hz. The NiTi/fiberglass/PU samples were precycled at a maximum deformation of 3,5 % to avoid breaking the samples. These samples were only tested at a maximum deformation of 3 % for all the strain rates because the fiberglass are much more brittle than the NiTi wires which can withstand a maximum deformation of almost 20 %.

5.2.3 Experimental Design and Testing Procedure

The samples were loaded and unloaded at a constant strain rate in a deformation controlled mode. A full factorial design was selected so that all the interactions between the independent variables could be effectively investigated. The independent variables in this study were the strain rate (0,00017, 0,0017, 0,017 and 0,17 s^{-1}) and the maximum deformation (2, 3 and 4 %). Three samples were tested for each set of testing parameters, for a total of 36 samples of PU and 36 samples of PU/SMA.

The SMA/PU/Fiberglass samples were tested at a maximum deformation of 3 %. Three samples were prepared for each volumetric fraction of SMA. The same samples were tested at a strain rate of 0,0017 s^{-1}.

The parameters studied (dependent variables) were: the Young modulus E and the upper plateau stress on loading and lower plateau stress on unloading, σ_L and σ_U respectively. σ_L is the value of the upper plateau at ε = 2% while σ_U is the value of the lower plateau at ε = 1 %. These deformations were chosen as a point were the values of the stress plateau for the plain SMA are stable.

5.3 PU/SMA RESULTS

5.3.1 Tests results

The volumetric fraction of SMA in the composite is 5,26 ± 0,36 %. The variation is due mainly to two factors. First, when the SMA fabric was separated in 15 mm strips, the number of wires in each strips was not exactly the same so they were counted to determine the exact number of SMA fibers in each sample (which varied between 177 and 181). Secondly, as mentioned, care was taken not to cut the wires when the composite samples were cut out which resulted in some samples being a little bit wider than the others. This resulted in a variation of the volumetric fraction of fibers (from 4,6 % to 6,55 % in the extreme case) which cause some variation in the results and for this reason, the curves presented here are averaged results.

Figure 5.6 shows the PU and PU/SMA stress-strain curves obtained at a strain rate of $0{,}017 s^{-1}$ for the three maximum deformations. Even with a low volumetric fraction, it can be seen that the behaviour of the composite is dominated by the presence of the shape memory alloys. One difference between these curves and the one showed in Figure 5.1 for a plain SMA fiber is the slight slope of the plateau caused by the stress in the PU which continuously increases with the deformation. It is also interesting to note that the plastic deformation in the PU increases with the increase of maximum deformation while this plastic deformation is negligible in the

composite. The presence of the SMA thus helps to eliminate this problem.

Figure 5.7 illustrates the effect of strain rate by showing the results of samples tested at 4 % of maximum deformation for the different strain rates. The PU stress continuously increases with increasing strain rate. However, for the composite SMA/PU, the only major change is when the strain rate rises from 0,017 s^{-1} to 0,17 s^{-1}. For the three lower strain rates, there is almost no change in stress values and in stress hysteresis between the two plateau. At the

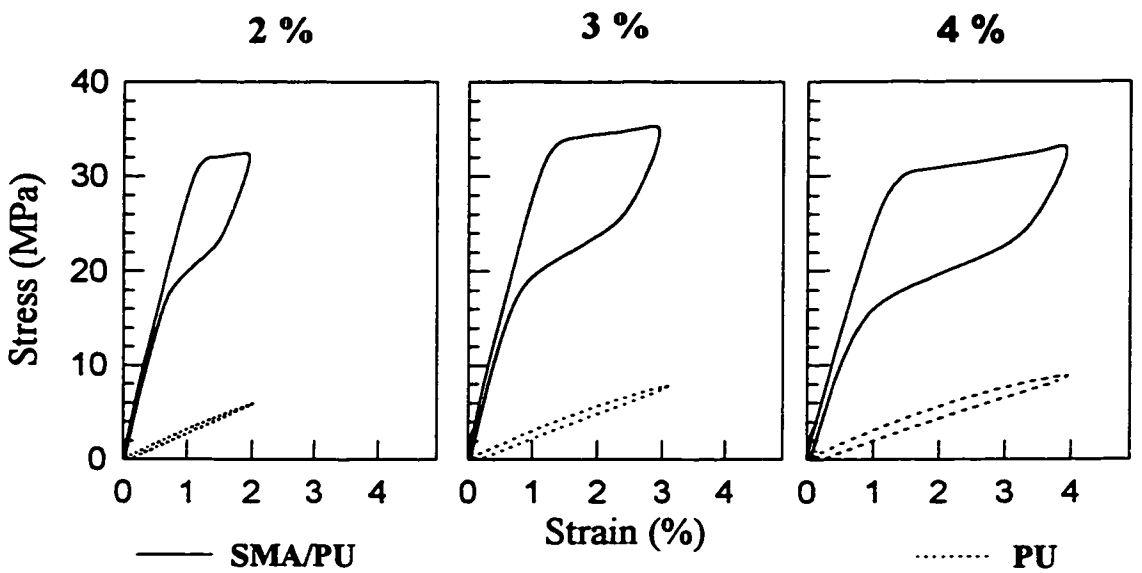


FIGURE 5.6: Stress-strain curves at a strain rate of 0,017 s^{-1} for the various maximum strain

higher strain rate there is an increase in the stresses, the stress hysteresis between the two plateau and in the slope of the plateau. This strain rate effect is quite different from the one observed on the plain SMA fibers where the stresses values increased over the complete range

of strain rate, the stress hysteresis first increased and then decreased with increasing strain rate, and the slope of the upper plateau was always uniform while the slope of the lower plateau increased at high strain rate. In the plain SMA fibers, some of these effects were due to a temperature effect linked to the exo, endothermic transformations. In a polymeric matrix, these effects may be different and this will be looked at later in this paper.

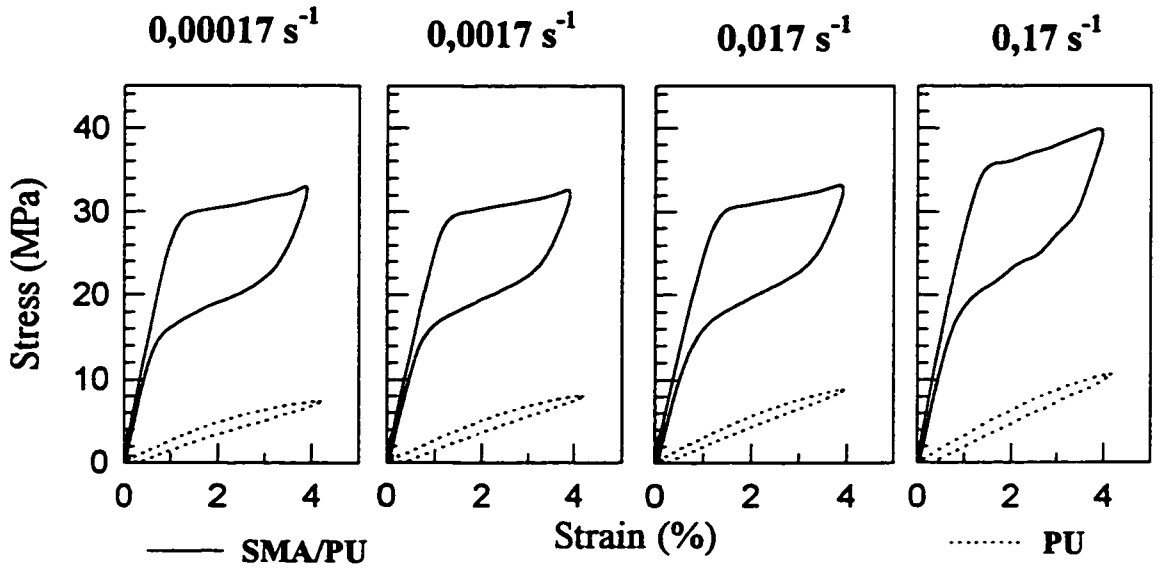


FIGURE 5.7: Stress-strain curves at 4% of maximum strain for the various strain rates

5.3.2 Parameters

To study the effects of the independent parameters, that is the maximum strain and the strain rate, on the dependent parameters (Young modulus E, upper plateau stress on loading σ_L and lower plateau stress on unloading σ_U), the analysis of variance (ANOVA) was used. This statistical analysis method is an effective way to analyse numerous results by determining the probabilities of the various testing variables and of their interactions. The results showed that the Young modulus, and the upper and lower plateau stresses of the SMA/PU composites are strain rate dependent while the lower plateau stress is also strain dependent. These results are shown in Figure 5.8. One of the goal of this project was also to see if the behaviour of the SMA/PU composite followed the rule of mixture that is:

$$E = v_m \cdot E_{PU} + v_f \cdot E_{SMA}$$

$$\sigma = v_m \cdot \sigma_{PU} + v_f \cdot \sigma_{SMA} \qquad (5.1)$$

where v_m and v_f are the volumetric fraction of matrix and fibres respectively. This law was therefore applied to determine the three parameters studied from the values obtained for the PU and the plain SMA fibers. These results are also shown in Figure 5.8. For the Young modulus, the calculated value agreed very well with the tests results and the Young modulus of this composite can thus be determined from the rule of mixture. However, the calculated upper plateau stress on loading is slightly overestimated. This may be linked, among other things, to a temperature effect and will be looked at in the next section. For the lower plateau stress, the calculated values are close to the results except at the lower strain rate and at the

higher maximum strain. The composite SMA/PU thus seems to obey the law while the SMA is in the austenitic phase, but once in the transformation zone, the agreement is not as perfect.

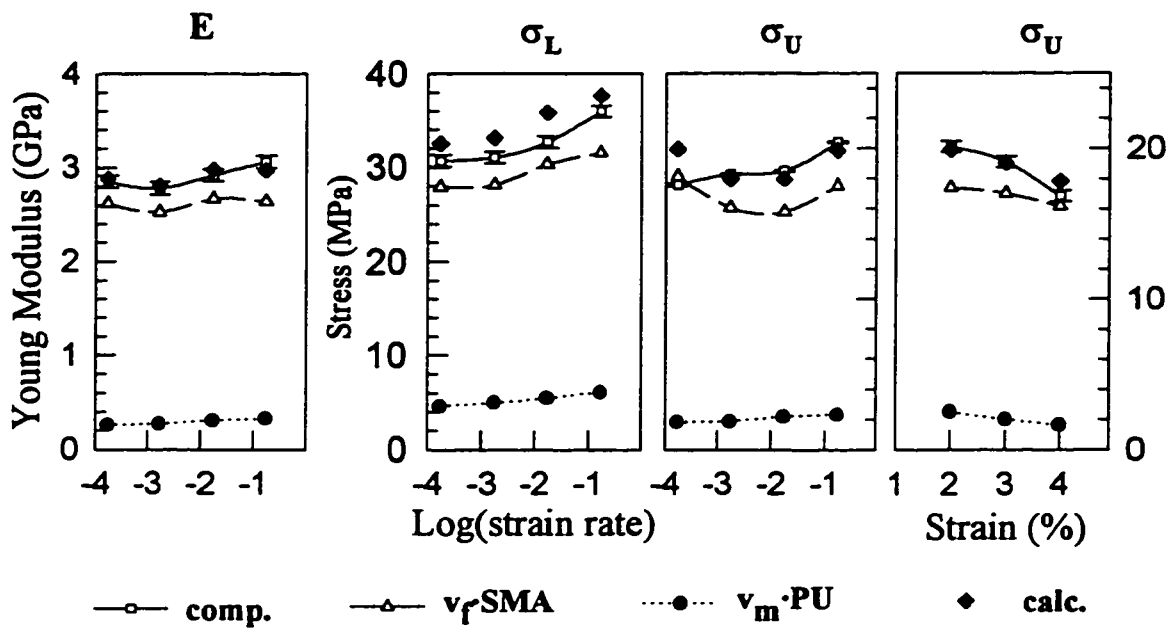


FIGURE 5.8: Variation of the Young modulus and the upper and lower plateau stress as well as the rule of mixture results

5.3.3 Temperature measurement

As it was explained earlier, strain rate effects are often attributed to a temperature effect due to the exo and endothermic transformations. To determine the temperature variation of the SMA/PU composite, a small thermocouple, 50 μm in diameter, was placed in a sample. It was positioned in the middle of the sample, at about 0,1 mm of the top layer of NiTi fibers. The

sample was tested at each strain rate and maximum deformation. The signal from the thermocouple was amplified and recorded on a plotter. The results are for one single cycle.

Figure 5.9 shows these results for the tests made at 4 % of maximum deformation and for the four strain rates. The temperature variation in a bare wire of NiTi submitted to the same solicitations is also shown. These results were obtained by simulation since it is impossible to measure the temperature on such small samples (100 μm in diameter) and were presented in a previous paper (Chapter 3). The maximum temperature increase in the composite is about 3 °C while it went as high as 17 °C in the plain SMA. Moreover, the temperature increase in the composite occurs at the low strain rates and does not appear at the high strain rate while for the plain SMA fibers, it continuously increased with the strain rate. This behaviour can be explain by two factors. First, the energy generated by the transformation may be very important in the wires, but since the volume of the polymer is almost 19 times larger than the volume of the wires, this energy generated is not as important when it is in the polymer. The second factor, and maybe the most important, is that polymers have a very low thermal conductivity which results in the NiTi wires being almost isolated. At low strain rate, the heat generated by the austenite to martensite transformation has the time to travel a small distance in the polymer and reaches the thermocouple and further away. During the reverse transformation, this heat will be reabsorbed by the endothermic transformation starting with the heat closest to the wire. Since part of this heat was dissipated through the PU, the wire will pump the energy from the region close to it causing a cooling of the thermocouple. The

NiTi wires will also get cooler than it was when in the air, since part of the energy was dissipated in the PU. At high strain rate, the energy generated during the forward transformation does not have the time to travel in the PU and is directly reabsorbed during the reverse transformation. The temperature of the PU is thus constant, except maybe for a very thin layer close to the wires. As for the wire itself, its temperature should rise fast during the austenite to martensite transformation and cool down as fast during the reverse transformation, returning to almost the same initial temperature.

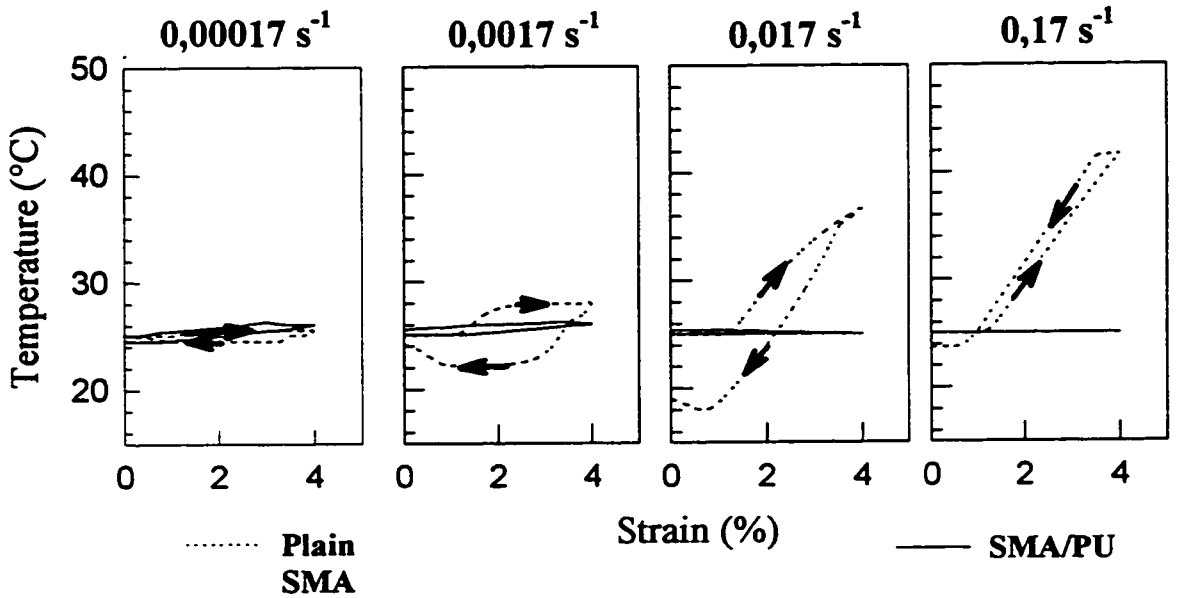


FIGURE 5.9: Temperature variation in the SMA/PU composite and in the plain SMA for the different strain rate at 4 % of maximum strain

5.4. DISCUSSION

It was observed that the rule of mixture can be applied to the PU/SMA with the SMA in the austenitic phase, but that there is some divergence in the martensitic phase. The temperature measurement also showed that the heating and cooling effects due to the transformation were different in the composite and in the plain SMA. This may explain some of the disagreement between the measured and calculated values. For the lower plateau stress, the difference occurs at the lower strain rate (Figure 5.9). Similarly, the larger difference in the temperature effect occurs at this strain rate. For the plain SMA wires, there is almost no temperature variation at low strain rate since the wire has enough time to dissipate and reabsorbed the energy. But in the composite, it is not as easy to dissipate and reabsorbed the energy and moreover, part of the energy generated by the exothermic transformation is dissipated in the matrix and cannot be reabsorbed during the reverse endothermic transformation. Thus, the wire will cool down, lowering the value of the lower plateau stress. This result in a lower stress value for σ_U in the composite than what can be readily calculated. Since the energy generation and absorption is more important at higher deformation, this also explains the difference in the calculated and measured value for the lower plateau stress on unloading at 4% of maximum strain.

For the upper plateau stress, the difference in temperature effect cannot explain everything. The matrix temperature increases a little bit and since the PU is very temperature sensitive,

this will decrease the matrix stress. The temperature sensitivity of the PU was determined as -0,083 MPa/°C, a temperature increase of 2°C thus causing a stress decrease of 0,17 MPa. But this temperature increase occurs only in a layer around the wires and not through all the matrix, so the matrix stress diminution will not be very important. As for the SMA, the wires in the composite should have a higher temperature than in the air, which should result in a higher measured stress. This is the opposite of the effect observed.

To have a better idea of the NiTi wires behaviour in the composite,the stress in the shape memory wires was evaluated from the rule of mixture:

$$\sigma_{SMA} = (\sigma_{comp} - v_m \cdot \sigma_{PU})/v_f \tag{5.2}$$

The stress-strain curves obtained as a function of strain rate for 4% of maximum strain as well as the results for the plain SMA are shown in Figure 5.10. Except for the higher strain rate, the stress values of the SMA are lower in the composite than in the plain wires. For the lower plateau, this can be attributed to the temperature effect as explained earlier. For the upper plateau, the increase of temperature in the PU will decrease the stress value of the matrix thus increasing slightly the stress obtained for the SMA, but not enough to explain the difference. Moreover, the wire being isolated, its temperature should be higher than in the air, thus causing an increase in stress values. The explanation is linked to the fact that the NiTi SMA exhibits a negative volumetric transformation strain, i.e. $\Delta V^{tr} = V_{mart} - V_{aust} < 0$. As was shown earlier, the transformation is very localised in the composite. The band were the transformation occurs shrink, exercising a stress to the zone next to it. This stress will cause

a compression on the wires, easing the austenite to martensite transformation and lowering the transformation stress for the wires in the composite. At high strain rate, the deformation may be to rapid for this phenomenon to manifest.

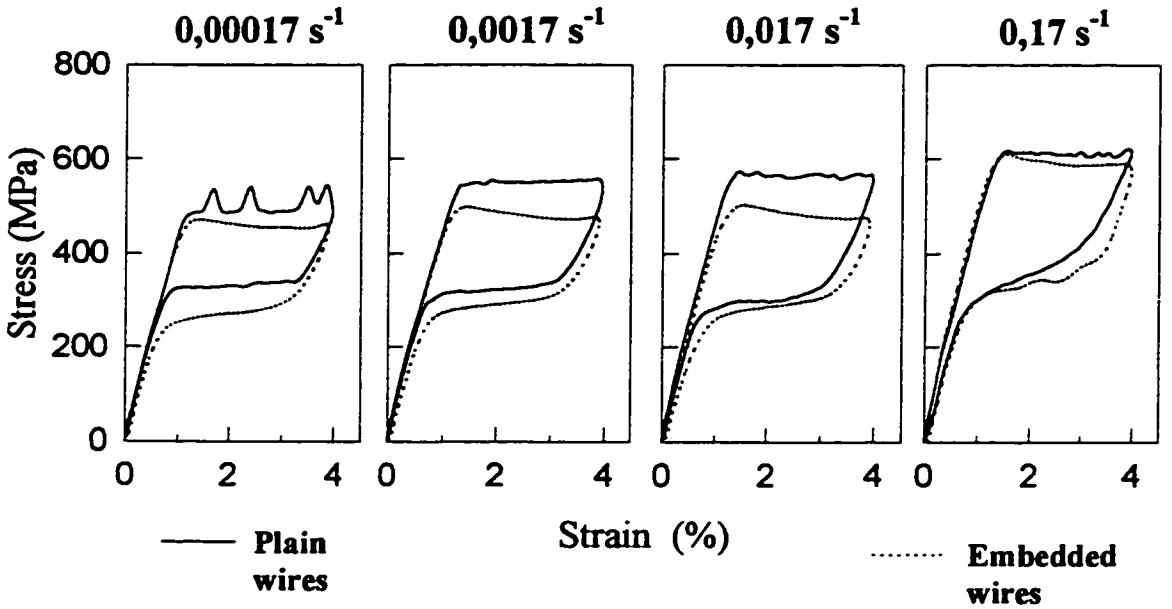


FIGURE 5.10: Stress-strain curves for the plain wires and for the embedded wires at the various strain rates

Due to the fact that the deformation is non uniform, it should be noted that this results in a non uniform strain rate of deformation through the sample. An exact analysis of the strain rate effect and of the temperature effect would thus be very difficult to perform. So it seems utopic to think that a model could be developed to predict exactly the behaviour of this composite. However, the rule of mixture still gives acceptable results, the maximum error on the determination of the upper plateau stress on loading being of 9,6 %. Globally, the total

result of the temperature effect and stress interaction is positive since the composite is much less sensitive to the strain rate than the plain SMA.

5.5. NiTi/FIBERGLASS/PU COMPOSITES

The fiberglass reinforced composites with different volumetric fractions of NiTi wires were tested in tension at a strain rate of 0,0017 s^{-1} and a maximum strain of 3 %. Figure 5.11 shows the average stress-strain curves for each volumetric fraction of NiTi wires. The maximum fraction of 6 NiTi wires/mm is the same as the one used in the SMA/PU composite. The typical stress-strain curves of the superelastic SMA is present but not as strongly as in the SMA/PU composite. These curves still represent very well an average between the behaviour of the composite with no NiTi wires (Figure 5.10, a) and the SMA/PU composite. The transition between the austenitic elastic behaviour and the transformation plateau is much smoother than for the SMA/PU composite. For a density of 2 NiTi wires/mm, this transition is barely perceptible. Another noticeable difference is that the permanent deformation is very important and so there is no superelastic behaviour anymore. In a composite reinforced with fiberglass, the property of elastic behaviour at high deformation is thus lost.

It can also be observed that the beginning of the martensitic transformation is delayed in these composite. In the SMA/PU composite as in the plain SMA, the transformation started at about 1 % of strain. In the NiTi/fiberglass/PU composite, the transformation start at about

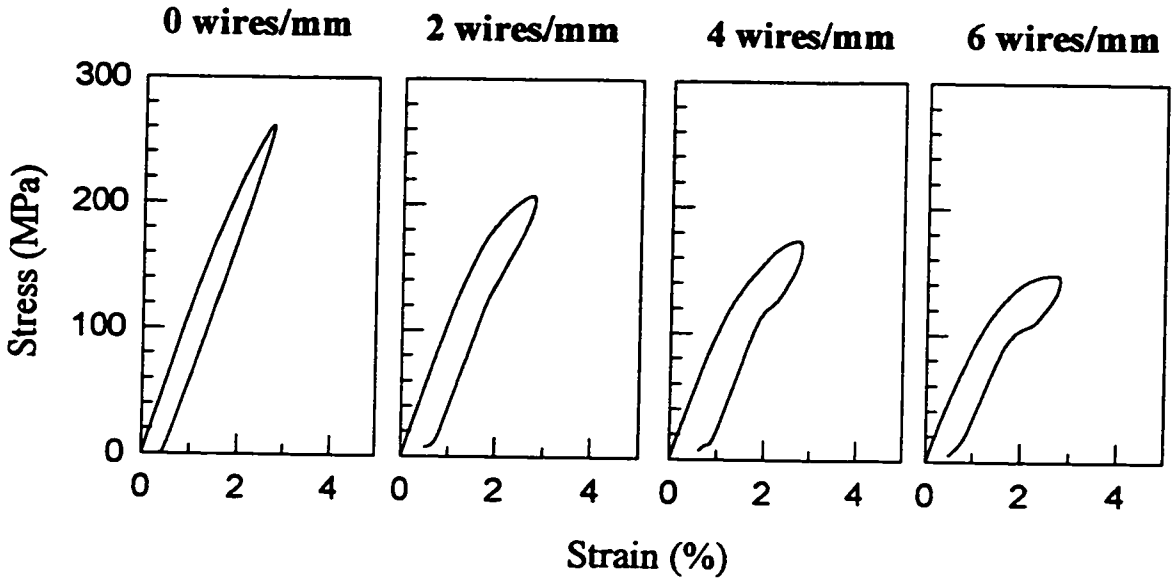


FIGURE 5.11: Stress-strain curves for the NiTi/fiberglass/PU composite at different density of NiTi wires

2 % of strain. As was explain earlier, once in the transformation zone, the deformation in the plain NiTi and in the SMA/PU composite is not uniform. Instead, the transformation starts at one end of the sample and travel as a band through the sample. When there is a high percentage of fiberglass, the composite cannot behave in the same manner. The fiberglass restrains the composite from deforming rapidly in only one area. Instead, the stress has to build up to a sufficient level so the transformation can occurs uniformly trough the sample. This is the reason for the smoother transition and for the delayed beginning of the transformation.

Two parameters were measured on these composites: the Young modulus and the upper

plateau stress. The lower plateau stress was not measured because there is not a very well defined lower plateau on those curves. These parameters were also calculated by the rule of mixture. The Young modulus for the fiberglass was determined from tests on the plain fiberglass/PU composites. The average value for this Young modulus is 46,9 MPa. The average Young modulus for the NiTi wires is 48.7 MPa which is about the same. The results for the measured and calculed values are presented in Table 5.2. It shows that the Young modulus decreases as the number of NiTi wires increased. This is due to the fact that, as was explained earlier, the thickness of the samples increases with the number of wires and thus the volumetric fraction of reinforcement decreases. This can be seen in Table 5.1 with the volumetric fraction of the PU increasing as the number of wires increases. The upper plateau stress also decreases, but this is normal since the stress at 2 % of strain in the NiTi is much lower than in the fiberglass where it increases continuously. The rule of mixture applied for these composites gives very good results and there is no significant statistical difference between the measured and the calculated values.

TABLE 5.2: Young modulus and upper plateau stress from the tests results and calculated by the rule of mixture for the NiTi/fiberglass/PU composite

# NiTi wires/mm	E mes.	E cal.	σ_I mes.	σ_I cal.
0	11,74 ± 0,50	11,74 ± 0,50	187,0 ± 4,1	187,0 ± 4,1
2	11,37 ± 0,92	10,57 ± 0,36	185,1 ± 16,3	163,3 ± 5,3
4	10,94 ± 0,02	10,37 ± 0,62	157,8 ± 12,6	156,6 ± 9,0
6	9,81 ± 0,29	9,85 ± 0,42	140,9 ± 6,1	145,8 ± 6,0

5.6 CONCLUSION

An innovative study of the behaviour of shape memory alloy fibers reinforced composite was done. Thirty-six samples of NiTi/PU were prepared and tested at different uniform strain rates and maximum deformations. The plain PU was also tested in the same way while the plain NiTi wires had been tested previously. The objective was to get a better understanding of the behaviour of the composites and to see if the embedding in a matrix would affect the SMA. The first major observation was that the deformation of the composite is not uniform once the SMA starts its transformation from austenite to martensite. Instead, the transformation begins at one end of the sample, where there is a higher stress concentration due to the gripping, and travel through the sample. This results in a non uniform strain rate of deformation in the sample.

Another interesting observation is that the composite is much less strain rate sensitive than was the plain NiTi wires. Except for the highest strain rate (0,17 s^{-1}), there is only a slight increase in the three parameters studied (young modulus, upper plateau stress on loading and lower plateau stress on unloading) with the increase in strain rate. The temperature variation in the composite was also measured. In the composite, the NiTi wires are almost isolated. At low strain rate, some of the energy generated by the transformation is dissipated in the matrix but not as much as in the air. The SMA thus get warmer during the forward transformation and cooler during the reverse transformation than when it was in the air. At high strain rate,

the energy does not have the time to be dissipated and this was observed in the air as well as in the matrix. So there is less difference in temperature effect linked to the strain rate and transformation when the wires are in the matrix than when they were in the air.

It was also found that the transformation stress values of the NiTi embedded in the matrix are lower than those of the plain wires. This is due to a compressive stress resulting from the difference in volume between the martensitic zone already transformed and the austenitic zone next to it. This compressive stress helps the austenite to martensite transformation, since this is a negative volumetric transformation. This results in an overestimation of the upper plateau stress by as much as 9 % which is not too bad. The rule of mixture was found to be very good to predict the Young modulus and quite close for the lower plateau stress on unloading, the difference being due to the temperature effect. Globally, the composite has a behaviour which is not to sensitive to the strain rate, in the domain studied and the stress hysteresis is always quite important, which is interesting from the point of view of damping.

The results of the tests performed on the NiTi/fiberglass/PU composite are not as interesting. Due to the presence of the fiberglass reinforcement, the beginning of the martensitic transformation is delayed and the composite does not reach very much the interesting damping zone. Moreover, there is an important plastic deformation in those composites so they cannot be used in a perspective of an elastic material.

ACKNOWLEDGEMENT

This work is financially supported by the Natural Science and Engineering Research Council (NSERC) of Canada and the Québec government program FCAR (Formation de Chercheurs et Aide à la Recherche).

REFERENCES

Anders, W.S., Rogers, C.A. and Fuller, C.R. 1991 AIAA/ASME/ASCE/AHS/ ASC structures, structural dynamic and material conference, Baltimore Apr. 8-10, 32nd:159-168.

ASTM D3039M-95, "Standard Test Method for Tensile Proeperties of Polymer Matrix Composite Materials"

ASTM D638M-93, "Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics"

Bidaux, J.E. Bataillard, L. Manson, J.A.E. and Gotthardt, R. 1993. Journal de Physique IV, Colloque C7, supplément au Journal de Physique III 3:561-564.

Bidaux, J.E. Manson, J.A.E. and Gotthardt, R. 1994. Proc. Of the first int. Conf. On shape memory and superelastic technologies, a.r. Pelton, D. Hodgson and T. Duerigs eds., 37-42.

De Batist, R. 1992. Mechanics and mechanisms of material damping, ASTM STP 1169, 45-59.

Dejonghe, W. Delaey, L. De Batist, R. And Van Humbeeck, J. 1977. Metal Science 523-530.

De Santis, S. and al. 1995. Proceedings of the international conference on comosite materials and energy, Montréal, 1052-1059.

Hedayat, A. Rechtien, J. Mukherjee, K. 1992. Journal of Material Sciences 27:5306-5314.

Kaufman, L., Kulin, S.A. and Neshe, P. 1975. Shape memory effects in alloys, Plenum press, Jeff Perkins editor.

Leo, P.H. Shield, T.W. And Bruno, O.P. 1993. Acta metallurgica material, 41 (8):2477.

Maclean, B.J., Patterson, G.J. and Misra, M.S. 1990 US-Japan workshop on smart/intelligent materials and systems, Honolulu March 19-23, 124-144

Misra,M.S. , Carpenter, B. and Maclean, B. 1992. Smart Structures for aircrafts, AGARD conference proceedings, 15-1.

Paine, J.S.N. and Rogers, C.A. 1991. Journal of thermoplastic composite materials, 4:102-122.

Pomerleau, E. 1994. Caractérisation sous impact de matériaux composites renforcés par des alliages à mémoire de forme", Master Thesis, École Polytechnique de Montréal, Mechanical engineering department.

Rogers, C.A., Barker, D.K. and Jaeger C.A. 1988. Smart Materials, Structures and Mathematical Issues, Virginia sept. 15-16, 17-28.

Scott, R.C. and Weisshaar, T.A. 1991. American Institute of Aeronautics and Astronautics, 2218-2229.

Thomson, P. Balas, G.J. and Leo, P.H. 1995. Smart Materials and Structures, 4:36.

Venkatesh,A., Hilborn, J., Bidaux, J.E. and Gottardt, R. 1992. 1st European Conference on Smart Structures and Materials, Glascow 5:185-188.

Wuttig, M. 1990. Engineering aspects of shape memory alloys, edited by T.W. Duerig.

CONCLUSION

L'objectif de cette recherche est d'étudier la possibilité d'utiliser des fibres en alliage à mémoire de forme dans des composites, afin d'en augmenter la capacité d'amortissement. Pour cela, il faut tout d'abord connaître le comportement des fibres dans différentes conditions. La moitié de la recherche est donc consacrée à l'étude expérimentale des fibres en traction et les résultats obtenus constituent une base de données inégalée dans ce domaine. La deuxième partie de la recherche consiste en l'élaboration des composites à partir des bobines de fils AMF, et en l'étude du comportement de ces composites. Cette recherche est donc à orientation expérimentale et beaucoup de soins sont pris afin de contrôler les divers paramètres pouvant influencer les réponses. L'analyse statistique, l'utilisation de plans expérimentaux balancés et l'étude des facteurs pouvant avoir un effet sur les résultats permettent d'arriver à cette fin. L'analyse des résultats est effectuée de façon détaillée et différents modèles de comportement sont proposés.

La première étape de cette recherche, présentée au chapitre 2, est l'étude du comportement des fils de 100 μm en tension lors d'une sollicitation à vitesse constante. Ces fils sont austénitiques à température ambiante car il est très difficile d'obtenir des fils martensitiques de si petit diamètre. La vitesse de sollicitation est variée de 0,00017 s^{-1} à 0,17 s^{-1}, en augmentant par multiple de 10. La déformation maximale est variée de 2 à 4% et les tests sont effectués à des températures de 25 et 35 °C. Il n'existe aucune étude aussi complète de ces

différents paramètres dans la littérature. Un des facteurs qui a limité l'étendue des études expérimentales sur les alliages à mémoire de forme est leur coût élevé. Le NiTi se vend autour de $ 1000/kg et le prix augmente rapidement si la taille des fils diminue. Les fils utilisés dans cette étude se vendent au mètre ($ 0.55/m pour les fils de 100 μm) et sont disponibles en diamètre aussi petit que 20 μm (pour un prix encore plus élevé). Pour cette recherche, il était nécessaire de disposer d'un certain volume de fils et il était désirable qu'il soit aussi fin que possible, pour obtenir un composite homogène et non une structure renforcée. Les fils de 100 μm ont été choisis comme un compromis entre ces considérations et le coût total des fibres. Quant à la vitesse, elle est limitée à un maximum de 0,17 s^{-1} car c'est la vitesse maximale à laquelle peut fonctionner correctement la MTS utilisée avec des déformations maximales de 4%. Pour étudier de plus hautes vitesses, il faudrait envisager un autre système, ainsi que des amplitudes de déformations plus faibles.

Des échantillons différents sont utilisés pour chaque test afin de satisfaire aux conditions des analyses statistiques et d'éviter d'étudier des phénomènes caractéristiques d'un seul échantillon spécifique. Une méthode d'alignement et de maintien des fils dans les mords est mise au point afin de tester ces fils sans induire de contraintes qui produiraient une rupture dans ou près des mords. Des mords spéciaux sont également conçus pour ces tests. L'effet du cyclage est étudié et un programme de précyclage de 100 cycles à 100 Hz et 4,5 % de déformation maximale est effectué sur tous les fils. Ceci permet de stabiliser l'effet superélastique et d'obtenir une réponse stable. Différents programmes sont également conçus

à l'aide du logiciel ASYST pour effectuer l'acquisition et la transformation de données ainsi que le calcul des paramètres étudiés.

Dans l'étude sur les fils, quatre paramètres sont étudiés plus spécifiquement. Ce sont le module de Young E, la contrainte moyenne au plateau supérieur σ_L, ainsi que les contraintes pour débuter et finir la transformation martensitique-austénitique lors du déchargement, σ_{As} et σ_{Af} respectivement. Le module de Young augmente avec la température. Cette augmentation est semblable à ce qui est l'augmentation observée lors d'un test de DMA. Le module augmente aussi légèrement avec l'augmentation de la vitesse. Toutes les contraintes dans le domaine martensitique (c'est à dire les trois contraintes étudiées) augmentent avec la température tel que prévu par la loi de Clausius-Clapeyron pour les AMF. L'augmentation de la contrainte de fin de transformation austénitique est cependant moins importante que celle des autres contraintes. La contrainte moyenne du plateau supérieure augmente constamment avec la vitesse d'une façon qui semble obéir à la théorie d'Eyring. Ceci veut dire que lorsque la vitesse de sollicitation augmente, l'énergie nécessaire pour initier la transformation martensitique augmente, augmentant du même coup la contrainte du plateau supérieur. L'analyse statistique met également en évidence un effet de la déformation maximale sur la contrainte moyenne du plateau supérieur ainsi qu'une interaction entre l'effet de la vitesse et l'effet de la déformation maximale. Une étude plus aprofondie permet de constater que ces effets sont dus à deux facteurs expérimentaux qui faussent légèrement certains résultats. À basse vitesse, le plateau supérieur a un comportement très irrégulier avec

la présence de plusieurs pics. Ces pics sont caractéristiques de germinations multiples, probablement liées à la présence d'un faible pourcentage de chrome dans l'alliage. La valeur moyenne du plateau à basse vitesse est donc très affectée par la présence de ces pics. L'autre facteur responsable de ces résultats est le fait que la valeur moyenne du plateau est déterminée pour une déformation de 2 % (moyenne de 20 points). Pour les tests effectués à 2 % de déformation maximale, cette valeur est prise à 1,7 % de déformation maximale, ce qui introduit une certaine erreur. En tenant compte de cela, il ressort que la contrainte moyenne du plateau supérieur augmente avec la température et la vitesse.

La vitesse de sollicitation a un effet très évident sur la partie inélastique (dans le domaine de transformation martensitique) de la courbe contrainte-déformation. Une augmentation de la surface du cycle est observée avec l'augmentation de la vitesse dans le domaine inférieur des vitesses (jusque 0,017 s^{-1}). Cet effet entraîne donc une diminution des contraintes de début et de fin de transformation austénitiques. Passé ce seuil, lorsque la vitesse continue d'augmenter, les contraintes de transformations austénitique augmentent, et la pente du plateau inférieur qui était à peu près nulle, se met également à augmenter. Ceci produit une diminution de la surface du cycle. Ces phénomènes dépendent de la déformation maximale, puisqu'il y a plus de martensite formée lorsque la déformation maximale augmente. Avec l'augmentation de la contrainte maximale, la contrainte de début de transformation austénitique augmente tandis que celle de fin de transformation diminue. Des modèles empiriques permettant de prédire les paramètres étudiés en fonction des variables ($\dot{\varepsilon}$, ε, T°)

sont proposés. Les coefficients de détermination de ces modèles sont supérieurs à 86 % ce qui donnent de très bonnes corrélations entre ces modèles et les résultats.

Généralement, l'effet de la vitesse observé dans les alliages à mémoire de forme est attribué à un effet de température découlant des transformations de phases exo- et endothermiques. Puisqu'il est impossible de déterminer expérimentalement la température des fils de 100 μm, un modèle d'analyse thermique est développé au chapitre 3. Dans ce modèle, l'énergie générée par la transformation austénite-martensite est considérée comme une source de chaleur interne, tandis que l'énergie absorbée durant la transformation inverse est considérée comme un puits de chaleur. Le taux d'énergie générée augmente graduellement durant la transition du comportement élastique en phase austénitique jusqu'au plateau de transformation (de 1 % à 1,5 % de déformation) et est constant pour le reste du plateau. La dissipation de chaleur s'effectue par convection, les autres modes de dissipation étant considérés négligeables dans le cas d'un fil si mince. En calculant les températures ainsi générées dans le fil pour des incréments de déformation de 0,0001 m/m, la température du fil en fonction de la déformation pour chaque vitesse et déformation maximale est calculée. Malgré sa simplicité, ce modèle permet d'obtenir des résultats qui sont semblables à ceux mesurés sur des échantillons plus gros par d'autres auteurs ou obtenus par des modèles plus complexes dans d'autres situations. Même si le diamètre des fils est très petit, un échauffement considérable (environ 17 °C) est obtenu à haute température. Ceci est dû au fait que l'énergie générée est élevée, et que lorsque la grosseur du fil diminue, la surface à travers

laquelle la dissipation d'énergie peut s'effectuer diminue également, limitant ainsi la dissipation de chaleur. La température déterminée par ce modèle est la température moyenne de l'échantillon, en supposant que la génération d'énergie se produit à travers tout l'échantillon. En réalité, cette énergie est générée de façon plus concentrée aux fronts de transformation et la température en ces endroits est donc plus élevée. C'est cet effet localisé de température qui avait été étudié par Léo & al. (1993). Pour bien comprendre la différence entre l'effet de la température moyenne et celui de la température locale, il faut comprendre que la transformation martensitique se produit en deux étapes. Il y a premièrement germination de la martensite qui se produit généralement en des points de concentrations de contraintes (dans ce cas-ci, probablement les atomes de chrome). Il peut y avoir une germination unique avec propagation de la transformation à travers tout l'échantillon, ou germinations multiples en divers points, lorsque le niveau de contrainte atteint le seuil de germination en chacun de ces points. Dans le cas des fils étudiés dans cette recherche, la présence des pics dans le plateau supérieur à basse vitesse indique une germination multiple. Ce phénomène est affecté par la température moyenne de l'échantillon puisque la contrainte d'initiation de transformation dépend de la température à l'endroit où elle se produit. La deuxième étape de la transformation est la croissance de la martensite produite. Cette croissance est affectée par la température locale à l'endroit où elle se produit. À basse vitesse, l'effet localisé de température est prédominant tandis qu'à haute vitesse, c'est l'effet global de température qui domine. Durant le déchargement de la contrainte, il n'y a pas de germination, mais seulement une décroissance de la martensite produite et c'est alors l'effet

localisé de température qui est le plus important. Cela veut dire que lors du déchargement, la température au front de transformation est un peu plus faible que la température moyenne de l'échantillon. Il faut noter qu'à haute vitesse, il y a peu de différence entre la température déterminée en supposant un effet global et celle déterminée en supposant un effet local. Ces variations de température affectent les contraintes, selon la loi de Clausius Clapeyron. Lorsque la vitesse augmente de 0,00017 s^{-1} à 0,0017 ^{-1}s , l'augmentation locale de la température entraîne une augmentation des contraintes de croissance de la martensite, les amenant ainsi au niveau des contraintes de germination et entraînant la disparition des pics du plateau supérieur. Cet effet produit également l'augmentation de la surface du cycle. Lorsque la vitesse continue d'augmenter, l'effet combiné de la température moyenne et locale conduit à la variation de la pente de plateau inférieur observée. Mais même lorsque tous les effets de température sont inclus et les contraintes mesurées corrigées en conséquence, il y a toujours une variation des contraintes avec la vitesse. En particulier, une augmentation globale des contraintes avec l'augmentation de la vitesse est observée. Le concept de la contrainte de Maxwell permet de mettre en évidence ce phénomène. La contrainte de Maxwell est la contrainte seuil à laquelle l'austénite se transforme en martensite à un niveau de contrainte constant. Elle est dérivée de la fonction d'énergie libre de Helmhotz et correspond à la valeur moyenne entre le plateau supérieur et inférieur puisque le modèle de Helmhotz ne tient pas compte du phénomène d'hystérésis. Cette contrainte a été déterminée pour tous les échantillons testés et une augmentation de cette contrainte avec la vitesse est observée, même lorsque l'effet de la température est déduit. Ceci conduit à la conclusion que

l'effet de vitesse observé dans les alliages à mémoire de forme n'est pas simplement attribuable à un effet de température. Ces alliages ont une sensibilité réelle à la vitesse, et plus particulièrement la contrainte d'initiation de la martensite dont le niveau d'énergie va augmenter avec la vitesse.

Le but ultime de cette recherche est d'utiliser les alliages à mémoire de forme pour leur capacité d'amortissement. La deuxième partie de la recherche, présentée au chapitre 4, est donc l'étude de la capacité d'amortissement des fils en fonction de divers paramètres. Il existe de nombreuses études de l'amortissement des AMF, mais elle utilisent à peu près toutes la DMA pour mesurer l'amortissement et mesurent donc un amortissement induit par une variation de température produisant une transformation de phase. Ce genre d'études ne correspond pas à l'utilisation pratique des alliages où la contrainte et la déformation varient, la température ambiante étant généralement constante.

Sur des fils aussi minces, deux formes de tests peuvent être effectuées: tension et torsion. La tension étant un mode de sollicitation plus simple a été choisie dans ce cas-ci. Contrairement à l'étape précédente où la vitesse était constante, les sollicitations lors de cette partie de la recherche sont harmoniques (sinusoïdales). Les méthodes classiques de mesure de l'amortissement s'appliquent aux matériaux à comportement linéaire, ce qui n'est pas le cas des AMF. Ce problème a été étudié en détail afin de choisir un facteur d'amortissement représentatif du matériel et comparable aux mesures effectuées sur les matériaux linéaires.

L'énergie dissipée par unité de volume et l'énergie potentielle emmagasinée sont deux mesures qui peuvent être prises sur tous les matériaux, indépendamment qu'ils soient linéaires ou non linéaires. Le facteur d'amortissement calculé dans cette recherche est défini pour un cycle équivalent en tension-compression, plus représentatif d'une sollicitation réelle. L'énergie dissipée est la surface du cycle d'hystérésis, tandis que l'énergie potentielle est la moyenne entre l'énergie emmagasinée lors du chargement et celle restituée lors du déchargement. Le facteur de perte ainsi défini est spécifique aux alliages à mémoire de forme superélastique, mais les mesures obtenues sont comparables aux mesures obtenues par d'autres méthodes sur des matériaux plus classiques.

Une étude exhaustive de l'effet de la fréquence (de 0,01 à 10 Hz), de l'amplitude de déformation et de la température sur l'énergie dissipée et le facteur de perte est effectuée. La température ambiante n'a pas d'effet sur l'énergie dissipée, tandis que le facteur de perte diminue avec l'augmentation de température puisque les contraintes de transformations, et donc l'énergie potentielle augmentent avec la température. L'augmentation de l'amplitude de déformation produit une augmentation de l'énergie dissipée et du facteur de perte. L'effet de la fréquence est plus complexe. Un maximum d'énergie dissipée et du facteur de perte est observé autour de 0,1 Hz. Lorsque la fréquence continue d'augmenter, une diminution prononcée de ces deux paramètres, liée à la diminution de la surface du cycle d'hystérésis, est observée. Ces phénomènes dépendent de l'amplitude, les variations étant plus prononcées pour les amplitudes de déformation de 4 %.

Le modèle d'analyse thermique développé dans l'étape précédente est adapté aux sollicitations harmoniques et la température des échantillons aux diverses fréquences est déterminée. L'étude de ces résultats permet de conclure que les variations d'énergie dissipée sont principalement dues à la variation de température produite par les transformations de phases. Finalement, un modèle simple, utilisant les séries de Fourier est utilisé pour modéliser le comportement dynamique des alliages à mémoire de forme. Une série à trois harmoniques, dont les coefficients sont déterminés par FFT des résultats, permet de reproduire très exactement les résultats. Des modèles empiriques sont développés pour ces coefficients en fonction de la fréquence, l'amplitude et la température. Des équations très simples permettant de déterminer l'énergie dissipée, ainsi que le facteur de perte sont dérivées de ce modèle. Les valeurs ainsi déterminées correspondent bien aux résultats expérimentaux. La force de ce modèle réside dans sa simplicité d'application ainsi que dans son universalité puisqu'il peut être appliqué à n'importe quel matériel pourvu que le nombre d'harmoniques nécessaires pour arriver à une modélisation satisfaisante ne soit pas trop grand (plus petit ou égal à 3 si possible).

Cette étude du comportement des fils permet donc de mettre en évidence plusieurs faits. Le comportement des AMF est sensible à la vitesse et cet effet ne peut être attribué uniquement à un effet de température. L'effet de température peut être modélisé simplement dans le cas de ces fils, et même pour de si petits fils, l'échauffement dû à l'énergie générée par la transformation est important. L'amortissement varie également avec la fréquence, mais cette

variation est principalement due à l'effet de la température générée par la transformation de phase. L'énergie dissipée diminue beaucoup (environ 30 %) à haute fréquence, mais il faut noter qu' aux fréquences et vitesse maximales testées ici, le phénomène d'échauffement semble atteindre un plateau. Finalement, un modèle simple utilisant les séries de Fourier, est développé pour modéliser efficacement le comportement dynamique des AMF.

Les résultats présentés ici sont valables pour les fils testés, mais la question est de savoir de quelle façon ils peuvent être généralisés. Les tests à vitesse constante sur les fils ont permis de constater un effet de la vitesse de sollicitation sur le comportment. Suite à l'analyse thermique, il a été permis de déduire que c'est principalement le phénomène de germination qui est sensible à la vitesse. Ce phénomène étant relié à un seuil d'énergie est normalement affecté par la vitesse selon la théorie d'Eyring. Cet effet devrait donc pouvoir être observé dans tous les alliages où il y a germination multiple, pour autant que l'échauffement ne soit pas trop important et ne masque pas les autres effets. Il faut naturellement que le domaine de vitesse couvert soit assez large. La propagation de la transformation, quant à elle, se faisant à des vitesses proches de la vitesse du son ne sera pas affectée tant que la vitesse de sollicitation n'atteindra pas cet ordre de grandeur.

L'effet de la déformation maximale sur les valeurs du plateau inférieur est lié au fait qu'il y a plus de martensite formée lorsque la déformation maximale augmente. Il doit donc pouvoir être observé dans tous les alliages. Les relations empiriques présentées sont spécifiques aux

fils testés dans cette recherche. La proportionnalité avec la température est valable pour tous les alliages à mémoire de forme. L'équation pour σ_L a une forme générale qui devrait être semblable pour d'autres AMF, pour autant que l'échauffement ne soit pas trop important. Pour les autres paramètres, il faudrait effectuer plus de tests avec des échantillons différents afin d'arriver à déterminer une forme de relation qui puisse s'appliquer à tous les AMF. Cependant, pour les contraintes de transformation austénitiques, les équations risquent d'être difficiles à généraliser puisqu'elles dépendent fortement de l'échauffement et donc de la taille des échantillons.

La variation de l'énergie dissipée et du facteur de perte s'expliquent phénoménologiquement et peuvent donc se généraliser qualitativement à d'autres AMF. La méthode de modélisation dynamique peut s'appliquer à tous les alliages de forme et même à d'autres matériaux. Les relations pour les constantes, déterminées empiriquement, sont valables pour ces fils seulement. Il serait cependant intéressant d'utiliser la même méthode de modélisation pour d'autres fils afin de déterminer si ces constantes peuvent être reliées à certains facteurs ou si elles suivent une certaine tendance.

La partie finale de la recherche est l'élaboration et la caractérisation de composites contenant des fibres AMF, traités au chapitre 5. La mise en forme présente plusieurs défis. Les fils sont fournis sous forme de bobines et il faut donc premièrement en faire un tissu unidirectionnel. Un montage d'enroulement est conçu spécifiquement à cette fin. L'élaboration des

composites est le fruit de plusieurs mois de travail et de mise au point. La méthode de mise en forme est décrite en détail dans l'annexe D. Le choix de la résine appropriée pose un défi particulier. Un chauffage à une température trop élevée risquant d'affecter les propriétés de l'alliage, le choix doit s'orienter vers une résine thermodure, polymérisant à température ambiante. Les grandes déformations qu'ont à subir les échantillons limitent le choix à une résine très élastique, mais seuls les élastomères peuvent conserver cette capacité de grande déformation à haute vitesse. Le choix s'est donc fixé sur un polyuréthanne élastomérique. Ce genre de résine ne correspond pas aux résines classiques utilisées dans les composites, mais du point de vue de l'amortissement, elle correspond parfaitement à ce qui est utilisé dans des amortisseurs. Dû au coût élevé de ces fibres, la fraction volumique de fibre dans les composites formé est limitée à environ 5 %. Ce nombre est suffisant pour observer très distinctement l'effet des fibres dans le composite. Au point de vue pratique, considérant le coût et le poids élevé (densité spécifique de 6,8) de ces fibres, il serait peu envisageable de les utiliser à des fractions beaucoup plus élevées dans des composites traditionnels.

Trente-six échantillons de NiTi/PU sont fabriqués et testés en tension. Le même nombre d'échantillon de PU est également préparé et testé pour comparer les comportements. Les échantillons sont testés à vitesse constante, pour des vitesses variant de 0,00017 s^{-1} à 0,17 s^{-1} et des déformations maximales variant de 2 à 4 %. L'effet de la température ambiante n'est pas étudié ici car les mords utilisés ne rentrent pas dans le four de la MTS. Pour chauffer les échantillons, il aurait donc fallu construire un four adapté à la machine et aux pinces. Étant

donné que l'étude sur les fils avait montré que l'effet de la température est très prévisible et n'apporte pas de nouvelles informations, cette variable n'est pas étudiée dans cette partie de la recherche. Finalement, le but de cette recherche est de mieux comprendre le comportement des fils AMF dans une matrice et de vérifier si ce composite obéit à la loi des mélanges. Les paramètres étudiés sont le module de Young **E** ainsi que les contraintes moyennes (à 2 % de déformation) des plateaux supérieurs et inférieurs, σ_L et σ_U respectivement.

Une première observation intéressante est le fait que le comportement en tension des composites est non uniforme. Le comportement est très régulier dans la zone élastique austénitique, mais lorsque la transformation martensitique s'amorce, les déformations sont très différentes selon les points où elles sont mesurées. Des mesures faites avec l'extensomètre placé en différents points sur l'échantillon mettent en évidence ce phénomène. La transformation débute près de l'un des mords, où il y a concentration de contraintes lui permettant d'être initiée plus facilement. Elle se propage ensuite à travers l'échantillon, de son point de départ, vers l'autre extrémité. Les déformations et les taux de déformation sont donc différents entre les différents points du composite. Ce phénomène complique l'analyse de l'effet de la vitesse sur le composite. Afin d'uniformiser les mesures, la déformation maximale imposée est choisie comme la déformation moyenne de l'échantillon déterminée à partir du déplacement de la traverse.

Une autre observation intéressante est que le composite est beaucoup moins sensible à la

vitesse que le fil AMF seul. Exception faite pour la vitesse la plus élevée, les trois paramètres étudiés augmentent très légèrement avec la vitesse et la surface du cycle est à peu près constante. La température des échantillons composite est déterminée à l'aide d'un thermocouple placé dans la matrice. Une faible variation de la température de la résine est détectée pour les deux vitesses les plus basses, tandis qu'à haute vitesse, il n'y a pas de variation de la température. À basse vitesse, une partie de l'énergie générée par la transformation est dissipée dans la matrice, causant ainsi une très légère augmentation de la température. Le fil, quant à lui, s'échauffe probablement plus que lorsqu'il était nu car il est presque isolé et ne peut dissiper que très peu de l'énergie qu'il produit. À haute vitesse, cette isolation n'affecte pas le fil puisqu'il n'avait de toute façon pas le temps de dissiper l'énergie qu'il générait même s'il n'était pas isolé. Ceci diminue donc l'écart entre le comportement des fils à basse et haute vitesse.

La loi des mélanges est appliquée en utilisant les valeurs obtenues pour le polyuréthanne et les fils AMF seuls, afin de calculer le module de Young et les contraintes moyennes des plateaux du composite. Les prédictions du module sont très bonnes et celles pour le plateau inférieur assez proches, la différence étant due à l'effet de température. La loi des mélanges surestime cependant la contrainte moyenne du plateau supérieur d'environ 9 %, ce qui n'est cependant pas très élevé. Cet effet est mis en évidence en utilisant la loi des mélanges pour déduire le comportement des fils du comportement des composites. Les contraintes dans la zone de transformation sont plus faibles pour les fils se trouvant dans le composite que pour

les fils nus. Ceci est dû à une contrainte compressive s'exerçant sur l'austénite voisine de la martensite et résultant de la différence de volume entre la martensite et l'austénite. Cette contrainte facilite la transformation austénite-martensite, diminuant ainsi la contrainte de transformation.

Quelques échantillons composite NiTi/verre/PU sont également moulés et testés à une déformation maximale de 3 % et une vitesse 0,0017 s^{-1}. La fraction volumique de fils AMF dans ces composites est variée en utilisant des taux de fibres de 2, 4 et 6 fils/mm. Le taux de fibre de verre est d'environ 20 %. Le comportement de ces composites est plus uniforme car les fibres de verre empêchent la déformation non uniforme qui se produit dans les composites NiTi/PU. La présence des fibres de verre retarde également le début de la transformation martensitique car cette transformation ne se produit que lorsque le seuil de transformation est atteint dans tout le composite. La zone de transformation où il y a dissipation d'énergie est donc très faible à une déformation maximale de 3%. Des déformations plus élevées entraînent la rupture des fibres de verre et ne sont pas envisageables. De plus, la déformation permanente de ce composite est relativement importante. Un des bénéfices des alliages à mémoire de forme austénitiques est qu'en plus de leur amortissement, ils sont parfaitement élastiques, contrairement aux alliages martensitiques. Dans un composite contenant des fibres de verre, ce bénéfice est perdu. Ces composites, sous cette forme, ne sont donc pas intéressants.

Cette étude sur les composites met en évidence leur comportement non uniforme. Dans la zone de transformation, le comportement des fibres NiTi dans la matrice est différent de celui des fibres seules. Les contraintes compressives exercées par la matrice sont responsables de cette différence. L'effet thermique est aussi différent car les fibres sont presque totalement isolées. Cela produit un comportement plus uniforme en fonction de la vitesse, ce qui est bénéfique. Ces résultats devraient être assez semblables pour d'autres types de composites AMF. Les composites NiTi/verre/PU se sont révélés décevants.

Le but premier de l'introduction des fibres AMF dans le composite est d'en améliorer la capacité d'amortissement, et ce point de vue n'est pas étudié ici. L'ampleur de la recherche effectuée jusqu'à ce point est la raison pour laquelle ils n'ont pas été inclus. Mais il est certain que c'est un point important. En ce moment, des tests en amortissement ont déjà été effectués sur les composites, et les résultats seront analysés et présentés dans un article séparé. Les résultats obtenus à vitesse constante sur les composites permettent déjà de déduire que l'amortissement sera beaucoup plus constant dans les composites que dans les fils seuls, ce qui est intéressant. Les résultats préliminaires de ces tests démontrent cette tendance.

Un autre effet qui n'a pas été étudié et qu'il faudrait analyser est la vie en fatigue. La transformation de phase continuelle fatigue l'alliage et sa vie est moins longue que celle des alliages métalliques plus traditionnels. Ce facteur constitue une limite à l'utilisation des alliages à mémoire de forme en amortissement. Cependant, la présence du polymère pourrait

augmenter cette vie en dissipant l'énergie générée aux points éventuels de rupture de l'alliage. Un autre point est que même si l'amortissement de ces alliages est important, il faut cependant noter que cet amortissement n'est effectif que pour de très grandes déformations. En pratique, il y a peu de situations où de telles déformations sont envisageables. Une des applications déjà étudiée par certains chercheurs est l'isolation sismique où les amplitudes de déformation sont très grandes. Dans une telle situation, des composites tels que ceux étudiés ici pourraient être très efficaces. Une autre application est la résistance à l'impact. Les alliages à mémoire de forme sont connus pour leur grande résistance à l'impact. Ceci est dû en partie à leur capacité d'amortissement, mais également à leur grande déformation ultime (20 %) qui permet à l'énergie d'impact d'être dissipée sur une plus grande surface, ce qui est particulièrement utile pour les impacts à haute vitesse. Quelques études sur la résistance à l'impact de composites AMF/polymère ont déjà été effectuées. Pour des situations de vibration plus traditionnelles, il faut envisager l'utilisation des AMF sous une autre forme. Des sollicitations en torsion, par exemple, permettent d'obtenir plus facilement de grandes déformations en surface. L'autre solution serait de placer les fils AMF en tension dans le composite afin qu'ils se trouvent au départ dans la zone de transformation, donc amortissante. Ceci ne peut être envisagé qu'avec l'utilisation de composites renforcés suffisamment pour pouvoir supporter la contrainte imposée par les fils AMF en tension. Il faut donc envisager l'utilisation de préimprégnés pour effectuer la mise en forme. Il faut également étudier plus en détail le comportement des fils AMF lorsqu'ils sont sollicités dans la zone de transformation, en fonction des variables qui ont été utilisées dans cette recherche.

Finalement, il faudrait comparer leur comportement à celui d'AMF martensitiques, dont l'amortissement n'est pas aussi élevé, mais qui n'ont pas besoin d'être pré-étirés pour avoir un amortissement intéressant. Bref, il faut bien connaître toutes les caractéristiques des alliages de forme pour pouvoir faire un choix judicieux quant à leur utilisation. Cette recherche constitue donc un pas en avant dans cette direction.

RÉFÉRENCES

ABUJUDOM,D.N., THOMAS, P.E., FARIABI, S. (1990). The effect of cold work and heat treatment on the phase transformations of near equiatomic NiTi shape memory alloy. Materials science forum, 56-58, pp. 565-570.

AHMAD, I. (1988). Smart Structures and Materials. Smart Materials, Structures, and Mathematical Issues, Sept. 15-16, Virginia, 9-16.

ANDERS, W.S., ROGERS, C.A., FULLER, C.R. (1991). Control of Sound Radiation from Shape Memory Alloy Hybrid Composite Panels by Adaptive Alternate Resonance Tuning. AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamical and Material Conference, Apr. 8-10, Baltimore, Proceedings, 159-168.

ASA STD 6-1976, (1976). Nomenclature for specifying damping properties of materials. Acousticla society of america standard.

ASTM D638M-93, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics

ASTM D3039M-95, Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials

ASTM D3379-75, Standard Test Method for Tensile Strength and Young Modulus for High-Modulus Single-Filament Materials

BAZ, A., IMAN, K., McCOY, J. (1990). Active control of flexible beams using shape memory actuators. Journal of sound and vibrations, 140, no. 3, 437-456.

BIDAUX, J.E., SCHALLER, R., BENOIT, W. (1989). Study of the H.C.P.-F.C.C. phase transition in cobalt by acoustic measurement. Acta Metallica, 37, no. 3, 803-811.

BIDAUX, J.E., BATAILLARD, L., MANSON, J.A.E. et GOTTHARDT, R. (1993). Phase transformation behavior of thin shape memory alloy wires embedded in a polymer matrix composite. Journal de Physique IV, Colloque C7, suppl. au Journal de Phys. III, 3, 561-564.

BIDAUX, J.E., MANSON, J.A.E. ET GOTTHARDT, R. (1994). Dynamic properties and phase transformation in polymer based shape-memory-alloy composites. Proc. First Int. Conf. On Shape Memory and Superelastic Tech., A.R. Pelton, D. Hodgson et T. Duerigs Eds., 37-42.

BIDAUX, J.E., BERNET, N., SARWA, C., MANSON, J.A.E. et GOTTHARDT, R. (1995). Vibration frequency control of a polymer beam using embedded shape memory alloy fibres. Journal de physique IV, Coll. C8, Suppl. au J. de phys. III, 5, C8-1177 - C81182.

BOX, G.E.P., HUNTER, W.G. and STUART, J. (1978) Statistics for experimenters: An introduction to design, data analysis and model building, John Wiley & Sons, Inc.

BRANDON, D. and ROGERS, R.C. (1992). Constitutive laws for pseudo-elastic materials Journal of intelligent materials, systems, and structures, 3, 255-267.

CHANDRA, R. (1993). Active Strain Energy Tuning of Composite Beams Using Shape Memory Alloy Actuators. Smart Structures and Materials; Smart Structures and Intelligent Systems, Feb 1-4, Albuquerque, Proceedings, pp. 267-284.

CHRISTENSEN, R.M. (1971). Theory of viscoelasticity: An introduction, Academic Press Inc.

CHRYSOCHOOS, A., PHAM, H. and MAISONNEUVE, O. (1993). Une analyse expérimentale du comportement thermomécanique d'un alliage à mémoire de forme de type Cu-Zn-Al. C.R. Académie des Sciences, Paris, Mécanique des milieux continus, Tome 316, Série II, 1031-1036.

De BATIST, R. (1992). Mechanical energy dissipation related with martensitic transformation processes. M D: Mechanics and Mechanisms of Material Damping, ASTM STP 1169, 45-49.

DEJONGHE, W., DELAEY, L., De BATIST, R. and Van HUMBEECK, J. (1977). Temperature and amplitude dependence of internal friction in Cu-Zn-Al alloys. Metal Science, 523-530.

DE SANTIS, S., TROCHU, F., OSTIGUY, G., SOL, H., and DeVISSCHER, J. (1995). Dynamic Characterization of Composites with Embedded Shape Memory Alloys: Some Experimental Results. Proceedings of the international conference on comosite materials and energy, Montréal, 1052-1059.

Duerig, T.W. and Zadno, R. (1990). An Engineer's perspective of pseudoelasticity. Engineering Aspects of Shape Memory Alloys, edited by T.W. Duerig, 369-393.

ESCHER, K., HORNBOGEN, E. (1991). Aspects of two-way shape memory in NiTi-Silicon composite materials. Journal de Physique ,1, C4-427

ESCHER, K., HORNBOGEN, E., MERTMANN, M. (1992). The Two-way Effect in Homogeneous Alloys and Composites for Robotic Applications. ICOMAT 92, International Conference on Martensitic Transformations, Proceedings.

FARIABI, S., McKINNEY, B.L., HODGSON, D.E. (1990). Mechanical characterization

of Ti-50.1% Ni after various heat treatment using a statistically aided testing program. Materials science forum, 56-58, 753-758.

FANUCI, J.P. (1991). Smart structure. International encyclopedia of composites, VCH publishers, 5, 155-167.

GRAESSER, E.J. and COZZARELLI, F.A. (1993). Fully Cyclic Hysteresis of a NiTi Shape Memory Alloy. Proceedings of Damping 1993, February 1993, San Fransisco, ECD-1.

GRAESSER, E.J. and COZZARELLI, F.A. (1991). Shape-Memory Alloys as New Materials for aseismic Isolation. Journal of Engineering Mechanics, 117, No. 11, 2590-2608.

GREEN A.E. and RIVLIN R.S. (1957). The Mechanics of Non-linear Materials with Memory. Archive of Rationnal Mechanical Analysis, 1, 1-21.

GREMAUD, G., BIDAUX, J.E., BENOIT, W. (1987). Étude à basse fréquence des pics de frottement intérieur associés à une transition de phase du 1er ordre. Helvetica physica acta, 60, 947-958.

HAGEMEISTER, N., YAHIA, L'H., ARMAND, C. ET LOURS, T. (1994). Fatigue life and cycling effects of NiTi wire for orthopaedic application. Proceeding of the 1st int. Conf. On SMA and superelastic tech., Pacific grove, California, USA, 395-405.

HEDAYAT, A., RECHTIEN, J. and MUKHERJEE, K. The effect of surface constraint on the phase transformation of Nitinol. Journal of Material Sciences, 27, 5306-5314.

D.E. HODGSON (1993). Energy absorption due to cyclic deformation of shape memory alloys. Proceedings of Damping'93 San Francisco, BAA-1.

HODGSON, D.E. and KRUMME, R.C. (1994). Damping in structural applications. Proceedings of the First International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, California, USA, 371-376 .

HOLMAN, J.P. (1986). Heat Transfer. McGraw-Hill, New York.

HORNBOGEN, E. (1990). Thermo-Mechanical Fatigue and Rupture of Shape Memory Alloys (SMA). Proceedings of the National Sciences Council ROC (A), 14, No. 5, 350-356.

INCROPERA, F.P. and DeWITT, D.P. (1990). Fundamentals of heat and mass transfer. John Wiley & Sons, Inc., chap. 9, 529.

JACOBUS, K., SEHITOGLU, H. Et BALZER, M. (1996). Effect of stress state on the stress-induced martensitic transformation in polycrystalline Ni-Ti alloy. Metallurgical and materials transactions A, 27A, 3066-3073.

KAKESHITA, T., SHIMIZU, K., NAKAMICHI, S., TANAKA, R., ENDO, S. Et ONO, F. (1992). Effect of hydrostatic pressures on thermoelastic martensitic transformations in aged Ti-Ni and ausaged Fe-Ni-Co-Ti shape memory alloys. Materials Transactions, JIM, 33, No. 1, 1-6.

KAUFMAN, L. KULIN, S.A. and NESHE, P. (1975). Internal Vibration Absorption Potential in Structural Materials. Shape memory effects in alloys, Plenum press, Jeff Perkins editor, 547-562.

KIESLING, T.C., CHAUDRY, Z., PAINE, J.S.N. and ROGERS, C.A. (1996). Impact Failure Modes of Thin Graphite Epoxy Composites Embedded with Superelastic Nitinol. AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC 37th SDM Conference, Salt Lake City, UT, 1-10.

HEDAYAT, A., RECHTEIN, J. Et MUKHERJEE, K. (1992). The effect of surface constraint on the phase transformation of Nitinol. Journal of Materials Sc., 27, 5306-5314.

HUBERT, P. (1991). Comportement à la rupture de composites pultrudés sous chargement dynamique, Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Canada.

LAGOUDAS, D.C., TADJBAKHSH, I.G. (1992). Active flexible rods with embedded SMA fibers. Smart materials and structures, 1, no. 2, 162-167.

LAZAN, B.J. (1959). Material and structural damping for vibration control. Paper 100U, SAE National Aeronautic Meeting, october.

LEO, P.H., SHIELD,T.W. and BRUNO, O.P. (1993). Transient Heat Transfer Effects on the Pseudo elastic Behavior of Shape-Memory Wires. Acta Metallurgical Material, 41, No. 8, 2477-2485.

LIANG, C., JIA, J. and ROGERS, C.A. (1989). Behavior of shape memory alloy reinforced composite plates. Part II: Results. Proc. of the 30th Structures, Struct. Dynamics and Mat. Conf., Apr 3-5, Mobile,AL, 2011-2017.

LIN, H.C. WU, S.K. and YEH, M.T. (1993). Damping characteristics of TiNi shape memory alloys. Mettalurgical Transactions A, 24A, 2189-2194 .

LOCKETT F.J. (1972). Nonlinear viscoelastic solids. Academic Press,London.

LUO, S.Y., GORDANINEJAD, F. and HONG C.D. (1990). Constitutive Relation of Shape Memory Flexible Composites. Proceedings of the 5th Japan-US conference on Composite Materials, June 24-27, Tokyo, 437-444.

MACLEAN, B.J., PATTERSON, G.J. and MISRA, M.S. (1990). Modeling of a shape memory integrated actuator for vibration control of large space structures. US-Japan workshop on smart/intelligent materials and systems, Honolulu March 19-23, 124-143.

MELTON, K.N. (1990). Ni-Ti based shape memory alloys. Engineering aspects of shape memory alloys, Butterworth-Heinemann Ltd, 21-35.

MISRA, M.S., CARPENTER, B. and MACLEAN, B. (1992). Adaptive Structure Design Employing Shape Memory Actuators. Smart Structures for Aircrafts, AGARD conference Proceedings, 15-1.

MIYAZAKI, S., SUGAYA,Y. and OTSUKA, K. (1989). Effects of various factors on fatigue life of TiNi alloys. MRS Int'l. Mtg. on Adv. Mats., 9, 251-256.

MIYAZAKI, S. (1990). Thermal and sress cycling effects and fatigue properties of NiTi Alloys. Engineering aspects of shape memory alloys, Butterworth-Heinemann Ltd, 395-413.

PAINE, J.S.N. and ROGERS, C.A. (1991). The effect of thermoplastic composite processing on the performance of Nitinol actuators. Journal of thermoplastic composite materials, 4, 102-122.

PAINE, J.S.N. et ROGERS, C.A. (1994). Low velocity impact response of shape memory alloy hybrid composite materials. ASME IMECE, Chicago.

PATOOR, E. and BERVEILLER, M. (1990). Les alliages à mémoires de forme. Hermès, Paris.

PLUNKETT, R. (1959). Measurement of damping. Structural damping, Section5, Edited by

J. Ruzicka, ASME, New York

POMERLEAU, E. (1994). Caractérisation sous impact de matériaux composites renforcés par des alliages à mémoire de forme. Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, Canada.

RANIECKI B., LEXCELLENT CH. and TANAKA K. (1992). Thermodynamic models of pseudoelastic behavior of shape memory alloys. Archiwum mechanikstosowanej, 44, 3, 261.

READ, B.E., DEAN, G.D., (1978). The determination of dynamic properties of polymer and composite. Adam Hilger Ltd.

REED-HILL, R.E. (1964). Physical Metallurgy Principles. D. Van Nostrand Company Inc., 571.

REGELBRUGGE, M. (1994). Smart structures and materials applications: issues and case studies. Smart Structures and materials CLS^3/ASME, proceedings of the conference.

RODRIGUEZ, C. and BROWN, L.C. (1975). The Mechanical Properties of SME Alloys. Shape Memory Effects in Alloys, Edited by Jeff Perkins, 29-57.

ROGERS, C.A., BARKER, D.K., BENNETT, K.D. and WYNN Jr, R.H. (1988). Demonstration of a smart material with embedded actuators and sensors for active control. Fiber optic smart structures and skins; proceedings, Sept. 8-9, Boston, SPIE vol. 986, 90-105.

ROGERS, C.A., LINAG, C., BARKER, D.K. (1988). Dynamic Control Concepts Using Shape Memory Alloy Reinforced Plates. Smart Materials, Structures and Mathematical

Issues, Sept. 15-16, Virginia, 39-62.

ROGERS, C.A., BARKER, D.K. and JAEGER, C.A. (1988). Introduction to Smart Materials and Structures. Smart Materials, Structures and Mathematical Issues, Virginia sept. 15-16, 17

ROSS, D., UNGAR, E.E. and KERWIN, E.M. (959). Damping of plate flexural vibrations by means of viscoelastic laminae. Structural Damping, Section5, Edited by J. Ruzicka, ASME, New York.

SADBURI, T. (1988). Structure and Mechanical Behaviour of Ti-Ni Shape Memory Alloys. MRS international meeting on advanced materials; Proceedings, 9, Tokyo, 77-91.

SCOTT, R.C. and WEISCHAAR,,T.A. Contolling panel flutter using adaptive materials".

SRINIVASAN, A.V., CUTTS, D.G., SCHETKY, L.M. (1991). Thermal and Mechanical Considerations in Using Shape Memory Alloy to Control Vibrations in Flexible Structures. Metalurgical transactions A, 22A, 623-627.

STOIBER, J., BIDAUX, J.-E. et GOTTHARDT, R. (1991). Internal friction study of stress-induced martensitic transformation in Cu-Zn-Al shape memory alloys. Journal de physique IV, Colloque C4, 1, C4-253-C4-258.

STOIBER, J., VAN HUMBEECK, J., GOTTHARDT, R. (1992). On the instability of the high damping peak during the forward and reverse martensitic transformation in shape memory alloys. Mechanics and mechanismc of material damping, ASTM STP 1169, 174-190.

THOMPSON, D.M.and GRIFFIN Jr., O.H. (1993). Finite Element Predictions of Active

Buckling Control of Stiffened Panel. Journal of Intelligent Materials Systems and Structures, 4, No. 2, 243-247.

THOMSON, P., BALAS, G.J., LEO, P.H. (1994). Pseudoelastic Hysteresis of Shape Memory Wires for Passive Structural Damping: Theory and Experiments. Smart Structures and Materials 1994: Passive Damping, SPIE Vol. 2193, 316-324.

THOMSON, P., BALAS, G.J. and LEO, P.H. (1995). The use of shape memory alloys for passive structural damping. Smart Materials and Structures, 4, 36.

TOBUSHI, H., LIN,,P.H., TANAKA, K., MAKITA, M. and IKAI, A. (1994). Deformation behavior of NiTi superelastic alloy subjected to strain variations. Proc. of the First Int. Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, California, 389-394.

TODOROKI, T. and TAMURA, H. (1987). Effect of Heat Treatment after Cold Working on the Phase Transformation in TiNi Alloy. Transactions of the Japan institute of metal, 28, no. 2,. 83-94.

UNGAR, E.E. and KERWIN E, M. Jr. (1962).Loss factors of viscoelastic systems in terms of energy concepts. Journal of the Acoustical Society of America, 34, 7, 954-957.

VAN HUMBEEK, J. and DELAEY, L. (1981). The Influence of Strain-Rate, Amplitude and Temperature on the Hysteresis of Pseudo elastic Cu-Zn-Al Single Crystal. Journal de Physique, Colloque C5, Supplément au n° 10, 42 (octobre) C5-1007.

VENKATESH, A., HILBORN, J., BIDAUX, J.E., GOTTHARDT, R. (1992). Active Vibration control of Flexible Mechanisms Using Shape Memory Alloy Fibre Reinforced Composites. 1st European Conference on Smart Structures and Materials, Glasgow, session

5, 185-188.

WARAN, T. (1992). Actuators Design Using Shape Memory Alloys. T. Waran, Canada.

WAYMAN, C.M. and DUERIG, T.W. (1990). An Introduction to Martensite and Shape Memory. Engineering Aspects of Shape Memory Alloys, edited by T.W. Duerig, 3-20.

WITTING, P.R and COZZARELLI, F.A. (1993).Design and seismic testing of shape memory structural dampers. Proceedings of Damping'93 San Francisco, ECC-1.

WITTING, P.R. (1994). Rate sensitive shape memory constitutive model: theory and experimental verification. Thèse de doctorat, State University of New York à Buffalo, U.S.

WU, K., YANG, F., PU, Z. Et SHI, J. (1996). The effect of strain rate on detwinning and superelastic behavior of NiTi shape memory alloys. Journal of Intel. Mat. Syst. And Struct., 7, 138-144.

WUTTIG, M. (1990). Some Notes on the Mechanical Damping of Shape Memory Alloys. Engineering aspects of shape memory alloys, edited by T.W. Duerig, 488.

ANNEXE A

COMPLÉMENT AU CHAPITRE 2

Cette annexe complète l'article "Superelasticity of NiTi shape memory alloy: strain rate, temperature and strain effects. Part I: experimental results"

A.1 MONTAGE DES ÉCHANTILLONS

La méthode utilisée pour monter les fils et décrite dans le premier article est illustrée à la Figure A.1. Des tests effectués à des déformations assez importantes pour entraîner la rupture des fils ont permis de s'assurer que cette méthode était adéquate pour des fils de cette grosseur. Afin de bien délimiter la zone de 100 mm à tester et de ne pas coller les fils dans cette zone, deux trous sont percés dans le carton. Dans la norme ASTM, la zone entre ces deux trous était également découpée afin d'éviter tout contact entre le fil et le support. Cette opération peut-être omise pour autant que l'on s'assure d'éloigner le carton du fil après l'avoir monté sur la machine et découpé au milieu.

A.2 PRÉCYCLAGE DES FILS

Comme mentionné, il a été démontré qu'il faut précycler mécaniquement les alliages à mémoire de forme pour stabiliser l'effet superélastique. Ce cyclage a pour but d'introduire

des défauts ponctuels où les transformations de phase pourront être initiées. Une transformation graduelle de certaines propriétés est observée lors de ce cyclage. Le nombre de cycles à effectuer pour obtenir une stabilisation dépend de l'alliage tandis que l'amplitude de déformation à laquelle ce cyclage doit être effectué dépend des sollicitations subséquentes. Afin de pouvoir observer quantativement la variation des propriétés, trois paramètres sont mesurés: la contrainte moyenne du plateau supérieur mesurée à 2 % de déformation, σ_L, la contrainte moyenne du plateau inférieur mesurée à 2 % de déformation, σ_U et la déformation permanente, ε_P.

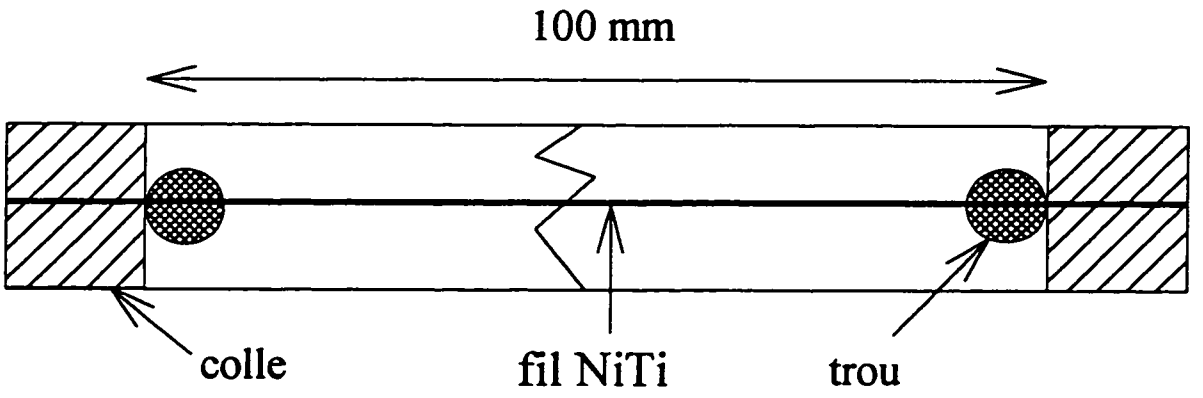


FIGURE A.1: Système de montage utilisé pour tester les fils. Les fils sont collés sur un talon en carton.

Dans la présente recherche, la déformation maximale qu'auront à subir les fils lors des tests est de 4 %. Lors des tests préliminaires il a été observé qu'avec un précyclage à 3 %

d'amplitude, la courbe contrainte déformation n'était pas stabilisée jusqu'à 4 %. En augmentant l'amplitude du cyclage, la variation des propriétés est plus importante. La Figure A.2 illustre la variation des paramètres avec le nombre de cycles et l'amplitude de précyclage. On peut observer qu'entre 4 % et 5 % d'amplitude de précyclage, il n'y a pas une grande différence dans les résultats. Afin de s'assurer de la stabilité de la courbe jusqu'à une amplitude de 4%, un cyclage à 4,5 % d'amplitude est choisi. Les courbes de la figure A.2 permettent également de voir qu'après 100 cycles, il y a une stabilisation satisfaisante des propriétés. Ces considérations conduisent donc au choix d'un programme de précyclage de 100 cycles à 4,5 % d'amplitude de déformation.

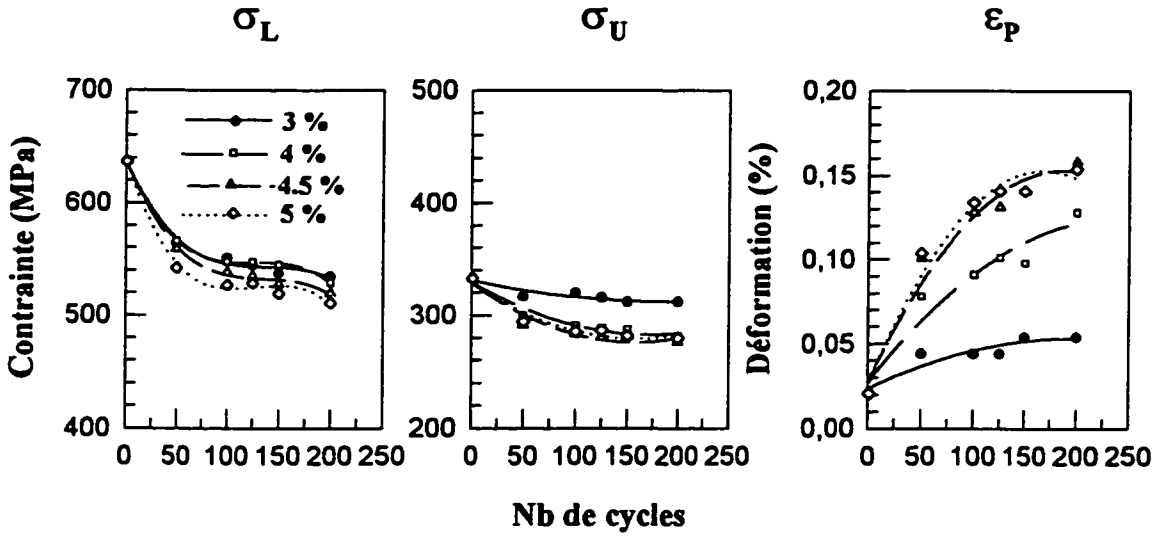


FIGURE A.2: Variation des contraintes du plateau supérieur et du plateau inférieur, σ_L et σ_U respectivement, et de la déformation permanente, ε_P avec le nombre de cycles à différentes amplitudes de précyclage.

A.3 ACQUISITION DES DONNÉES

Les tests sont effectués sur la MTS 810 du laboratoire de caractérisation du CRASP, à l'École Polytechnique. L'acquisition de données se fait à l'aide d'une carte Data Translation DT 2825. Elle permet de convertir un signal analogique en un signal numérique à une fréquence maximale de 40 kHz. Cette carte d'acquisition envoie également un signal provoquant le démarrage de la machine d'essai de manière à parfaitement synchroniser le début de l'essai avec l'acquisition de données.

Les programmes d'acquisition de données sont réalisés en utilisant le logiciel ASYST 3.0 conçu par ASYST Software Technologies Inc. Les signaux sont traités de façon à éliminer les bruits de fond du système électronique. Au total, 4 programmes ont été conçus pour réaliser les différents tests durant la thèse. Le format de ces programmes est semblable à celui utilisé par Pascal Hubert et certains détails peuvent être retrouvés dans sa thèse (Hubert P., 1991). Deux programmes servent pour l'acquisition lors de tests effectués à vitesse constante: NITI.PAF est conçu pour spécifiquement pour les tests faits sur les fils AMF lorsque la déformation est mesurée à partir du déplacement des mors, tandis que TENSION.PAF est utilisé pour de plus gros échantillons (polymère ou composite) lorsque la déformation est mesurée avec un extensiomètre. Deux autres programmes servent à mesurer les caractéristiques d'amortissement lors de sollicitations harmoniques: AMORT.PAF pour les fils lorsque la déformation est mesurée à partir du déplacement et DAMPING.PAF lorsque

l'extensiomètre peut être utilisé. Les grandes lignes du premier programme sont expliquées dans cette annexe.

Le programme est conçu pour faire l'acquisition lors d'un cycle de chargement-déchargement en tension à vitesse constante, lorsque la charge et le déplacement sont mesurés. Les paramètres d'entrées du programme sont:

- le temps d'acquisition total
- la surface ainsi que la longueur de l'échantillon
- la température et le % d'humidité
- les facteurs de conversion pour la charge et le déplacement
- le type de matériau.

En plus de faire l'acquisition et la transformation des forces et déplacement en contrainte et déformation, ce programme calcule directement certains paramètres nécessaires à l'étude. Ces paramètres sont:

- le module de Young, E
- la déformation maximale, ε_{max}
- la contrainte à la déformation maximale, σ_{max}
- la vitesse de déplacement, v
- les contraintes moyennes au plateau supérieur, σ_L, et au plateau inférieur, σ_U
- la déformation permanente à la fin du cycle, ε_P.

Les contraintes aux plateaux supérieur et inférieur sont mesurées à une déformation de 2 %, lorsque le plateau est stable. Pour les déformation maximales de 2 %, ces valeurs sont mesurées à 1,7 % de déformation pour le plateau supérieur, et 1,4 % pour le plateau inférieur. Tous ces paramètres sont enregistrés avec les données et peuvent également être imprimés. Il faut noter que les calculs sont effectués pour une longueur d'échantillon constante de 100 mm, telle qu'utilisée dans les tests sur les fils. Les contraintes pour débuter et finir la transformation austénitique, σ_{As} et σ_{Af} sont calculées par la suite à l'aide d'un autre logiciel à partir de la pente des courbes contrainte-déformation déterminée par dérivation numérique.

A.4 ANALYSE STATISTIQUE

A.4.1 Théorie

L'analyse statistique permet de déterminer si un facteur a un effet réel sur la réponse et si cet effet dépend d'autres facteurs. Pour cela, la variation de réponse résultant de la variation d'un des facteurs est comparée à la variation moyenne (ou erreur moyenne) des résultats. Les grandes lignes de cette théorie peuvent être illustrées avec un exemple. Pour simplifier les explications, un plan d'expérience à deux variables est choisi. Soit un plan d'expérience où la contrainte maximale est mesurée en fonction de la déformation maximale imposée ainsi que de la vitesse de déformation. La déformation et la vitesse sont donc les variables indépendantes, tandis que la contrainte maximale est la variable dépendante. Les tests sont

effectués à 3 niveaux de déformation maximale, 2, 3 et 4 % (n=3) et à 5 niveaux de vitesse, 1, 10, 100, 500 et 1000 mm/min (k=5). Un plan d'expérience complet comprendra toutes les combinaisons possibles de ces deux facteurs, soit 3x5 expériences. Afin d'augmenter la précision des résultats, les tests seront répétés 4 fois (m=4), pour un total final de 3x5x4 expériences. La combinaison de ces paramètres est illustrée à la Table A.1.

À l'intérieur de chacun des blocs, la différence entre les résultats est due à l'erreur normale de variabilité. C'est donc à partir de ces valeurs que sera déterminé l'écart type des données. Ces écarts sont qualifiés de résidus et la somme des carrés des résidus est donnée par:

$$S_e=\sum_{t=1}^{3}\sum_{i=1}^{5}\sum_{j=1}^{4}(y_{tij}-\bar{y}_{ti})^2 \qquad \text{(A.1)}$$

Le degré de liberté des résidus est donné par $nk(m-1)$.

Les effets principaux sont les effets dus à chacune des variables, indépendament des autres variables. Dans l'exemple utilisé, il y a deux variables, la déformation avec un degré de liberté $n-1 = 2$ et la vitesse avec un degré de liberté $k-1 = 4$. Les moyennes des carrés de ces variables sont données par:

$$S_v=mk\sum_{i=1}^{5}(\bar{y}_i-\bar{y})^2 \qquad \text{(A.2)}$$

$$S_\varepsilon=mn\sum_{t=1}^{3}(\bar{y}_t-\bar{y})^2$$

TABLE A.1: Combinaison des paramètres utilisés dans l'exemple d'analyse statistique

	Vitesse (mm/min)				
Déformation (%)	1	10	100	500	1000
2	σ_{111}	σ_{121}	σ_{131}	σ_{141}	σ_{151}
	σ_{112}	σ_{122}	σ_{132}	σ_{142}	σ_{152}
	σ_{113}	σ_{123}	σ_{133}	σ_{143}	σ_{153}
	σ_{114}	σ_{124}	σ_{134}	σ_{144}	σ_{154}
3	σ_{211}	σ_{221}	σ_{231}	σ_{241}	σ_{251}
	σ_{212}	σ_{222}	σ_{232}	σ_{242}	σ_{252}
	σ_{213}	σ_{223}	σ_{233}	σ_{243}	σ_{253}
	σ_{214}	σ_{224}	σ_{234}	σ_{244}	σ_{254}
4	σ_{311}	σ_{321}	σ_{331}	σ_{341}	σ_{351}
	σ_{312}	σ_{322}	σ_{332}	σ_{342}	σ_{352}
	σ_{313}	σ_{323}	σ_{333}	σ_{343}	σ_{353}
	σ_{314}	σ_{324}	σ_{334}	σ_{344}	σ_{354}

S'il n'y a aucune interaction entre les variables, la valeur de la réponse à un certain niveau de chacun des paramètres devrait pouvoir être prédite par la variation due à chacun des paramètres, c'est à dire:

$$\bar{y}_{ti}=\bar{y}+(\bar{y}_t-\bar{y})+(\bar{y}_i-\bar{y}) \tag{A.3}$$

Si le problème est non additif, c'est à dire si il y a interaction entre les variables, il faut inclure un nouveau terme, l'interaction, dont la somme des carrés est donnée par:

$$S_I = m\sum_{t=1}^{3}\sum_{i=1}^{5}(\bar{y}_{ti} - \bar{y}_t - \bar{y}i + \bar{y})^2 \qquad \text{(A.4)}$$

Le degré de liberté de ce terme est donné par *(n-1)(k-1)*.

Pour chacun de ces paramètres, la moyenne des carrés est donnée par la somme des carrés divisée par le degré de liberté. L'analyse des variances a pour but de déterminer si cette moyenne des carrés est plus grande que ce qui serait dû à la variation normale des résultats (Box et al., 1978). En partant de l'hypothèse que toutes les réponses sont dues à une variation normales des résultats, la moyenne des carrés de chaque facteur (effets principaux et interactions) est comparée à la moyenne des carrés des résidus, ce qui donne le ratio F. La probabilité p d'obtenir une telle variation est alors déterminée; si cette probabilité est plus faible que 0,05, il peut être déduit que l'effet est significatif. Il faut aussi noter que plus l'effet dû à un facteur est important, plus sa moyenne des carrés est élevé ce qui donnera un rapport F plus élevé.

A.4.2 Résultats de l'analyse statistique

Le logiciel Statgraphic a été utilisé pour toutes les analyses statistiques effectuées lors de cette recherche ainsi que pour la détermination des modèles empiriques. Afin de complèter les résultats présentés dans l'article du chapitre 2, les résultats des analyses de variances sont présentés ici.

TABLE A.2 : Résultats de l'ANOVA pour le module de Young E (d.l.: degré de liberté)

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Température	1135,66	1	1135,66	3956,13	0,0000
B:Déformation	0,62	2	0,31	1,07	0,3487
C:Taux de déformation	20,38	4	5,09	17,75	0,0000
INTERACTIONS					
AC	6,15	4	1,54	5,36	0,0006
RÉSIDUS	25,84	90	0,29		
TOTAL(CORRIGÉ)	1192,17	119			

TABLE A.3 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau supérieur σ_L

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne Des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Température	53551,88	1	53551,88	2063,44	0,0000
B:Déformation	396,80	2	198,40	7,65	0,0009
C:taux de déformation	37950,88	4	9487,72	365,57	0,0000
INTERACTIONS					
BC	965,62	8	120,70	4,65	0,0001
RESIDUS	2335,75	90	25,95		
TOTAL(CORRIGÉ)	95737,93	119			

TABLE A.4 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte du début de transformation austénitique σ_{As}

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Température	54357,63	1	54357,63	1242,15	0,0000
B:Déformation	3243,22	2	1621,61	37,06	0,0000
C:Taux de déformation	56155,22	4	14038,81	320,81	0,0000
INTERACTIONS					
AC	999,62	4	249,90	5,71	0,0004
RESIDUS	3938,50	90	43,76		
TOTAL(CORRIGÉ)	120191,47				

TABLE A.5 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte de fin de transformation austénitique σ_{Af}

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Température	12772,03	1	12772,03	267,91	0,0000
B:Déformation	3267,47	2	1633,73	34,27	0,0000
C:Taux de déformation	30391,55	4	7597,89	159,38	0,0000
INTERACTIONS					
AB	2190,07	2	1095,03	22,97	0,0000
BC	1765,20	8	220,65	4,63	0,0001
RESIDUS	4290,50	90	47,67		
TOTAL(CORRIGÉ)	55715,97	119			

ANNEXE B

COMPLÉMENT AU CHAPITRE 3

Cette annexe complète l'article "Superelasticity of NiTi shape memory alloy: strain rate, temperature and strain effects. Part II: thermal analysis" du chapitre 3.

B.1 SIMULATION

Le chapitre 3 traite de l'échauffement des fils dû aux réactions exo et endothermiques de transformation. Les fils étant trop petit pour que leur température puisse être mesurée, une étude du transfert de chaleur s'effectuant lors des sollicitations est effectuée. Toutes les simulations de l'échauffement thermique sont faites à l'aide du logiciel MATLAB. Les équations et hypothèses utilisées sont décrites dans l'article du chapitre 3.

Les trois processus contribuant au transfert de chaleur sont l'énergie générée E_g, l'énergie dissipée par convection E_{out} et l'énergie emmagasinée ΔE_{st} qui conduit à un échauffement de l'échantillon. Il y a deux sources de génération d'énergie: le frottement visqueux et la transformation de phase. Pour simplifier la modélisation, il est supposé que la génération d'énergie due au frottement visqueux est similaire à celle générée par la transformation, c'est à dire que les deux processus débutent au début de la transformation et se terminent lorsque la transformation est complétée. Comme mentionné dans l'article, l'énergie générée par le

frottement est beaucoup moins importante que celle générée par la transformation, donc un modèle simplifié de sa génération peut être employé sans que cela n'affecte les résultats de façon significative. Le processus de génération de chaleur étant fortement dépendant de la déformation, le programme est séparé en quatre étapes:

Tsup de ε_{Ms} à ε_{max}:	génération exothermique de chaleur due à la transformation martensitique, génération de chaleur due au frottement visqueux et dissipation par convection
Tél de ε_{max} à ε_{As}:	dissipation par convection
Tinf de ε_{As} à ε_{Af}:	absorption de chaleur due à la réaction endothermique lors de la transformation austénitique, génération de chaleur due au frottement visqueux et dissipation par convection
Tfin de ε_{Af} à 0:	dissipation par convection.

L'énergie totale générée par la transformation martensitique est égale à 25.000 J/kg. Pour les fils testés, les tests ont permis d'établir que la transformation débutait à ε_{Ms} = 1% et était complétée à ε_{Mf} = 6,3 %, qui est donc la déformation à laquelle toute l'énergie de transformation aura été générée. Trois modèles de génération d'énergie $\Delta f(\varepsilon)$ ont été considérés:

- Le premier modèle se base sur la courbe de génération d'énergie en fonction de la

température illustrée à la Figure 3.3. On fait l'hypothèse que la génération d'énergie en fonction de la déformation est similaire. Cette courbe ayant l'allure d'un cosinus, l'énergie totale générée en fonction de la déformation est donnée par l'intégrale de la courbe, soit un sinus. La valeur de ce sinus est égale à 0 pour $\varepsilon = \varepsilon_{Ms}$ et à l'énergie totale générée pour $\varepsilon = \varepsilon_{Mf}$. Ce modèle donne des températures maximales légèrement plus élevées et une augmentation de chaleur un peu plus graduelle que le modèle présenté dans l'article, mais les différences ne sont pas très importantes.

- Les deux autres modèles se basent sur le fait que lors d'une transformation de phase par augmentation de contrainte, le processus de transformation est différent de celui observé lors d'une transformation par variation de température. En effet lorsque la déformation augmente, la transformation est initiée en certains points et se propage à travers l'échantillon. L'énergie générée est alors proportionnelle au volume de l'alliage subissant une transformation de phase. Le deuxième modèle utilisé pour $\Delta f(\varepsilon)$ suppose donc qu'il y a un volume constant transformé pour chaque incrément de déformation et que l'énergie est générée à un taux constant entre $\varepsilon = \varepsilon_{Ms}$ et $\varepsilon = \varepsilon_{Mf}$.

- Le troisième modèle est une amélioration du deuxième modèle. En effet, si le processus de déformation est examiné plus en détail, on sait qu'il n'y a pas de changement brusque d'une déformation élastique avant $\varepsilon = \varepsilon_{Ms}$ à une déformation totalement due à la transformation de phase par la suite. Plutôt, on a un changement graduel d'un mode de déformation à l'autre

et une zone où ces deux modes de déformation coexistent. C'est ce qui produit le changement graduel de la courbe élastique jusqu'au plateau dans la courbe contrainte déformation. Pour le modèle final, on suppose donc que cette transition se produit dans un intervalle de déformation de 0,5 % durant lequel l'énergie générée augmente linéairement. Le taux d'énergie générée est ensuite constant jusqu'à $\varepsilon = \varepsilon_{Mf}$ - 0,5% pour finalement diminuer jusqu'à 0. C'est ce modèle qui a finalement été adopté car c'est celui qui représente le mieux les phénomènes en jeu.

Les variables d'entrées de la routine utilisée pour la simulation sont:

- emax: le déformation maximale
- Ta: la température ambiante
- v: le taux de déformation.

Les différentes parties du programme sont:

CALCUL DE LA CHALEUR GÉNÉRÉE LORS DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE

TSUP.M

```
e1=1.0:0.01:emax;
n=(length(e1)-1);
delT1=zeros(1,n+1);
T1=zeros(1,n+1);
T1(1)=Ta;
for i=1:n
```

```
        if e1(i)<1.5
                delT1(i)=(((12.78e-2*e1(i))-12.78e-2)-(((2.6e-5)/v)*(T1(i)-Ta)^1.33));
        end
        if e1(i)>1.5
                delT1(i)=((6.39e-2)-(((2.6e-5)/v)*(T1(i)-Ta)^1.33));
        end
        T1(i+1)=T1(i)+delT1(i);
        if T1(i+1)<Ta
                T1(i+1)=Ta;
        end
end
```

CALCUL DE LA CHALEUR DISSIPÉE LORS DU RETOUR ÉLASTIQUE EN PHASE MARTENSITE

TEL.M

```
ems=emax-0.5;
Tb=T1(n+1);
e2=emax:-0.01:ems;
m=(length(e2)-1);
delT2=zeros(1,m+1);
T2=zeros(1,m+1);
T2(1)=Tb;
for j=1:m
        delT2(j)=((5*(5.2e-6)/v)*(T2(j)-Ta)^1.33);
        T2(j+1)=T2(j)-delT2(j);
        if T2(j+1)<Ta
                T2(j+1)=Ta;
        end
end
```

CALCUL DE L'ABSORBTION DE CHALEUR LORS DE LA TRANSFORMATION AUSTÉNITIQUE

TINF.M

```
Tc=T2(m+1);
e3=ems:-0.01:0.5;
```

```
p=(length(e3)-1);
x=zeros(1,p+1);
T3=zeros(1,p+1);
T3(1)=Tc;
for k=1:p
        if T3(k)>Ta
                x(k)=((-5*(5.2e-6)/v)*(T3(k)-Ta)^1.33);
        end
        if T3(k)<Ta
                x(k)=((5*(5.2e-6)/v)*(Ta-T3(k))^1.33);
        end
        if e3(k)>1
                b=6.17e-2;
        end
        if e3(k)<1
                b=(12.34e-2)*(e3(k)-0.5);
        end
        T3(k+1)=T3(k)-b+x(k);
        if T3(k)>Ta
                if T3(k+1)<Ta
                        T3(k+1)=Ta;
                end
        end
        if T3(k)<Ta
                if T3(k+1)>Ta
                        T3(k+1)=Ta;
                end
        end
end
```

CALCUL DE L'ÉNERGIE DISSIPÉE LORS DU RETOUR ÉLASTIQUE EN PHASE AUSTÉNITIQUE

TFIN.M

```
Td=T3(k+1);
e4=0.5:-0.01:0.0;
q=(length(e4)-1);
delT4=zeros(1,q+1);
T4=zeros(1,q+1);
T4(1)=Td;
```

```
for l=1:q
        if T4(l)>Ta
                T4(l)=Ta;
        end
        delT4(l)=(5*(5.2e-6)/v)*((Ta-T4(l))^1.33);
        T4(l+1)=T4(l)+delT4(l);
        if T4(l+1)>Ta
                T4(l+1)=Ta;
        end
end
```

COMBINAISON DES 4 PARTIES DU PROGRAMME ET TRAÇAGE DE LA COURBE

EFFETT.M

```
tsup
tel
tinf
tfin
e0=0.0:0.01:1.0;
z=length(e0);
T0=zeros(1,z);
for u=1:z
        T0(u)=Ta;
end
e=[e0 e1 e2 e3 e4];
T=[T0 T1 T2 T3 T4];
plot(e,T)
title('Effet T  ')
xlabel('deformation %')
ylabel('Temperature  C')
axis([0 5 15 75])
```

Les courbes de températures à différentes vitesses pour une déformation maximale de 4% ont été présentées au chapitre 3. Les courbes pour des déformations maximales de 2 et 3 % sont présentées à la Figure B.1.

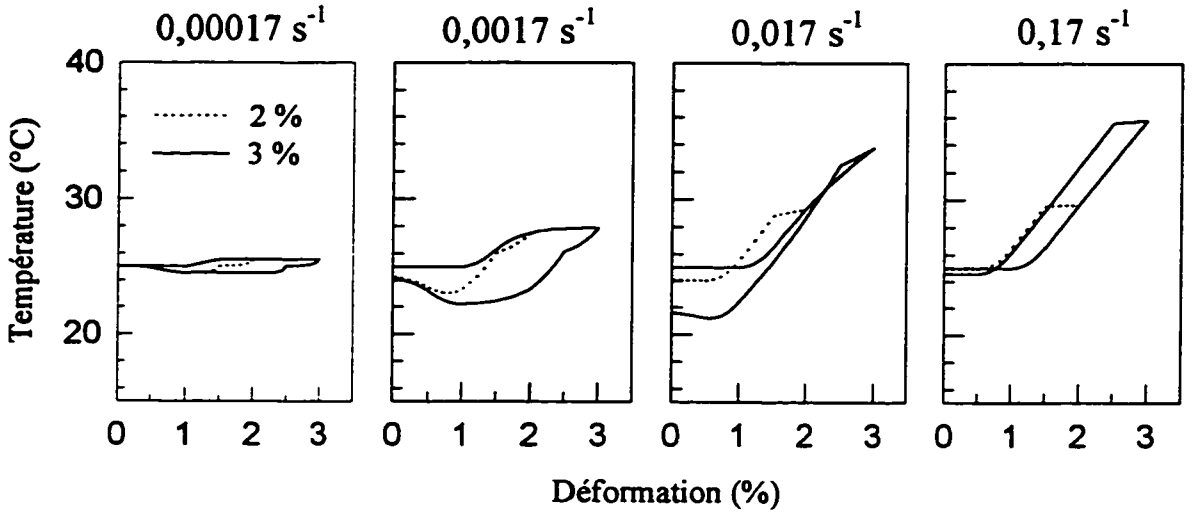


FIGURE B.1: Variation de la température en fonction de la déformation pour des déformations maximales de 2 et 3 % tel que prédit par les simulations.

ANNEXE C

COMPLÉMENT AU CHAPITRE 4

Cette annexe est un complément à l'article "Damping behaviour of shape memory alloys: strain amplitude, frequency and temperature effects" du chapitre 4.

C.1 DÉFINITION DU FACTEUR D'AMORTISSEMENT

C.1.1 Théorie générale

Tel que mentionné au chapitre 1, il existe différentes façons de mesurer l'amortissement d'un matériau, telles que le décrément logarithmique, le déphasage entre la sollicitation et la réponse ou la largeur des bandes de fréquences aux amplitudes de demi-puissance. Cependant la majorité de ces méthodes s'applique à des matériaux ayant un comportement linéaire. Pour des matériaux non linéaires, les méthodes se basant sur l'énergie dissipée sont la seule façon de déterminer correctement leur amortissement (ASA STD 6-1976). Dans ce cas, le facteur de perte est défini par:

$$\eta = \Delta W / 2\pi U \tag{c.1}$$

ΔW est l'énergie dissipée par cycle. Cette énergie est égale à la surface du cycle contrainte-déformation. La définition de U est plus ambiguë. Elle représente selon les auteurs (Lazan, 1959; Plunkett, 1959; Ross et al., 1959) l'énergie potentielle maximale, l'énergie totale ou

encore l'énergie de déformation au maximum de déformation ou de contrainte. Pour les matériaux linéaires, la définition la plus couramment utilisée est:

$$U = \frac{1}{2}\sigma_0\varepsilon_0 \qquad \text{(c.2)}$$

où ε_0 est l'amplitude maximale de déformation et σ_0 la contrainte correspondante dans un cycle tension-compression contrôlé en déformation. U représente dans ce cas l'énergie potentielle maximale. En effet, lorsque la déformation est nulle, l'énergie cinétique est maximale et l'énergie potentielle est nulle. Au maximum de déformation, l'énergie cinétique est nulle et l'énergie potentielle maximale. Il y a donc deux points d'énergie potentielle maximale dans un cycle complet, soit à $+\varepsilon_0$ et $-\varepsilon_0$. Lorsque l'énergie potentielle maximale est utilisée pour la définition de U dans le calcul du facteur de perte, η peut être comparé aux facteurs de perte mesurés par d'autres méthodes tel que montré au chapitre 1. Cependant, si une autre définition est choisie pour U, le facteur d'amortissement ainsi défini ne peut être comparé aux autres.

Il reste cependant deux points litigieux dans le calcul de l'énergie potentielle maximale. Le premier de ces points est la définition de l'énergie potentielle pour un matériau non-linéaire ou ayant un fort amortissement. Ungar et Kerwin (1962) ont abordé le problème de la définition de U. Ils ont fait remarquer que l'énergie potentielle telle que définie par l'équation C.2 était exacte seulement pour des matériaux linéaires légèrement amortis. Si l'amortissement est important, la mesure de l'énergie potentielle dans un cycle contrôlé en déformation où ε_0 est l'amplitude maximale de déformation et σ_0 la contrainte correspondante

sera différente de l'énergie mesurée dans un cycle contrôlé en contrainte où σ_0 est l'amplitude maximale de la contrainte et ε_0 la déformation correspondante tel qu'illustré à la Figure C.1.

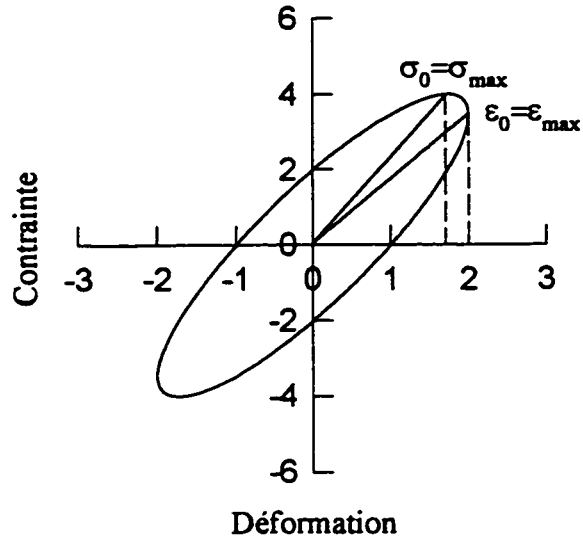


FIGURE C.1: Mesure de l'énergie potentielle à partir de l'équation $U=\frac{1}{2}\varepsilon_0\sigma_0$. Différence de la mesure lorsque le cycle est fait à contrainte contrôlée et $\sigma_0=\sigma_{max}$ ou à déformation contrôlée avec $\varepsilon_0=\varepsilon_{max}$.

Si, de plus, le comportement du matériau est non linéaire, la définition de U devient encore plus difficile. L'idée avancée par Ungar et Edward (1959) est de calculer l'énergie potentielle pour un matériau équivalent à celui étudié, mais n'ayant aucun amortissement. Formulé de façon générale, l'énergie potentielle peut être définie en partant de l'énergie de déformation pour passer d'un point 1 où l'énergie cinétique est maximale à un point 2 où cette énergie est nulle, soit:

$$W_{1\text{-}2}=T_2-T_1 \tag{C.3}$$

de laquelle on déduit l'énergie dissipée entre les deux points $\Delta W_{1\text{-}2}$ pour obtenir:

$$U=W_{1\text{-}2}-\Delta W_{1\text{-}2} \tag{C.4}$$

Cette définition est générale et s'applique aussi bien aux matériaux linéaires que non-linéaires ainsi qu'à ceux qui sont fortement amortis.

Le deuxième point litigieux est la définition de l'énergie potentielle pour un cycle en tension seulement. La Figure C.2 illustre une courbe contrainte-déformation d'un matériau linéaire en tension-compression (a) et en tension seulement (b). Dans le premier cas, l'énergie potentielle est donnée par l'aire du triangle hachuré, tel que défini par l'équation C.2. Si la même définition est utilisée pour le deuxième cas, le facteur de perte ainsi défini sera 4 fois plus faible que celui mesuré en tension-compression. Il y a donc contradiction puisque, η étant considéré comme une caractéristique du matériel, sa valeur devrait être constante et indépendante de la méthode de mesure. Il faut remarquer que dans le deuxième cas l'énergie potentielle est calculée entre deux points où l'énergie cinétique est nulle ce qui ne correspond pas à la définition de l'énergie potentielle maximale. Pour que le facteur d'amortissement mesuré soit uniforme et indépendant de la sollicitation, il faut donc avoir une définition constante et pour les sollicitations en tension seulement mesurer l'énergie potentielle entre un

point où l'énergie cinétique est nulle (à $\varepsilon=0$ ou $\varepsilon=\varepsilon_{max}$) et un point où cette énergie est maximale (à $\varepsilon=\varepsilon_{max}/2$). L'énergie potentielle ainsi définie sera alors égale au quart de l'énergie représentée par l'aire hachurée de la figure C.2 b, et le facteur d'amortissement sera le même que celui mesuré dans un cycle en tension-compression.

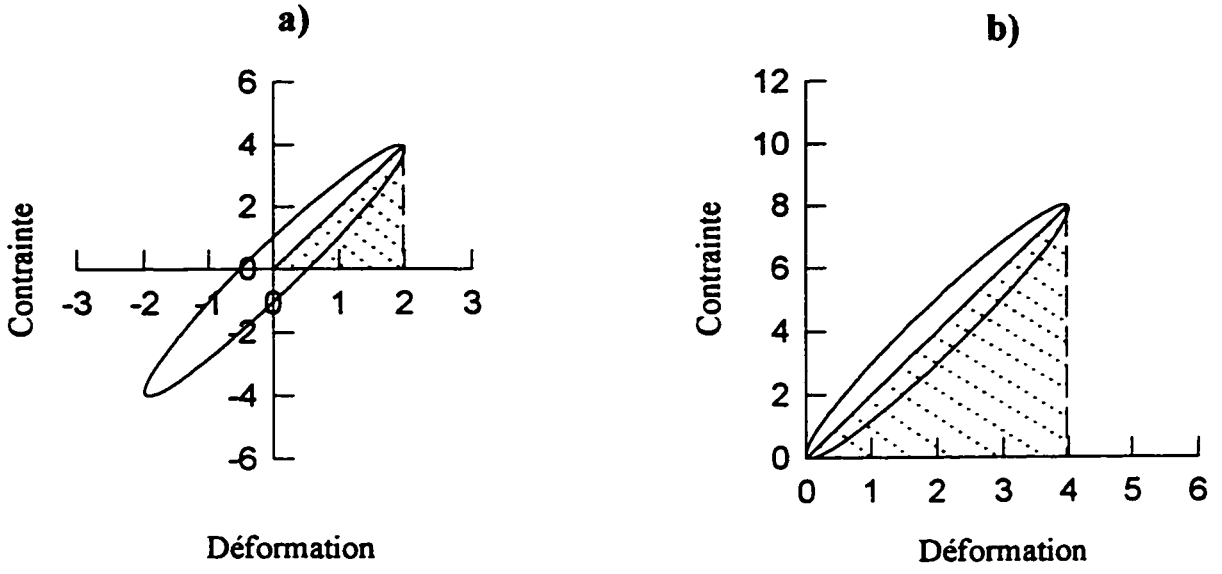


FIGURE C.2: Énergie potentielle définie à partir du maximum de déformation dans le cas d'une sollcitation tension-compression (a) et tension seulement (b).

C.1.2 Application aux AMF

Les fils NiTi ont un comportement non-linéaire et sont testés en tension. L'énergie potentielle est calculée selon l'équation C.4. La courbe illustrée à la figure 4.2, en haut à droite, et qui se situe entre le plateau supérieur et le plateau inférieur représente en effet le comportement

d'un alliage à mémoire de forme qui n'aurait aucun amortissement. Cependant, il ne peut être question ici de considérer l'énergie potentielle comme étant égale au quart de cette énergie car le comportement entre $\varepsilon=0$ et $\varepsilon=\varepsilon_{max}/2$ est très différent de celui entre $\varepsilon=\varepsilon_{max}/2$ et $\varepsilon=\varepsilon_{max}$, ce qui donnerait deux valeurs très différentes du facteur d'amortissement. Puisque les vibrations sont généralement en flexion ce qui produit de la tension et de la compression, et afin d'obtenir un facteur d'amortissement représentatif, il a donc été choisi pour les AMF de définir le facteur d'amortissement à partir du cas équivalent en tension-compression en multipliant par deux l'énergie dissipée tel qu'expliqué au chapitre 4.

C.2 ACQUISITION DE DONNÉES

Le programme d'acquisition est semblable à celui utilisé pour les tests à vitesse constante. Un seul cycle est enregistré avec 1000 acquisitions de données par cycle. L'énergie dissipée et le facteur d'amortissement sont calculés directement. Pour calculer l'énergie en tous points, la dérivée de la déformation est tout d'abord trouvée en dérivant un polynôme d'ordre 2 interpolé à travers les points consécutifs. Ces valeurs sont ensuite multipliées par la contrainte et le tout est intégré par la méthode de Simpson. L'intégrale jusqu'à ε_{max} donne l'énergie au maximum de déformation. L'énergie dissipée est obtenue en soustrayant de cette valeur l'intégrale de ε_{max} à 0 lors de la décharge. L'énergie potentielle telle que définie pour les AMF peut ensuite être calculée afin de déterminer le facteur d'amortissement.

C.3 SIMULATION THERMIQUE

Le programme de simulation thermique est semblable à celui qui a été utilisé pour les tests à vitesse constante. La seule différence est que l'incrément est fait pour un intervalle de temps constant défini par:

$$\Delta t = 1/(500*f) \tag{C.5}$$

et la déformation est définie par:

$$\varepsilon = \varepsilon_{max}/2*\sin(2\pi ft-\pi/2) + \varepsilon_{max}/2 \tag{C.6}$$

La Figure C.3 montre les courbes de températures obtenues par simulation pour une amplitude de déformation de 3% à différentes fréquences, les autres courbes étant données au chapitre 4. Le Tableau C.1 donne les températures obtenues dans les différentes simulations pour le maximum de déformation, ε_{max}, et les déformations au début et à la fin de la transformation austénitique, ε_{As} et ε_{Af} respectivement. Il faut noter qu'en sollicitation harmonique, le maximum de température ne survient pas toujours au maximum de déformation puisqu'il dépend principalement de la vitesse. Sur la Figure C.3, les températures maximales et minimales atteintes sont indiquées.

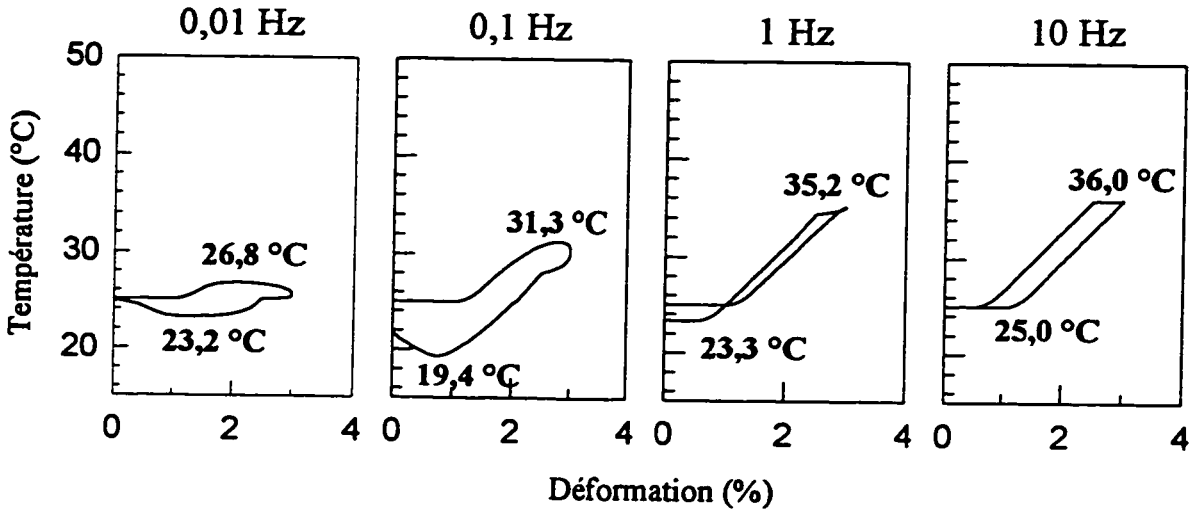


FIGURE C.3: Variation de la température en fonction de la déformation à différentes fréquences pour une amplitude de vibration en déformation de 3 % et une température ambiante, tel qu'obtenu par simulation.

C.4 FAST FOURIER TRANSFORM DES SIGNAUX

Les coefficients de la série de Fourier donnée par l'équation 4.8 sont donnés par les équations:

$$Y_{iR}=\frac{2}{\tau}\int_{-\tau/2}^{\tau/2} x(t)\cos(\omega_i t)dt \qquad \text{(C.7)}$$

et

$$Y_{il}=\frac{2}{\tau}\int_{-\tau/2}^{\tau/2} x(t)\sin(\omega_i t)dt$$

TABLE C.1: Températures obtenues par simulation en fonction de l'amplitude de déformation et de la fréquence pour une température ambiante de 25 °C.

f (Hz)	ε_{max} (%)	T° at ε_{max} (°C)	T° at ε_{As} (°C)	T° at ε_{Af} (°C)
0,01	2	25,4	25,0	24,4
	3	25,5	25,0	24,2
	4	25,6	25,1	23,9
0,1	2	27,9	26,7	22,6
	3	30,3	28,0	19,8
	4	32,1	29,2	17,3
1	2	29,5	29,2	24,5
	3	35,2	34,5	23,3
	4	40,6	39,6	21,9
10	2	29,7	29,7	25,0
	3	36,0	35,9	25,0
	4	42,3	42,2	25,0

Ces coefficients ont été déterminés par une Fast Fourier Transform en utilisant le logiciel MATLAB. Ce logiciel calcule des coefficients donnés par:

$$X(k)=\sum_{j=1}^{N} x(j)\omega_N^{(j-1)(k-1)}$$
$$où$$
$$\omega_N=e^{-2\pi i/N}=\cos(\frac{2\pi}{N})-i\sin(\frac{2\pi}{N}) \qquad \text{(C.8)}$$

où N est le nombre de points, c'est à dire 1000 dans le cas présent. Les coefficients ainsi déterminés sont de formes complexes et non normalisés. Le lien entre les coefficients de l'équation C.7 et ceux de l'équation C.8 est donné par:

$$Y_0=X(1)/N$$
$$Y_{iR}=2*\Re(X(i+1))/N \qquad \text{(C.9)}$$
$$Y_{iI}=-2*\Im(X(i+1))/N$$

où pour Y_{iR}, la partie réelle des coefficients de l'équation C.8 est prise tandis que la partie imaginaire est utilisée pour les coefficients Y_{iI}.

La routine qui permet de déterminer les coefficients de Fourier pour les contraintes dans tous les tests effectués est donnée par:

RÉCUPÉRATION DU FICHIER DE DONNÉES

```
fid=fopen(input('fichier='));
[A,count]=fscanf(fid,'%g');
fclose(fid);
```

DÉTERMINATION DES COEFFICIENTS ET GÉNÉRATION D'UN VECTEUR DE TEMPS

```
X=fft(A)/500;
t=0:0.001/freq:(1-0.001)/freq;
```

TRAÇAGE DE LA COURBE DE CONTRAINTE EN FONCTION DU TEMPS - DONNÉES ET RÉSULTATS D'UNE SÉRIE DE FOURIER À TROIS COEFFICIENTS

```
plot(t,A)
axis([0.0 1/freq 0.0 400.0])
xlabel('time(s)')
ylabel('stress(MPa)')
title('Fourier approximation')
hold on
x=X(1)/2 + real(X(2))*cos(2*pi*freq*t)- imag(X(2))*sin(2*pi*freq*t) +
real(X(3))*cos(4*pi*freq*t) - imag(X(3))*sin(4*pi*freq*t) +
real(X(4))*cos(6*pi*freq*t) - imag(X(4))*sin(6*pi*freq*t);
plot(t,x,'--r')
hold off
```

Les courbes obtenues avec une expansion en série de Fourier à trois harmoniquess ont été données au chapitre 4 pour des tests effectués à 4% d'amplitude et 25 °C. Les figures C.4 et C.5 illustrent les résultats obtenus pour des tests à 2 et 3% d'amplitude et 25 °C. Ces résultats ne sont pas des valeurs moyennes à ces amplitudes, mais sont obtenus pour un test spécifique, les résultats étant semblable pour tous les tests.

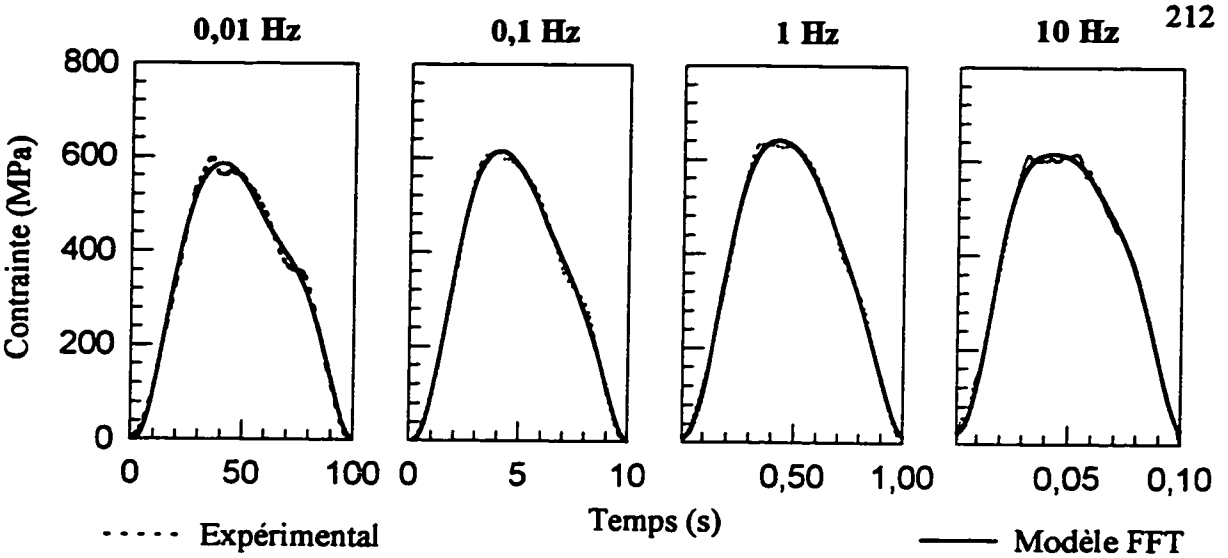


FIGURE C.4: Simulation par une série de Fourier à trois harmoniques des résultats contrainte-temps à 25 °C et 2% d'amplitude.

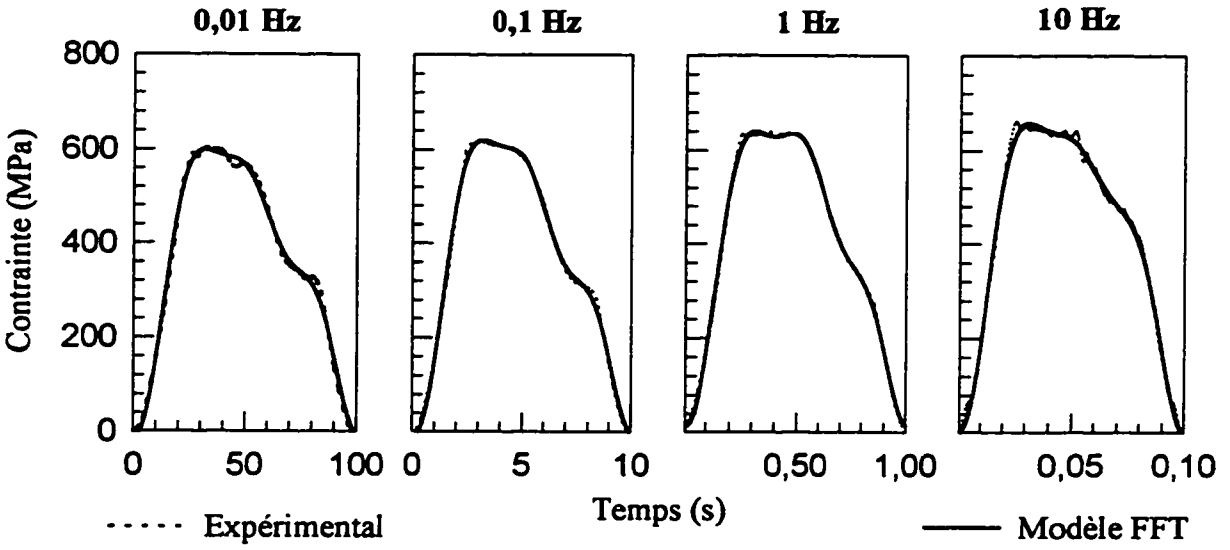


FIGURE C.5: Simulation par une série de Fourier à trois harmoniques des résultats contrainte-temps à 25 °C et 3% d'amplitude.

ANNEXE D

COMPLÉMENT AU CHAPITRE 5

Cette annexe est un complément à l'article "Tensile behaviour of shape memory alloy reinforced composites" du chapitre 5. La méthode de mise en forme des échantillons a été décrite brièvement dans le chapitre 5. Certains détails ont été omis afin de ne pas alourdir l'article. Après de nombreux essais en laboratoire, une méthodologie de moulage permettant d'obtenir des échantillons de bonne qualité a été développée. Les instructions de la première partie de l'annexe s'appliquent au moulage des échantillons de Polyuréthanne, de AMF/PU et de NiTi/verre/PU ainsi qu'à la préparation du "tissu" de fibres NiTi. La deuxième partie de l'annexe regroupe les résultats, tables ANOVA et courbes, qui n'ont pas été inclus dans l'article, mais qui le complète.

D.1 MISE EN FORME DES ÉCHANTILLONS

D.1.1 Moulage du PU

La résine choisie, après de nombreux essais, est du Polyuréthanne de Ciba, le RP 6444, qui est un élastomère. Cette résine peut subir de grande déformations à haute vitesse, et ce sans déformation permanente. De plus, elle polymérise à température ambiante, ce qui évite d'avoir à soumettre l'alliage à mémoire de forme à un chauffage qui pourrait affecter ses propriétés.

Elle est de couleur légèrement ambrée; les fibres NiTi étant noires sont donc bien visibles dans les composites.

Le PU 6444 a deux composantes, la résine et le durcisseur, qui doivent être mélangées selon un ratio 100R : 60D en volume. Le mélange à une viscosité de 2500 cP et un temps de gel normal d'environ 30 minutes. Il est conseillé d'attendre 24 heures avant de démouler les échantillons. La polymérisation est totalement complétée au bout de 7 jours. Les propriétés obtenues au bout de cette période, telles que mesurées par le fournisseur sont:

Dureté (shore D)	60 ± 5
Contrainte ultime en tension (Mpa)	23,46
Déformation ultime (%)	325

Après plusieurs essais de moulage, il a été observé que cette résine contenait un diluant volatil ayant un température d'ébullition autour de 40 à 50 °C. Lors l'augmentation de température due à la réaction exothermique de polymérisation, il y avait donc ébullition et production de bulles d'air. Cette réaction conduit à la production d'échantillons ayant une structure mousseuse, ce qui est indésirable pour l'utilisation projetée. La mise sous vide ne fait qu'accélérer cette réaction en abaissant le point d'ébullition du diluant et la viscosité augmente trop rapidement pour que les bulles d'air puissent être évacuées de cette façon. Le problème peut cependant être éliminé en chauffant la résine à environ 110 °C pendant ½ heure, ou jusqu'à la disparition des bulles d'air et donc évaporation du diluant. La résine doit être ensuite versée doucement dans le durcisseur en utilisant une tige pour la verser afin

d'éviter l'introduction de bulles d'air. Les deux composantes sont mélangées délicatement et complètement avant d'être versées dans les moules. La température plus élevée de la résine accélère la réaction de polymérisation et diminue le temps de travail disponible, mais les éprouvettes ainsi produites contenait très peu de bulles d'air.

Les moules de la presse à injection ont été utilisés. Quatre moules étaient disponibles. Ces moules doivent être enduits de cire avant le moulage. Les échantillons peuvent être démoulés au bout de 3 à 4 heures s'ils sont manipulés délicatement et déposés directement sur une surface plane à leur sortie du moule. Une période de repos d'une semaine est nécessaire avant de pouvoir les tester ou les découper dans le cas des échantillons composites.

D.1.2 Préparation des tissus NiTi

Le NiTi était fourni en bobine de 400 m de fil. Afin de produire des échantillons uniformes, un montage d'enroulement a été conçu. Le schéma de la Figure 5.2 est repris à la Figure D.1 avec plus de détails. La Figure D.2 est une photo du montage. Les fils sont amenés à une première plaque de guidage percée de 2 rangées de trous, puis à travers un trou d'alignement qui ramène tous les fils à la même hauteur. Un bloc de mousse est placé dans ce trou afin d'assurer une tension constante et régulière sur les fils. Les fils passent ensuite à travers un peigne (Figure D.3) qui peut pivoter autour de sa base afin d'obtenir la largeur de faisceau désirée à la sortie. Deux systèmes de réglage, un pour les grands déplacements et un plus fin,

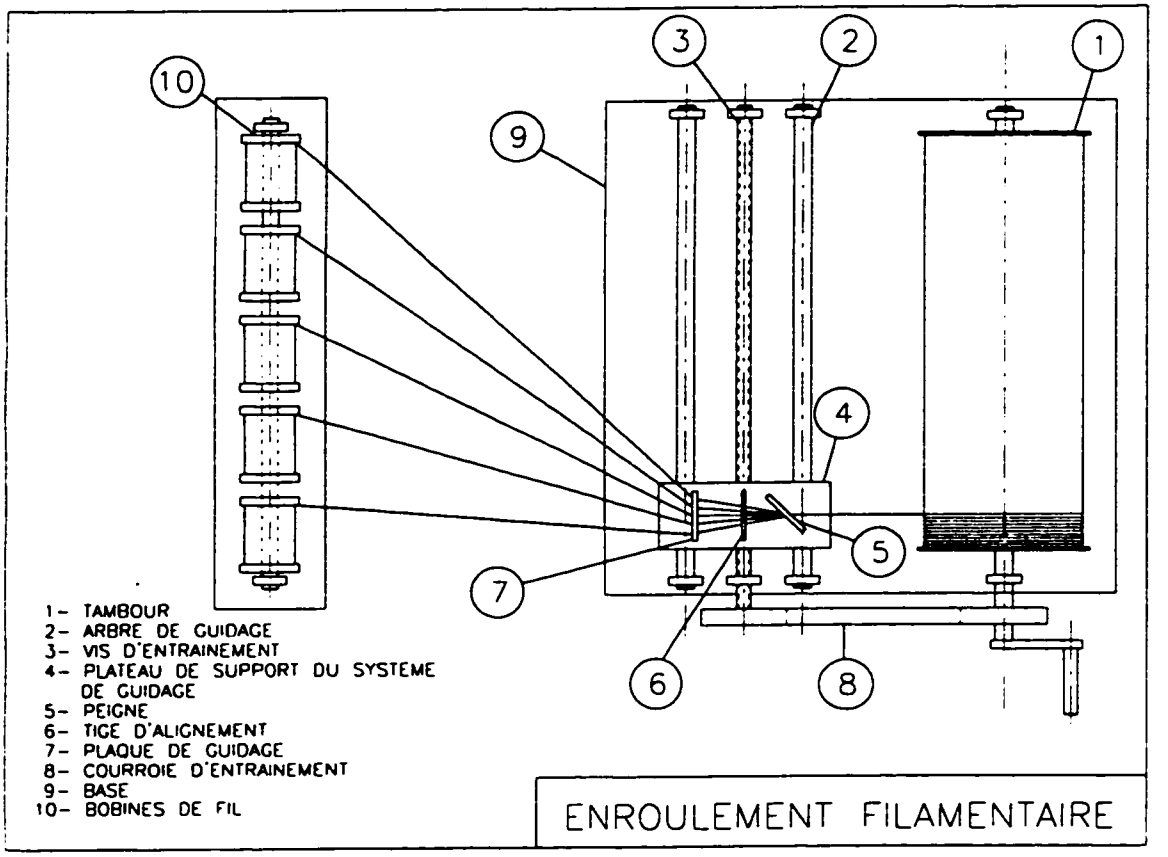


FIGURE D.1: Schéma du montage pour l'élaboration des tissus

permettent de contrôler la rotation du peigne. L'ensemble de guidage est fixé sur un plateau qui se déplace au taux de 1 mm/tour du tambour (Figure D.4). Le faisceau de fil est collé sur le tambour, à l'aide d'un papier collant. Il faut veiller à ce que ce faisceau soit bien aligné avec le système et une équerre peut-être utilisée à cette fin. Le tambour a un diamètre de 18,4 cm, donc une circonférence de 57,8 cm, ce qui donne deux tissus d'un peu plus de 25 cm (28) de

longueur. Les fils sont enroulés sur le tambour en tournant la manivelle. Après quelques tours, l'alignement des fils, ainsi que la largeur du faisceau doivent être vérifiés et corrigés au besoin. Une loupe millimétrique permet de mesurer exactement la largeur du faisceau qui doit être légèrement inférieure à 1 mm.

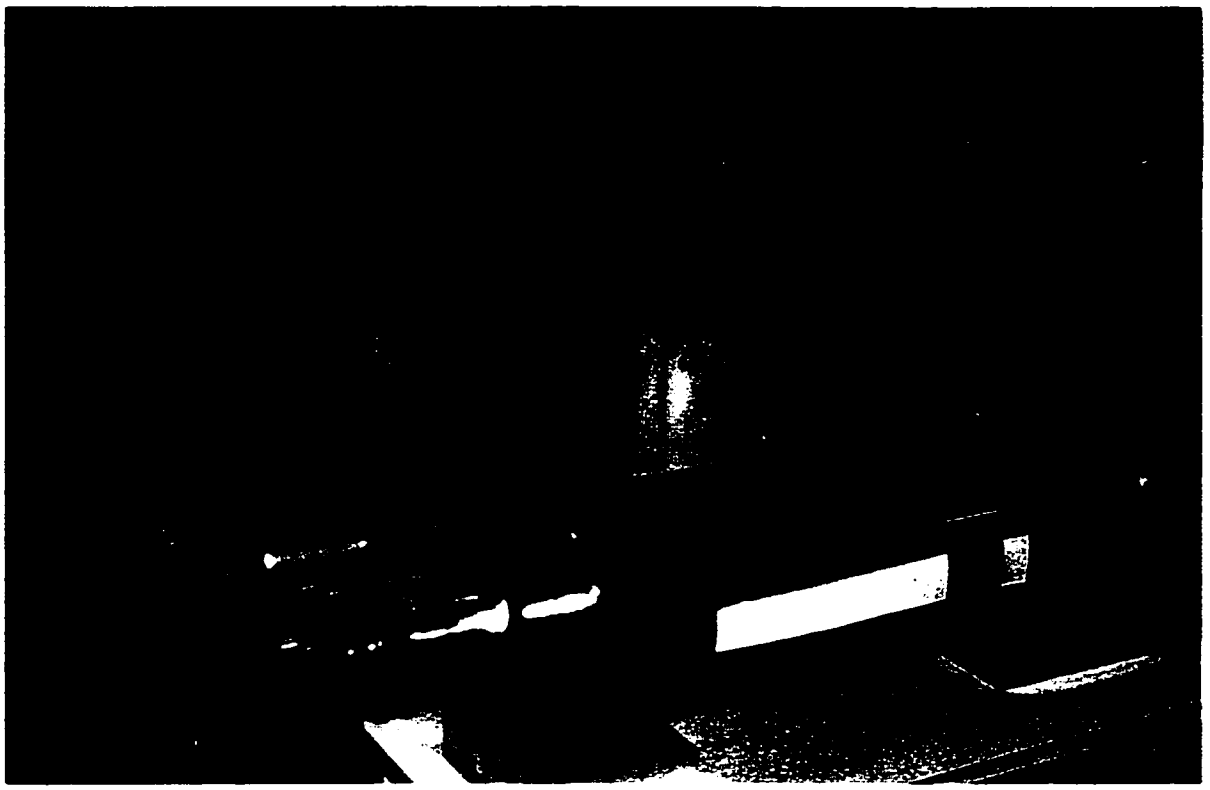


FIGURE D.2: Photo du montage d'enroulement

Les fils sont enroulés jusqu'à l'obtention de la largeur désirée. Le moule était conçu pour 6 échantillons, donc une largeur de 6 x 1,5 cm, soit 9 cm était nécessaire pour un moulage. Le

tambour a une longueur de 60 cm qui laisse l'opportunité de fabriquer de plus large "tissus", et donc entre autres de préparer les tissus pour plusieurs moulages à la fois. Dans le cadre de cette recherche, des tissus d'une largeur d'environ 20 cm étaient fabriqués. Le système est également prévu pour pouvoir être alimenté par 20 fils, même si dans cette recherche, un maximum de 6 fils/mm a été utilisé. La quantité de fils qui alimente le système permet de contrôler la densité du tissu. Cette densité peut même être variée au cours d'un enroulement, en arrêtant l'alimentation de certains fils. La Figure D.5 montre un tissu ou la densité passe de 6 fils/mm à 4 fils/mm, pour finir à 2 fils/mm. L'alignement obtenu avec ce système est très bon.

Lorsque la longueur de fil désirée est enroulée, il faut maintenir tous ces fils ensemble. Une résine époxy, polymérisant à température de la pièce est utilisée à cette fin. Un film de plastique doit, avant l'enroulement, être appliqué sur le tambour afin d'éviter que l'époxy n'y colle. Une bande d'environ 1 cm de largeur de résine est appliquée à l'aide d'une tige sur toute la largeur du tissu. La résine est appliquée de chaque côté de la fente prévue dans le tambour afin de faciliter le découpage des fils après leur assemblage (Figure D.6). Une pièce de bois, de même longueur que le tambour, et qui en épouse la forme, est placée par dessus un film de plastique sur la partie collée. Cette pièce en bois est maintenue en place à l'aide d'attaches élastiques et assure l'obtention d'un film mince uniforme de colle. Au bout de 12 à 24 heures, les fils peuvent être découpés entre les 2 bandes d'époxy, et enlevé du tambour.

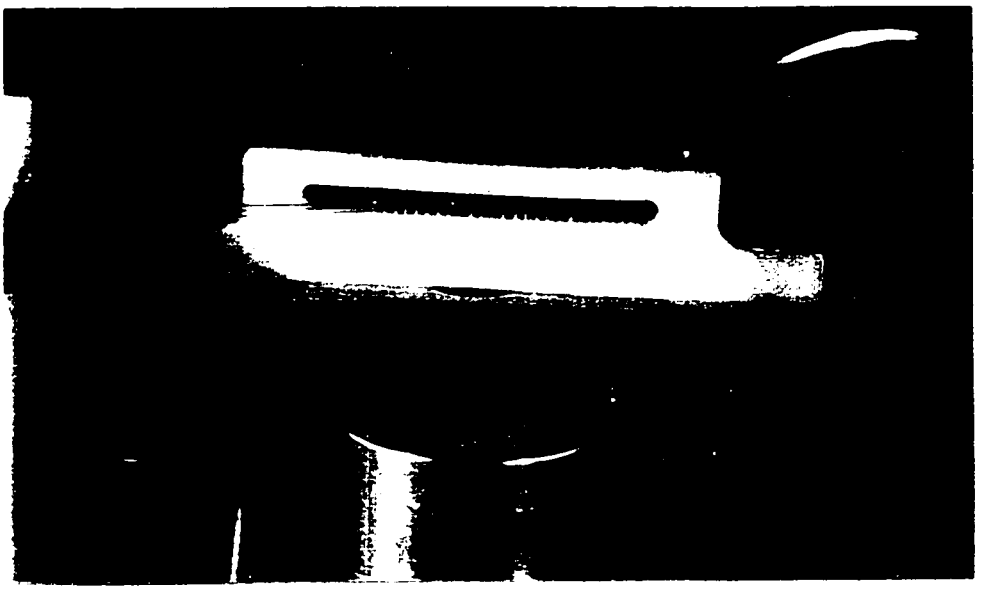


FIGURE D.3: Peigne utilisé pour guider les fils et produire un faisceau de largeur désirée

FIGURE D.4: Ensemble de guidage des fils. Tiges de guidage et vis d'avancement qui assurent le déplacement du système

FIGURE D.5: Fils alignés sur le tambour. À droite, densité de 6 fils/mm, au centre 4 fils/mm et à gauche 2 fils/mm

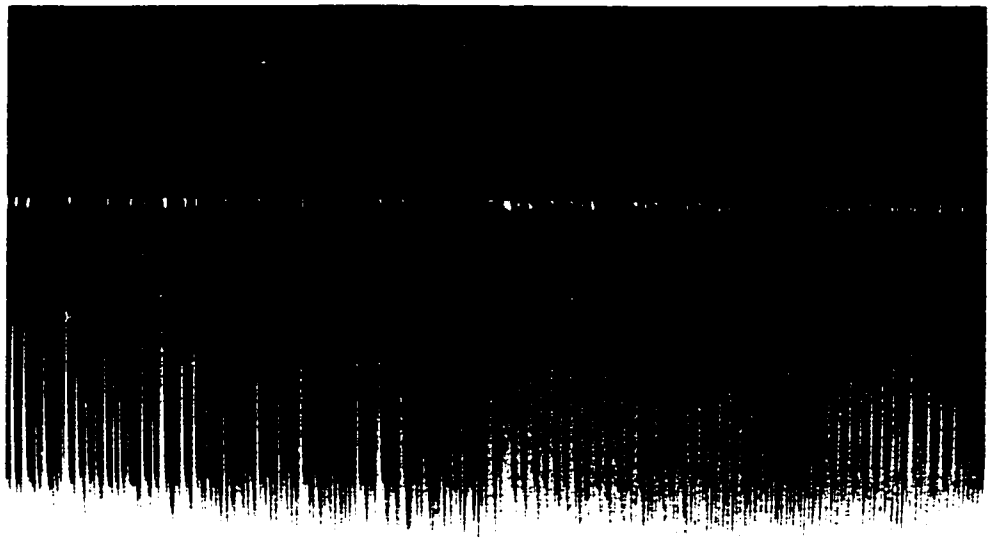


FIGURE D.6: Fente de découpage. La zone ombrée est la résine époxy

Lors d'un premier essai, les fils avaient été collés en deux endroits, diamétralement opposés. Après avoir découpé les fils et les avoir enlevé du tambour, il a été observé que le "tissu" se tordait sur lui-même. Ceci était dû au fait que la méthode d'embobinage des fils leur imprimaient une torsion sur eux-mêmes. Cela produisait donc dans le tissu des contraintes de torsion indésirables, en plus de le rendre difficile à mouler. Par la suite, les tissus n'ont été collés que d'un côté. Ils sont ensuite découpé en deux endroits, entre les bandes de colle et au point diamétralement opposé tel qu'illustré à la figure D.7. Cela laisse une extrémité du tissu libre et permet d'enlever la torsion des fils.

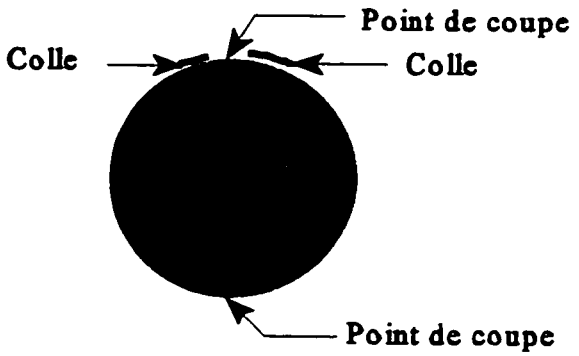


FIGURE D.7: Vue de côté du tambour indiquant les points où le tissu est collé et ceux où il est découpé

Le tissu est ensuite découpé en bandes de 15 mm. Cette tâche est facilitée si lors de l'enroulement, le faisceau était maintenu à une largeur inférieure à 1 mm. Les faisceaux sont

alors bien visibles dans le tissu et il suffit de les compter. Ces bandes sont placées sur une plaque inclinée à 45°. Les fils s'alignent sous leur poids et l'autre extrémité des bandes peut alors être collée avec la résine époxy. Les bandes de fils sont maintenant prêtes à être moulées.

D.1.3 Moulage des échantillons AMF/PU

Afin d'assurer une bonne adhésion entre les fils et la résine, les fils sont nettoyés à l'acétone avant le moulage. Un apprêt (primer lexus) a aussi été testé pour augmenter l'adhésion. Des tests d'arrachement ont permis de vérifier que l'application de cet apprêt permettait d'obtenir une plus grande force d'adhésion. Il a donc été utilisé sur une grande partie des échantillons. Cependant, lors des tests en tension, et particulièrement lors du précyclage des échantillons, il a été observé que cet apprêt se brisait en certains points, observables par une décoloration des fils. Ceci est dû probablement à un manque de flexibilité, étant donné que le précyclage était effectué à une déformation maximale de 4,5 %. Ce phénomène n'affectait pas les résultats finaux qui étaient semblables pour les échantillons sans apprêt et les échantillons avec apprêt. Mais l'utilisation de cet apprêt était inutile dans ce cas ci, et pour des applications futures, semblables à celles-ci, un nettoyage à l'acétone est largement suffisant pour assurer une bonne adhésion.

La première méthode de moulage essayée a été l'injection de la résine dans un moule fermé

contenant les fibres. Le moule était placé debout, le point d'injection étant en bas et le haut du moule étant ouvert pour assurer l'évacuation des bulles. Une telle méthode permet d'obtenir des plaques d'épaisseur très uniforme. Cette méthode n'a cependant pas donné de bons résultats. L'épaisseur étant faible (1 mm) et la viscosité élevée, un phénomène de capillarité se produisait et la résine montait directement vers le haut plutôt que de s'étaler en un front uniforme. Le moule n'était jamais complètement rempli et les échantillons contenaient de nombreuses poches d'air. Au contact du moule, la résine figeait également très vite et le temps de travail était trop court pour obtenir de bons résultats. La méthode décrite dans le chapitre 5 a donc été adoptée avec beaucoup plus de succès. Les photos des Figures D.8 à D.10 montrent le remplissage du moule. La résine est versée lentement dans le moule, en débutant à l'extrémité de droite. L'extrémité de gauche est ouverte et partiellement bloquée par un arrêt de néoprène. Ceci permet l'évacuation du surplus de résine, ainsi que des bulles d'air. Un joint de silicone (blanc) assure l'étanchéité du moule sur les côtés et le cadre métallique, d'une épaisseur de 1 mm, permet de contrôler l'épaisseur. La deuxième partie du moule (visible au fond de la Figure D.10) est ensuite placée. Il faut s'assurer de l'aligner premièrement à droite et de l'abaisser tranquillement pour éviter l'emprisonnement de bulles d'air et permettre l'évacuation du surplus de résine vers la gauche. Des serre-joints adaptés au moule permettent de fermer le moule de façon à assurer une bonne étanchéité et une épaisseur constante (Figure D.11). Des cordes attachées aux talons (voir Figure D.10) permettent d'exercer une tension afin de mieux aligner les fils. Des poids de 200 gr sont attachés à ces fils (Figure D.12).

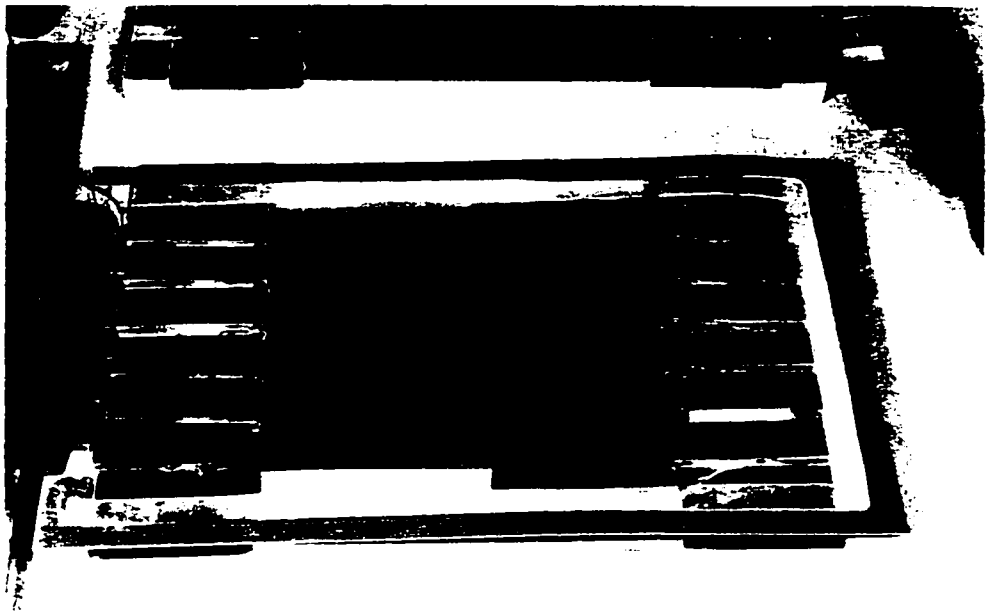


FIGURE D.8: Début du remplissage du moule en partant de la droite

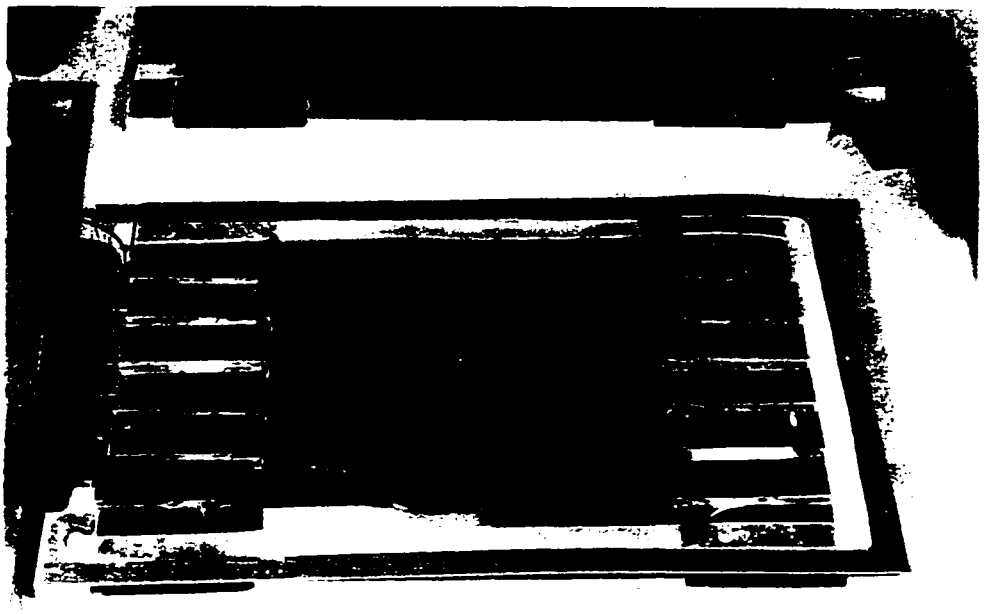


FIGURE D.9: Moule rempli au ¾

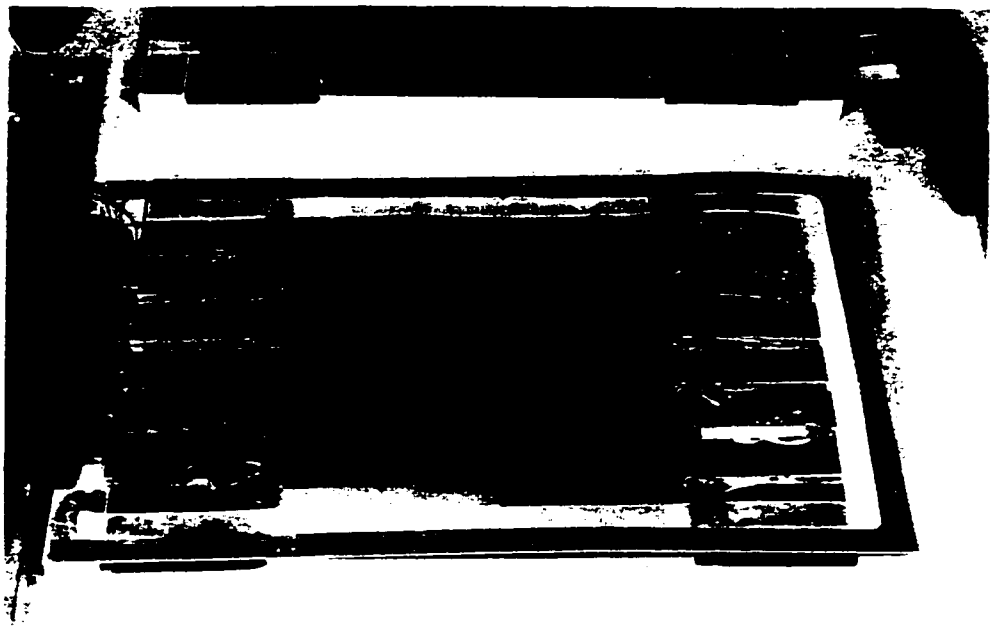


FIGURE D.10: Moule complètement rempli et prêt à être fermé

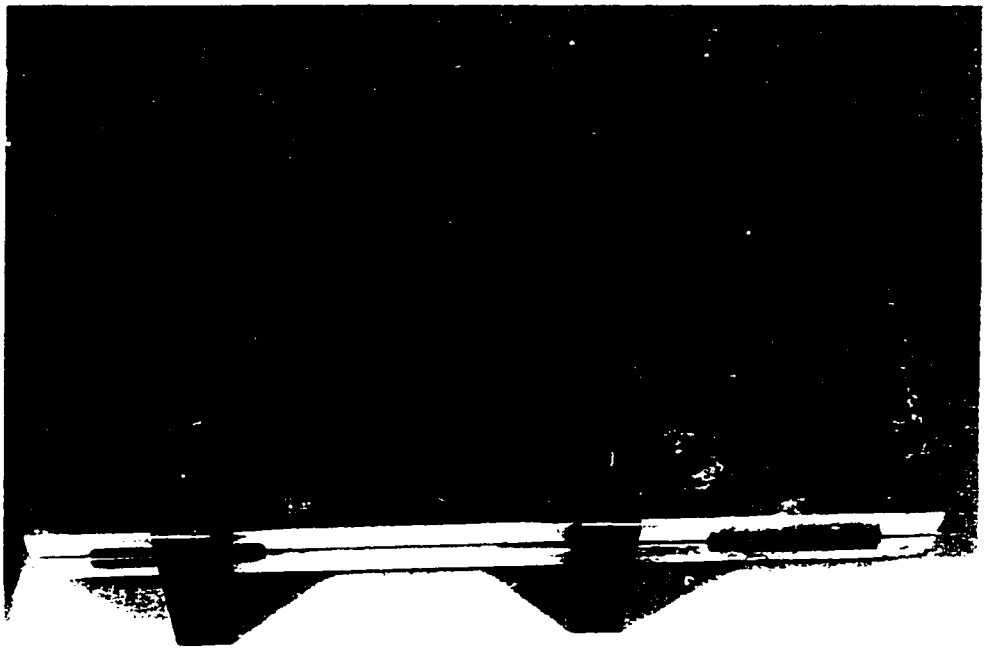


FIGURE D.11: Moule fermé

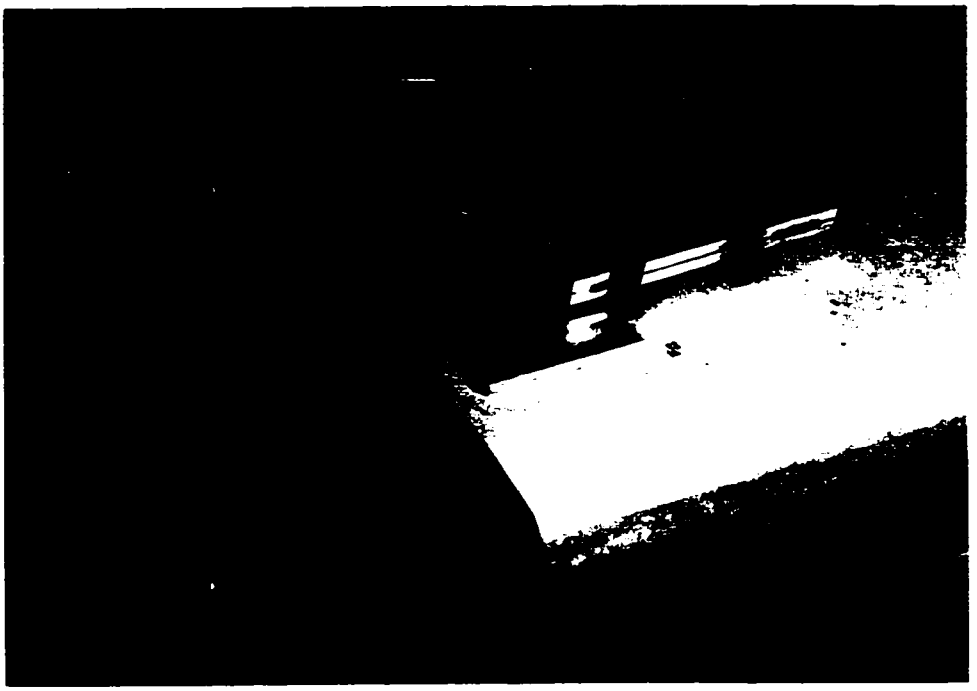


FIGURE D.12: Poids assurant une tension sur les fils

Les échantillons sont découpés une semaine après leur démoulage. La largeur moyenne des échantillons est légèrement plus grande que 15 mm (18 à 19 mm environ). Ceci est prévu afin d'éviter de couper dans les fils, qui sous l'application de la pression lors du moulage s'étalent un peu et occupent une largeur supérieure à 15 mm.

D.1.4 Moulage des échantillons NiTi/verre/PU

Pour ces échantillons, le moulage contact en sac sous vide a été utilisé pour assurer une meilleure imprégnation des tissus. Trois feuilles de tissus de fibre de verre, à la grandeur du

moule, sont découpées. Sur deux de ces feuilles, les bandes de fils NiTi sont placées de façon régulière, et maintenues en place à leurs extrémités avec un peu de colle époxy. La première feuille, avec les fils NiTi sur le dessus est placées sur une plaque, et imprégnée de résine. La deuxième et la troisième feuille, avec les fibres NiTi sous le dessous sont ensuite placées de la même façon. Le tout est ensuite placé sous sac et le vide est appliqué. L'épaisseur n'est assurée que par la pression du vide et ceci résulte en une variation d'épaisseur entre les échantillons tel que mentionné dans le chapitre 5.

Les talons aluminium, utilisés pour les composites AMF/PU se sont révélés inefficaces dans ce cas-ci. Les échantillons brisaient dans les mords. Le papier sablé a été sélectionné comme talon après plusieurs essais. Combiné à un contrôle rigoureux de la pression exercée par les mords pneumatiques utilisés, il donne de très bons résultats.

Un tissu de fibre de verre unidirectionnel a été choisi comme renfort. La densité de ce tissu a été déterminée en pesant 3 échantillons de 13 cm x 13 cm de tissu. Ces échantillons avaient des poids de 3,32, 3,36 et 3,40 gr. Dans 1 cm^2 de composite contenant 3 couches de tissu il y a donc:

$$(3{,}32+3{,}36+3{,}40)/(13\text{x}13) = 0{,}0596 \text{ g/cm}^2 \qquad \text{(D.1)}$$

de fibre de verre. La densité du verre étant égale à 2,7 g/cm^3, cela donne un volume de 0,0221 cm^3 de verre/cm^2 de composite.

D.2 RÉSULTATS

Le système d'acquisition de données et les logiciels de calcul utilisé pour les composites sont les mêmes que ceux qui ont été utilisés pour les fils. Le programme d'acquisition a simplement été modifié légèrement pour tenir compte de l'utilisation d'un extensomètre et du changement de cellule de charge. L'extensomètre, le modèle 623 13C-20 de MTS, a une déformation maximale de 15 %. Dans les tests, il a été utilisé à l'échelle 50, c'est-à-dire à 50 % de sa capacité, 7.5 % de déformation pour un signal de 10 V.

Les résultats présentés au chapitre 5 résument bien l'ensemble des résultats obtenus. Les courbes sont généralement données pour une déformation maximale de 4% parce que l'information y est plus claire, mais les courbes à 2 et 3 % de déformation maximale suivent la même évolution. La Figure 5.8 donne l'évolution des paramètres étudiés, le module de Young, la contrainte au plateau supérieur et la contrainte au plateau inférieur en fonction de la vitesse et de la déformation. Les résultats des analyses de variance pour le composite AMF/PU et pour le PU sont présentées dans les tables D.1 à D.6. Le Tableau D.3 indique que σ_U est dépendant de la déformation maximale pour le PU. Ceci est dû au fait que la déformation permanente du PU augmente lorsque la déformation maximale augmente, et la courbe au déchargement en est affectée.

Au chapitre 5, il était mentionné que les résultats des tests de tension sur le PU étaient très

sensible à la température. Pour déterminer l'influence de la température sur le PU, des tests de tension ont été effectués à des températures variant de 25 °C à 60 °C. Les courbes obtenues pour des températures de 30, 40, 50 et 60 °C sont présentées à la Figure D.13. La variation de la contrainte en fonction de la température a été déterminée pour σ_L, c'est à dire à 2 % de déformation.

TABLE D.1 : Résultats de l'ANOVA pour le module de Young du PU

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Déformation	0,00114694	2	0,000573472	1,81	0,1846
B:Taux de déformation	0,0278125	3	0,00927082	29,33	0,0000
RESIDUS	0,00758608	24	0,000316087		
TOTAL(CORRIGÉ)	0,0384855	35			

TABLE D.2 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau supérieur σ_L du PU

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Déformation	0,00507452	2	0,00253726	0,07	0,9357
B:Taux de déformation	12,5892	3	4,19639	110,23	0,0000
RESIDUS	0,913658	24	0,0380691		
TOTAL(CORRIGÉ)	13,7156	35			

TABLE D.3 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau inférieur σ_U du PU

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Déformation	5,13412	2	2,56706	94,42	0,0000
B:Taux de déformation	1,59063	3	0,53021	19,50	0,0000
RESIDUS	0,652533	24	0,0271889		
TOTAL(CORRIGÉ)	7,52347	35			

TABLE D.4 : Résultats de l'ANOVA pour le module de Young du composite AMF/PU

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Déformation	0,107489	2	0,0547444	1,36	0,2763
B:Taux de déformation	0,390023	3	0,126674	3,20	0,0414
RESIDUS	0,949934	24	0,0395806		
TOTAL(CORRIGÉ)	1,5721	35			

TABLE D.5 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau supérieur σ_L du composite AMF/PU

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Déformation	18,936	2	9,46798	2,75	0,0838
B:Taux de déformation	154,133	3	51,3777	14,95	0,0000
RESIDUS	82,5038	24	3,43766		
TOTAL(CORRIGÉ)	267,3	35			

TABLE D.6 : Résultats de l'ANOVA pour la contrainte au plateau inférieur σ_U du composite AMF/PU

Source de variation	Somme des carrés	d.l.	Moyenne des carrés	ratio F	Probabilité p
EFFETS PRINCIPAUX					
A:Déformation	66,8933	2	33,4467	21,85	0,0000
B:Taux de déformation	39,1091	3	13,0364	8,52	0,0005
RESIDUS	36,7391	24	1,5308		
TOTAL(CORRIGÉ)	146,819	35			

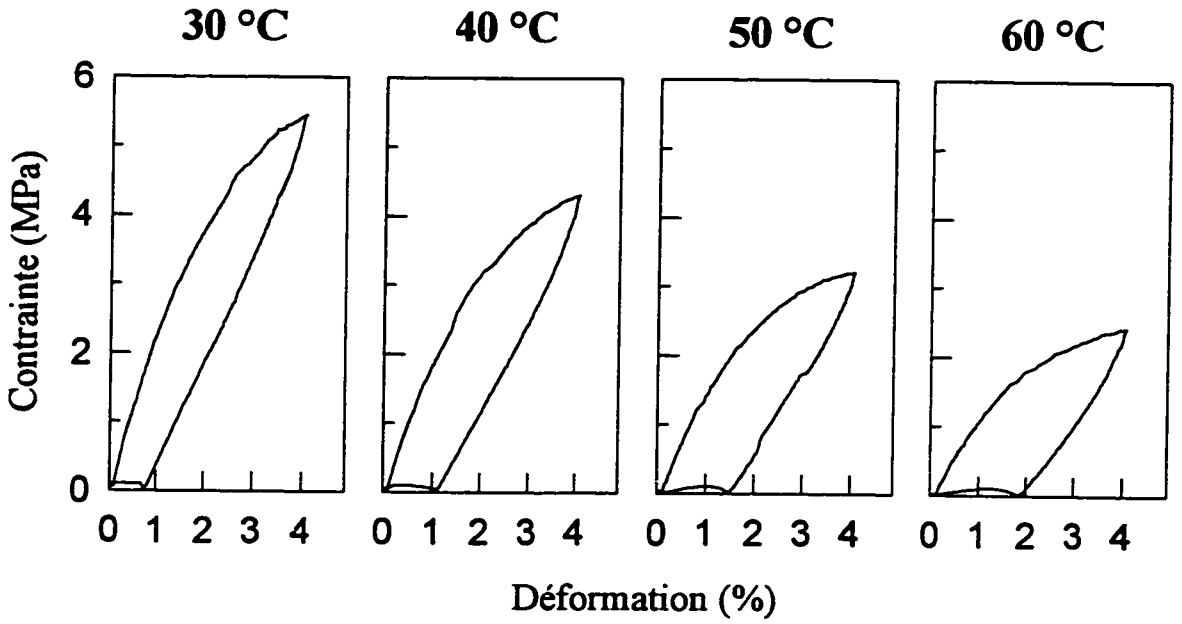
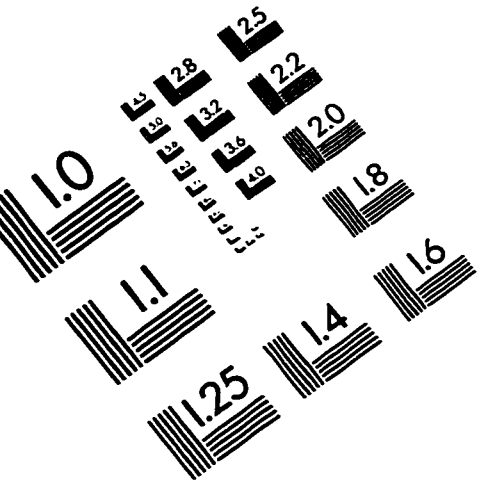
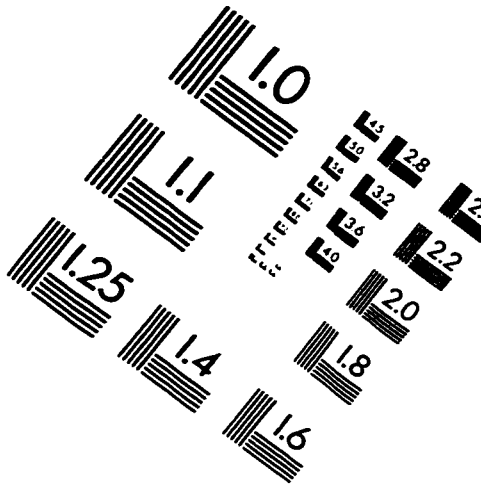
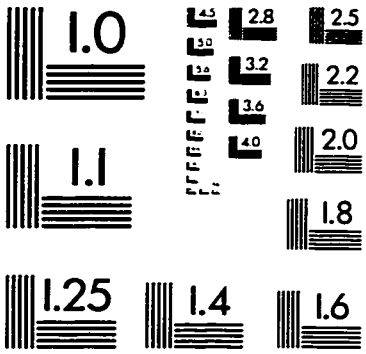


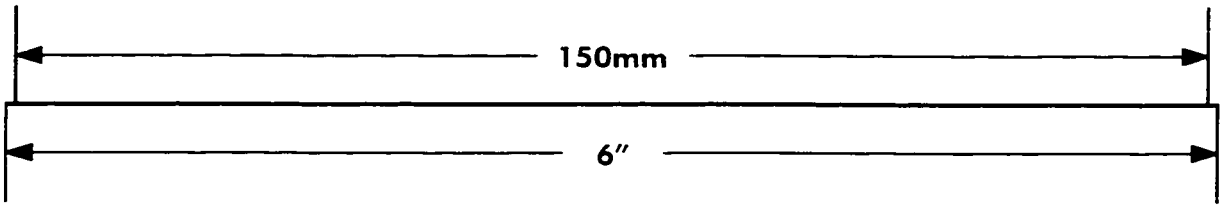
FIGURE D.13: Variation de la courbe contrainte-déformation du PU en fonction de la température

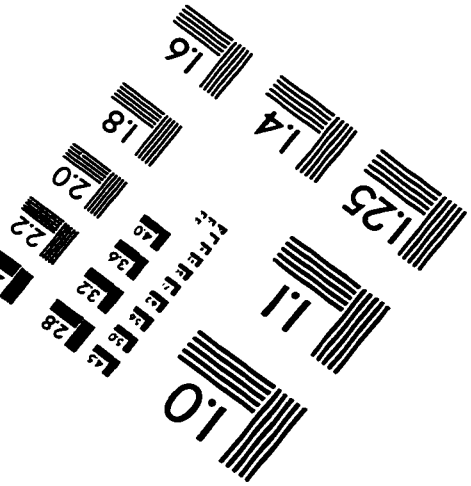
IMAGE EVALUATION TEST TARGET (QA-3)

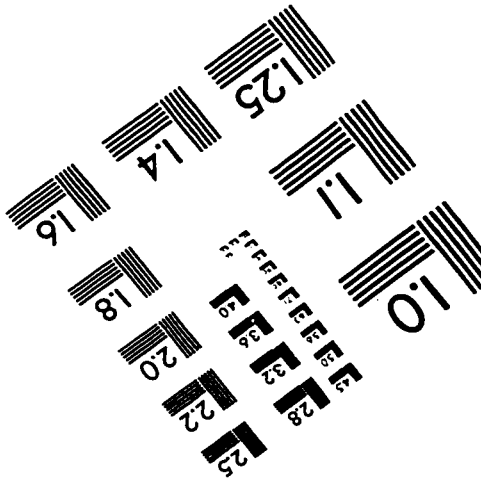










APPLIED IMAGE, Inc
1653 East Main Street
Rochester, NY 14609 USA
Phone: 716/482-0300
Fax: 716/288-5989

© 1993, Applied Image, Inc., All Rights Reserved