

# Etude du comportement thermomécanique d'un fil fin de NiTi par spectromètre dynamique mécanique et thermique

T. Alonso<sup>a</sup>, D. FAVIER<sup>a</sup>, G. Chagnon<sup>a</sup>

*a. Université de Grenoble Alpes/CNRS*

## Résumé :

*Les alliages à mémoire de forme de type NiTi présentent des phénomènes de déformation complexes liés aux transformations entre les différentes phases Austénitique (A), Martensitique (M) et phase R (R). Ces phénomènes sont observés à l'aide de nombreux dispositifs expérimentaux ayant pour objectif de déterminer les caractéristiques nécessaires pour la modélisation et la simulation.*

*Ce travail présente les résultats expérimentaux issus d'une analyse par un dispositif non conventionnel, qui couple un spectromètre mécanique et thermique, plus connu sous le nom DMTA (Dynamical Mechanical and Thermal Analysis) à une machine de traction classique. Des mesures du module de conservation ( $E'$ ) ont été effectuées pendant deux types d'essais sur des fils de NiTi à grains nanométriques. Les essais du premier type sont des tractions isothermes pour des températures allant de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $+150^{\circ}\text{C}$ , en charge/décharge et en charge jusqu'à rupture. Les essais de second type sont effectués sous contrainte constante s'échelonnant de 50 MPa à 1000MPa, au chauffage et refroidissement entre  $200^{\circ}\text{C}$  et  $-140^{\circ}\text{C}$ .*

*A partir de l'évolution de  $E'$  sur l'ensemble des essais, il est possible de détecter les changements de phase par une analyse des variations de  $E'$ . Il est ainsi possible de déterminer les domaines d'existence des différentes phases, séparés par les lieux de transformations directes et inverses. De plus, il a été effectué une analyse de l'évolution de  $E'$  en fonction de la température et de la contrainte de traction dans les domaines où l'alliage est monophasique, totalement austénitique ou martensitique. Les évolutions de  $E'$  sont importantes. Pour l'austénite,  $E'$  augmente avec la température, contrairement aux alliages métalliques usuels.*

## Abstract :

*Thermomechanical behaviour of NiTi SMA is due to the complex interaction between several deformation mechanisms including lattice elasticity, phase transformations between austenite (A), martensite (M) and R-phase (R), reorientations of R and/or M variants, twinning and detwinning phenomena and the usual plasticity due to dislocation movements. In this work, thermomechanical tensile behaviour of a commercial Ti-50.8at% Ni alloy wire of 0.1 mm in diameter was investigated by means of a device which combines a conventional tensile device with a dynamic mechanical and thermal analyser (DMTA). This non-conventional tensile device permits to study storage modulus ( $E'$ ) as functions of tensile stress, strain and temperature history.*

*First,  $E'$  was measured during usual isothermal tensile tests over a wide testing temperature range between  $-100^{\circ}\text{C}$  and  $150^{\circ}\text{C}$ . Second,  $E'$  was measured during thermal cycling under a constant tensile stress between 50 and 1000 MPa over wide testing temperature range between  $200^{\circ}\text{C}$  and  $-140^{\circ}\text{C}$ .*

*These tests are analysed to study dependences of phase transformations on stress and temperature and to bring new information concerning the value of the elastic moduli in the different stress-temperature regions.*

**Mots clefs:** Shape Memory Alloy, NiTi, Young Modulus, Austenite, Martensite, R-Phase

## 1 Introduction

Les alliages à mémoire de forme de type NiTi quasi-équiatomique font apparaître des mécanismes de déformation complexes incluant l'élasticité du réseau cristallin, des transformations de phases solides entre austénite (A), martensite (M), R-Phase (R), des phénomènes d'orientations/réorientations, de maclages et démaclages, ainsi que des mécanismes usuels de plasticité. La conception, la modélisation et la simulation de ces alliages nécessitent de connaître le comportement thermomécanique et de déterminer de nombreux paramètres, notamment les températures et les contraintes introduisant les transformations de phases ainsi que les modules élastiques des différentes phases. Classiquement, les températures de transformations de phases sous contrainte nulle sont déterminées à l'aide de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC),

alors que les modules élastiques macroscopiques - des phases (A) et (M) - et les transformations de phases induites par la contrainte sont déterminés par des essais de tractions isothermes. Plus finement les modules élastiques locaux (module de conservation) peuvent être déterminés par un spectromètre dynamique mécanique (DMTA). Habituellement les mesures DMTA sont effectuées lors de refroidissement et réchauffement sous faible contrainte [1, 2, 3, 4, 5, 6].

Ce travail présente des résultats issus d'une étude utilisant une DMTA un peu particulière car elle est combinée à une machine de traction classique. Ce dispositif permet entre autres de réaliser deux types d'essai, d'une part des essais où l'évolution du module de conservation ( $E'$ ) est mesurée lors d'un essai de traction isotherme, d'autre part des essais où l'évolution de  $E'$  est mesurée lors d'un balayage en température sous contrainte constante. L'association de ces deux types d'essais permet de connaître intégralement le domaine d'existence des différentes phases en fonction de la contrainte de traction et de la température, mais aussi de déterminer l'évolution du module élastique de conservation pour chacune des phases en fonction de la température et de la contrainte.

## 2 Dispositif expérimental et procédures

### 2.1 Matériau

Les essais ont été effectués sur un fil Ti-50.8at%Ni de diamètre 0.1mm (référence : FWM NiTi#1-SE) commercialisé par la société Fort Wayne Metals [7]. Ce fil de faible diamètre composé de grains nanométriques possède d'excellentes caractéristiques mécaniques, d'une part une très bonne super élasticité à température ambiante avec 0.5% de déformation résiduelle après un essai de traction à 10% et d'autre part une résistance à la rupture de 1600MPa. De par sa faible plasticité, ce fil est bien adapté à l'étude des modules d'élasticité des différentes phases.

### 2.2 Spectromètre dynamique mécanique et thermique

Tous les essais ont été réalisés avec un spectromètre dynamique mécanique et thermique (DMTA) Eplexor® 500N [8]. Ce dispositif non conventionnel est composé d'une unité supérieure qui permet d'appliquer une charge statique, en étant pilotée en déplacement/déformation ou en force/contrainte, et d'une unité inférieure qui permet d'appliquer les paramètres dynamiques avec une fréquence de 1Hz à 100Hz, en étant pilotée en déplacement/déformation ou en force/contrainte. Une enceinte thermique permet de réaliser les essais sur une gamme de température comprise entre -150°C et +500°C. Deux types d'essais ont été réalisés, d'une part des essais isothermes avec des mesures dynamiques lors d'un essai de traction que l'on nommera **balayage statique + DMA**, d'autre part des essais avec des mesures dynamiques lors d'un refroidissement puis réchauffement à contrainte constante que l'on nommera **balayage température + DMA**.

#### 2.2.1 Description de l'essai (balayage statique + DMA)

Cet essai, représenté Figure 1, consiste à faire des mesures de DMA tout au long d'un essai en traction isotherme. L'essai de traction est contrôlé en déformation dite statique. Après chaque incrément de déformation statique de pas  $\Delta\varepsilon_{\text{stat}}$ , la déformation statique  $\varepsilon_{\text{stat}}$  et l'effort statique correspondant  $F_{\text{stat}}$  sont mesurés. Puis un cycle dynamique est réalisé, consistant en une déformation dynamique sinusoïdale centrée sur  $\varepsilon_{\text{stat}}$  d'amplitude  $\varepsilon_{\text{dyn}}$  avec une fréquence  $f$ . Durant ce cycle dynamique, la force dynamique correspondante  $F_{\text{dyn}}$  est mesurée, ce qui permet de déterminer d'une part le déphasage  $\delta$  entre  $\varepsilon_{\text{dyn}}$  et  $F_{\text{dyn}}$  et d'autre part, le module de conservation  $E'$ . Pour une éprouvette de section  $S_0$ ,  $E'$  représentant la partie élastique du comportement est donné par

$$E' = \frac{F_{\text{dyn}}}{S_0 \varepsilon_{\text{dyn}}} \quad (1)$$

Tous les essais ont été réalisés avec  $f=100\text{Hz}$  et  $\varepsilon_{\text{dyn}}=0.1\%$ , choisi assez faible pour pouvoir avoir des mesures de  $E'$ , en début d'essai, à faible déformation statique ( $\varepsilon_{\text{stat}} > \varepsilon_{\text{dyn}}$ ).

#### 2.2.2 Description de l'essai balayage en température et DMA

Cet essai, représenté figure 2, consiste à faire une mesure lors d'un balayage en température sous une contrainte constante. L'échantillon est préalablement chauffé. Durant le refroidissement, à chaque pas de température un cycle dynamique est réalisé comme précisé au paragraphe 2.2.1, ce qui permet de déterminer

l'évolution de  $E'$ . Afin de pouvoir comparer ces valeurs avec les essais du paragraphe 2.2.1, les paramètres dynamiques appliqués sont identiques :  $f=100\text{Hz}$  et  $\varepsilon_{\text{dyn}}=0.1\%$

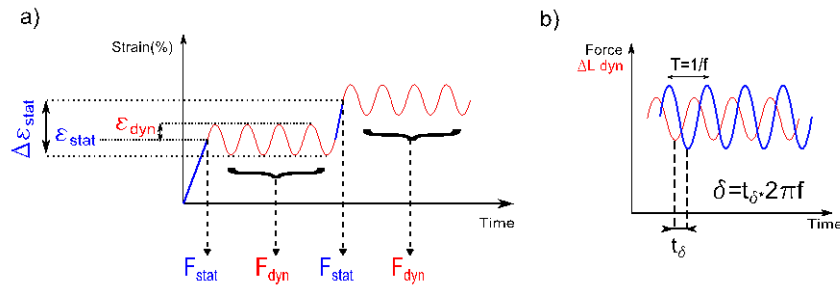


FIG. 1 – Principe de mesure lors d'un balayage statique + DMA

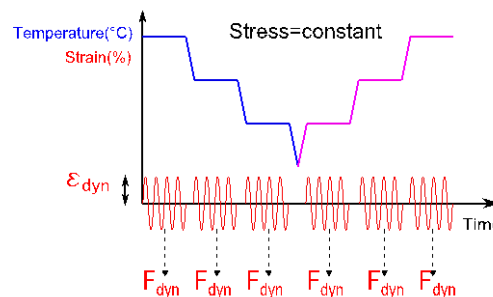


FIG. 2 – Principe de mesure lors d'un balayage en température + DMA

### 3 Résultats

#### 3.1 Résultats des essais balayage statique et DMA

Des essais ont été réalisés à différentes températures  $-100^{\circ}\text{C}$ ,  $-20^{\circ}\text{C}$ ,  $0^{\circ}\text{C}$ ,  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $40^{\circ}\text{C}$ ,  $60^{\circ}\text{C}$ ,  $80^{\circ}\text{C}$  et  $100^{\circ}\text{C}$ . La figure 3 présente les résultats du test à  $20^{\circ}\text{C}$ . La courbe supérieure représente la contrainte en fonction de la déformation, tandis que la courbe inférieure représente le module de conservation  $E'$  en fonction de la déformation.

Des points caractéristiques sont indicés de (1) à (8). Lors de l'étape initiale de déformation jusqu'au point 2, considérée usuellement comme la déformation élastique de la phase austénitique, on constate une forte variation du module  $E'$ . Ceci est expliqué par l'intervention dès ce stade de déformation de mécanismes autres que l'élasticité du réseau cristallin. Dans ce stade initial de déformation précédant le plateau, lors d'essai de traction sur tubes, Favier et al [9] ont montré par mesures couplées de champs cinématiques et thermiques qu'une partie importante de la déformation était due aux transformations de phase  $A \rightarrow R$  et  $A \rightarrow M$ , débutant bien avant le plateau. Ces transformations créent des interfaces dont les mouvements pendant les mesures dynamiques provoquent une diminution du module de conservation et une augmentation du module d'amortissement [10]. Lorsqu'une transformation  $A \rightarrow R$  a lieu entre le début de la charge et le plateau, le point (1) sera utilisé pour caractériser cette transformation  $A \rightarrow R$ . Il est connu que le plateau de déformation est associé à des phénomènes de localisation de déformation [9]; les points (2) et (3) correspondent aux début et fin de cette localisation à la charge. Entre les points (3) et (4), le matériau est constitué de martensite orientée et d'austénite résiduelle qui continue à se transformer [9]. Le début de la décharge entre (4) et (5) a lieu de manière homogène et implique immédiatement en plus de l'élasticité du réseau cristallin un mécanisme de déformation impliquant la transformation inverse (M orientée)-A. Entre les points (5), (6), (7), la déformation est localisée, due en grande partie à la transformation inverse  $M \rightarrow R$ . Entre (7) et la fin de la décharge, la déformation est homogène, mais n'est pas uniquement due à de l'élasticité de l'austénite; le point (8) est utilisé pour caractériser la transformation inverse  $R \rightarrow A$ .

Les figures 4a) et 4b), représentent les valeurs de  $E'$  pour l'ensemble des essais respectivement durant le chargement et le déchargement auxquelles ont été superposées les valeurs des points caractéristiques identifiés sur les différentes courbes isothermes.

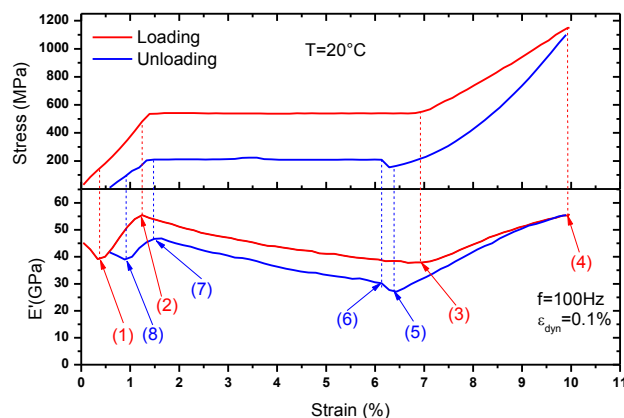
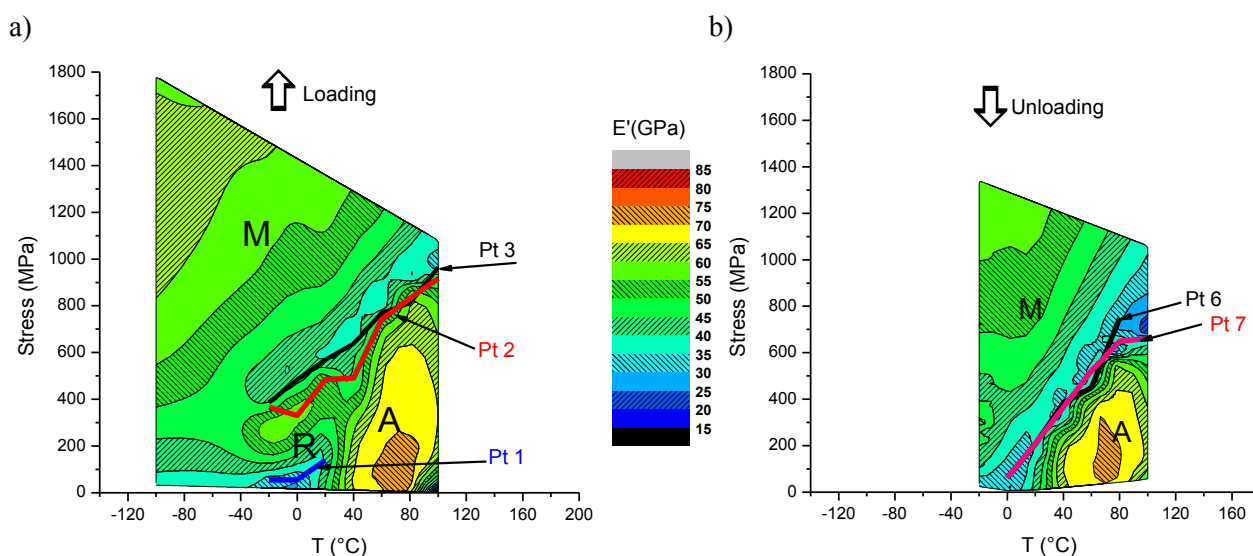


FIG. 3 – Résultats d'un essai balayage statique + DMA réalisé à 20°C

FIG. 4 – Carte des isovaleurs de  $E'$  en fonction de la température et de contrainte avec identification des domaines d'existence des différentes phases lors des essais de balayage statique + DMA lors du a) chargement b) déchargement

### 3.2 Résultats des essais balayage en température et DMA

Des essais ont été réalisés à différentes contraintes 50MPa, 100MPa, 200MPa, 300MPa, 390MPa, 490MPa, 590MPa, 790MPa et 990MPa. La figure 5, présente les résultats sous 300MPa. La courbe supérieure représente la déformation en fonction de la température, tandis que la courbe inférieure représente le module de conservation  $E'$  en fonction de la température. Sur cette courbe ont été placés un certain nombre de points caractéristiques, identifiés de (1') à (11'). Lorsque  $T$  diminue,  $E'$  diminue tout d'abord régulièrement entre (1') et (2'), puis beaucoup plus fortement jusqu'à atteindre un minimum en (3'). La baisse importante de  $E'$  entre (2') et (3') est associée à une déformation sous contrainte, due à une première transformation de phase de type A→R. Ensuite  $E'$  augmente et atteint un maximum en (4') puis subit une chute importante en (5'). La chute entre (5') et (6') correspond à une deuxième transformation de type R→M confirmée par la grande déformation correspondante ; des travaux supplémentaires sont à effectuer pour confirmer que cette déformation entre (5') et (6') est localisée.  $E'$  augmente à nouveau lors du refroidissement entre (6') et (7'). Lors du réchauffement  $E'$  subit une augmentation importante entre (8') et (9') qui correspond à la transformation inverse certainement localisée M→R. Le point (10') est considéré pour caractériser la transformation R→A.

Les figures 6a) et 6b), tracées dans le plan contrainte de traction-température, représentent les lieux des changements de phases déterminées par l'analyse des courbes sous différentes contraintes. Ces lieux sont raisonnablement linéaires, comme prévus par la relation de Clausius-Clapeyron. Les droites ont alors été prolongées en traits pointillés jusqu'à contrainte nulle. La courbe noire issue de la mesure par Differential

Scanning Calorimetry (DSC) a été superposée, et permet de valider la transformation A→R, R→A détectée avec les mesures issues de la DMA. La limitation à -100°C de la DSC utilisée n'a pas permis de détecter la transformation R→M.

Les figures 7a et 7b représentent les valeurs de E' pour l'ensemble des essais respectivement durant le refroidissement et le réchauffement auxquelles ont été superposés les domaines d'existence des différentes phases.

#### 4 Détermination des modules d'élasticité des différentes phases

Les cartes d'isovaleurs de E' issus des essais de balayage statique (figure 4) et de balayage en température (figure 7) montrent que même loin des lieux des transformations de phase, le module de conservation E' évolue fortement. A titre d'exemple, pour un matériau à haute température et faible contrainte que l'on peut considérer comme totalement austénitique, E'(Austénite) est mesuré sur la Figure 4 augmentant de 75 à 80GPa lorsque par exemple T atteint 90°C ; il atteint 85GPa sur la figure 7 à T=200°C. Cette augmentation de E' de l'austénite avec la température, non usuelle pour les matériaux métalliques, doit être investiguée plus en détail.

Les mesures des modules E' des phases R et martensite M sont du fait du processus expérimental des modules de phase R ou M orientées. Des essais sont en cours pour mesurer ces mêmes modules sur des matériaux avec de la martensite auto-accomodée. Dans ce cas, seule l'anisotropie du fil initial interviendra.

#### 5 Conclusion

Cette étude expérimentale par une méthode originale, a permis de cartographier sur les valeurs de module de conservation en fonction de la température et de la contrainte. Après avoir identifié les domaines d'existence des différentes phases par une analyse du module de conservation, les modules de conservation et leurs évolutions ont pu être proposés pour chacune d'entre elles. Il apparait que les transformations de phases influencent les valeurs des modules de conservation de manière très importante y compris loin des lignes de transformation.

#### Remerciements

Ce travail a été effectué dans le cadre du programme de recherche ANR (N2010 BLAN 90201) ANiM : Architected NiTi Materials

#### Références

- [1] Besseghini S, Villa E, Portman J, 2006, "DMA characterization of a Ni50.5at%Ti shape memory alloys" *Int. J. Applied Electromagnetics & Mechanics*, 23, 33–38.
- [2] Cai W, Lu XL, Zhao LC, 2005, "Damping behavior of TiNi based shape memory alloys" *Mater. Sci. Eng. A*, 394, 78–82.
- [3] Chang S, Wu SK (2006). "Damping Characteristics of Cold-Rolled and Annealed Equiatomic TiNi Shape Memory Alloy" *Key Engineering Materials*, 319, 9–16.
- [4] Da Silva NJ, Grassi END, De Araújo CJ, 2010, "Dynamic Properties of NiTi Shape Memory Alloy and Classic Structural Materials: A Comparative Analysis". *Mater. Sci. Forum*, 643, 37–41.
- [5] Liu Y, Xiang H, 1998. "Apparent modulus of elasticity of near-equiatomic NiTi" *J. Alloys Compounds*, 270, 154–159.
- [6] Roy D, Buravalla V, Mangalgi P, Allegavi S, Ramamurty U, 2008 "Mechanical characterization of NiTi SMA wires using a dynamic mechanical analyzer" *Mater. Sci. Eng. A*, 494, 429–435.
- [7] Site WEB : <http://www.fwmetals.com/nitinol-wire.php>
- [8] Site WEB : <http://gabo.com/2/products/eplexor-dma-dmts/>
- [9] Favier D, Louche H, Schlosser P, Orgeas L, Vacher P, Debove L, 2007, "Homogeneous and heterogeneous deformation mechanisms in an austenitic polycrystalline Ti-50.8at%Ni thin tube under tension. Investigation via temperature and strain fields measurements" *Acta Mater.*, 55, 5310–5322.
- [10] Van Humbeeck J, 2003, "Damping capacity of thermoelastic martensite in shape memory alloys" *J. Alloys Compounds*, 355, 58–64.

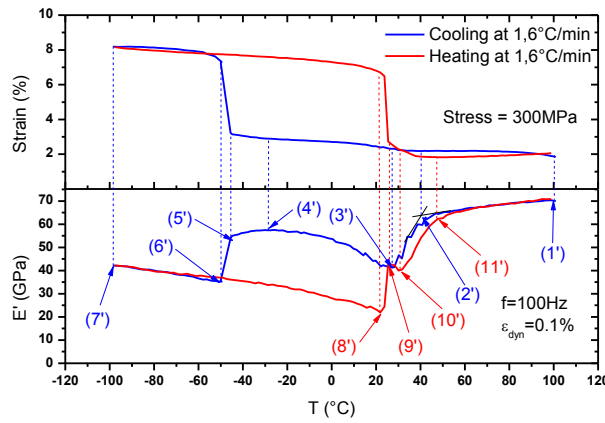


FIG. 5 – Résultats d’un essai de balayage en température + DMA réalisé sous une contrainte de 300MPa

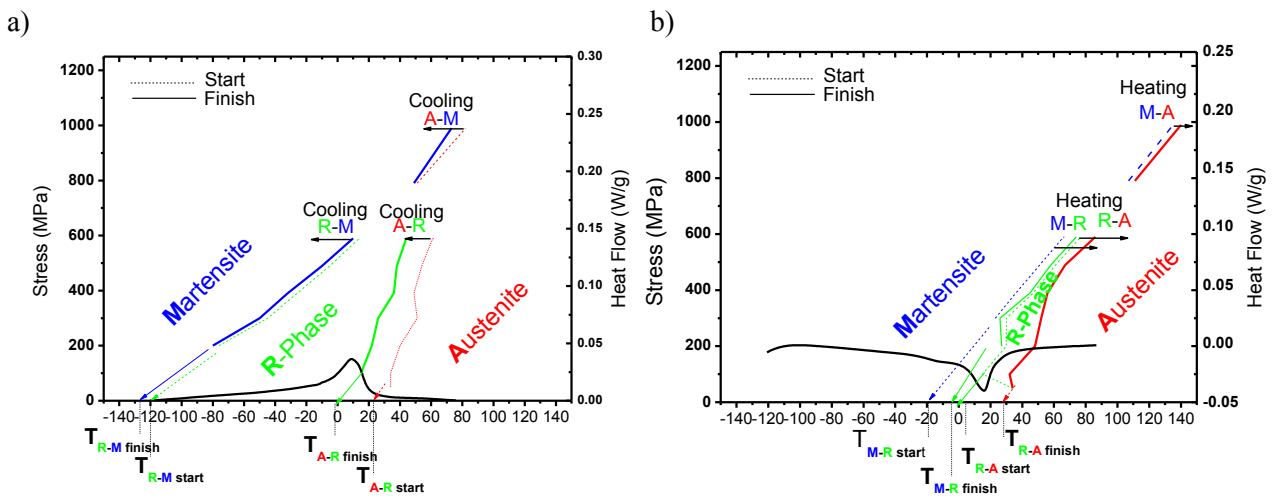


FIG. 6 – Domaines d’existence des différentes phases lors des essais de balayage en température + DMA et comparaison avec la mesure par DSC lors du a) refroidissement b) réchauffement

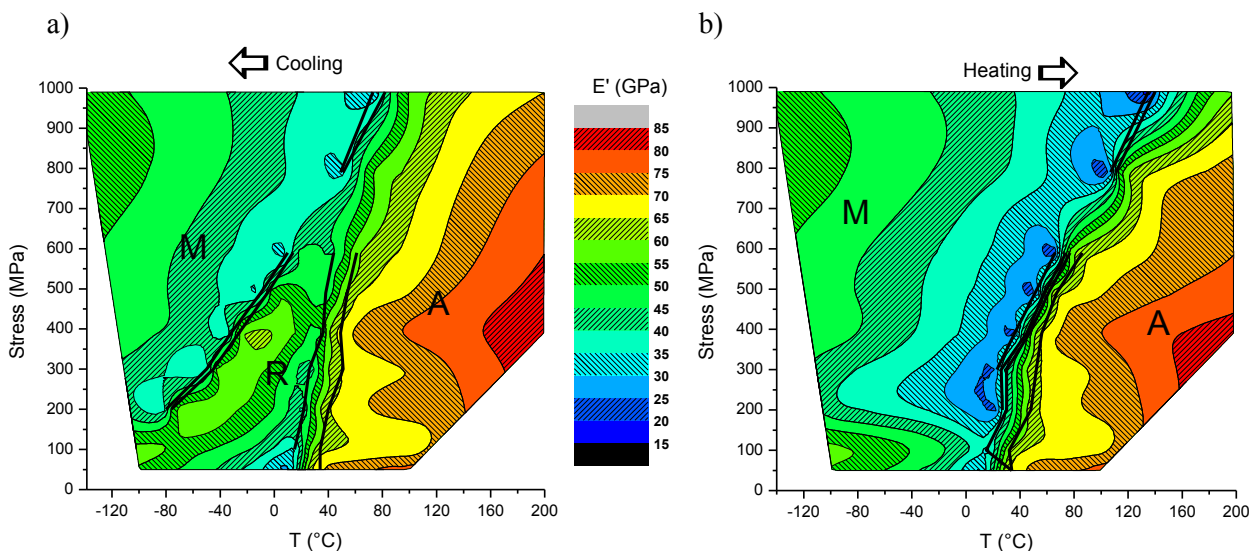


FIG. 7 – Carte des isovaleurs de E' en fonction de la température et de la contrainte avec identification des domaines d’existence des différentes phases lors des essais de balayage en température + DMA lors du a) refroidissement b) réchauffement