



HAL
open science

Analyse expérimentale du comportement de l'alliage à mémoire de forme Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ en vue de dimensionnement par éléments finis d'une application de serrage

Boris Piotrowski, Tarak Ben Zineb, A. Ebehardt, Etienne Patoor

► To cite this version:

Boris Piotrowski, Tarak Ben Zineb, A. Ebehardt, Etienne Patoor. Analyse expérimentale du comportement de l'alliage à mémoire de forme Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ en vue de dimensionnement par éléments finis d'une application de serrage. CFM 2011 - 20ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2011, Besançon, France. hal-03422822

HAL Id: hal-03422822

<https://hal.science/hal-03422822>

Submitted on 9 Nov 2021

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

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

Analyse expérimentale du comportement de l'alliage à mémoire de forme $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ en vue de dimensionnement par éléments finis d'une application de serrage

B. Piotrowski^a, T. Ben Zineb^b, A. Ebehardt^a, E. Patoor^a

a. LEM3 - Arts et Métiers-ParisTech - UPVM - CNRS, 4 rue Augustin Fresnel F57078 Metz cedex 03 France

b. LEMTA - Nancy University - CNRS, 2 rue Jean Lamour F54500 Vandoeuvre lès Nancy France

Résumé :

L'alliage à mémoire de forme $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ est couramment utilisé pour des applications de serrage grâce à son large hystérésis. Afin d'appréhender son comportement thermomécanique, une campagne expérimentale a été réalisée. Elle comporte des essais de calorimétrie (DSC), des observations au MEB couplées à des analyses chimiques. Des essais de traction sur fil à différentes températures et des essais de recouvrement à déformation constante ont été également réalisés. Ceci a permis de construire un volume élémentaire représentatif (VER) pour cet alliage et développer une loi de comportement thermomécanique correspondant. Elle est basée sur le comportement d'une matrice en NiTi, des inclusions ductiles en Niobium et la technique d'homogénéisation de Mori-Tanaka. Elle a été implantée dans le code Abaqus et validée dans le cas d'un serrage induit par une bague en $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$. Cette validation a permis d'utiliser cette loi de comportement pour le dimensionnement par éléments d'applications en $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$.

Abstract :

$Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ SMA is usually adopted in tightening applications thanks to its large hysteresis. In order to improve understanding its behavior, several experimental tests have been conducted. DSC tests; SEM observations coupled with chemical analysis. Tensile tests on wires at various temperatures and recovery stress tests on several kinds of samples (rings with circular and rectangular section) were also conducted. A Representative Volume Element (RVE) is also characterised. A thermomechanical model describing the $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ particular behavior is proposed. Rich-niobium precipitates are considered as ductile inclusions embedded in a NiTi matrix. The macro homogeneous constitutive law depends on matrix's and inclusions' constitutive laws and the Mori-Tanaka transition scale technique. The $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ model is implemented in the ABAQUS. Finally, model was validated by comparisons with recovery stress tests on rings. This validation allows the use of the developed routine as design tool in industrial applications.

Mots clefs : Alliages à Mémoire de Forme en NiTiNb; Systèmes de serrage; Caractérisation expérimentale

1 Introduction

Les alliages à mémoire de forme à base de NiTi présentent une capacité de recouvrement intéressante permettant de les considérer pour des applications de serrage. Le système de serrage le plus répandu est celui utilisant une bague en AMF à l'état martensitique. En empêchant la bague de reprendre sa forme initiale par transformation inverse (Martensite - Austénite), lors d'un chauffage, un état de

contraintes assurant un tel serrage est induit. Par contre, à cause du faible hystérésis dans les NiTi, le niveau de contraintes va baisser de manière non négligeable lors du refroidissement par l'activation de la transformation directe. Afin de pallier cette baisse, la taille de l'hystérésis est augmentée. Pour y parvenir des précipités ductiles de Niobium sont introduits et une prédéformation est appliquée. La plastification des précipités de Niobium et de la matrice en NiTi induisent un important élargissement de l'hystérésis de transformation. En particulier, l'alliage Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ est un excellent candidat pour ce type d'applications.

Dans ce papier une campagne expérimentale permettant de caractériser cet alliage à mémoire de forme est détaillée. Elle a pour but de définir et de caractériser le comportement d'un volume élémentaire représentatif dans la perspective de disposer d'un outil de dimensionnement par éléments finis des systèmes de serrage exploitant les propriétés de recouvrement de cet AMF. En effet, de nombreux essais ont déjà été réalisés par d'autres équipes de recherche, notamment des observations au MEB [5] et des analyses par DSC [2]. Toutefois, certaines propriétés du matériau n'ont pas été testées, ou pas dans les conditions intéressantes pour notre étude. L'objectif est donc d'obtenir des informations complémentaires à celles données dans la littérature sur l'alliage étudié, et dans certains cas des comparaisons peuvent être faites pour valider les méthodes expérimentales utilisées. Les essais se divisent en deux parties, d'une part des observations microscopiques et des analyses de la microstructure, et d'autre part des essais thermomécaniques macroscopiques.

2 Analyse expérimentale du comportement de l'AMF Ni₄₇Ti₄₄Nb₉

2.1 Présentation de l'alliage étudié

Les échantillons de Ni₄₇Ti₄₄Nb₉ étudiés proviennent de la société Intrinsic Devices[®] et sont issus de deux types de bagues, l'une avec une section circulaire (S1R et S1P, $\phi=2\text{mm}$) et l'autre avec une section rectangulaire (S2R et S2P avec une section = $2.16 \times 10.6 \text{ mm}^2$). Le traitement mécanique (prédéformation) appliqué aux bagues pour les ouvrir est réalisé par le fournisseur, et n'est pas nécessairement le même selon les bagues. Un traitement de recristallisation est appliqué à une partie des échantillons (S1R et S2R), permettant d'annihiler l'effet de la prédéformation (chauffage à 800 °C pendant une heure, suivi d'une trempe à l'eau).

2.2 Observations au MEB (Microscope Électronique à Balayage)

Afin de modéliser le comportement thermomécanique de l'alliage, un Volume Élémentaire Représentatif (VER) doit être défini. Des observations au MEB sont ainsi réalisées sur chaque type d'échantillon. Des analyses de composition chimique et des analyses d'image permettent ensuite d'identifier les phases de la microstructure. Zhang et al., [5], ont montré que les inclusions de niobium sont présentes sous forme d'ellipses allongées parallèles. C'est pourquoi les observations réalisées dans cette étude sont faites dans un plan longitudinal et un plan transversal.

Au niveau plan longitudinal, des observations ont été effectuées sur plusieurs zones des divers échantillons. La figure 1 montre une micrographie représentative de la microstructure. Trois phases se distinguent, annotées sur la figure 1 : Une matrice, apparaissant en gris clair. Une analyse chimique révèle qu'elle est composée de 51 % de nickel, 46 % de titane et 3% de niobium (pourcentage atomique). Des inclusions allongées apparaissant en blanc, composées de 80 % de niobium, 13 % de titane et 7 % de nickel (pourcentage atomique). D'autres inclusions de forme rectangulaire dans le plan sont observées. Elles sont composées de 58 % de titane, 33 % de nickel et 9 % de niobium (pourcentage atomique). Leur longueur peut aller de 10 à 50 μm . À noter que les points noirs correspondent à des carbures de silicium situés au voisinage des inclusions riches en titane, et sont des artefacts provenant des opérations de polissage.

Au niveau plan transverse, les observations effectuées sont présentées en figure 2. Les inclusions riches en niobium apparaissent dans ce plan comme des disques de diamètre inférieur au micron. Les inclusions riches en titane sont sous forme de polygones plus ou moins réguliers dont la longueur principale n'excède pas les 10 μm . Ceci permet de reconstituer la forme tridimensionnelle des inclusions. Celles

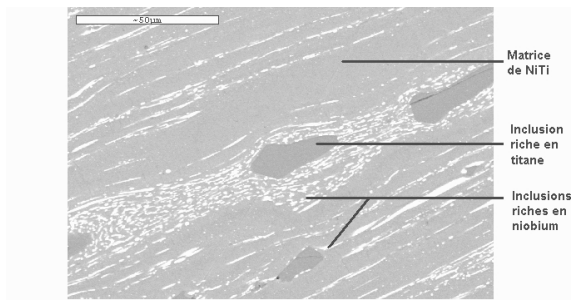


FIG. 1 – Micrographie dans le sens longitudinal - Échelle 50 μm

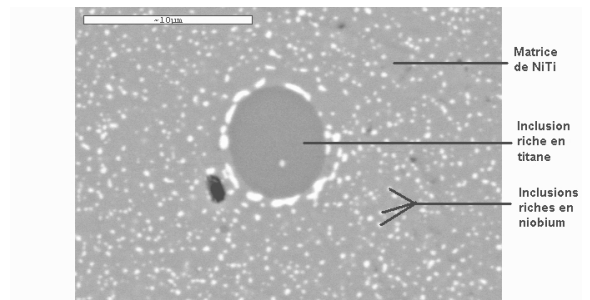


FIG. 2 – Micrographie dans le sens transverse - Échelle 10 μm

riches en niobium sont des ellipsoïdes très allongées, de longueur allant de 4 à 50 μm et de diamètre 1 micron. Celles riches en titane sont des blocs dont les dimensions dans les trois directions vont de $10 \times 10 \times 10 \mu\text{m}^3$ à $10 \times 10 \times 50 \mu\text{m}^3$.

Afin de déterminer la fraction de chacune des phases, les micrographies avec des échelles supérieures ou égales à 100 μm sont analysées à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images, figure 3. La moyenne des analyses sur l'ensemble des échantillons donne une proportion d'inclusions riches en niobium de 10,7 %, d'inclusions riches en titane de 1,5 %, et de carbures de silicium de 0,3 %. Le VER décrit par la

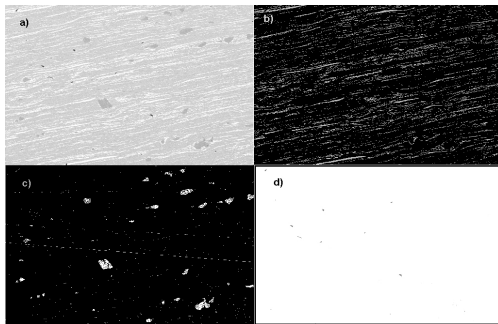


FIG. 3 – Analyse d'images

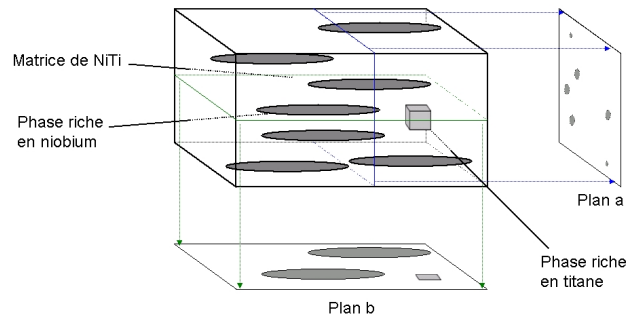


FIG. 4 – Représentation de la microstructure

figure 4 est proposé pour la partie modélisation (La phase riche en Titane sera négligée à cause de son faible pourcentage).

2.3 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC)

Deux types d'échantillons sont analysés, S2R et S2P. La valeur de A_s étant liée à la prédéformation, il est possible d'estimer cette dernière. La température varie avec une vitesse de 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, selon un cycle correspondant à un refroidissement jusqu'à -150°C suivi d'un chauffage jusqu'à 150°C . L'objectif de ces essais étant d'identifier l'effet de la prédéformation plastique sur les températures de transformation. Des échantillons ont été découpés sous forme d'un cube de 2 mm de côté, puis ont été chauffés jusqu'à 800°C pendant une heure et trempés dans de l'eau. Les températures de transformation martensitique s'étalent sur un large intervalle, ce qui entraîne que la variation du flux de chaleur dégagé lors de la transformation de phase est difficilement détectable. Alors que la température M_s apparaît clairement égale à -57°C , l'identification de M_f est moins aisée. Elle est de l'ordre de -78°C . Les températures M_s et M_f issues de la littérature ([2], [4]) sont comparées aux résultats obtenus sur nos échantillons. Pour M_s , ces essais donnent une valeur de -57°C alors que la littérature indique -64°C , [2]. Pour M_f , la valeur obtenue est -57°C alors que la littérature indique -92°C , [2]. Pour les températures de transformation inverse A_s et A_f , l'identification est plus simple. Les températures pour l'échantillon recristallisé sont $A_s = -18^{\circ}\text{C}$ (-23°C selon [2]) et $A_f = 5^{\circ}\text{C}$ (8°C selon [2]). D'autres échantillons ayant subi une prédéformation inconnue sont étudiés. Cette dernière peut être estimée en recherchant les températures de transformation inverse. Plus de détails à ce sujet sont dans [3].

2.4 Caractérisation thermo-mécanique

Essais de traction sur fils : Des essais de traction sur fils sont effectués afin de mettre en évidence le couplage entre la transformation de phase et la déformation plastique. La vitesse de déformation est de $3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Un cycle est composé d'une traction jusqu'à une déformation imposée, suivie d'une décharge jusqu'à atteindre une contrainte nulle, puis d'un chauffage jusqu'à une température supérieure à A_f soit 120 °C .

La figure 5 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour l'échantillon sollicité à 20 °C . La déformation élastique est progressivement accompagnée d'une déformation inélastique. Cette dernière semble être liée à la transformation de phase et à la plasticité. Lors de la décharge, le comportement est d'abord linéaire, puis une faible transformation inverse est observée jusqu'à atteindre une déformation rémanente de $15,4 \%$. Un chauffage appliqué ensuite jusqu'à 120 °C permet de recouvrer une partie de la déformation pour atteindre $12,5 \%$, soit presque 3% . D'autres essais ont été réalisés à 32 °C , 45 °C et 60 °C , [3]. Il en ressort les mêmes conclusions que pour l'essai à 20 °C .

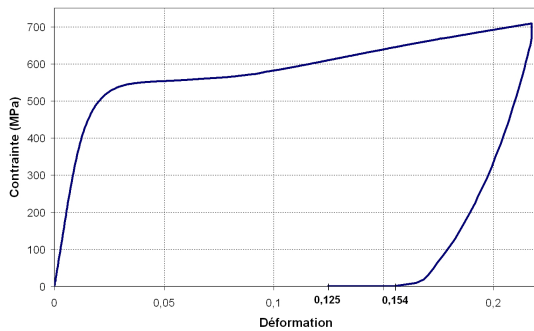


FIG. 5 – Essai de traction à 20 °C

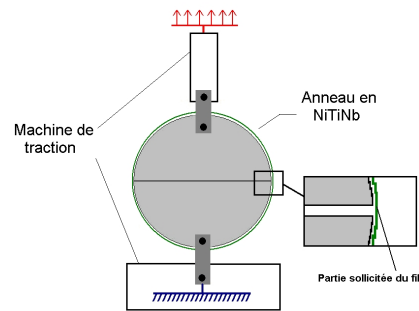


FIG. 6 – Dispositif d'essais

Chauffage à déplacement constant : L'objectif de ces essais est de tester le comportement du $\text{Ni}_{47}\text{Ti}_{44}\text{Nb}_9$ lorsqu'il est utilisé pour une bague de serrage. L'influence du traitement thermomécanique sur la bague est également étudiée car deux géométries différentes de bagues sont utilisées, dont la mise en forme diffère. Cette étude a nécessité la conception d'un montage particulier, figure 6. Il est constitué de deux parties d'un cylindre découpé dans le sens longitudinal, chacune reliée à l'un des mors de la machine de traction. Le déplacement étant maintenu constant, la bague est chauffée jusqu'à 160 °C et la force exercée sur la machine de traction lors de la rétractation de la bague est mesurée. Seules les deux parties qui ne sont pas en contact avec les demi cylindres sont supposées être contraintes. Quatre essais ont été effectués : trois sur des bagues de type S1 et un sur une bague de type S2. Ces essais permettent d'identifier la température maximale à appliquer à la bague pour revenir totalement en état austénitique, la variation des températures de transformation selon la contrainte appliquée et le niveau de prédéformation des bagues. Pour les bagues de type S1, les résultats des trois essais sont représentés sur la figure 7. L'influence de la dilatation de la chaîne cinématique sur la contrainte a été préalablement mesurée et les résultats présentés sont corrigés. Le comportement des bagues lors du chauffage peut être décomposé en trois parties.

- En dessous de A_s , l'évolution de la température n'influe pas sur la contrainte mesurée.
- Entre les températures A_s et A_f , la bague se referme ce qui entraîne une évolution quasi linéaire de la contrainte. L'écart déterminé par DSC entre ces deux températures est de 4 °C , mais elles évoluent selon la contrainte appliquée. Ainsi, la transformation inverse débute en dessous de 85 °C et se termine entre 145 et 155 °C . L'écart de 60 °C entre le début et la fin de la transformation étant prépondérant devant l'écart de 4 °C mesuré par DSC. La pente de transformation pour les cycles C1, C2 et C3 valent respectivement $5,2$; $8,8$ et $7,2 \text{ MPa/°C}$, soit une moyenne de $7,1 \text{ MPa/°C}$.
- Au dessus de A_f qui vaut en moyenne 150 °C , la contrainte se stabilise.

La température A_s à contrainte nulle, pouvant être estimée à 85 °C , est supérieure de 26 °C à celle déterminée par DSC. Les différences de températures de transformation entre les mesures mécaniques

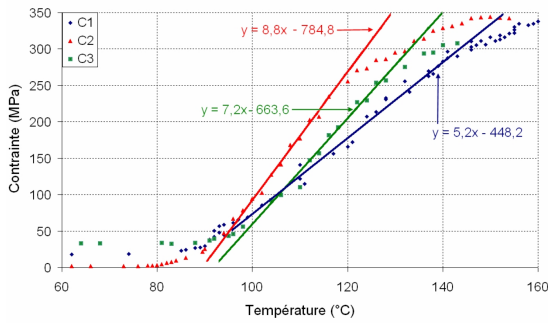


FIG. 7 – Contrainte - Température Bague S1

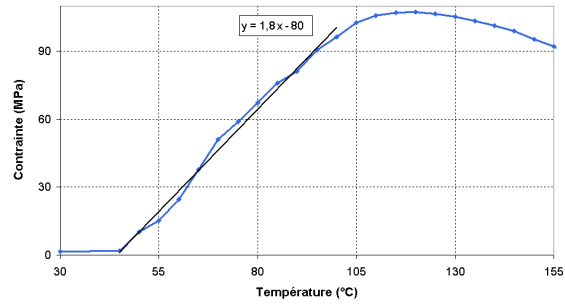


FIG. 8 – Contrainte - Température Bague S2

et thermiques sont assez fréquentes, et expliquées par leur évolution en fonction de la contrainte qui est non linéaire à basse contrainte.

Pour les bagues de type S2, le dispositif utilisé est du même type que celui présenté à la figure 6, adapté aux dimensions de la bague. La figure 8 présente l'évolution de la contrainte lorsque la bague S2 est chauffée. Bien que le comportement ait la même allure que pour les bagues S1, les valeurs des températures et des contraintes sont relativement différentes. La température de transformation inverse débute à 45 °C, cela signifie que la prédéformation appliquée à la bague S2 est inférieure à celle appliquée aux bagues S1. Même si la pression de serrage est plus faible, le serrage se fait dans la direction radiale et la contrainte mesurée ne tient pas compte de la contrainte de serrage sur le cylindre. Ceci a une incidence directe sur la valeur du coefficient d'évolution des températures de transformation selon la contrainte appliquée.

3 Analyse expérimentale et numérique d'un système de serrage en AMF Ni₄₇Ti₄₄Nb₉

3.1 Modélisation du comportement des AMF Ni₄₇Ti₄₄Nb₉

L'analyse expérimentale développée dans la section précédente a permis de définir un VER et d'identifier la majeure partie des paramètres matériaux de chaque constituant. Les autres paramètres (tel que les propriétés élastoplastiques du Niobium) sont obtenus à partir de la littérature. Ce VER est considéré pour la formulation d'une loi de comportement thermomécanique adaptée aux AMF NiTiNb. Cette dernière considère une loi locale décrivant le comportement de la matrice en NiTi, développée par Chemisky-Duval et al. ([1]), une autre décrivant le comportement élastoplastique des inclusions de Niobium et la technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka. Cette loi de comportement ainsi que son implémentation dans le code EF Abaqus sont détaillées dans les références suivantes ([3],[1]).

3.2 Système de serrage

Le système de serrage est décrit par les figures 9, 10 et 11. Il est composé d'une bague en Inconel, sur laquelle sont collées trois rosettes de jauges, et une bague en Ni₄₇Ti₄₄Nb₉. Il est inséré dans une enceinte thermique afin d'appliquer le cycle de chauffage refroidissement. Trois épaisseurs de la bague en AMF sont analysées. Le comportement de la bague en Inconel demeure élastique lors du serrage. La mesure des déformations par les rosettes permet de remonter à la pression de serrage, [3].

3.3 Confrontation des résultats expérimentaux et numériques

Les figures 12 et 13 présentent une confrontation des résultats expérimentaux à ceux des éléments finis pour les bagues fine et moyenne. Elles représentent l'évolution de la pression de serrage lors d'un cycle de chauffage refroidissement. Grâce à la taille importante de l'hystérésis de transformation, on constate que la baisse de la pression de serrage au cours du refroidissement final est faible et correspond uniquement à la différence de coefficients de dilatation entre l'AMF et l'Inconel. Enfin une bonne concordance est observée entre les résultats expérimentaux et numériques.

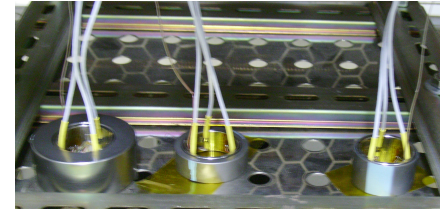
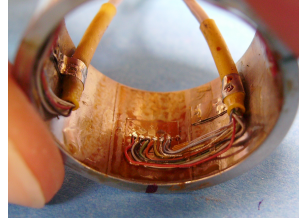
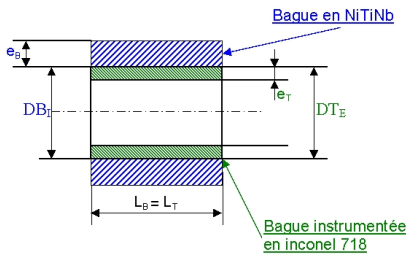


FIG. 9 – Système de serrage

FIG. 10 – Système de mesure

FIG. 11 – Dispositif de serrage

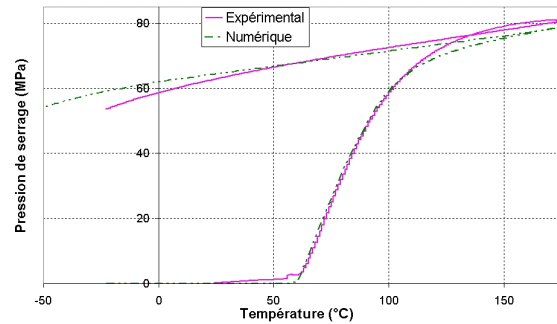
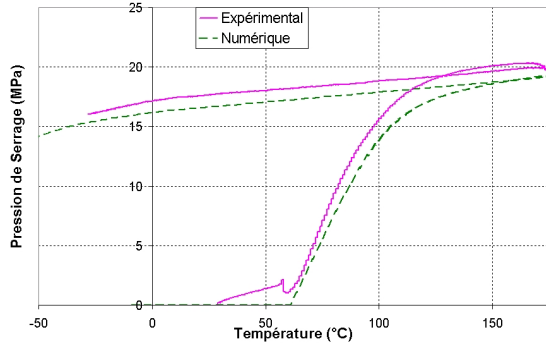


FIG. 12 – Comparaison modèle expérience pour la bague fine

FIG. 13 – Comparaison modèle expérience pour la bague moyenne

4 Conclusions

Dans cet article une campagne d'essais de caractérisation du comportement de l'AMF $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ est décrite. Elle a permis d'identifier un VER correspondant et les paramètres matériaux associés. Ces données ont été exploitées par la suite pour le développement d'un modèle de comportement basé sur la description du comportement de chaque phase et sur la technique de transition d'échelle de Mori-Tanaka. Enfin un dispositif de serrage utilisant des bagues en $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ est étudié expérimentalement et numériquement afin de valider l'approche numérique développée. La suite de cette étude concernera essentiellement l'analyse plus approfondie de l'effet de la plasticité sur les propriétés de transformation du côté expérimental et la prise en compte de la forme réelle et l'orientation des inclusions qui ont été supposées sphériques dans la présente étude.

Références

- [1] Y. Chemisky, A. Duval, B. Piotrowski, T. Ben Zineb, V. Tahiri, and E. Patoor. Numerical tool for SMA materials simulation - Application to composite structures design. *Smart Materials and Structures*, 1 :1–2, 2009.
- [2] X. M. He and L. J. Rong. DSC analysis of reverse martensitic transformation in deformed Ti-Ni-Nb shape memory alloy. *Scripta Materialia*, 51 :7–11, 2004.
- [3] B. Piotrowski. *Analyse numérique et expérimentale du comportement d'un alliage à mémoire de forme avec précipités ($Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$) : application à la connectique*. Thèse de doctorat, Nancy Université, 2010.
- [4] J. A. Simpson, K. Melton, and T. Duerig. Nickel/titanium/niobium shape memory alloy and article. United State Patent 4,770,725, 1988.
- [5] C. S. Zhang, Y. Q. Wang, W. Chai, and L. C. Zhao. The study of constitutional phases in a $Ni_{47}Ti_{44}Nb_9$ shape memory alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 28 :43–50, 1991.