

Mécanismes d'amorçage et de propagation de fissures dans un Alliage à Mémoire de Forme de type TiNi

A.L. Gloanec, P. Cerrachio, B. Reynier, A. Van Herpen, P. Riberty

UME/MS-ENSTA Paristech, 32 boulevard Victor, 75732 Paris Cedex 15, France

Résumé :

Cette étude décrit la phase d'amorçage et la phase de propagation de fissures pour un alliage à mémoire de forme de type TiNi. Soumis à un chargement cyclique, l'alliage présente un comportement classique pseudoélastique. Deux types de sites d'amorçage ont été mis en évidence : l'un aux interfaces martensite-martensite et/ou martensite-austénite et l'autre au niveau des joints de grains. La phase de propagation, quant à elle, résulte de la coalescence de plusieurs microfissures. Ces deux phases sont très explicitement discernables et représentent moins de 20% de la durée de vie du matériau.

Abstract :

In this study, fatigue crack initiation and propagation stages of a TiNi shape memory alloy are examined thanks to a low cycle fatigue interrupted test. Submitted to fatigue cyclic loading, even if the test carried out is stopped, the response of the alloy presents a classical pseudoelastic response. Two potential initiation crack areas are highlighted: at the phase interfaces or at the grain boundaries. Then, propagation results from the coalescence of many microscopic cracks. These two stages are detectable at the last 20% of the total fatigue life.

Mots clefs : pseudoélasticité, amorçage, propagation, alliage à mémoire de forme

1 Introduction

A l'heure actuelle, les Alliages à Mémoire de Forme (AMF) sont déjà utilisés dans des domaines très variés tels que l'aéronautique (activateur, ...), le biomédical (fils dentaires, agrafes, stents, ...), l'automobile et le domestique (branches de lunette, ...). Ces applications mettent en jeu différentes propriétés des AMF, comme l'effet mémoire simple sens [1, 2], l'effet mémoire double sens [2], la pseudoélasticité [3-5] ou encore l'effet amortissant [6]. Pour concevoir, dimensionner et assurer la fiabilité de ces systèmes, il est essentiel de disposer de modèles phénoménologiques robustes, aptes à représenter certains comportements complexes des AMF, comme le comportement en fatigue thermomécanique. La compréhension des mécanismes physiques régissant ce comportement cyclique et menant à la ruine du matériau est une étape primordiale.

Dans ce papier, nous nous focaliserons sur la superélasticité, également appelé pseudoélasticité. Cette propriété exprime la capacité du matériau à pouvoir se déformer, de façon très significative, lorsqu'un effort mécanique lui est appliqué. La déformation est réversible, il ne subsiste presque aucune déformation résiduelle après déchargement. Cette déformation résulte d'une transformation austénite-martensite dans des conditions isothermes et à une température supérieure à la température de fin de transformation de l'austénite. Au cours de cette étude la phase d'amorçage va être déterminée en détectant l'apparition de microfissures. Puis l'évolution de celles-ci va être suivie afin de détailler la phase d'amorçage. L'objectif de relier ces observations au le comportement cyclique du matériau.

2 Matériau de l'étude et conditions expérimentales

2.1 Matériau de l'étude

L'AMF, étudié ici, est un alliage à base de Titane et de Nickel, presque équiatomique. En effet, sa composition chimique est 51.3%_{at} Ti et 48.7%_{at} Ni.

Afin d'obtenir le caractère pseudo-élastique, un traitement thermomécanique préliminaire est effectué. Celui-ci se décompose en trois étapes :

- un traitement thermique à 850°C pendant 1h, suivi d'une trempe à l'eau. A cette température, au-dessus de la température de recristallisation dans le domaine austénitique [7, 8], toutes les contraintes résiduelles affectées à l'usinage peuvent ainsi être supprimées.

- un traitement mécanique correspondant à un écrouissage de 0 kN à 500 kN à 200°C. Cet écrouissage permet d'introduire, en phase austénitique, une quantité importante de dislocation et d'augmenter ainsi la résistance du matériau [9-11].

- un revenu à 400°C pendant 1h, suivi d'une trempe à l'air. A cette température, au-dessous de la température de recristallisation le taux important de dislocation introduit précédemment est maintenu [11].

La microstructure, résultant de ce traitement thermomécanique, est principalement composée de grains très fins d'environ 25 μm (Figure 1 a-).

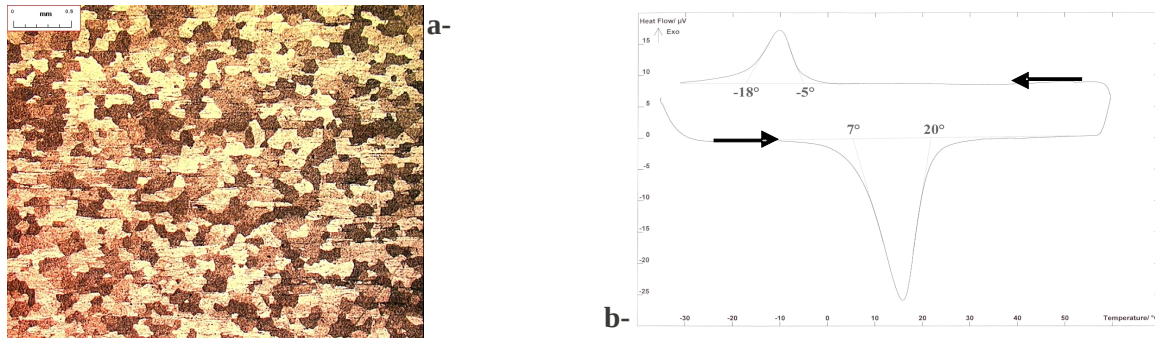


Figure 1 – Alliage à Mémoire de Forme de type TiNi (a-) microstructure, (b-) courbe DSC

Les températures de transformations de phases sont déterminées par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Sur la figure 1 b-, ci-dessus, est reportée, la variation d'échange de chaleur en fonction de la température. Dans un premier temps, partie basse de la courbe, le matériau est chauffé de -40°C à 60°C. A basse température la phase stable est la martensite. Le pic au environ de 16°C correspond à une transition de phase endothermique. L'aire de la surface représentée par ce pic correspond à la chaleur latente de transformation, les lignes de construction reportée sur le graphe aide à la détermination des températures de transformations : $A_s = 7^\circ\text{C}$ correspond au début de la transformation de la phase austénitique et $A_f = 20^\circ\text{C}$ à la fin de cette transformation. Au delà de 20°C, à haute température, la phase stable est l'austénite. Puis, dans un second temps, partie haute de la courbe, le matériau est refroidi de 60°C à -40°C. Le pic au environ de -10°C correspond à une transition de phase exothermique. Les températures de transformation de la phase martensitique sont : $M_s = -5^\circ\text{C}$ correspond au début de la transformation de la phase martensitique et $M_f = -18^\circ\text{C}$ à la fin de la transformation. Le matériau se retrouve à nouveau dans sa phase stable à basse température, à savoir l'austénite.

2.2 Conditions expérimentales

Les éprouvettes, utilisées lors de cette étude, sont des éprouvettes cylindriques dont les dimensions sont reportées sur la figure suivante :

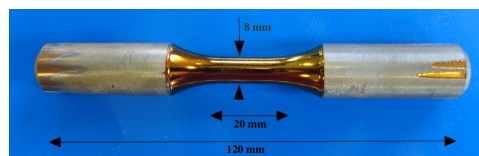


Figure 3 – Schéma d'une éprouvette

Afin d'éliminer les stries d'usinage et la couche d'oxyde provoquée par le traitement thermique à 850°C, le fût de l'éprouvette a été poli, dans un premier temps, manuellement au papier abrasif jusqu'au grade 4000, puis dans un second temps polé électrolytiquement.

L'essai de fatigue, de type oligocyclique, a été réalisé sur une machine hydraulique (MTS 810) de capacité 100 kN. L'essai fut conduit sous air, à 50°C pour se situer en phase austénitique, en contrôlant la force (de 0

à 23.4 kN). Le signal de commande utilisé était un signal triangulaire de 1Hz. L'amplitude de déformation a été mesurée avec un extensomètre (EPSILON) de base 10 mm placé sur la partie utile de l'éprouvette.

L'objectif de cette étude est d'observer l'amorçage de microfissures, d'une part, et de suivre leurs évolutions, d'autre part. La taille des sites d'amorçage a été arbitrairement fixée entre 5 et 10 μm . L'essai de fatigue est interrompu et à chaque arrêt l'éprouvette est déconnectée de la machine hydraulique, puis observée au Microscope Électronique à Balayage (MEB JSM 5910 LV). Les observations, rapportées ici, ont été perçues de façon homogène sur l'ensemble de fût de l'éprouvette.

3 Résultats et Discussion

3.1 Comportement cyclique

Le comportement cyclique, de l'AMF étudié ici, est présenté sous deux formes :

- de boucles d'hystérésis contrainte-déformation (figure 4 a- et 4 b-),
- d'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles (figure 4 c-). L'énergie dissipée représente l'aire de la surface des boucles d'hystérésis issues du digramme contrainte-déformation.

Au cours de sa durée de vie, l'AMF présente deux comportements bien différents :

– tout d'abord, du 1^{er} cycle au 1259^{ème} cycle (figure 4 a-) : une réponse classique, pseudoélastique, est observée. Malgré un essai interrompu, le comportement cyclique ressemble fort à celui décrit par Moumni et al. [4] ou par Miyazaki et al. [11] sur des essais non-interrompus. A savoir une réponse en contrainte-déformation caractérisée par des boucles d'hystérésis qui évoluent au cours du cyclage, en changeant de forme mais également en diminuant de taille. Néanmoins, ce changement de forme tend à se stabiliser lorsque le nombre de cycles augmente. Cette stabilisation se produit vers le 100^{ème} cycle, ce qui corrobore les observations reportées par de nombreux auteurs [6, 11-14]. Contrairement à Moumni et al. [4] ou à Paradis et al. [13], aucune déformation résiduelle n'est notée après le premier déchargement. Ici, la déformation résiduelle commence à apparaître à la fin du deuxième déchargement, augmente pendant le cyclage puis semble se saturer à 0.4%. Notez qu'afin d'observer le fût de l'éprouvette, l'essai est interrompu et l'éprouvette est retirée de la machine. A la reprise de l'essai, la forme de la boucle d'hystérésis reste inchangée. Ce comportement, rapporté dans un diagramme donnant l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles (figure 4 c-), montre une décroissance rapide de l'énergie pendant les dix premiers cycles, suivie d'une légère diminution jusqu'au 100^{ème} cycle puis d'une stabilisation complète jusqu'au 1250^{ème} cycle.

– puis du 1251^{ème} cycle à la rupture (figure 4 b-) : l'AMF présente toujours une réponse pseudoélastique classique. A la différence des 1250 premiers cycles, l'interruption de l'essai influe ici de manière significative sur la forme des boucles d'hystérésis et par la même sur l'évolution de l'énergie dispersée. En effet, à la reprise du cyclage (cycle 1260, 1310 ou 1360) une discontinuité est reportée, la valeur de l'énergie dissipée est plus importante à la reprise de la sollicitation qu'à l'arrêt de celle-ci. Cependant, la variation globale de l'énergie dissipée demeure sans changement : rapide décroissance puis stabilisation (figure 4 c-).

De nombreux auteurs [5, 13, 15] ont également noté ce type de comportement pour l'AMF de type TiNi. Pour eux, le fait d'effectuer des pauses, au cours du cyclage, introduit une dissipation de l'énergie à chaque reprise de la sollicitation. Un phénomène appelé «restauration de la déformation» se produit à chaque fois que le chargement est interrompu. Paradis et al. [5] explique que la déformation résiduelle, sensée être irréversible, peut être partiellement récupérée. L'augmentation de la valeur de l'énergie dissipée est observée à la reprise du chargement cyclique. Le phénomène de «restauration de la déformation» n'a pas pu être mis en évidence ici. En effet, afin d'observer au MEB le fût de l'éprouvette, cette dernière a été déconnectée de la machine servohydraulique, cachant de ce fait cette «restauration de la déformation».

Ici l'augmentation de la valeur de l'énergie dispersée observée après un arrêt de l'essai correspond à la présence d'un endommagement visible du matériau, à savoir amorçage de microfissures, coalescence et croissance de celles-ci.

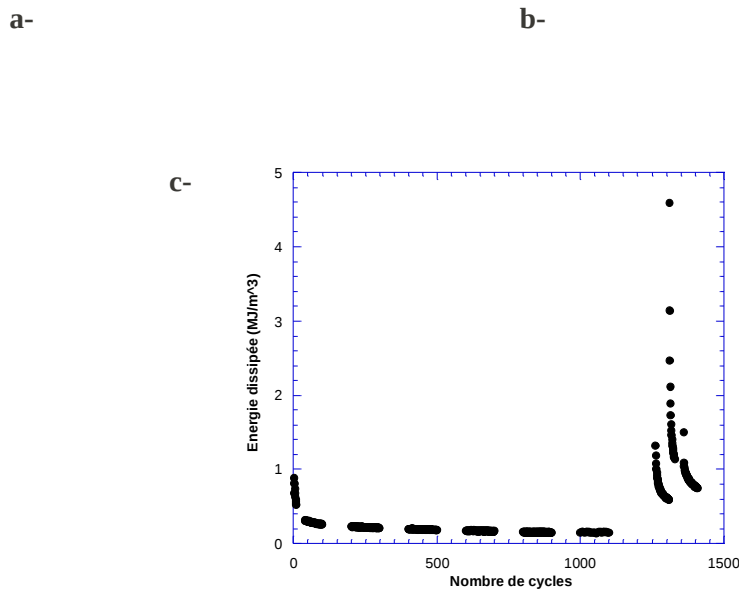


Figure 4 : Comportement cyclique (a)-comportement pseudo-élastique, cycles 1 à 1250, (b)-comportement pseudo-élastique, cycles 1260 à 1329, (c)-énergie dissipée en fonction du nombre de cycles.

3.2 Observations MEB

Afin de détecter l'amorçage de fissures et de suivre les évolutions de celles-ci, de nombreuses observations au MEB, du fût de l'éprouvette, ont été effectuées à différentes étapes du cyclage. Jusqu'au 1260^{ième} cycle, aucun amorçage de fissures n'a été détecté, seules quelques traces en forme de lignes dans des grains (figure 5 a-) ont été constatées. Ces traces indiquent une transformation en phase martensitique. Pour Miyazaki et al. [11], ces traces résiduelles de martensite augmentent avec le nombre de cycles et sont à l'origine de la déformation résiduelle formée lors du chargement cyclique. Les observations réalisées, ici, vont dans ce sens. En effet, les traces de martensites augmentent avec le nombre de cycles.

Deux types de sites d'amorçage de microfissures ont pu être constatés :

- la première, aux interfaces martensite-martensite et/ou aux interfaces austénite-martensite (figure 5 b-). Cette remarque a déjà été mentionnée par Miyazaki et al [11]. Pour ces auteurs, l'apparition de des traces résiduelles, forment des interfaces martensite-martensite et/ou austénite-martensite, qui peuvent être considérés comme des défauts dans le grain, et par la même, deviennent des sites potentiels d'amorçage de microfissures.

- la seconde, aux joints de grains (figure 5 c-). Cette observation est en totale contradiction avec celles de Melton et Mercier [16]. Pour ces derniers, un AMF de type TiNi ne montre pas aucune fragilité aux joints de grains.

Néanmoins, il semblerait que ce soit le premier type d'amorçage qui prédomine. En effet, l'amorçage des microfissures a principalement lieu dans les grains qu'aux joints de ces derniers. Le premier site d'amorçage est apparu au 1260^{ième} cycle. Durant les cycles de chargement suivants, les microfissures augmentent plus en nombre qu'en taille.

Hornbogen [17] rapporte que pour les aciers, la transformation de phase en martensite a tendance à retarder la progression de la fissure. En effet, cette transformation induit en pointe de fissure des contraintes de compression bloquant ainsi la croissance des fissures. Le même phénomène a très bien pu avoir lieu dans l'alliage de TiNi étudié ici. La transformation de phase martensitique bloque la propagation des fissures au détriment de la nucléation de celles-ci. Ce n'est seulement qu'au environ du 1400^{ième} cycle que toutes les microfissures coalescent, créant ainsi une croissance très rapide des fissures (figure 5 d-).

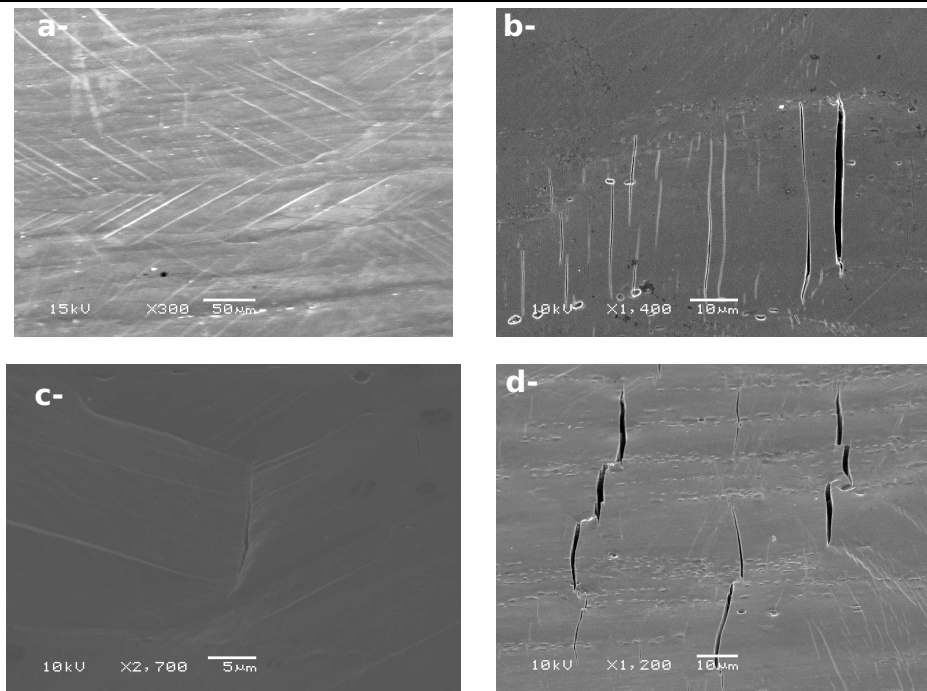


Figure 5 : Observations au MEB des sites d'amorçage (a)- traces résiduelles de martensites, (b)- amorçage aux interfaces martensite-martensite, (c)- amorçage aux joints de grains, (d)- propagation de fissures

Des observations du faciès de rupture (figure 6) mettent en avant un faciès peu accidenté, une rupture fragile sans présence de fissures secondaires. La zone d'amorçage (ligne trait plein), la zone de propagation (ligne en trait pointillée) et la zone de rupture sont très clairement identifiables. De nombreuses rivières convergent vers une zone unique qui est le site d'amorçage (figure 6 a-). A plus fort grossissement, la propagation et la rupture sont, toutes les deux, un mélange de type transgranulaire et de type intergranulaire (figure 6 b- et c-). L'éprouvette s'est rompue au 1576^{ième} cycle, ce qui signifie que l'endommagement visible, à savoir l'amorçage et la propagation de fissures, ne représente que 20 % de la durée de vie de l'éprouvette.

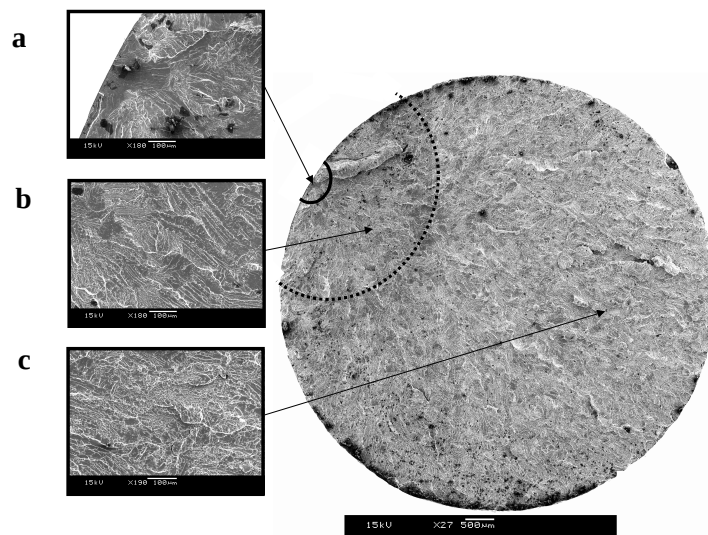


Figure 6 : Observation fractographique de l'éprouvette après rupture

4 Conclusions

Lors de cette étude, en effectuant un essai de fatigue interrompu, les phases d'amorçage et de propagation de fissures ont été étudiées pour un alliage à mémoire de forme, presque équiatomique, de type TiNi. Afin de détecter l'amorçage de microfissures et de suivre leurs évolutions, de nombreuses observations du fût de l'éprouvette ont été réalisées au microscope électronique à balayage. Les principaux résultats ressortant de cette investigation sont les suivants :

– le matériau présente un comportement pseudoélastique classique tout au long de sa durée de vie. A savoir, une réponse en contrainte-déformation caractérisée par des boucles d'hystérésis qui évoluent au cours du cyclage, en changeant de forme et en diminuant de taille. Néanmoins cette évolution tend à se stabiliser lors que le nombre de cycles augmentent.

– si cette réponse en contrainte-déformation est reportée dans un diagramme donnant l'évolution de l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles, l'évolution de cette énergie dissipée présente deux comportements. Tout d'abord, une décroissance rapide est observée durant les dix premiers cycles suivie d'une légère décroissance jusqu'au 100^{ième} cycle puis d'une stabilisation complète jusqu'au 1259^{ième} cycle. Malgré la réalisation d'un essai interrompu, aucune discontinuité de l'énergie dissipée n'a été observée durant cette première partie. En revanche, à partir du 1260^{ième} cycle, et ce jusqu'à la rupture de l'éprouvette, des discontinuités de l'énergie dissipée ont été relevées. En effet, à chaque reprise du chargement cyclique une augmentation de la valeur de l'énergie dissipée est reportée.

– le phénomène de «restauration de la déformation» n'a clairement pas pu être mis en évidence dans cette étude au vue du protocole expérimentale. Néanmoins, les observations menées au microscope électronique à balayage montrent que l'augmentation de la valeur de l'énergie dissipée peut être reliée à l'amorçage de microfissures. Deux sites d'amorçage ont été observés : la première aux interfaces martensite-martensite et/ou martensite-austénite à l'intérieur des grains et la seconde aux joints de grains. Des tests complémentaires à différentes températures, à différents niveaux de contraintes/déformations et à différentes fréquences de sollicitation vont être réalisés afin d'évaluer l'influence de ces paramètres extrinsèques sur le comportement à l'amorçage et à la propagation. Cette fois-ci, les éprouvettes ne seront plus retirées de la machine hydraulique, les observations du fût seront réalisées avec un microscope numérique et en utilisant la technique des répliques.

– l'endommagement visible, à savoir l'amorçage et la propagation de fissures, ne représente que 20 % de la durée de vie de l'éprouvette.

References

- [1] H.A. Mohamed and J. Washburn, *Metal. Trans.*, 7, 10-19, 1976.
- [2] K. Otsuka and X. Ren, *Intermetallics*, 7, 511-528, 1999.
- [3] S. Nemat-Nasser and W.G. Guo, *Shape Memory Alloys Mech. Mater.*, 38, 463-474, 2006.
- [4] Z. Moumni, A. VanHerpen and P. Riberty, *Smart Mater. and Struct.*, 14, 287-292, 2005.
- [5] A. Paradis, P. Terriault and V. Brailovski, *Comp. Mater. Sci.*, 47, 373-383, 2009.
- [6] M.C. Piedboeuf, R. Gauvin and M. Thomas, *J. Sound and Vibration*, 214, 885-901, 1998.
- [7] G.F. Bastin and G.D. Rieck, *Metal. Trans.*, 5, 1817-1826, 1974.
- [8] T. Saburi, S. Nenno, Y. Nishimoto and M. Zeniya, *J. Iron and Steel*, 72, 571-586, 1986.
- [9] H. Sehitoglu, C. Efstathiou, H.J. Maier and Y. Chumlyakov, *Mech. Mat.*, 38, 538-551, 2006.
- [10] S. Miyazaki, Y. Ohmi, K. Otsuka and Y. Suzuki, *Int. Conf Martensite Transformation*, Belgium, Supplement to *J. Phys.*, 43, C4-255, 1982.
- [11] S. Miyazaki, T. Imai, Y. Igo and K. Otsuka, *Metal. Trans. A*, 17, 115-120, 1986.
- [12] A.J. Shaw and S. Kyriakides, *J. Mech. Phys. Solids*, 43, 1243-1281, 1995.
- [13] A. Paradis, P. Terriault, V. Brailovski and V. Torra, *Smart Mater. and Struct.*, 17, 2008.
- [14] M. Dolce and D. Cardone, *Int. J. Mech. Sci.*, 43, 2631-2656, 2001.
- [15] V. Torra, A. Isalgue, F. Martorell, F. Casciati, F.C. Lovey, M. Peigney, P. Terriault, D. Tirelli and B. Zapico, *PROTECT2009*, Hayama, Japan, 2009
- [16] K.N. Melton and O. Mercier, *Acta Metal.*, 27, 137-144, 1979.
- [17] E. Hornbogen, *Acta Metal.*, 26, 147-152, 1978.